

TEXTOS DOCENTS

6

GUIA PER A LES PRÀCTIQUES DE QUÍMICA ANALÍTICA

Cristina Ariño
Gemma Fonrodona
Montserrat Llauradó
Lluís Puignou

Departament de Química Analítica



UNIVERSITAT DE BARCELONA



TEXTOS DOCENTS

6

GUIA PER A LES PRÀCTIQUES DE QUÍMICA ANALÍTICA

Cristina Ariño
Gemma Fonrodona
Montserrat Llauradó
Lluís Puignou

Departament de Química Analítica

Publicacions i Edicions



UNIVERSITAT DE BARCELONA

U

B

PRÒLEG

A PLANIFICACIÓ

1. *Les "Pràctiques de Química Analítica" en el marc del pla d'estudis.*

Les "Pràctiques de Química Analítica" es troben associades a l'assignatura "Química Analítica" que s'imparteix en el segon semestre del segon any dins de l'itinerari curricular recomanat del pla de 1992 de l'Ensenyament de Farmàcia. La realització d'aquestes pràctiques és un pre-requisit indispensable per a poder accedir a l'avaluació global de l'assignatura. A les "Pràctiques de Química Analítica" li corresponen 2 crèdits d'un total de 8 crèdits corresponents a l'assignatura de Química Analítica.

El Departament de Química Analítica de la Universitat de Barcelona s'ha fet càrrec des de l'any 1987 de la docència de l'assignatura Anàlisi Química (pla 1973) i l'experiència en la impartició de classes pràctiques ha demostrat que l'existència d'un manual de laboratori pot ésser de gran utilitat pels alumnes per a un millor aprenentatge de la Química Analítica.

2. *El programa.*

2.1. Objectius generals

Atés que les "Pràctiques de Química Analítica" formen part d'una assignatura, el calendari i la capacitat dels laboratoris fa que molts alumnes comencin les classes pràctiques abans de que els continguts teòrics necessaris per llur realització s'hagin impartit, això fa que hagin de rebre una informació puntual i fora de context en el moment d'iniciar-se les pràctiques. Aquesta introducció es du a terme mitjançant una explicació inicial per part del professor i la visió de vídeos especialitzats.

El manual de pràctiques facilita la tasca del professor i de l'alumne ja que, d'una part permet al professor dedicar més temps a resoldre els dubtes que se li plantejen a l'alumne i conduir-lo a una discussió més detallada sobre altres temes relacionats amb cadascuna de les experiències proposades, d'altra banda l'alumne disposa d'una informació bàsica que té sempre al seu abast i que pot ampliar amb la bibliografia recomanada i amb les orientacions del professor.

Aquestes pràctiques pretenen que l'alumne assoleixi un grau suficient d'experiència pel que fa a:

- Manipulació de l'utilatge d'un laboratori analític.
- Interpretació i adequació dels procediments analítics descrits a la bibliografia.
- Realització de volumetries àcid-base, de complexació, d'oxidació-reducció i de precipitació.
- Redacció d'una llibreta de laboratori i expressió dels resultats obtinguts en un informe final.

2.2. El contingut temàtic

El contingut temàtic d'aquest text-guia s'ajusta al contingut del programa de l'assignatura de Química Analítica de l'Ensenyament de Farmàcia on es tracten en detall els equilibris en solució. Així donç, les diferents pràctiques descrites s'inclouent dins de les volumetries àcid-base, complexació, redox i precipitació.

2.3. Planificació del desenvolupament del programa

Per a la realització d'aquestes pràctiques els alumnes s'agruparan per parelles compartint la mateixa taquilla de material, i al llarg de cinc sessions de quatre hores hauran de dur a terme les següents experiències:

- Estandardització d'una dissolució patró.
- Preparació d'una dissolució auxiliar i/o indicador.
- Una volumetria (amb indicador químic i/o físic) de cadascun dels blocs temàtics: àcid-base, complexació, redox i precipitació.
- Redacció individual d'un quadern de laboratori on es recollin totes les experiències realitzades (detallant l'objectiu, introducció, bibliografia, procediment, càlculs previs, mesures experimentals, observacions, resultats obtinguts, i a més la resposta a les qüestions plantejades en el corresponent tema descrit en el text-guia.

2.4. Consideracions i precisions sobre la metodologia de treball

Aquest manual ha de permetre a l'alumne assolir de forma eficaç les següents informacions:

1. Familiarització amb l'utilatge analític més comú i molt especialment amb la seva utilització.
2. Introducció breu sobre el contingut d'una determinada experiència, es a dir, quin és el seu objectiu, quin és el tipus de procediment per aconseguir-lo, i quina és la bibliografia on podrà trobar exactament descrits els diversos procediments experimentals, la qual podrà tenir al seu abast en el propi laboratori.
3. Una explicació clara i detallada de les més elementals normes de seguretat al laboratori, així com una indicació concreta respecte al tractament de residus per tal de preservar el medi ambient de la contaminació.
4. Consideracions de tipus general que permetin l'aprenentatge de les tècniques potenciomètriques aplicades a les volumetries.
5. Instruccions per a l'elaboració d'una llibreta de laboratori per tal d'inculcar a l'alumne una de les més elementals normes BPL (Bones Pràctiques de Laboratori).
6. Inclusió de qüestions en cadascun dels temes per tal que l'alumne gaudexi d'una forma senzilla d'autoavaluació, així com per afavorir el seu interès i millorar el seu nivell de coneixements.

A continuació es fan algunes precisions sobre la metodologia de treball que son d'aplicació a totes les experiències que l'alumne tindrà que realitzar. Aquestes consideracions es descriuent en el capítol d'introducció.

2.5. Criteris i activitats d'avaluació

La realització de les pràctiques és un pre-requisit indispensable per a l'avaluació global de l'assignatura de Química Analítica. Les pràctiques seran avaluades amb una qualificació de 0 a 10 que serà presa en consideració per l'avaluació final de l'assignatura per part del professor encarregat de la docència.

La qualificació de les pràctiques es farà d'acord amb els criteris generals d'una avaluació

continuada per part dels professors responsables del grup de pràctiques. Es prendran en consideració aspectes com el nombre d'experiències realitzades, la qualitat dels resultats analítics, la preparació de l'experiència abans de la seva realització (esquema del procediment i càlculs previs), l'ordre, l'adequació i cura en l'ús del material de laboratori, i finalment la presentació del diari de laboratori i resolució de les qüestions que es plantejen al final de cada experiència.

B PROJECCIÓ PROFESSIONAL/CIENTÍFICA DE LES PRÀCTIQUES DE QUÍMICA ANALÍTICA

La Química Analítica és una ciència on la experimentació té una gran incidència, i per això les Pràctiques de Laboratori facilitaran a l'alumne un millor aprenentatge. En els darrers anys, aquesta branca de la Química ha experimentat una evolució gairabé en progressió geomètrica, sobre tot pel que fa a la innovació tecnològica, que ha permès la millora o aplicació de noves tècniques instrumentals per l'anàlisi química. L'ús d'aquesta nova i diversa tecnologia ha posat de manifest la necessitat d'assegurar cada vegada més estrictament les garanties de qualitat del treball analític, per la qual cosa és important adquirir una formació experimental que valori l'ús de les "Bones Pràctiques de Laboratori" (BPL). D'altra banda, la publicació de nous llibres de text més o menys especialitzats relacionants amb la Química Analítica fa que les fonts d'informació siguin molt diverses i de vegades massa disperses. En aquest text s'han inclòs en cadascun dels temes i blocs temàtics referències actuals i clàssiques que pel seu interès son obres de consulta imprescindible.

La iniciació en l'aprenentatge de la Química Analítica ha de passar necessàriament per la realització de les Pràctiques de Laboratori relacionades amb aquest Text-guia, les quals ofereixen a l'alumne la possibilitat d'una primera presa de contacte amb el que serà l'utilatge bàsic per a l'experimentació en Química Analítica, que li permetrà assolir el criteri per l'elecció adequada del material atesa l'exactitud requerida segons el problema analític a resoldre.

En aquest curs és dona molta importància a l'aplicació de les tècniques volumètriques a l'anàlisi química, la volumetria és una de les tècniques analítiques clàssiques que per la seva facilitat d'aplicació i baix cost continua éssent una de les tècniques més emprades als laboratoris farmacèutics pel control de qualitat de components minoritaris i majoritaris. A més, aquesta tècnica té el valor afegit d'ésser un bon model per l'aprenentatge i l'adquisició dels hàbits més elementals en l'experimentació analítica per tal d'adequar-se a les normes BPL.

NOTA DELS AUTORS:

Per a l'elaboració d'aquest text s'ha realitzat una selecció i adaptació dels principals procediments emprats en l'anàlisi química clàssica incloent-hi l'ús de les tècniques potenciomètriques. Així mateix, els autors volen manifestar la inestimable col.laboració per part dels professors titulars del departament de Química analítica de la Universitat de Barcelona, autors del Text-guia "Introducció a l'experimentació en Química Analítica", el qual ha estat un punt de referència important per a la preparació d'aquest llibre.

Per a l'eleboració d'aquest text ("Guia per a les pràctiques de Química Analítica, Ensenyament de Farmàcia"), s'ha rebut un ajut del Gabinet d'Avaluació i Innovació Universitària (GAIU) i ha estat elaborat pels professors titulars del Departament de Química Analítica: Cristina Ariño i Blasco, Gemma Fonrodona i Baldajos, Montserrat Llauredó i Tarragó i Lluís Puignou i Garcia.

Barcelona, Octubre de 1994

ÍNDIX

Introducció	3
Material d'ús freqüent al laboratori analític	5
Consideracions generals: Esquema general del procediment a seguir	8
Expressió de la concentració	14
Consideracions generals sobre les mesures potenciomètriques	19
 Seguretat i residus	 25
 Dissolucions auxiliars i indicadors	 31
 Dissolucions patró	 37
Dissolucions patró d'àcid sulfúric i d'àcid clorhídric	39
Dissolució patró d'hidròxid de sodi	42
Dissolució patró d'àcid perclòric en àcid acètic	45
Dissolució patró d'àcid etilendiaminatetraacètic	48
Dissolució patró de permanganat de potassi	50
Dissolució patró de tiosulfat de sodi	53
Dissolució patró de nitrat de plata	56
 Pràctiques aplicades de laboratori	 59
Volumetries àcid-base	61
Determinació de l'acidesa total d'un vinagre	63
Determinació del contingut d'àcid acetilsalicílic en comprimits d'aspirina	65
Anàlisi d'olis d'origen vegetal: determinació de l'índex d'acidesa	67
 Volumetries àcid-base en medi no aquòs	 69

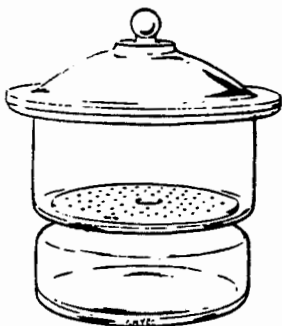
Determinació de la puresa d'una mostra d'amoxicilina sòdica en un preparat farmacèutic	71
Determinació de la puresa d'una mostra d'antipirina	73
Volumetries de complexació	75
Determinació de la duresa de l'aigua:	
determinació de calci i magnesi	77
Determinació del contingut de níquel en una mostra d'un mineral	79
Volumetries d'oxidació-reducció	81
Determinació del contingut d'àcid ascòrbic en productes farmacèutics comercials	83
Determinació del contingut de clor actiu en un lleixiu	85
Determinació del contingut de coure en una mostra d'un mineral	87
Determinació del contingut de ferro en una mostra d'un mineral	89
Determinació del contingut de peròxid d'hidrogen en una mostra comercial	92
Determinació de l'índex de permanganat d'un vi	95
Anàlisi d'olis d'origen vegetal:	
determinació de l'índex de iode	97
Volumetries de precipitació	99
Determinació del contingut de clorurs en una mostra d'aigua	101
Potenciometries	103
Valoracions potenciomètriques àcid-base	105

INTRODUCCIÓ

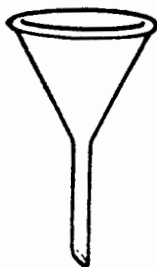
MATERIAL D'ÚS FREQUENT AL LABORATORI ANALÍTIC



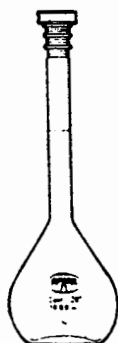
Bureta: material volumètric de precisió; és emprada, fixada a un suport, per a afegir volums variables amb precisió.



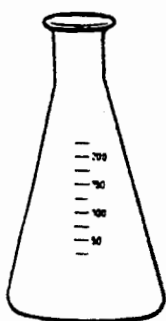
Dessecador: recipient amb tapadora, que tanca hermèticament. S'utilitza per a guardar objectes i substàncies en atmosfera seca.



Embut: és emprat per a introduir més fàcilment líquids en recipients de coll estret i també com a suport de paper de filtre en efectuar una filtració.



Matràs aforat: recipient volumètric de precisió; quan s'arrasa fins al senyal conté un volum exactament conegut de dissolució.



Matràs erlenmeyer: Emprat per a manipular líquids, en les valoracions i treballs generals de laboratori.

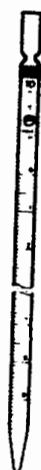
No és convenient emprar-lo si després s'ha de transvasar el líquid a un altre recipient.



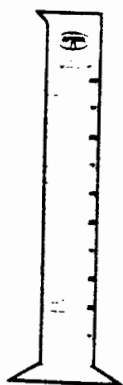
Pesafiltres: flascons amb tap esmerilat, emprats per a pesar la mostra per diferència.



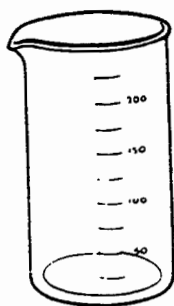
Pipeta: material volumètric de precisió, emprat per a transferir un volum exactament conegut de líquid; poden ésser d'un o de doble senyal d'arrasament. També s'anomenen pipetes volumètriques.



Pipeta Graduada: és un dosificador de menys precisió. Les pipetes d'un i dos ml són equivalents a les volumètriques, però les més grans només serveixen per afegir reactius auxiliars.



Proveta: material volumètric emprat per a mesurar, transvasar o recollir líquids. Mesura volums de manera aproximada.



Vas de precipitats: recipient destinat a contenir líquids, fer atacs de mostra i precipitacions, especialment si després cal transvasar el líquid a un altre recipient. El volum que mesura és aproximat.



Vidre de rellotge: utilitzat com a tapadora de vasos de precipitats, com a suport de substàncies en pesar-les, transportar-les, assecar-les a l'estufa, etc.

Bibliografia

S. ALEGRET I SANROMÀ. *"Diccionari de l'utilatge químic"*. Institut d'Estudis Catalans, Barcelona, 1977.

A.I. VOGEL. *"Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis"*. 5^a ed. revisada per G.H. Jeffery, J. Bassett, J. Mendham i R.C. Denney. Longman Scientific & Technical, 1989, pàg. 78-87.

D.A. SKOOG I D.M. WEST. *"Química Analítica"*. 4^a ed. McGraw-Hill, 1989, pàg. 577-580, 589-598.

D.C. HARRIS. *"Análisis Químico Cuantitativo"*. Grupo Editorial Iberoamérica, 1992, pàg. 13-25.

F. BERMEJO MARTINEZ, M.P. BERMEJO BARRERA I A. BERMEJO BARRERA. *"Química Analítica, General, Cuantitativa e Instrumental"*. 7^a ed. corregida i ampliada. Paraninfo, 1991, pàg. 755-774.

M. XIRAU I VAYREDA. *"Anàlisi Química, Manual de pràctiques amb nocions de teoria"*. Universitat de Barcelona. Facultat de Farmàcia, 1985, pàg 23-26.

CONSIDERACIONS GENERALS

Esquema general del procediment a seguir

Analit a determinar en la mostra i si cal, mètode

Consulta de la Bibliografia

Cas que hi hagin diferències en els procediments o, fins i tot, existeixin diferents mètodes, assabenteu-vos de les diferències i dels possibles avantatges i inconvenients de cadascun respecte els altres.

Consulteu amb el professor i decidiu el mètode i procediment més adient

Assabenteu-vos del procediment per a l'atac de la mostra

Feu els càlculs previs

Peseu la mostra

Feu la dissolució de la mostra

Procediu a la Determinació

Feu l'avaluació dels resultats obtinguts

Si els resultats obtinguts són bons == > Final de l'anàlisi

Si els resultats obtinguts són dolents == > Tornar a pesar la mostra.