

Primer examen parcial de un curso de Métodos Físicoquímicos de Análisis Instrumental

Alberto Rojas Hernández, Giaan Arturo Álvarez Romero, José Luis Córdova Frunz, Guillermo A. Vázquez Coutiño, María Teresa Ramírez Silva¹

Resumen

Se propone un reactivo para un curso de licenciatura de métodos de análisis instrumental para evaluar el conocimiento de curvas de adiciones patrón y curvas de calibración, considerando el tratamiento estadístico de los datos.

Introducción

Dentro del plan de estudios de la Licenciatura en Química de la UAM-Iztapalapa, se tiene un curso obligatorio con nombre Métodos Físicoquímicos de Análisis Instrumental. En este curso, como en muchos otros que se imparten en otras universidades e instituciones de educación superior, se revisan los principios de funcionamiento y aplicaciones de varios métodos instrumentales de análisis químico. Para inscribirse al curso, los alumnos ya tuvieron que aprobar un curso de Probabilidad y Estadística; los cursos de Química Analítica I y II, en donde se estudian los fundamentos de la química de disoluciones, y un curso de Métodos Físicoquímicos de Separación, en donde estudian los fundamentos de

métodos de extracción líquido-líquido y cromatográficos.

En el curso que nosotros impartimos en la UAM-I, se discuten primero algunas cuestiones generales de estos métodos y se revisan –en forma más detallada que en otros enfoques– los métodos generales de análisis cuantitativo, tales como curvas de calibración (estándar o patrón), y curvas de adiciones patrón (o estándar). Posteriormente se desarrollan algunos métodos tales como la espectrofotometría, la potenciometría y la conductimetría, el método de absorción atómica y los métodos instrumentales de cromatografía de gases y de líquidos de alta resolución.

El reactivo que se presenta a continuación constituye un ejemplo de primer examen parcial, que ponemos a su consideración y análisis. Invitamos a todos los lectores a que intenten resolverlo y compararlo con nuestra respuesta en el siguiente número de la revista que, como se acostumbra en esta sección, aparecerá comentada.

El examen fue pensado para resolverse en una hora y media y, como todos nuestros exámenes, es a libro abierto, aunque el problema 2 dice explícitamente que se deja como complemento a casa para obtener puntuación adicional. Se espera que los estudiantes reporten sus resultados como valores promedio con incertidumbres, aplicando para ello un tratamiento estadístico de datos adecuado.

¹ Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa. Departamento de Química. Área de Química Analítica. Apdo. Postal: 55-534. 09340 México, DF.

Recibido: 23 de marzo de 2004; **aceptado:** 3 de febrero de 2005.



MÉTODOS FISCOQUÍMICOS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL
PRIMER EXAMEN PARCIAL
PROFESORES: MA. TERESA RAMÍREZ SILVA
ALBERTO ROJAS HERNÁNDEZ
Martes 2 de abril de 2002

1. Se desea analizar un lixiviado de cobre (de concentración de Cu desconocida) en medio amoniacal (de concentración aproximada 2 M en amoníaco). A 10 mL de disolución problema se realizaron adiciones a partir de una disolución acuosa estándar de CuSO_4 pentahidratado 0.4205 M. Se obtuvieron entonces los siguientes resultados al medir la absorbancia a 610 nm en celdas de longitud de paso óptico igual a 1 cm, después de cada adición.

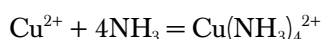
a) Clasificar el método de análisis cuantitativo como: curva de calibración, adiciones patrón o valoración, directo o indirecto, con o sin efecto de dilución. Justificar su respuesta. (1 punto)

b) Graficar la absorbancia a 610 nm como función de la concentración de Cu(II) proveniente de la disolución estándar. ¿La función observada corresponde a una línea recta? Fundamentar su respuesta a esta pregunta, deduciendo algebraicamente la relación funcional entre las variables graficadas. (3 puntos)

c) Determinar la concentración de Cu(II) en el lixiviado amoniacal y su incertidumbre. Expresar su resultado en partes por millón de Cu(II) (mg L^{-1}). (3 puntos)

d) Determinar el factor de respuesta (factor de proporcionalidad) del $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ en este sistema y su incertidumbre. Expresar correctamente sus unidades. (3 puntos)

Datos: En disoluciones amoniacaes 2M considerar que sólo ocurre la reacción cuantitativa:



cuando el Cu(II) se encuentra al menos 100 veces más diluido.

Masa molar de Cu = $\text{MM}_{\text{Cu}} = 63.546 \text{ g mol}^{-1}$

2. (A casa para aumentar hasta 2.0 puntos sobre el examen.) Para determinar el contenido de Cu en un latón comercial se ataca un estándar de Cu y diferentes cantidades de estándar se extraen, selectiva y cuantitativamente, con cantidades iguales de neocuproína (X) en cantidades iguales de cloroformo. Se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla 2.

| $m_{\text{Cu}} / \text{mg}$ | 99.882 | 149.82 | 199.76 | 249.71 | 299.65 |
|-----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| $A^{(459)}$ | 0.921 | 1.322 | 1.921 | 2.510 | 2.706 |

Al atacar independientemente tres muestras de latón comercial con masas de 236.4 mg, 237.0 mg, 236.8 mg, y seguir exactamente el mismo procedimiento con X, se obtuvieron valores de absorbancia a 459 nm ($A^{(459)}$) de 1.569, 1.659 y 1.636.

a) Clasificar el método de análisis cuantitativo como curva de calibración, adiciones patrón o valoración, directo o indirecto, con o sin efecto de dilución. Justificar su respuesta. (0.5 puntos)

b) Obtener el porcentaje másico promedio del Cu contenido en el latón comercial, así como su desviación estándar, considerando solamente las tres repeticiones. (1.5 puntos)

Datos: Considerar que al extraer el Cu^{2+} con X en cloroformo ocurre la reacción cuantitativa:
 $\text{Cu}^{2+}(\text{ac}) + 2\text{X}^-(\text{ac}) = \text{CuX}_2(\text{org})$, cuando X se encuentra al menos 100 veces más concentrada.

Tabla 1.

| Sistema | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|-------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $V_{\text{prob}} / \mu\text{L}$ | 10.0 | – | | | | | | | | | |
| $V_{\text{est}} / \mu\text{L}^*$ | 0 | 50 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| $V_{\text{est}} / \mu\text{L}^{**}$ | 0 | 50 | 70 | 90 | 110 | 130 | 150 | 170 | 190 | 210 | 230 |
| $A^{(610)}$ *** | 0.413 | 0.524 | 0.579 | 0.623 | 0.668 | 0.724 | 0.779 | 0.857 | 0.890 | 0.952 | 0.984 |

* V_{est} es el volumen adicionado del estándar.

** V_{est} es el volumen acumulado del estándar agregado a los 10.0 mL del problema.