
Contenido

1. INTRODUCCION, 1

- 1A. *Clasificación de los métodos cuantitativos*, 2
- 1B. *Etapas en un análisis químico*, 2
- 1C. *Elección de método para un análisis*, 4

2. REVISION DE ALGUNOS CONCEPTOS ELEMENTALES, 5

- 2A. *Soluciones y su composición*, 5
Electrolitos; Ácidos y bases; Autoprotolisis; Fuerza de ácidos y bases
- 2B. *Unidades de peso y concentración*, 8
Fórmulas químicas. Pesos fórmula y pesos moleculares;
Concentración de las soluciones
- 2C. *Relaciones estequiométricas*, 17
- 2D. *Equilibrio químico*, 19
Estado de equilibrio

3. EVALUACION DE LOS DATOS ANALITICOS, 27

- 3A. *Definición de términos*, 28
Media y mediana; Precisión; Exactitud
- 3B. *Precisión y exactitud de los datos experimentales*, 30
Clases de errores; Fuentes de errores.
- 3C. *Errores determinados: detección, efectos y corrección*, 33
Clases de errores determinados; Efecto de los errores determinados en los resultados de un análisis; Detección y eliminación de errores determinados instrumentales y personales; Detección de errores determinados del método
- 3D. *Error indeterminado*, 36
Distribución de datos en medidas repetidas; Estadística clásica
- 3E. *Aplicaciones de la estadística a series pequeñas de datos*, 46
Intervalos de confianza; Rechazo de datos; Obtención de curvas de calibración; Métodos de los mínimos cuadrados
- 3F. *Propagación del error indeterminado en los cálculos*, 60
- 3G. *Convenio sobre cifras significativas*, 63

4. METODOS GRAVIMETRICOS DE ANALISIS, 73

4A. Cálculo de resultados a partir de datos gravimétricos, 73

4B. Propiedades de los precipitados, 79

Capacidad de filtración y pureza de los precipitados; Precipitados coloidales; Precipitados cristalinos; Errores de coprecipitación; Precipitación en soluciones homogéneas; Deseccación y calcinación de los precipitados

4C. Aplicaciones del análisis gravimétrico, 90

Reactivos inorgánicos de precipitación; Reactivos reductores; Reactivos orgánicos de precipitación; Análisis gravimétrico de grupos orgánicos funcionales

5. SOLUBILIDAD DE LOS PRECIPITADOS, 100

5A. Constante del producto de solubilidad, 100

Cálculos relacionados con la constante del producto de solubilidad

5B. Efecto de los equilibrios competitivos sobre la solubilidad de los precipitados, 105

Método sistemático para resolver problemas de equilibrios múltiples; Efecto del pH sobre la solubilidad; Formación de complejos iónicos y solubilidad

5C. Separaciones basadas en las distintas solubilidades, 115

Cálculo de la viabilidad de las separaciones: Separaciones de sulfuros

5D. Efecto de la concentración de electrolitos sobre la solubilidad, 119

Algunas observaciones empíricas; Actividad y coeficientes de actividad

5E. Variables adicionales que afectan a la solubilidad, 128

5F. Velocidad de formación de los precipitados, 128

6. INTRODUCCION A LOS METODOS VOLUMETRICOS DE ANALISIS, 134

6A. Terminología relacionada con los métodos volumétricos, 134

6B. Reacciones y reactivos utilizados en el análisis volumétrico, 135

Patrones primarios; Soluciones (patrón)

6C. Cálculos relacionados con los métodos volumétricos de análisis, 136

Definición de peso equivalente en reacciones de neutralización; Definición de peso equivalente en reacciones de óxido-reducción; Definición de peso equivalente en reacciones de precipitación y de formación de complejos; Definición de peso equivalente para especies que no participen directamente en una reacción volumétrica; Cálculo del número de equivalentes y del número de miliequivalentes; Unidades de concentración utilizadas en los cálculos volumétricos; Relación fundamental entre las cantidades de las sustancias que reaccionan

6D. El punto final de análisis volumétrico, 148

Puntos finales basados en observaciones próximas al punto de equivalencia; Puntos finales basados en observaciones alejadas del punto de equivalencia

7. VALORACIONES DE PRECIPITACION, 158

7A. Curvas de valoración para las reacciones de precipitación, 158

Cifras significativas en los cálculos de curvas de valoración; Factores que influyen en la nitidez de los puntos finales; Curvas de valoración para mezclas

- 7B. Indicadores para las valoraciones de precipitación, 164**
Teoría sobre el comportamiento del indicador; Ejemplos de indicadores utilizados en valoraciones de precipitación
- 7C. Aplicaciones de las valoraciones de precipitación, 169**

8. TEORIA DE LAS VALORACIONES DE NEUTRALIZACION, 174

- 8A. Indicadores ácido-base, 174**
Tipos de indicadores ácido-base; Errores de valoración relacionados con indicadores ácido-base
- 8B. Curvas de valoración de ácidos fuertes o de bases fuertes, 176**
Valoración de un ácido fuerte con una base fuerte; Valoración de una base fuerte con un ácido fuerte
- 8C. Equilibrios de ácidos débiles y de bases débiles, 179**
Equilibrios de disociación para ácidos y bases débiles; Cálculos de equilibrio de ácidos débiles y bases débiles; Soluciones tampón; Teoría del comportamiento de un indicador
- 8D. Curvas de valoración de ácidos débiles, 199**
- 8E. Curvas de valoración de bases débiles, 203**
- 8F. Curvas de valoración de mezclas de ácidos fuertes y débiles, 204**
- 8G. Curvas de valoración de ácidos y bases polifuncionales, 205**
Cálculos de pH para sales del tipo NaHA; Curvas de valoración de ácidos polifuncionales; Curvas de valoración de bases débiles polifuncionales
- 8H. Composición de soluciones de ácidos polibásicos en función del pH, 216**

9. APLICACIONES DE LAS VALORACIONES DE NEUTRALIZACION, 225

- 9A. Reactivos para las reacciones de neutralización, 225**
Preparación de soluciones patrón ácidas; Patrones primarios para ácidos; Preparación de soluciones patrón básicas; Patrones primarios para bases
- 9B. Aplicaciones clásicas de las valoraciones de neutralización, 230**
Análisis elemental; Determinación de sustancias inorgánicas; Determinación de grupos orgánicos funcionales

10. VALORACIONES DE FORMACION DE COMPLEJOS, 246

- 10A. Valoraciones con reactivos inorgánicos formadores de complejos, 248**
- 10B. Valores con ácidos poliaminocarboxílicos, 249**
Acido etilendiaminotetracético; Complejos de EDTA con iones metálicos; Cálculos de equilibrio relacionados con EDTA; Deducción de una curva de valoración con EDTA; Indicadores para las valoraciones con EDTA; Tipos de valoraciones en EDTA; Aplicaciones de las valoraciones con EDTA; Determinación de la dureza del agua

11. TEORIA DE LAS VALORACIONES DE OXIDACION-REDUCCION, 268

- 11A. Procesos de oxidación-reducción, 268**
Agentes oxidantes y reductores; Semi-reacciones; Reacciones de óxido-reducción en células electroquímicas

11B. Pilas electroquímicas, 271

Pilas galvánicas y electrolíticas; Conducción en pilas electroquímicas; Componentes de las pilas

11C. Potenciales de electrodo, 273

Electrodos de referencia; Definición de los potenciales de electrodo; Efecto de la concentración en los potenciales de electrodo; Ecuación de Nernst; Potencial normal de electrodo, E^0 ; Cálculo de potencial de electrodo a partir de los datos del potencial normal de electrodo; Potenciales normales de electrodo para semi-reacciones que impliquen precipitación o formación de complejos

11D. Pilas y potenciales de pila, 289

Representación esquemática de las pilas; Cálculo de potenciales de pila; Cálculo de constantes de equilibrio para reacciones de oxidación-reducción a partir de potenciales normales de electrodo; Evaluación de constantes de equilibrio a partir de medidas de potenciales de pila; Limitaciones en el uso de potenciales normales de electrodo

11E. Valoraciones de oxidación-reducción, 300

Deducción de las curvas de valoración; Efecto de la concentración sobre las curvas de valoración; Efecto de la cuantitatividad de la reacción

11F. Indicadores de oxidación-reducción, 311

Indicadores químicos; Puntos finales potenciométricos

11G. Resumen, 313**12. APLICACIONES DE LAS VALORACIONES DE OXIDO-REDUCCION, 321****12A. Reactivos auxiliares oxidantes y reductores, 321**

Reactivos auxiliares reductores; Reactivos auxiliares oxidantes

12B. Aplicaciones de los oxidantes patrón, 325

Permanganato de potasio; Cerio tetravalente; Dicromato de potasio; Métodos yodimétricos; Yodato de potasio; Soluciones de bromato de potasio como fuentes de bromo

12C. Aplicaciones volumétricas de reductores, 341

Hierro (II); Tiosulfato de sodio; Métodos yodimétricos

13. METODOS POTENCIOMETRICOS, 352**13A. Electroodos de referencia, 352**

Electrodos de calomelanos; Electroodos de plata-cloruro de plata

13B. Electroodos indicadores, 355

Electrodos indicadores metálicos; Electroodos de membrana; Electrodo de vidrio para medidas de pH; Electrodo de vidrio para la determinación de otros cationes; Electroodos de membrana-líquida; Electroodos de membrana cristalina; Electroodos o sondas sensibles a los gases

13C. Instrumentos para la medida de potenciales de célula, 373**13D. Medidas potenciométricas directas, 374**

Potencial de unión líquida; Ecuación de la potencimetría directa; Método de calibración del electrodo; Curvas de calibración para potencimetría directa; Método de la adición estándar; Medidas potenciométricas de pH con un electrodo de vidrio

13E. Valoraciones potenciométricas, 382

Detección del punto final; Valoraciones de precipitación; Valoraciones de formación de complejos; Valoraciones de neutralización; Valoraciones de óxido-reducción; Valoraciones diferenciales

14. OTROS METODOS ELECTROANALITICOS, 393**14A. Influencia de la corriente en los potenciales de pilas electroquímicas, 393**

Potencial óhmico; Caída de potencial *IR*; Efectos de polarización

14B. Métodos electrogravimétricos, 398

Aparatos; Propiedades físicas de los precipitados electrolíticos; Aplicaciones de los métodos electrogravimétricos

14C. Culombimetría, 401

Cantidad de electricidad; Tipos de métodos culombimétricos; Valoraciones culombimétricas; Aplicaciones de las valoraciones culombimétricas; Culombimetría a potencial controlado; Aplicaciones de la culombimetría a potencial controlado

14D. Voltametría, 414**14E. Polarografía, 414**

Polarogramas; Interpretación de las ondas polarográficas; aparatos para medidas polarográficas; Detalles analíticos; Aplicaciones de la polarografía

14F. Valoraciones amperométricas, 428

Valoraciones amperométricas con un microelectrodo; Valoraciones amperométricas con microelectrodos gemelos

15. ESPECTROSCOPIA DE ABSORCION, 440**15A. Propiedades de la radiación electromagnética, 440**

Propiedades ondulatorias de la radiación electromagnética; Propiedades corpusculares de la radiación electromagnética; Espectro electromagnético

15B. Obtención de la radiación electromagnética, 443**15C. Absorción de la radiación electromagnética, 444**

Medidas cuantitativas de la absorción: Ley de Beer; Limitaciones a la aplicación de la Ley de Beer

15D. El proceso de absorción, 451

Curvas espectrales; Espectros de absorción atómica; absorción molecular; absorción molecular de la reacción visible y ultravioleta

15E. Componentes y equipos instrumentales para la medida de la absorción, 458

Fuentes de radiación; Selección de la longitud de onda; Selección de la longitud de onda mediante filtros; Selección de la longitud de onda con monocromadores

15F. Recipientes para la muestra, 466**15G. Detectores de radiación, 467****15H. Diseño del instrumento, 470**

Diseños de un solo haz y de doble haz; Colorímetros; Fotómetros; Espectrofotómetros

15I. Análisis absorciométrico cuantitativo, 475

Campo de aplicación; Detalles del procedimiento

15J. Errores en la medida de la absorbancia 481

16. ESPECTROSCOPIA ATOMICA, 489**16A. Métodos atómicos basados en la atomización en una llama, 489**

Proceso de atomización en la llama

16B. Espectroscopia de absorción atómica, 494

Espectros de absorción atómica; Problema instrumental causado por la estrechez de las líneas de absorción atómica; Modulación de la fuente; Instrumentos; Atomización electrotérmica, interferencias; Aplicaciones de la espectroscopia de absorción atómica

16C. Espectroscopia de emisión de llama, 506

Instrumentación; Interferencias; Auto-absorción; Técnicas analíticas

16D. Métodos de emisión atómica basadas en fuentes de emisión de plasma, 509

Fuente de plasma acoplada por inducción; Fuente de plasma de argón de corriente continua; Instrumentos para la espectroscopia de plasma; Aplicaciones cuantitativas de las fuentes de plasma

17. SEPARACIONES ANALITICAS, 515**17A. Métodos de precipitación, 515**

Separaciones basadas en el control del pH; Separaciones de sulfuros; Otros precipitantes inorgánicos; Precipitantes orgánicos; Separaciones electrolíticas

17B. Separaciones por extracción, 518

Teoría; Aplicaciones

17C. Separaciones por intercambio iónico, 521

Resinas de intercambio iónico; Equilibrios de intercambio iónico; Aplicaciones

17D. Separaciones por destilación, 524**18. METODOS CROMATOGRAFICOS, 527****18A. Clasificación de los métodos cromatográficos, 527****18B. Cromatografía en columna, 529****18C. Teorías de la cromatografía por elución, 530**

Teoría cinética de la cromatografía; Velocidad de migración de los solutos

18D. Análisis cromatográfico cualitativo y cuantitativo, 539

Análisis cualitativo; Análisis cuantitativo

18E. Cromatografía gas-líquido, 540

Aparatos; Fases líquidas en la cromatografía gas-líquido; Aplicaciones de la cromatografía gas-líquido

18F. Cromatografía líquida de alta resolución, 546

Aparatos; Cromatografía de partición de alta resolución; Cromatografía de adsorción de alta resolución; Cromatografía de intercambio iónico de alta resolución; Cromatografía de exclusión de alta resolución

18G. Comparación de la cromatografía líquida de alta resolución con la cromatografía gas-líquido, 561**19. PRODUCTOS QUÍMICOS, APARATOS Y OPERACIONES BASICAS EN QUÍMICA ANALITICA, 564****19A. Selección y manejo de los productos químicos y reactivos, 564**

Clasificación de los reactivos comerciales; Normas para el manejo de reactivos y soluciones

19B. Limpieza y rotulación del material de laboratorio, 566**19C. Evaporación de líquidos, 567****19D. Medida de masas, 568**

Distinción entre masa y peso; Balanza analítica; Balanza analítica mecánica monoplato; Balanza analítica electrónica; Resumen de normas para la utilización de una balanza analítica; Fuentes de error durante la operación de pesada; Balanzas auxiliares

19E. Equipo y manipulaciones relacionados con la pesada, 577

Pesasustancias; Desecadores y desecantes; Manejo de los pesasustancias; Pesada de líquidos

19F. Equipo y manipulaciones para la filtración y la calcinación, 580

Aparatos; Manipulaciones relacionadas con la filtración y la calcinación; Normas para la filtración y calcinación con papel de filtros sin cenizas; Normas para la manipulación de objetos calentados

19G. Medida de volúmenes, 589

Unidades de volumen; Efecto de la temperatura en las medidas de volumen; Aparatos para la medida exacta de un volumen; Consideraciones generales sobre el uso del material volumétrico; Normas para usar una pipeta; Normas para usar una bureta; Normas para usar un matraz aforado

19H. Calibración del material volumétrico, 598**19I. Cuaderno de notas laboratorio, 601**

Normas para el uso del cuaderno de laboratorio; Formato

19J. Seguridad en el laboratorio, 602

Normas de seguridad

20. METODOS SELECCIONADOS DE ANALISIS, 605**20A. Métodos gravimétricos de análisis, 605**

Determinación del agua del cloruro de bario dihidratado; Determinación gravimétrica de cloruro en una muestra soluble; Determinación de níquel en acero

20B. Valoraciones de precipitación, 610

Determinación de cloruros; Método de Fajans

20C. Valoraciones de neutralización, 611

Preparación de indicadores para valoración de neutralización; Preparación de ácido clorhídrico 0,1 N; Preparación de hidróxido de sodio 0,1 N exento de carbonato; Determinación de la relación ácido-base; Normalización del ácido clorhídrico frente a carbonato de sodio; Normalización de hidróxido de sodio frente hidrógeno ftalato de potasio; Determinación del hidrógeno ftalato de potasio en una muestra impura; Determinación del peso equivalente de un ácido débil; Determinación de ácido acético en un vinagre; Determinación del carbonato de sodio en una muestra impura; Determinación de carbonato de sodio e hidrógeno carbonato de sodio en una mezcla

20D. Valoraciones de formación de complejos, 617

Preparación de una solución del indicador negro de eriocromo T; Preparación de una solución patrón de EDTA 0,1 F; Preparación de una solución reguladora de pH = 10; Valoración de magnesio con EDTA; Determinación de la dureza total de un agua

20E. Valoraciones con permanganato de potasio, 619

Preparación de una solución aproximada de permanganato de potasio 0,1 N; Normalización del permanganato de potasio frente a oxalato de sodio;

Determinación de hierro en un mineral por valoración con permanganato de potasio; Determinación de calcio en una piedra caliza por valoración con permanganato de potasio

20F. Valoración con dicromato de potasio, 626

Preparación de una solución de dicromato de potasio 0,1 N; Determinación de hierro en un mineral por valoración con dicromato de potasio

20G. Métodos yodimétricos de análisis, 627

Preparación de una solución aproximada de triyoduro 0,1 N; Normalización de las soluciones de triyoduro; Determinación de antimonio en antimonita

20H. Métodos yodométricos de análisis, 629

Preparación de una solución de tiosulfato de sodio 0,1 N; Normalización del tiosulfato de sodio con yodato potásico; Normalización del tiosulfato de sodio frente a cobre; Determinación de cobre en latón; Determinación de oxígeno disuelto por el método de Winkler

20I. Valoraciones con bromato de potasio, 634

Preparación de una solución patrón de bromato de potasio 0,05 N; Normalización de una solución de tiosulfato de sodio 0,05 N frente a bromato de potasio; Determinación de ácido ascórbico en tabletas de vitamina C por valoración con bromato de potasio

20J. Valoraciones con iodato de potasio, 636

Preparación de una solución patrón de yodato de potasio 0,020 F; Normalización del tiosulfato de sodio frente a yodato de potasio 0,020 F; Determinación de yodo y yoduro en una mezcla acuosa

20K. Métodos potenciométricos, 638

Normas generales para la realización de valoraciones potenciométricas; Determinación potenciométrica de cloruro y yoduro en una mezcla; Valoración potenciométrica de un ácido débil; Valoración potenciométrica de los componentes de una mezcla de fosfatos; Determinación de ión fluoruro por potenciometría directa

20L. Análisis electrogravimétrico, 643

Determinación de cobre y plomo en una muestra de latón

20M. Valoraciones culombimétricas, 645

Determinación culombimétrica de ciclohexano

20N. Voltametría, 647

Determinación polarográfica de cobre y cinc en latón; Determinación de plomo por valoración amperométrica

20O. Métodos basados en la espectroscopia de absorción molecular, 649

Limpieza y manejo de las cubetas; Determinación de hierro en agua; Determinación de manganeso en acero; Determinación espectrofotométrica del pH de una mezcla reguladora

20P. Métodos basados en la espectroscopia de absorción atómica, 654

Determinación de plomo en latón; Determinación de plomo en una cerámica vidriada

20Q. Separación de cationes por intercambio iónico, 656

Separación de níquel y cinc; Valoración de níquel y cinc con EDTA

20R. Determinación de etanol en bebidas por cromatografía de gases, 657

Preparación de patrones; Procedimiento

Apéndice 1. Expresión de ecuaciones iónicas netas, 661

Apéndice 2. Uso de números exponenciales, 663

Apéndice 3. Logaritmos, 667

- Apéndice 4. Ecuación cuadrática, 669**
- Apéndice 5. Resolución de ecuaciones de orden superior, 670**
- Apéndice 6. Simplificación de ecuaciones por eliminación de términos, 672**
- Apéndice 7. Designaciones y porosidad para los crisoles filtrantes, 674**
- Apéndice 8. designaciones para los papeles de filtro sin cenizas, 675**
- Apéndice 9. Constantes del producto de solubilidad, 676**
- Apéndice 10. Constantes de disociación para ácidos, 678**
- Apéndice 11. Constantes de disociación para bases, 680**
- Apéndice 12. Algunos potenciales de electrodo normales y formales, 681**
- Soluciones a los problemas, 684**
- Índice, 705**