



Programa de la asignatura:

# Química analítica

## U1

Introducción a la química analítica



**Índice**

Presentación de la unidad .....	2
Competencia específica.....	4
Propósito .....	4
1.1 Importancia de la química analítica .....	5
1.1.1 Clasificación de los métodos analíticos .....	6
1.1.2 Etapas de un análisis cuantitativo.....	8
1.2 Herramientas de la química analítica.....	10
1.2.1 Técnicas de muestreo .....	11
1.2.2 Tratamiento de datos estadísticos .....	12
1.2.3 Operaciones básicas.....	18
1.2.4. Preparación de disoluciones.....	25
Cierre de la unidad .....	34
Para saber más .....	34
Fuentes de consulta .....	35

## Presentación de la unidad



Si revisas con atención la etiqueta de ciertos productos, te darás cuenta de que en algunas de ellas aparecen los nombres, fórmulas químicas y cantidades de sus componentes.

Alguna vez te has preguntado:

- ¿Cómo se conocen los componentes de un producto?
- ¿Qué procedimientos se utilizan para identificarlos y cuantificarlos?
- ¿Cómo es que los productos que utilizas siempre presentan la misma calidad?

Para responder a éstas y otras preguntas, a lo largo de la presente unidad revisaremos los principios de los métodos y técnicas utilizadas por la química para caracterizar a las sustancias. Estos procedimientos han sido desarrollados por la química analítica, una de las ramas de la química que en los últimos años ha adquirido una gran importancia por su aplicación en las diversas áreas del conocimiento.

De igual manera, se presentan los conceptos generales y fundamentales de la química analítica incluyendo la descripción de todo proceso analítico: desde la toma de la muestra y su preparación, así como los conceptos que definen la calidad de un método. Se presentan los métodos convencionales de análisis cuantitativo (volumetrías y gravimetrías) y los métodos de análisis instrumental, basados en técnicas espectrofotométricas y sus principales aplicaciones.

Finalmente, se revisan las unidades de concentración de disoluciones, su adecuada preparación y estandarización para realizar un buen análisis químico.

En esta unidad se llevarán a cabo actividades centradas en la reflexión y expresión de comentarios, relacionados con la Influencia de la química analítica en el entorno y el perfil profesional del alumno, por medio de la participación en el foro y de la realización de tareas te llevarán a comparar los diversos métodos de análisis químico, las etapas, y como evidencia la aplicación para resolver problemas de cuantificación de compuestos.

Finalmente, se incluirá un Cuaderno de ejercicios y prácticas, que ayudará al logro de las competencias, habilidades y actitudes para el desempeño profesional del estudiante. El cuaderno tiene la finalidad de apoyarte en la apropiación del conocimiento y del procedimiento teórico de las prácticas de laboratorio.

### Competencia específica



**Aplicar** procedimientos químicos a muestras problema para identificar y cuantificar sustancias, mediante métodos y técnicas analíticas.

### Propósito

**Comprender** la importancia que tiene la química analítica en la actualidad, así como sus principios generales y la aplicación del análisis químico en los diversos ámbitos profesionales.

### 1.1 Importancia de la química analítica

Desde sus inicios, la química se ha preocupado por conocer la composición de la materia, las sustancias que la integran y los efectos que cada una de ellas tiene sobre el ambiente y los seres vivos; de esta manera ha creado procedimientos que nos han permitido a lo largo de la historia caracterizar a las sustancias y aprovechar o sintetizar aquellas que son útiles para el hombre. Poco a poco se fue desarrollando esta importante rama de la ciencia denominada **Química Analítica**, que en sus inicios fue considerada un arte, “el arte de reconocer diferentes sustancias y determinar sus componentes” (Wilhelm, 1894) y que en la actualidad tiene gran importancia por sus contribuciones a gran parte de las áreas del conocimiento.

No es extraño escuchar o leer en los medios de comunicación los niveles de contaminantes atmosféricos ocasionados por los vehículos automotores, la creación de nuevos medicamentos, de materiales de mayor resistencia, los efectos de los contaminantes en el agua, el aire y el suelo, concentraciones de sustancias en la sangre, mejores productos de limpieza y del aseo personal, dietas para bajar de peso, detección de bebedores mediante el alcoholímetro, la verificación de automóviles, la información del genoma humano o los efectos curativos de algunas hierbas, entre otras. Estos y otros ejemplos nos muestran la importancia que tiene la química analítica en la vida actual.

La **Química Analítica** es la ciencia que desarrolla y mejora métodos e instrumentos para obtener información sobre la composición y naturaleza de la materia.

La ciencia y la tecnología avanzan a pasos agigantados y con ello se incrementan las exigencias que la sociedad demanda a los científicos, en este caso, a los químicos analíticos, pues es necesario el desarrollo de métodos y técnicas que nos permitan caracterizar sustancias que anteriormente no existían o que se han hecho importantes debido a los efectos que causan a los ecosistemas o que ofrecen alternativas para mejorar nuestra calidad de vida.

Como habrás apreciado, la química analítica es una ciencia que tiene una amplia aplicación y de ahí la importancia de su estudio. Por ello, cualquier persona que se adentre en este campo debe reconocer y evaluar los distintos medios de abordar un problema analítico dado.

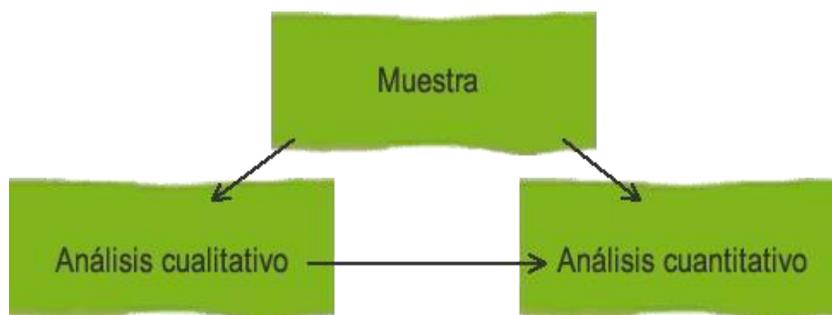
### 1.1.1 Clasificación de los métodos analíticos

En los últimos años, a nuestro país han ingresado una gran cantidad de productos de bajo costo y de dudosa calidad. Tal fue el caso de crayones que se expendían en lugares públicos y de las que se sospechaba la presencia de metales pesados como el plomo. ¿Cómo se pudo comprobar la presencia del metal en estos productos? ¿Cómo se cuantificó el metal en las crayolas?

El ejemplo anterior nos muestra que es necesario conocer la manera en que la química nos puede apoyar para resolver estas incógnitas. Para ello la química analítica se divide en dos principales ramas, **la cualitativa** y **la cuantitativa**.

En el **análisis cualitativo**, se realiza la búsqueda e identificación de los componentes que constituyen la muestra que se analiza.

En el **análisis cuantitativo**, se determinan las cantidades de uno o varios de los analitos de una muestra.



**Figura 1.** Tipos de análisis aplicado a una muestra.

De manera ordinaria, el análisis cualitativo siempre precede al cuantitativo porque los resultados del primero sirven como guía para la selección del método y el procedimiento que ha de emplearse en el segundo.

En este curso nos centraremos en el estudio del **análisis químico cuantitativo**, el cual se ha clasificado en diversos métodos que se pueden aplicar dependiendo del tipo de muestra y de la sustancia a analizar.

De esta manera los métodos analíticos se clasifican en:

- a) **Métodos volumétricos:** en los que la cantidad de sustancia que se busca se determina de forma indirecta midiendo el volumen de una **disolución** de concentración conocida, que se necesita para que reaccione con el **constituyente** que se analiza o con otra **sustancia químicamente equivalente**.

Los métodos volumétricos también se pueden clasificar de acuerdo con el tipo de reacción que se lleva a cabo:

1. **Volumetría por neutralización.**
2. **Volumetría por precipitación.**
3. **Volumetría por complejación.**
4. **Volumetría por óxido-reducción.**

- b) **Métodos gravimétricos:** En estos métodos la cantidad de sustancia buscada se determina mediante el peso de la propia **sustancia pura** o de algún compuesto químico que la contiene o equivale químicamente a ella.

La clasificación de los análisis gravimétricos es:

1. **Precipitación:** El constituyente buscado se determina como **producto insoluble de una reacción**. Un ejemplo, es la determinación de cloruro por precipitación como cloruro de plata.
  2. **Electrodeposición:** La electrólisis da lugar a la separación de un producto sólido que se deposita en uno de los electrodos, como, por ejemplo, en la determinación electrolítica del cobre.
  3. **Volatilización:** El método puede ser físico, como en la pérdida de peso por desecación en una estufa, o químico, como es la expulsión del dióxido de carbono de los carbonatos por calcinación o por la acción de un ácido. La medida puede ser directa, por determinación del aumento de peso de un absorbente del constituyente volátil o indirecta, por determinación de la pérdida de peso.
- c) **Métodos electroanalíticos:** Se basan en la medida de una magnitud eléctrica básica: intensidad de corriente, potencia, resistencia (o conductancia) y carga. Según las propiedades electroquímicas medidas se distinguen una serie de técnicas electroanalíticas:

1. **Potenciométricas:** Mide el potencial de un sistema electroquímico en equilibrio para determinar la actividad de algunas sustancias de la disolución.
  2. **Conductimétricas:** Método que se utiliza para medir la conductividad de una disolución iónica o salina y se realiza por medio del movimiento de estos en la disolución.
  3. **Voltamperométricas:** Este método se basa en la medida de la corriente en función del potencial aplicado a un electrodo pequeño sumergido en una disolución que contiene una especie electroactiva en condiciones de polarización.
  4. **Coulombimétricas:** En este caso la cantidad del analito se determina midiendo la cantidad de carga eléctrica necesaria para convertirlo totalmente en producto.
- d) **Métodos espectroscópicos:** Estos métodos miden la interacción de la radiación electromagnética con los átomos o moléculas del analito o la radiación producida por los analitos.
- e) Existen otros métodos que miden propiedades de la sustancia de interés como la relación masa-carga, velocidad de decaimiento radiactivo, calor de reacción, velocidad de reacción, conductividad térmica, índice de refracción, etc.

Los métodos químicos que de manera rutinaria se utilizan en un laboratorio son el volumétrico, el gravimétrico y el espectrofotométrico, por lo que en las siguientes unidades se describirán a más detalle cada uno de ellos.

La utilidad de cada uno de estos métodos depende de la complejidad de la muestra y de la cantidad de sus componentes.

Ahora veamos cómo se realiza un análisis y la forma en la que se define el método para determinar la sustancia en cuestión.

### 1.1.2 Etapas de un análisis cuantitativo

De manera general, un análisis químico conlleva una serie de pasos que deben ser realizados concienzudamente ya que son muy elaborados, tanto o más que la medición en sí. Aunque no se puede tomar como un proceso inamovible, la realización de un análisis químico contiene las siguientes etapas:

1. **Definición del problema:** Se debe tener bien clara la problemática a resolver y el analito a identificar o cuantificar.

- 2. Selección del método:** La elección del método es un paso fundamental para el éxito del resultado de la cuantificación. Requiere tomar en cuenta factores importantes como, por ejemplo, la cantidad de la muestra, la disponibilidad del equipo y de los reactivos, la exactitud y la precisión requerida en el análisis, entre otros.
- 3. Obtención de la muestra (Muestreo):** El resultado de un análisis dará información confiable si la muestra o unidad de muestreo analizada es representativa en composición del material de donde se obtuvo.
- 4. Preparación de la muestra:** Una vez realizada la obtención de la muestra, es necesario reducir lo más posible el tamaño de las partículas en el caso de los sólidos (pulverizar) para homogeneizar la muestra. Pudiera ser que, durante el manejo, la muestra ganara o perdiera humedad, por lo que es necesario conocer el peso seco y el contenido de humedad de la muestra para poder conocer su exacta composición química.
- 5. Medición de la muestra:** Se refiere a cuantificar la cantidad de muestra para el análisis, de esta manera se podrá planificar mejor su determinación.
- 6. Disolución de las muestras:** Las muestras, en la mayoría de los casos, deben ponerse en alguna solución previa a la aplicación del método analítico. El disolvente principal es el agua, aunque existen muestras no solubles o poco solubles en agua y en estos casos es necesario el uso de disolventes alcohólicos u orgánicos (como el hexano, benceno etc.).
- 7. Muestras repetidas:** Las muestras repetidas, son cantidades similares del material a estudiar que son analizadas al mismo tiempo y bajo las mismas condiciones. La aplicación de muestras repetidas mejora y aumenta la confiabilidad en los resultados.
- 8. Eliminación de interferencias:** La dificultad para la evaluación directa y efectiva del analito de interés en una muestra debido a la presencia de otras sustancias, se le conoce como interferencia. En la mayoría de los casos, estas interferencias deben eliminarse antes de la evaluación final.
- 9. Medición del analito:** Los resultados del análisis químico dependen de la medición final de una determinada propiedad física o química del **analito** de interés. Aquí se lleva a la práctica el método elegido, sea gravimétrico, volumétrico o espectrofotométrico.

- 10. Cálculos:** La cuantificación del analito o la sustancia de interés, generalmente se calcula a partir de los datos experimentales obtenidos en la etapa de medición, en la estequiometría de la reacción química específica y con la ayuda de equipo e instrumentos de laboratorio.
- 11. Análisis e interpretación de resultados:** Después de obtener los resultados, el experimentador debe analizarlos para corroborar su veracidad. En algunos casos será necesario aplicar criterios estadísticos para interpretar la información.



Figura 2. Diagrama de las etapas de un análisis cuantitativo.

Finalmente, es importante mencionar que existen **Normas Oficiales Mexicanas (NOM)** que determinan los métodos y técnicas de muestreo, análisis y evaluación de resultados según sea el caso específico de productos a analizar, observables en el territorio nacional cuyo soporte general son las técnicas básicas de la química analítica.

## 1.2 Herramientas de la química analítica

Para llevar a cabo un análisis químico confiable se deben realizar algunos procedimientos en el laboratorio que aseguren que los resultados sean fidedignos. Entre ellos encontramos la toma de muestras que es de gran trascendencia para poder inferir que los resultados de laboratorio sean extensibles a la muestra original. Las mediciones de masa y volumen, que comúnmente contienen errores que en muchas ocasiones no son considerados y por ende causan desviaciones graves en los resultados. La preparación

de disoluciones, que también es un procedimiento importante para todo análisis químico y finalmente, la herramienta estadística, sin la cual no podríamos interpretar ni hacer correcciones a los diversos tipos de errores que se presentan.

### 1.2.1 Técnicas de muestreo

Para que un análisis arroje información importante, debe efectuarse en una muestra que tenga una composición tal que sea representativa del material de donde se tomó. El proceso utilizado para realizar la toma de esta fracción se denomina **muestreo**. Por ello, la etapa de muestreo es una de las más importantes en un análisis químico. Aunque regularmente se utiliza una pequeña fracción de la muestra, es importante que el muestreo sea adecuado.

Para un análisis químico, el muestreo requiere necesariamente el empleo de la estadística pues a partir del estudio de una pequeña muestra de laboratorio, se harán inferencias sobre una cantidad más grande de material.

Las diferencias en cuanto a composición, densidad, dureza, tamaño de partícula, suspensión de sólidos en líquidos y otras variables, intervienen de tal forma que cada material puede requerir un tratamiento diferente en el muestreo.

Cuanto mayor sea el número de **unidades de muestreo**, la muestra será más representativa de la totalidad del material y el resultado más confiable, por lo que se recomienda, antes de decidir el número de muestras a analizar, aplicar un diseño probabilístico de muestreo. Los tipos más comunes de muestreo probabilístico son: el aleatorio simple, por conglomerados o racimos, estratificado, sistemático y el muestreo de aceptación.

Para seleccionar el número de muestras requeridas y facilitar la evaluación de los resultados, el número de unidades de muestreo dependerá en mayor medida de la heterogeneidad del material, que de la cantidad total del material sometido al muestreo.

La preservación de la muestra es muy importante en el momento del muestreo, ya que pocas pruebas son aplicadas *in situ* (lugar del muestreo). Por lo general, necesitan ser trasladadas al laboratorio por lo que deben conservarse en condiciones que no sufran cambio alguno antes del análisis o que estos cambios sean mínimos y no interfieran con los resultados de los ensayos o determinaciones de las sustancias de interés.

Por ejemplo, cuando se requiere hacer un análisis de aguas residuales se necesitan una serie de procedimientos para preparar el muestreo como:

- Frascos desengrasados para el análisis de grasas y aceites.
- Frascos especiales (*Winkler*) para la demanda química de oxígeno (DQO).

Para ciertas clases de materiales se han establecido procedimientos de muestreo por organizaciones como la *American Society for Testing Materials* (Sociedad Americana de Prueba de Materiales), la *American Public Health Association* (Asociación Americana de Salud Pública), la *Association of Official Agricultural Chemists* (Asociación de Químicos Agrícolas Oficiales) y en México, las Normas Oficiales Mexicanas (NOM).

Muestreo de sólidos. - Los sólidos en volúmenes de toneladas o mayores, se muestrean con más facilidad durante la carga o la descarga tomándose la unidad de muestreo cada determinado tiempo, como, por ejemplo, un kilogramo cada minuto. Si el material sólido a muestrear se encuentra almacenado a granel, las unidades de muestreo podrán obtenerse por la aplicación de cuarteo. La preparación de la muestra por cuarteo consiste en extender el espécimen previamente homogeneizado en forma circular sobre una mesa y dividirlo con una regla en cuatro partes iguales. Se descartan dos partes opuestas y las otras dos partes restantes se mezclan para repetir el proceso las veces que sea necesario, hasta obtener el tamaño de muestra deseado.

Muestreo de metales. - El muestreo de metales cuya presentación es en forma de lingotes, láminas o alambres, se realiza en general por taladrado, limado o fresado, requiriendo la muestra lavarse con disolventes orgánicos volátiles en caso de estar impregnadas con los lubricantes utilizados por la herramienta de muestreo.

Muestreo de líquidos. - En el muestreo de líquidos, las sustancias deben homogeneizarse antes de obtener la unidad de muestreo, aun cuando se encuentren en recipientes de una sola fase, con mayor razón cuando fueran fases diferentes o contuvieran sólidos en suspensión.

Cuando los líquidos a muestrear fluyen por tubos, la toma puede realizarse por medio de válvulas de muestreo en pequeñas porciones por tiempo determinado. Sin embargo, habrá casos en que se requiera un análisis de líquidos a diferentes profundidades de su contenedor, entonces se usarían recipientes muestreadores especiales.

### 1.2.2 Tratamiento de datos estadísticos

Durante la realización de un análisis cuantitativo es muy importante tomar en cuenta todas las variables que pueden afectar nuestro resultado, dentro de estos están los factores provocados por los instrumentos utilizados y los errores provocados por quien maneja el material.

En el reporte de cualquier análisis químico, es importante tomar en cuenta este tipo de errores, hacer un análisis de los resultados y así poder concluir sobre él.

El tipo de errores que se pueden cometer son:

**Errores aleatorios:** Estos provocan que los resultados individuales difieran uno del otro de manera que caigan a ambos lados del valor medio. Estos errores afectan la precisión de un experimento. Este tipo de errores son los que comete el operador del instrumento utilizado.

**Errores sistemáticos:** Provocan que todos los resultados sean erróneos en el mismo sentido, son demasiado grandes y se denomina también sesgo de la medida. Este tipo de error es responsabilidad del material empleado y de su origen o fabricación.

Los errores se pueden calcular experimentalmente de la siguiente manera:

**Error absoluto:** Nos indica si medimos u obtuvimos más o menos que el valor experimental, y en qué cantidad excedimos del valor real o qué cantidad nos faltó; esto según el signo de la sustracción.

$$\text{Error absoluto} = \text{valor experimental} - \text{valor teórico}$$

El texto alternativo.

**Error relativo:** Es una forma de conocer el porcentaje de error que obtuvimos en nuestros resultados.

$$\text{Error relativo} = \frac{\text{valor experimental} - \text{valor teórico}}{\text{valor teórico}} \times 100$$

El texto alternativo.

Porcentaje de error:

$$\% \text{ error} = 1 - \frac{\text{valor experimental}}{\text{valor teórico}} \times 100$$

El texto alternativo.

Los errores presentes en un estudio analítico se ven reflejados en la exactitud y en la precisión del mismo estudio o del método empleado.

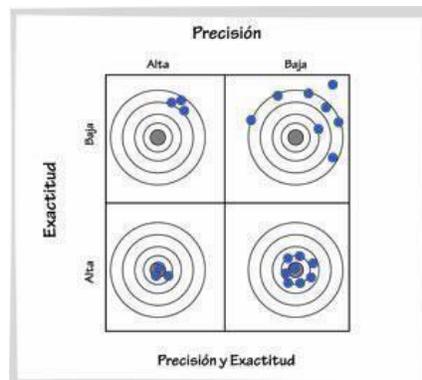
La **precisión** expresa la **reproductibilidad** de una medida, es decir, la concordancia entre varias medidas de la misma sustancia o propiedad.

La **exactitud** es la corrección de una medida o la concordancia de las medidas con el verdadero valor de la cantidad medida. En muy pocos casos se conoce el valor verdadero de una cantidad.

Un método satisfactorio de análisis debe poseer a la vez una exactitud y una precisión razonables, pues un alto grado de precisión no indica necesariamente que el método sea igualmente exacto.

Es importante que los analistas distingan los conceptos de exactitud y precisión. Todos los instrumentos y materiales de laboratorio que se utilizan en la actualidad están elaborados con un alto grado de precisión.

Para entender mejor lo que es exactitud y precisión observemos la figura 4, en la que se representan cuatro blancos de rifle, en cada uno de los cuales hay diferentes impactos. En el cuadrante superior izquierdo se observa una precisión alta porque los impactos están cercanos uno del otro, pero no tiene exactitud ya que están alejados del blanco. En el cuadrante superior derecho la precisión es baja y tampoco existe exactitud. En el cuadrante inferior derecho, la precisión es baja y la exactitud no se observa totalmente alta. Finalmente, en el cuadrante inferior izquierdo se presenta una alta precisión y exactitud.



**Figura 3.** Precisión y exactitud.

Por ejemplo, supongamos que cinco alumnos miden el volumen de agua contenido en un matraz de 500ml utilizando una probeta graduada de 25ml y expresan el resultado con una aproximación de un mililitro, dando los valores: 501, 496, 503, 490 y 500ml.

Pueden ser varias las razones por las cuales los valores medidos no son perfectamente concordantes, es decir, varias fuentes de desviación en las medidas. Algunas son: pérdida de líquido en el transvase desde el matraz a la probeta; diferencias en el ajuste del nivel del líquido al trazo superior de la probeta; diferente escurrido al verter el contenido de la bureta, etc.

La reproductibilidad de una medida se expresa por su **desviación (D)**, que es la diferencia entre un **valor observado, o sea, medido (O)** y la **media aritmética o valor medio (M)** de todas las medidas:

$$D = O - M$$

La medida más empleada de la reproducibilidad de un conjunto de mediciones (y la de mayor significado estadístico) se llama **desviación estándar**. La desviación estándar es la raíz cuadrada de la varianza.

Ejemplo:

Se pesan cuatro cocos de los cuales se obtienen los siguientes valores 821, 783, 834 y 855 gramos respectivamente. Hallar la media y la desviación estándar. La media aritmética  $\bar{X}$ , también llamada promedio, es la suma de los valores obtenidos dividido entre el número de medidas, **N**.

$$\bar{X} = \frac{821 + 783 + 834 + 855}{4} = 823.25$$

La desviación estándar, **s**, es una medida del grado de proximidad de los datos en torno al valor de la media. Cuanto menor es la desviación estándar, más estrechamente se agrupan los datos alrededor de la media.

$$(821 - 823.25)^2 = 5.0625$$

$$(783 - 823.25)^2 = 1620.06$$

$$(834 - 823.25)^2 = 115.5625$$

$$(855 - 823.25)^2 = 1008.0625$$

$$\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2 = 2748.747$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N-1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{2748.7475}{3}} = 30.26$$

El valor 12 000 para el peso atómico del isótopo 12 del carbono, es un valor verdadero solo por el hecho de que fue arbitrariamente escogido como número de referencia para expresar los pesos atómicos relativos de los demás átomos, determinados por medidas experimentales.

Los números obtenidos que cuentan personas u objetos son valores verdaderos; por ejemplo, no hay ninguna incertidumbre en el número de ventanas de una casa o en el número de páginas de un libro.

Sin embargo, la mayor parte de los datos del análisis cuantitativo no se obtienen contando sino midiendo, es decir, determinado cuantas unidades de medida (gramos, mililitros, ohmios, divisiones del metro, etc.) están contenidas en la cantidad medida.

Estas medidas están sujetas a discrepancias debido a causas diversas; la cantidad tomada como valor “verdadero” es en realidad el **valor más probable** obtenido por aplicación de los métodos estadísticos a la evaluación de los datos obtenidos por medidas cuidadosas repetidas.

La situación ha sido perfectamente descrita por W. L. Gore, en su obra *Statistical Methods for Chemical Experimentation* (Métodos Estadísticos para Experimentación Química) de 1952, de la forma siguiente:

*“Todas las medidas experimentales son variables, suponiendo que el aparato de medida sea lo suficientemente sensible para detectar el nivel de variabilidad existente.*

*Esta variabilidad es la determinante fundamental de la magnitud de los efectos que pueden ser detectados. A menos que las medidas presenten variabilidad, el experimentador está incapacitado para estimar la magnitud del efecto más*

*pequeño que puede observar y no puede estimar cuantitativamente la veracidad de una diferencia observada. Por consiguiente, es conveniente que en cualquier experimento las medidas repetidas sean variables y naturalmente, que la magnitud de la variación sea pequeña. Nadie debe jactarse de haber obtenido una serie de medidas idénticas”.*

Supongamos el ejemplo antes presentado, de los cinco alumnos que miden el volumen de agua contenido en un matraz de 500ml, utilizando una probeta graduada de 25ml y expresan el resultado con una aproximación de un mililitro, dando los valores: 501, 496, 503, 490 y 500ml.

En el ejemplo dado antes para la medida de la capacidad de un matraz, si el volumen verdadero (T) es 501ml, tenemos:

Valores Observados (O)	Error (O-T)
<b>501</b>	0
<b>496</b>	-5
<b>503</b>	+2
<b>Rechazado: [490]</b>	
<b>500</b>	-1
<b>Media: 500</b>	Error medio: -1

**Tabla 1.** Cálculo de valores de error.

En el cálculo de error, debe tenerse en cuenta el signo positivo o negativo; se obtiene el mismo valor para el error en magnitud y en signo, tanto si se utiliza en el cálculo la media de los valores observados no rechazados ( $500-501 = -1$ ), como si se halla la media algebraica de los errores individuales ( $-4/4 = -1$ ).

Lo mismo que en las desviaciones, los errores absolutos son poco significativos; en cambio, tiene una gran importancia práctica el error relativo al valor verdadero (E/T), expresado en unidades convenientes. El ejemplo siguiente aclara este aspecto:

Valor medio (O)	<b>11</b>	<b>101</b>	<b>1001</b>
Valor verdadero (T)	10	100	1000
Error absoluto (E)	1	1	1
Error relativo en % [(E/T) x 100]	10	1	0.1

**Tabla 2.** Cálculo de valores de error relativo.

Puede observarse que aun cuando el valor del error absoluto es el mismo, los errores relativos son muy diferentes. Las medidas pueden ser precisas sin ser necesariamente exactas debido a la fuente de error casi constante en las medidas.

#### Resultado Exacto

Un resultado exacto es aquel que concuerda de cerca con el valor real de una cantidad medida. La comparación se hace con frecuencia en base a una medida inversa de la exactitud que es el ERROR (mientras más pequeño es el error, mayor es la exactitud).

#### Ejemplo:

Un analista encuentra 20.44 % de hierro en una muestra que en realidad contiene 20.34 %. Calcular el error absoluto:

$$\text{Error} = 20.44 - 20.34 = 0.10$$

El error se expresa con frecuencia como relativo al tamaño de la cantidad medida, por ejemplo, en porcentaje o en partes por mil.

$$\text{Error} = \frac{0.10}{20.34} \times 100 = 0.5\%$$

$$\text{Error} = \frac{0.10}{20.34} \times 1000 = 5\text{ppM} \quad (\text{Partes por mil})$$

No se podrá alcanzar la exactitud sin alta precisión. La precisión y la exactitud de las medidas se conocen juntamente bajo el nombre de veracidad. (Ayres G. H., 2003).

### 1.2.3 Operaciones básicas

Dentro de las operaciones que se realizan de manera cotidiana en un laboratorio de análisis están la determinación de masa y la medición de volúmenes.

Para iniciar, es importante diferenciar los términos **peso** y **masa**, ya que hay diferencias significativas entre ambos. La masa se refiere a la cantidad de materia contenida en una sustancia, mientras que el peso se refiere a la fuerza ejercida entre la muestra y su entorno. Puesto que esta atracción gravitacional está sujeta a ligeras variaciones geográficas con la latitud y altitud, de igual modo el peso de un objeto es una cantidad algo variable. Sin embargo, la masa de un objeto permanece constante independientemente de la localidad en la que se mida.

Peso y masa están relacionados entre sí, de acuerdo a la siguiente expresión:

$$F = m \times g$$

En donde el peso (F) está dado por el producto de la masa (m) del objeto por la aceleración debida a la gravedad (g).

En un análisis químico, interesa determinar la masa, ya que no queremos que nuestros resultados dependan de la localidad en la que se realice el experimento. Esto se consigue fácilmente comparando la masa de un objeto con la de objetos de masas conocidas mediante el uso de una balanza. Sin embargo, de manera coloquial resulta difícil hacer esta distinción ya que la operación de comparar las masas se llama pesada, y los objetos de masa conocida con los cuales se realiza la operación se llaman pesas. Cabe aclarar que, aunque utilicemos en lo sucesivo como sinónimos ambos términos, estrictamente hablando es su masa a la que nos referiremos.

Existen una gran variedad de balanzas, las cuales se diferencian en cuanto a detalle de construcción y en su sensibilidad.

La balanza analítica es uno de los instrumentos de medida más usados en el laboratorio y de la cual dependen básicamente todos los resultados analíticos. La balanza analítica ha evolucionado mucho en las últimas décadas. La balanza analítica tradicional consistía esencialmente en una cruz sustentada en su centro por un soporte o fulcro, de forma que actuaba como una palanca sencilla. De cada extremo de la cruz, en puntos equidistantes del punto de apoyo central, pendían platillos para colocar el objeto a pesar y las pesas. La masa del objeto y de las pesas resultaba ser la misma cuando la cruz estaba en posición horizontal, lo que indica que la fuerza gravitacional que actúa en cada uno de los brazos es la misma.

Desde el punto de vista de su construcción y funcionamiento, la mayor parte de las balanzas no se diferencian de la descrita anteriormente. No obstante, se han introducido diversos artificios mecánicos para realizar las pesadas con mayor rapidez.

En la actualidad se dispone de una gran variedad de marcas y modelos de balanzas analíticas electrónicas, las cuales disponen de un electroimán para equilibrar la carga depositada sobre un platillo. El fundamento de este tipo de instrumentos se basa en que el objeto depositado causa un desplazamiento del platillo hacia abajo con una fuerza igual a  $(m \times g)$ , donde (m) es la masa del objeto y (g) la aceleración de la gravedad. La balanza electrónica ejerce una fuerza electromagnética opuesta para llevar de nuevo el platillo a

su posición original. La corriente eléctrica necesaria para producir esa fuerza es proporcional a la masa, cuyo valor se indica en una pantalla digital.

La figura muestra una balanza analítica con capacidad máxima de 200g y una sensibilidad de 0.01mg.



**Figura 4.** Balanza analítica.

Una balanza analítica es un instrumento delicado que se debe manejar con cuidado. Se debe consultar el manual de operación para conocer los detalles de pesada con el modelo particular de balanza que se tenga. Aunque de manera general se deben seguir las siguientes reglas para trabajar con una balanza analítica, cualquiera que sea la marca y modelo:

1. Centrar la carga sobre el platillo lo mejor posible.
2. Proteger la balanza de la corrosión. Los objetos que se coloquen sobre el platillo deben limitarse a metales no reactivos, plásticos no reactivos y materiales de vidrio.
3. Observar precauciones especiales para pesar líquidos.
4. Consultar con el instructor si la balanza parece necesitar ajuste.
5. Conservar la balanza y su estuche escrupulosamente limpios. Es útil un pincel de pelo de camello para limpiar cualquier material o polvo que haya caído.
6. Dejar siempre que un objeto que haya sido calentado regrese a la temperatura ambiente antes de pesarlo.
7. Usar pinzas o almohadillas para los dedos con el fin de evitar que los objetos secos se humedezcan.

La calibración de las balanzas se llevará a cabo a través de la secuencia de operaciones indicadas en el correspondiente manual del equipo proporcionado por el fabricante. Aunque de manera general, el equipo lo hace de manera interna al momento de encender el equipo.

La medición de volumen también forma parte de la rutina diaria en el análisis químico y por lo tanto el material volumétrico clásico, como pipetas, buretas o probetas entre otros, son parte fundamental del equipo de laboratorio. Para la construcción de dicho material no existe un elemento universal que cumpla todas las exigencias para la manipulación de los diferentes reactivos empleados en los laboratorios. Según el uso y tipo de producto a manipular se tiene que elegir entre el plástico y el vidrio, siendo este último el de mayor aplicación.

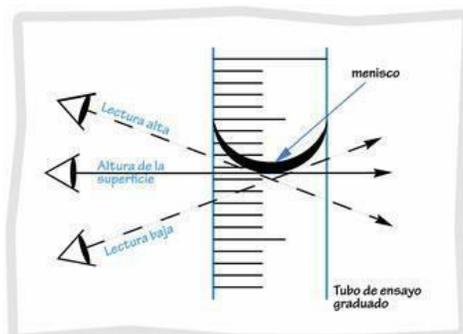
El material volumétrico debe tener un uso cuidadoso:

- Como todo material, debe estar limpio antes de ser utilizado.
- No se debe exponer a variaciones bruscas o amplias de temperatura. Generalmente indican el rango de temperatura en el que puede operarse.
- Tener un manejo cuidadoso, ya que son muy frágiles.

Estos materiales volumétricos deben estar bien limpios y desengrasados para evitar que queden gotas de líquido adheridas en sus paredes. Para ello se lava bien con agua y detergente y luego se enjuagan primero con agua de la llave y posteriormente con agua destilada o desionizada. Este lavado se lo denomina “suave”, ya que existen otros métodos de lavado más drásticos.

A causa de la modificación del volumen de los líquidos y del vidrio con los cambios de temperatura, se deben volver a calibrar los aparatos volumétricos cuando vayan a utilizarse a temperatura diferente de aquella para la que fueron calibrados. La calibración hecha por el fabricante no debe tomarse por infalible, sino que debe ensayarse para tener la seguridad de que la graduación está dentro de las tolerancias exigidas para el trabajo a realizar.

La superficie de un líquido o una solución generalmente se curva hacia arriba cuando hace contacto con las paredes del recipiente; la forma de semiluna que adopta se la llama menisco (del griego meni que significa luna). Para lograr mayor exactitud y reproducibilidad, las probetas, buretas y pipetas se deben leer en la parte inferior del menisco.



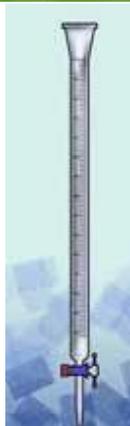
**Figura 5.** Forma correcta de hacer la lectura de medición de volúmenes.

Cuando se lee el nivel de un líquido, el ojo debe estar a la misma altura que la superficie libre del líquido. Si el ojo está demasiado arriba con respecto al menisco, el líquido parece estar más alto de lo que realmente está. Si el ojo está demasiado abajo, también el líquido parece ser menor. El error que se comete cuando el ojo no está a la misma altura que el líquido se llama error de paralaje.

La concavidad del menisco se aprecia mejor contra un fondo que sea más oscuro que el líquido medido y debe colocarse detrás de él y un poco por debajo del menisco. El objeto oscuro colocado detrás y debajo del menisco se refleja en la concavidad y hace más perceptible la forma exacta y la localización de la semiluna.

A continuación, describiremos algunos de los materiales de mayor uso en el laboratorio para realizar medidas precisas de líquidos.

Las buretas son tubos largos, graduados, de diámetro interno uniforme, provistas de una llave en su parte inferior. Se usan para verter cantidades variables de líquido y por ello están graduadas con pequeñas subdivisiones (dependiendo del volumen, de décimas de mililitro o menos). Los números inscritos en la bureta aumentan de arriba abajo. Su uso principal se da en volumetrías, debido a la necesidad de medir con precisión volúmenes de líquido variables. Las llaves están fabricadas con materiales como el vidrio, que no es atacado por bases, o como el teflón que es inerte, resistente y muy aconsejable para disolventes orgánicos. En el caso de usar llaves de vidrio, es necesario usar un lubricante para asegurar un buen cierre.



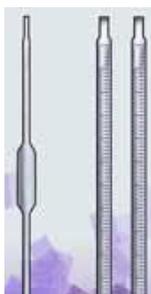
**Figura 6.** Bureta graduada.

Las pipetas, al igual que las buretas, son instrumentos destinados a la medición de volúmenes exactos de líquido y se usan para transferir un volumen de un recipiente a otro. Existen dos tipos principales de pipetas: las volumétricas y las graduadas.

Las pipetas volumétricas se usan para mediciones exactas y se caracterizan por poseer un abultamiento en el centro y un solo aforo o marca en la parte superior. Permiten medir un volumen único correspondiente a la graduación de esta con una exactitud de hasta cuatro cifras significativas.

Por el contrario, las pipetas graduadas, como su nombre lo indica, se caracterizan por estar marcadas en toda su longitud y a diferencia de las volumétricas, son de canal recto sin el abultamiento en el centro. Esto hace que sean menos exactas pues la falta de uniformidad en el diámetro tiene un efecto mayor sobre el volumen.

Cuando se emplea una pipeta, ya sea volumétrica o graduada, se llena la misma con la sustancia que se desee transferir succionando la muestra con una propipeta (nunca con la boca), se seca la punta después del llenado y se deja caer el líquido por gravedad manteniendo la pipeta en forma vertical con la punta tocando un lado del recipiente. La pipeta está calibrada para verter volúmenes fijos, la última gota de líquido que no cae de la pipeta no debe soplar.



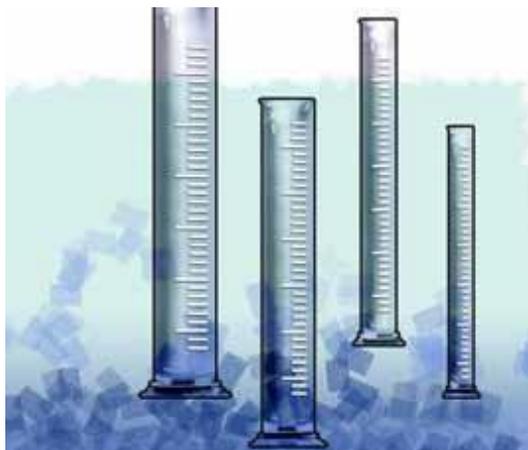
**Figura 7.** Pipetas volumétricas y graduadas.

# Química analítica

## Introducción a la química analítica

La probeta es un instrumento, que permite medir volúmenes superiores y más rápidamente que las pipetas, aunque con menor precisión. Está formado por un tubo generalmente transparente de unos centímetros de diámetro y tiene una graduación (una serie de marcas grabadas) indicando distintos volúmenes. En la parte inferior está cerrado y posee una base que sirve de apoyo, mientras que la superior está abierta (permite introducir el líquido a medir) y suele tener un pico (permite verter el líquido medido).

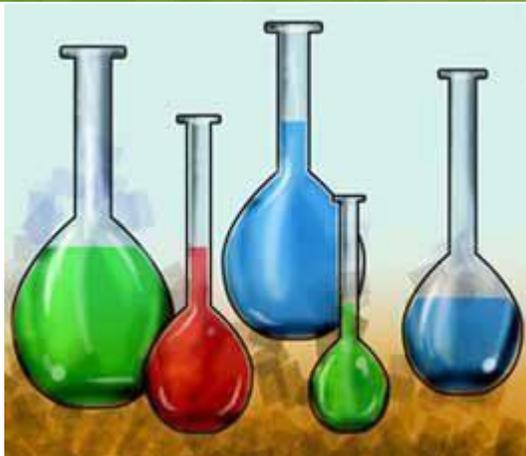
Puede estar constituido de vidrio (lo más común) o de plástico. En este último caso puede ser menos preciso, pero posee ciertas ventajas, como, por ejemplo, es más difícil romperlo y no es atacado por ácidos.



**Figura 8.** Probetas graduadas de varias capacidades.

Un matraz volumétrico o aforado es un recipiente con forma de pera, fondo plano y un cuello largo y delgado. Suelen fabricarse en materiales como vidrio, vidrio borosilicato o polipropileno, dependiendo de su aplicación. Tiene una marca grabada alrededor del cuello (aforo) que indica cierto volumen de líquido que es el contenido a una temperatura concreta (usualmente 20°C). La marca de graduación rodea todo el cuello de vidrio, por lo cual es fácil determinar con precisión cuándo el líquido llega hasta la marca. El hecho que el cuello del matraz sea estrecho es para aumentar la exactitud, de esta forma un cambio pequeño en el volumen se traduce en un aumento considerable de la altura del líquido.

Los matraces se presentan en volúmenes que van de 10ml hasta 2 litros. Su principal utilidad es preparar disoluciones de concentración conocida y exacta.



**Figura 9.** Matracas volumétricos de diferentes capacidades.

Para una mayor exactitud, el material volumétrico de vidrio debe ser calibrado determinando el volumen que realmente contiene o que puede trasvasar un instrumento en particular. Esto se hace midiendo la masa de agua contenida o trasvasada a un recipiente y usando la densidad del agua para convertir la masa en volumen. De este modo se puede determinar, por ejemplo, que una pipeta de 10ml trasvasa en realidad 10.016ml. De esta manera haremos mediciones más precisas que nos ayudarán a reproducir nuestros resultados.

Una vez estandarizado el material, se pueden realizar todos los procedimientos requeridos en un análisis químico, como lo es la preparación de disoluciones, como a continuación veremos y que también es de gran importancia para realizar análisis confiables.

### 1.2.4. Preparación de disoluciones

La mayoría de las reacciones químicas que ocurren en la naturaleza o las realizadas en los análisis químicos se llevan a cabo en disolución, además de que una gran variedad de productos constituye propiamente disoluciones, por ello estas mezclas son muy importantes dentro del estudio de la química.

Una disolución es una mezcla homogénea. Los componentes de una disolución son: soluto y disolvente. Sus proporciones relativas determinan la concentración.



# Química analítica

## Introducción a la química analítica

La concentración de una disolución establece la cantidad de soluto presente en una cantidad determinada de disolvente o disolución, o cuanta sustancia se encuentra en un volumen o en una masa determinada.

En la realización de un análisis químico, por lo general se mide con una balanza la **masa (peso del soluto)** de las diferentes sustancias o compuestos participantes. Según se requiera, la **sensibilidad de la balanza** puede ser **analítica o granataria, de kilogramos (kg), gramos (g), miligramos (mg), microgramos (µg)** o alguna otra unidad más pequeña.

El volumen de líquidos se mide en unidades de **litros (l), mililitros (ml), microlitros (µl)** o alguna otra unidad según se requiera.

En el ámbito químico, normalmente las concentraciones de los compuestos se expresan en **porcentajes**, siendo las más comunes las siguientes:

**a) Porcentaje de peso en peso (P/P):** El porcentaje de peso en peso, se refiere a las partes en peso de un componente o soluto por cien partes en peso de la mezcla llamada también muestra, disolución o solución.

**Ejemplo:** Se utiliza para expresar la disolución de un reactivo acuoso comercial como es el ácido nítrico al 71%, indicando que 100ml de la disolución contienen 71 gramos de ácido nítrico.

**b) Porcentaje de volumen en volumen (V/V):** Se refiere a las partes en volumen de un componente por cien partes en volumen de la mezcla. Se utiliza para los casos en que se diluye una sustancia líquida en otra líquida.

**Ejemplo:** Se solubilizan 30ml de metanol en 100ml de agua. Calcula el porcentaje de V/V de la solución.

$$\text{Por ciento volúmenes en volumen (V/V)} = \frac{\text{Volumen del soluto}}{\text{Volumen total de la disolución}} \times 100$$

$$\text{Por ciento volumen en volumen (V/V)} = \frac{30\text{ml de metanol}}{100\text{ml de la disolución}} \times 100 = 30\%$$

**c) Porcentaje de peso en volumen (P/V):** Se refiere a las partes en peso de un compuesto en 100 partes de volumen en la mezcla. Utilizada para expresar la concentración de una sustancia sólida en otra líquida.

**Ejemplo:** una solución de cloruro de sodio al 10% en agua, contendrá 10g de cloruro de sodio en cada 100ml de disolución.

$$\text{Por ciento en Peso/Volumen (P/V)} = \frac{\text{Peso del soluto en g}}{\text{Volumen total de la disolución en ml}} \times 100$$

Las unidades químicas de concentración son aquellas que requieren para sus cálculos los **pesos moleculares**, los **pesos equivalentes**, **pureza de la sustancia** y **densidad**.

Las unidades químicas de concentración son: la **molaridad**, **formalidad**, **normalidad** y **molalidad**. Aunque para fines prácticos, sólo revisaremos la molaridad y normalidad, por ser las unidades de concentración más utilizadas en cualquier laboratorio.

**Molaridad.** Es la forma más frecuente de expresar la concentración de las disoluciones en química. Indica el número de mol de soluto disueltos por cada litro de disolución; se representa por la letra M. Una disolución 1M contendrá un mol de soluto por litro, una 0.5 M contendrá medio mol de soluto por litro, etc. El cálculo de la molaridad se realiza determinando en primer lugar el número de mol y dividiendo por el volumen total en litros.

$$\text{molaridad (M)} = \frac{\text{mol de soluto}}{\text{litro de disolución}}$$

Por ejemplo: ¿Qué cantidad de glucosa,  $C_6H_{12}O_6$  (MM = 180 g/mol), se necesita para preparar 100 cm<sup>3</sup> de disolución 0,2 molar?

$$M = \frac{\text{moles(soluto)}}{V(l) \text{ de disolución}}; \text{ moles } C_6H_{12}O_6 = M \cdot V = (0.2M)(0.1l); \text{ moles } C_6H_{12}O_6 = 0.02$$

$$\frac{1 \text{ mol glucosa}}{180 \text{ g}} = \frac{0.02 \text{ moles}}{X}; X = 36 \text{ g.}$$

**Normalidad.** Se define como el número de equivalentes del soluto contenidos en un litro de disolución. Se representa con la letra N

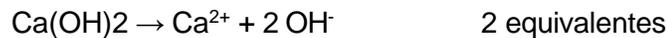
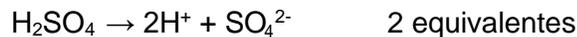
$$\text{normalidad (N)} = \frac{\text{número de equivalentes de soluto}}{\text{litro de disolución}}$$

# Química analítica

## Introducción a la química analítica

La normalidad es la forma más racional de expresar la concentración de las disoluciones en un análisis volumétrico.

Los equivalentes del soluto se determinan de acuerdo con el número de H<sup>+</sup>, OH<sup>-</sup> o electrones transferibles presentes en el soluto:



Por ejemplo: En 40g de agua se disuelven 5g de ácido sulfhídrico, Mm (H<sub>2</sub>S)=34 g/mol. La densidad de la disolución formada es 1.08 g/cm<sup>3</sup>. Calcula la normalidad de la disolución.

- a) Primero determinamos el volumen de la disolución, con los datos de la masa y densidad:

$$\rho = \frac{m}{V}; \quad V = \frac{m}{\rho} = \frac{40\text{g}}{1.08\text{g/cm}^3} = 37.03 \text{ cm}^3 = 0.037\text{l}$$

- b) Finalmente, para calcular la normalidad necesitamos conocer el número de equivalentes:

Como es un ácido diprótico (lleva dos hidrógenos la molécula) el Eq- gramo es la mitad del mol:

$$\text{Eq- gramo} = \frac{\text{mol(g)}}{2} = \frac{34\text{g}}{2} = 17\text{g};$$

$$N = \frac{n^\circ \text{ equivalentes(soluto)}}{V(\text{l})\text{disolución}}; \quad N = \frac{5\text{g} / 17\text{g} / \text{Eq}}{0.037\text{l}} = 7.95 \text{ N}$$

Sin embargo, en algunos casos se tiene que partir de disoluciones de reactivos, los cuales presentan un porcentaje de concentración de la sustancia y una densidad. Veamos un ejemplo:

Se dispone de un ácido nítrico comercial concentrado al 96.73 % en peso y densidad 1.5 g/ml. ¿Cuántos mililitros del ácido concentrado serán necesarios para preparar 0.2L de disolución 1.5 M de dicho ácido? Mm ( $\text{HNO}_3$ ) = 63g/mol.

Primeramente, calcularemos los moles de ácido puro que necesitamos:

$$M = \frac{\text{moles}(\text{solute})}{V(l) \text{ de disolución}}; \quad \text{moles}(\text{HNO}_3) = M \cdot V = (1.5M)(0.2l) = 0.3\text{moles}$$

Ahora calculamos la masa en gramos correspondiente:

$$0.3\text{moles} \times \frac{63\text{g}}{1\text{mol}} = 18.9 \text{ g de HNO}_3$$

Como el ácido comercial del que disponemos no es puro, sino del 96.73 % necesitaremos pesar:

$$\frac{100\text{g del ácido comercial}}{\text{contienen } 96.73\text{g ácido puro}} = \frac{X}{18.9\text{g ácido puro}}; \quad X = 19.54\text{g ácido comercial}$$

Como necesitamos averiguar el volumen en mililitros que hemos de coger, utilizamos la densidad del ácido comercial:

$$d(\text{g / ml}) = \frac{m(\text{g})}{V(\text{mL})}; \quad V(\text{ml}) = \frac{19.54\text{g}}{1.5 \text{ g / ml}} = 13\text{ml}$$

Una vez conocida la forma de calcular la cantidad de soluto, revisemos la manera en que se realiza la preparación de las disoluciones.

Para preparar un determinado volumen de disolución, si el soluto es sólido, se pesa la cantidad necesaria sobre un vidrio de reloj; o si se trata de un líquido o disolución, se tomará el volumen correspondiente por medio de una pipeta. Se adiciona lentamente el soluto, agitando sobre una pequeña cantidad del disolvente (menor que el volumen del matraz aforado). Una vez disuelto el soluto, se vierte la disolución al matraz volumétrico. Finalmente se enrasa a la marca (se afora). El matraz aforado nunca ha de calentarse.



**Figura 10.** Esquema general para la preparación de disoluciones.

Sin embargo, al momento de preparar las disoluciones es posible cometer algunos errores en la medición de masa o volúmenes, en los cálculos, a la hora de enrasar, etc. Por ello, resulta importante que toda disolución a ser utilizada para análisis sea estandarizada o titulada, es decir se conozca su concentración real.

En química analítica, un estándar es una preparación que contiene una concentración conocida de un elemento o sustancia específica.

Un patrón primario, también llamado estándar primario, es una sustancia utilizada en química como referencia al momento de hacer una valoración o estandarización.

Usualmente los patrones primarios son sólidos que cumplen con las siguientes características:

1. Tienen composición conocida. Es decir, se deben de conocer la estructura y los elementos que lo componen, lo cual servirá para hacer los cálculos estequiométricos respectivos.
2. Deben tener elevada pureza. Para una correcta estandarización se debe utilizar un patrón que tenga la mínima cantidad de impurezas que puedan interferir con la reacción.
3. Debe ser estable a temperatura ambiente. No se pueden utilizar sustancias que cambien su composición o estructura por efectos de temperaturas que difieran ligeramente con la temperatura ambiente ya que ese hecho aumentaría el error en las mediciones.
4. Debe ser posible su secado en estufa. Además de los cambios a temperatura ambiente, también debe soportar temperaturas mayores para que sea posible su secado. Normalmente debe ser estable a temperaturas mayores que la del punto de ebullición del agua.

5. No debe absorber gases, ya que este hecho generaría posibles errores por interferentes, así como también degeneración del patrón.
6. Debe reaccionar rápida y estequiométricamente con el titulante. De esta manera se puede visualizar con mayor exactitud el punto final de las titulaciones por volumetría y entonces se pueden realizar los cálculos respectivos también de manera más exacta y con menor incertidumbre.
7. Debe tener un peso equivalente grande, ya que este hecho reduce considerablemente el error de la pesada del patrón.

Un patrón secundario también es llamado estándar secundario y en el caso de una titulación suele ser titulante o valorante. Su nombre se debe a que en la mayoría de los casos se necesita del patrón primario para conocer su concentración exacta.

El patrón secundario debe poseer las siguientes características:

1. Debe ser estable mientras se efectúa el análisis.
2. Debe reaccionar rápidamente con el analito.
3. La reacción entre el valorante y el patrón primario debe ser completa o cuantitativa y así también debe ser la reacción entre el valorante y el analito.
4. La reacción con el analito debe ser selectiva o debe existir un método para eliminar otras sustancias de la muestra que también pudieran reaccionar con el valorante.
5. Debe existir una ecuación balanceada que describa la reacción.

En una titulación, el **punto de equivalencia** es el punto al que se ha llegado cuando se ha agregado la cantidad exacta de titulante para que reaccione estequiométricamente con todo el analito presente en la muestra que se titula. Este punto es teórico y no es observable en las titulaciones que no son potenciométricas.

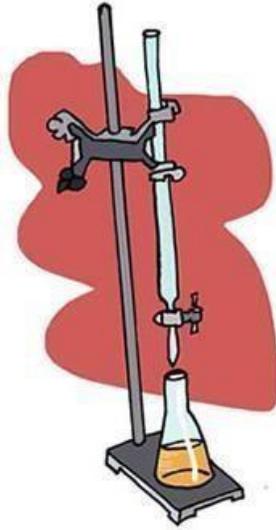
El **punto final**, es el punto que está ligeramente después del punto de equivalencia, es observable mediante **indicadores químicos**, los cuales actúan cuando se ha adicionado un pequeño exceso de titulante. Por ejemplo, en titulación ácido-base, la fenolftaleína se vuelve rosada cuando se le agrega aun media gota de base titulante a la solución que contiene el ácido a determinar, debido a que como el ácido ya fue neutralizado en su totalidad, esa media gota de base constituiría el exceso que vuelve básica la solución y que la fenolftaleína colorea de rosa.

El indicador se elige de tal forma que el **punto final** coincida (o sea muy cercano) al **punto de equivalencia**.

<i>Indicador</i>	<i>Color ácido</i>	<i>Intervalo pH</i>	<i>Color básico</i>
<b>Ácido pícrico</b>	Incoloro	0.1-0.8	Amarillo
<b>Rojo para- metileno</b>	Rojo	1.0-3.0	Amarillo
<b>Azul de timol</b>	Rojo	1.8-2.8	Amarillo
<b>Amarillo de metilo</b>	Rojo	2.9-4.0	Amarillo
<b>2,6 nitrofenol</b>	Incoloro	2.0-4.0	Amarillo
<b>Anaranjado de metilo</b>	Rojo	3.1-4.4	Amarillo-naranja
<b>Azul de bromofenol</b>	Amarillo	3.0-4.0	Azul púrpura
<b>Rojo congo</b>	Azul	3.0-5.0	Rojo
<b>Anaranjado de etilo</b>	Rojo	3.4-4.5	Amarillo
<b>Rojo de alizarina-5</b>	Amarillo	3.7-5.0	Púrpura
<b>Verde de bromocresol</b>	Amarillo	3.8-5.4	Azul
<b>Rojo de metilo</b>	Rojo	4.2-6.2	Amarillo
<b>Rojo de cloro fenol</b>	Amarillo	4.8-6.4	Rojo
<b>Para-nitrofenol</b>	Incoloro	5.0-7.0	Amarillo
<b>Azul de bromotimol</b>	Amarillo	6.0-7.6	Azul
<b>Rojo de fenol</b>	Amarillo	6.4-8.0	Rojo
<b>Azul de timol</b>	Amarillo	8.0-9.6	Azul
<b>Felolftaleína</b>	Incoloro	8.0-9.9	Rojo-violeta

**Tabla 3. Indicadores ácido-base, utilizados en titulaciones.**

En la figura se muestra el montaje del equipo para realizar las valoraciones. En el matraz volumétrico se coloca el patrón primario disuelto en agua y en la bureta la disolución a titular. Se enrasa la bureta y se abre la llave hasta que la reacción finaliza, señalada por el cambio de coloración de la disolución debida al indicador. Para tener mejores resultados, la determinación siempre se realiza al menos por triplicado, descartando los valores que más se alejen del promedio.



**Figura 11.** Montaje del material básico para la estandarización de disoluciones.

## Cierre de la unidad

Hemos concluido nuestra primera unidad y como te habrás percatado, la química analítica es una ciencia, rama de la química, que en los últimos años ha tenido gran trascendencia al analizar sustancias presentes en muestras no solo de la misma ciencia, sino de otras áreas como la geología, la biología, la astronomía, la industria, etc. Todas las sustancias analizadas han sido caracterizadas por la química analítica. Y como toda ciencia, sigue una metodología sustentada en el método científico, lo cual nos permite atacar una problemática desde diferentes perspectivas.

De igual manera, revisamos como se integra la química analítica en sus diversas metodologías, dependiendo de la naturaleza del analito a identificar o cuantificar. El apoyo de la estadística para analizar y corregir sus posibles fuentes de error y de esta manera obtener resultados confiables. Finalmente, analizamos la adecuada forma de medición de la masa y el volumen, así como los instrumentos y materiales utilizados para este fin, al igual como la preparación y estandarización de disoluciones.

Ahora, nos adentraremos más al análisis químico al revisar en forma más detallada cada uno de los métodos, en primer término, la volumetría de ácidos y bases. La forma en que reaccionan y cómo a partir de una concentración conocida podemos conocer la de una sustancia presente en una muestra problema.

## Para saber más



“**Determinación de ácido acetilsalicílico en tabletas analgésicas: una sugerencia práctica**” de Sergio Hernández, Carlos Franco y Carlos Herrera en Ciencia Ahora, No. 25, año 13, enero a julio 2010. En este artículo verás la aplicación del análisis químico cuantitativo a la industria farmacéutica.

## Fuentes de consulta



1. Ayres G. H. (2003). *Análisis Químico Cuantitativo*. Segunda edición. México: Oxford University Press.
2. Skoog D. A., West D. M., Holler F. J., Stanley R. C. (2001). *Química Analítica*. Séptima edición. México: Mc Graw-Hill.
3. Skoog D. A., West D. M., Holler F. J., Stanley R. C. (2005). *Fundamentos de Química Analítica*. Octava edición. México: International Thomson Editores.
4. Rubinson J. F., Rubinson K. A. (2000). *Química Analítica Contemporánea*. Primera edición. México: Pearson Educación.