



Laboratori de Química Analítica I

Curs 2020-2021

Anàlisi Qualitativa Clàssica

Héctor Martínez Pérez-Cejuela

Adreça: perezcej@uv.es / Hector.Martinez-Perez@uv.es

Departament Química Analítica Ed. E 2^a planta Lab. 10



Introducció al laboratori de química analítica I

Assignatura LQAI

- La docència de l'assignatura s'organitza entorn als següents apartats:
 - (i) Preparació de la pràctica que es vol realitzar
 - (ii) treball al laboratori (assistència obligatòria)
 - (iii) tractament dels resultats obtinguts
 - (iv) quadern de treball de laboratori i informes analítics.
- Primera convocatòria:

Treball de laboratori i quadern de laboratori	Informes i resultats	Exàmens
20%	50%	30%

- Part qualitativa: 1/3 Part quantitativa: 2/3
- Segona convocatòria: Apartats amb nota inferior a 4 hauran de recuperar-se amb un examen escrit i/o pràctic

Treball al laboratori

- Treball al laboratori principalment:
 - Material preparat per l'estudiant prèviament
 - S'aclariran aspectes necessaris per fer la pràctica (introducció, qüestions prèvies, dubtes, etc.)
 - Treball al laboratori per parelles (fins i tot compartint resultats obtinguts per diferents parelles)
 - Elaboració del quadern de treball al mateix temps que es realitza la pràctica (no ha de passar-se a net)

Treball al laboratori

Rúbrica para Trabajo de Laboratorio

	Aspecto a evaluar	0	1	2	3
		No Cumple	Regular	Bueno	Excelente
Trabajo en el laboratorio	Participación	No cumple	Cumple con uno de los tres criterios.	Cumple con dos de los tres criterios.	Cumple con: 1. Buen uso del tiempo prestando atención al desarrollo de la práctica 2. Participación activa, discute claramente y proporciona ideas sobre la práctica 3. Actitud de liderazgo contribuyendo con esfuerzo a la realización del trabajo.
	Conocimientos/ Resolución del problema	No cumple	Cumple con uno de los tres criterios.	Cumple con dos de los tres criterios.	Cumple con: 1. Sabe claramente cómo resolver el problema 2. Hace uso de los esquemas y notas del cuaderno 3. Busca activamente y sugiere soluciones a los problemas
	Movimiento	No cumple	Cumple con uno de los tres criterios.	Cumple con dos de los tres criterios.	Cumple con: 1. Se mueve por el laboratorio solo para realizar el trabajo necesario 2. Permanece en su lugar de trabajo teniendo cuidado de los procedimientos experimentales 3. Mantiene una actitud responsable
	Seguridad	No cumple Ignora los procedimientos de seguridad	Cumple con uno de los tres criterios.	Cumple con dos de los tres criterios.	Cumple con: 1. Utiliza guantes y gafas de seguridad 2. Sigue las directrices de seguridad 3. Realiza el trabajo con total atención y cuidado
	Área de trabajo/ equipo y materiales	No cumple	Cumple con uno de los tres criterios.	Cumple con dos de los tres criterios.	Cumple con: 1. Área de trabajo ordenada durante el laboratorio 2. Área de trabajo limpia al finalizar 3. Material y equipo correctamente utilizado y guardado al finalizar. Devuelve el material extra y no hay roturas ni intercambios de material

Quadern de laboratori

- Títol, data, parella
- Objectius
- Formulació de les reaccions químiques
- Part experimental
 - Material i aparells
 - Procediment experimental
 - Càlculs previs i/o taules (anomenades i amb títols)
- Resultats amb els càlculs “post”, unitats i xifres significatives
- Discussió i/o conclusions
- Annex: qüestions

Important: el treball ha de poder ser reproduït

Quadern de laboratori

Rúbrica para Evaluar la Libreta de Laboratorio

	Aspecto a evaluar	0	1	2	3
		No Cumple	Regular	Bueno	Excelente
Libreta de Laboratorio	Componentes Generales de la libreta de laboratorio	No cumple	Cumple con uno de los cinco criterios	Cumple con tres de los cinco criterios	Cumple con: 1. Índice 2. Páginas Numeradas 3. Título y Fecha 4. Bolígrafo Negro o azul 5. Errores tachados con línea, y con fecha
	Organización	Sin organización	Casi no sigue el formato requerido (más de tres errores)	Buena organización	Muy bien organizado y entendible, fácil de consultar. Incluye observaciones y conclusiones de los resultados
	Esquemas y cuestiones	Ignora completamente la realización de esquemas y cuestiones	Realiza solo algunos esquemas y cuestiones o son poco entendible	Realiza los esquemas y cuestiones correctamente pero mejorables	Realiza todos los esquemas del trabajo a realizar y las cuestiones de forma clara. El cuaderno esta al día.
	Conocimiento General	El estudiante no refleja entendimiento de los conocimientos científicos.	El estudiante refleja entendimiento de los conocimientos científicos pero no logra conectar ni relacionar los distintos conceptos ni los articula eficazmente.	El estudiante refleja entendimiento de los conocimientos científicos pero o no logra conectarlos ni relacionar, uno los articula eficazmente.	El estudiante refleja entendimiento de los conceptos científicos en cuestión, los puede relacionar adecuadamente y los articula de forma eficaz.

Informe de resultats

- Fonamentalment:
 - Per parelles (s'hi ha problemes, individuals)
 - Títol, noms, grup, parella
 - Dades primàries, càlculs, resultats intermediaris i resultat final amb unitats i xifres significatives (replicats)
- Teniu les indicacions al seminari de volumetria i exemples darrere de cada pràctica

Informe de resultats

Rúbrica para Informe de Laboratorio

	Aspecto a evaluar	0	1	2	3
		No Cumple	Regular	Bueno	Excelente
Informe	Resumen	No cumple	Cumple con uno de los tres criterios.	Cumple con dos de los tres criterios.	Cumple con: 1. Objetivos 2. Información breve del tema 3. Exposición breve del problema e hipótesis
	Problema / Hipótesis	No cumple	Cumple con uno de los tres criterios.	Cumple con dos de los tres criterios.	Cumple con: 1. Establece el problema de forma clara y explícita 2. La hipótesis evalúa la relación entre variables pertinentes a la investigación 3. La hipótesis se fundamenta en una base científica
	Metodología	No cumple	Cumple con uno de los tres criterios.	Cumple con dos de los tres criterios.	Cumple con: 1. Procedimientos 2. Controles y variables dependiente e independiente 3. Entiende claramente la metodología y la relación entre las variables independientes y la dependiente
	Resultados	No cumple	Cumple con uno de los tres criterios.	Cumple con dos de los tres criterios.	Cumple con: 1. Incluye los datos requeridos para obtener el resultado 2. Presenta las ecuaciones requeridas 3. Escribe resultados de forma clara y con su desviación estándar y cifras correctas
	Discusión	No cumple	Cumple con uno de los tres criterios.	Cumple con dos de los tres criterios.	Cumple con: 1. Utiliza los datos para explicar resultados observados 2. Establece relación entre datos recopilados con la evaluación de la hipótesis 3. Analiza la importancia y contribución de los resultados para la resolución del problema

Mesures covid-19

- Utilització de la mascareta FFP2 correctament en tot moment
- Evitar aglomeracions a l'entrada o eixida
- Distància de seguretat (1,5 m)
- Neteja de mans amb aigua i sabó i/o gel hidroalcohòlic (dispensadors a la porta d'accés)
- No compartir material al laboratori

Mesures covid-19

- Utilitzar el material indicat pel professor
- Desinfectar el material i lloc de treball a l'inici i fi de la jornada (flascons rojos indicats). Prohibit l'aplicació a superfícies calentes
- Evitar tocar superfícies/material/equipos
- Ordre en la pesada i en la utilització de vitrines
- **NO S'HA D'ASSISTIR A LA FACULTAT DAVANT DE QUALSEVOL SÍMPTOMA**
 - Flexibilització en la recuperació de classes

Mesures generals de laboratori

- EPIs (equips de protecció individuals) com guants, bata, ulleres (i ara mascareta FFP2).
 - Ulleres obligatòries en cas d'utilització de reactius perillosos (HNO_3 , HCl conc.). Evitar les lents de contacte. Roba adequada
 - Goma per a recollir-se els cabells llargs (Flama)
- No menjar/beure al laboratori
- Abans d'eixir del laboratori, lleve's la bata i els guants i rente's les mans.
- No es poden realitzar experiments no autoritzats



Introducció a l'anàlisi qualitativa

Classificació de les tècniques analítiques

- Segons la informació que s'obté:
 - Qué? → Qualitativa: Identificació de l'analit
 - Quant? → Quantitativa: Determinació de l'analit
 - Com? → Estructural: Estructura de l'analit
- Segons la naturalesa de l'analit:
 - Inorgànic: sòls, minerals, aliatges...
 - Orgànic: aliments, fàrmacs, plaguicides...
 - Bioquímic: proteïnes, enzimes, ADN...

Anàlisi qualitativa vs quantitativa

A. qualitativa

Resposta

- Binària SI/NO (observar)

Propietats

- Subjectivitat
- Rapidesa i baix cost
- Necessitat de confirmació

Exemples

A. quantitativa

Resposta

- Numèrica (mesurar)

Propietats

- Objectivitat
- Certesa i exactitud
- Requereix de temps

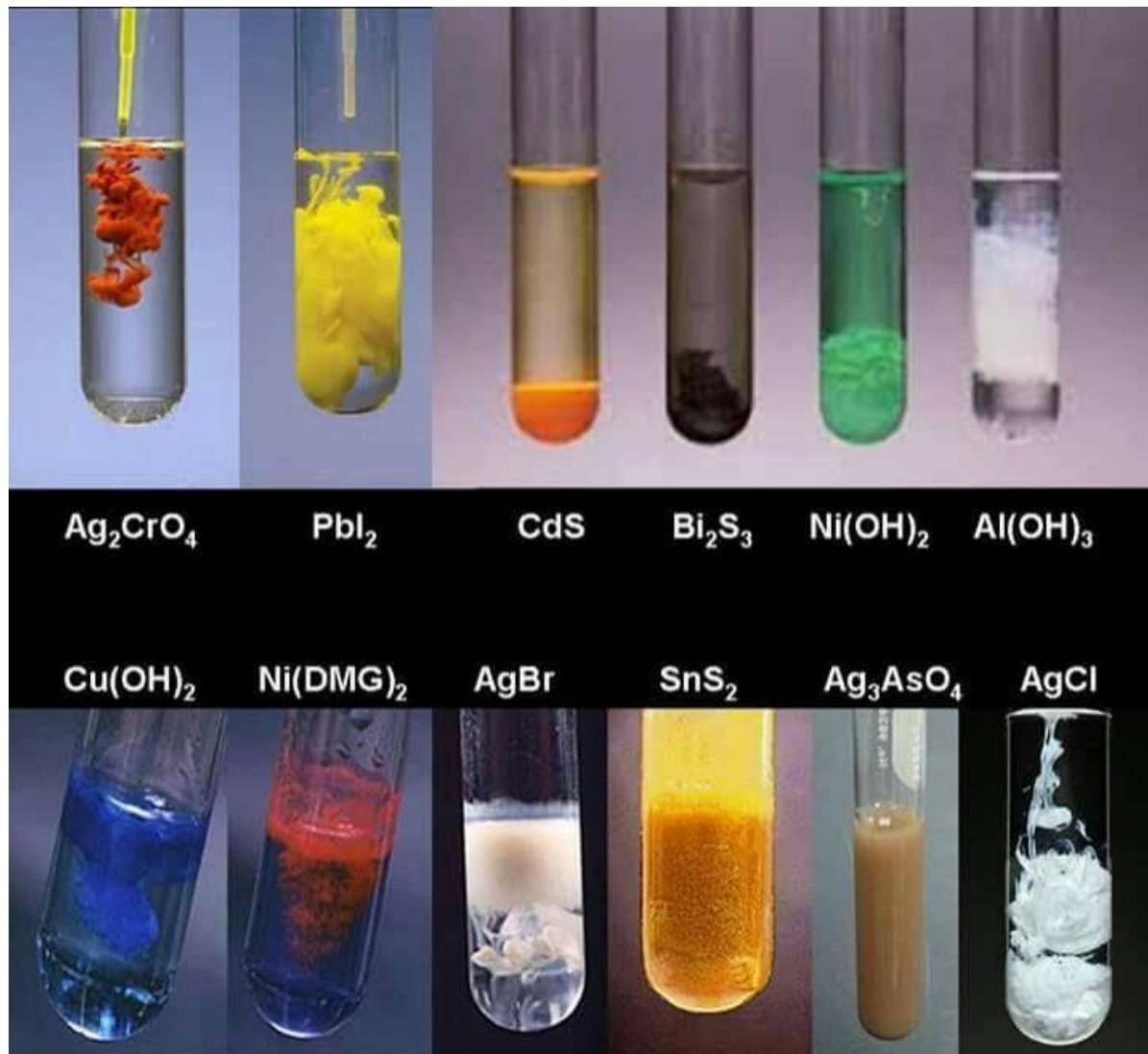
Exemples

Anàlisi qualitativa

- Els mètodes qualitatius es basen en l'observació de certes propietats de les substàncies, que permeten deduir la seua presència i/o reconèixer que un o més analits estan presents en una mostra
 - Els mètodes clàssics utilitzen reactius per a posar de manifest la presència de l'analit atenent a les seues propietats químiques
 - En el assajos cal fer un blanc (control negatiu), un testimoni (control positiu) i un assaig en la mostra problema
 - Utilització dels sentits per detectar el producte d'una reacció (p.e. formació compost acolorit, precipitat, un gas, olor característic, etc.)

Mètodes de screening!!

Anàlisi qualitativa

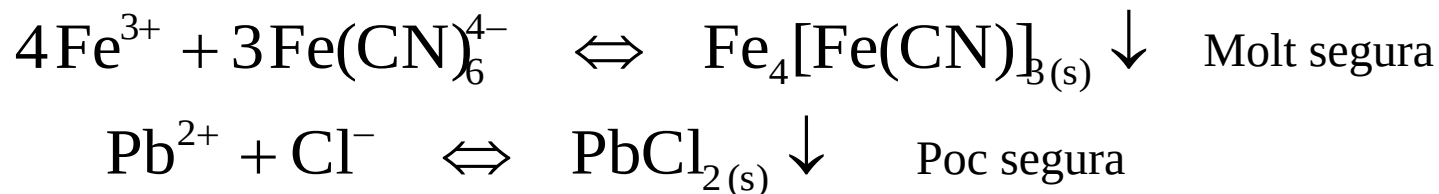


Reactius

- Segons les seues propietats
 - Àcid-base: HCl , H_2SO_4 , NH_3 , HNO_3 , NaOH ,...
 - Complexació: SCN^- , NH_3 , Cl^- ,...
 - Precipitació: Cl^- , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , OH^- , S^{2-} ,...
 - Redox: H_2O_2 , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_4^- ,...
- Segons la seua selectivitat:
 - Generals: NaOH , NH_3 , H_2SO_4 , HCl , H_2S , H_2O_2 ,...
 - Especials: SCN^- , DMG, o-fenantrolina,...
- Funció: de grup, reconeixement o emmascarants

Característiques d'una reacció

- **Quantitativitat:** Grau de desplaçament de la reacció cap a la formació de productes
- **Sensibilitat:** Expressa la concentració mínima d'analit que es pot detectar amb una reacció donada (LI, límit identificació) (Molt sensible-sensible-poc sensible)
- **Selectivitat:** Grau d'interferències que presenta la reacció a causa d'espècies presents en la matriu (General-Selectiva-Específica)
 - Us d'estratègies de tractament de mostra: emmascarament, precipitació, extracció, etc.
- **Fiabilitat:** Percentatge d'encerts dels assajos realitzats (falsos positius i negatius)
Amplitud en condicions experimentals en què pot realitzar-se una reacció
- **Altres:** Seguretat, rapidesa, cost, etc.



Fiabilitat

- Falsos positius:
 - Es rebutja l'existència d'analit encara que hi ha
- Falsos negatius:
 - S'accepta l'existència d'analit encara que no hi ha

Important:

S'utilitzaran tècniques més potents per a l'anàlisi del positius,
per als negatius no

Marxes analítiques

- És un mètode (laboriós) utilitzat per establir la presència d'elements en una mostra amb l'objectiu de conèixer la seua composició qualitativa (normalment cations inorgànics) mitjançant reaccions químiques on es produeix la formació de sals o complexos de color únic y característic.
- Esquema de separació dels analits en grups utilitzant reactius generals de precipitació, per a reduir les interferències i millorar la seguretat de la identificació. Les més usuals per a cations són:

marxa del sulfhídric

marxa del carbonat



Hidròxids i
carbonats



- Segura
- Problemes amb Sn(IV), Pb(II) i Ca(II)

Anàlisi Qualitativa-horari

- Introducció assignatura-Seminari I: 01/02/2021 16:00-18:00
- Sessió I: anàlisi qualitativa 03/02/2021 14:45-18:45
- Seminari II: 04/02/2021 16:00-18:00
- Sessió II: 18/02/2021 14:45-18:45
- Sessió III: 19/02/2021 14:45-18:45
- Sessió IV: 01/03/2021 14:45-18:45
- Examen part qualitativa: 04/03/2021 14:45-16:45

Anàlisi Quantitativa-horari i ordre

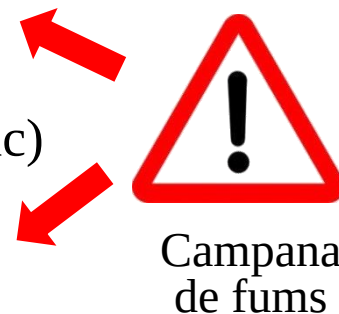
- Seminari III, anàlisi volumètrica/gravimètrica i part quantitativa (si tenim temps): 05/03/2021 16:00-18:00
- Pràctica 8 (S5): 25/03/2021 14:45-18:45. Calci en llet
- Pràctica 3 (S6): 26/03/2021 14:45-18:45. Polifosfats
- Pràctica 6 (S7): 13/04/2021 14:45-18:45. Oxidabilitat (permang.)
- Pràctica 2 (S8): 14/04/2021 14:45-18:45. Alcalinitat en aigües
- Pràctica 4/7 (S9): 28/04/2021 14:45-18:45 Clorurs/Cendres i humitat
- Pràctica 9 (S10): 29/04/2021 14:45-18:45 Ferro en aliments
- Pràctica 5 P1 (S11): 10/05/2021 14:45-18:45 Coure i zinc en llautó
- Pràctica 5 P2 (S12): 11/05/2021 14:45-18:45 Coure i zinc en llautó
- Seminari IV, repàs quantitativa: 13/05/2021 16:00-18:00
- Examen part quantitativa: 19/05/2021 11:00-13:00



Marxa del carbonat

Anàlisi Qualitativa Clàssica -1^a Sessió

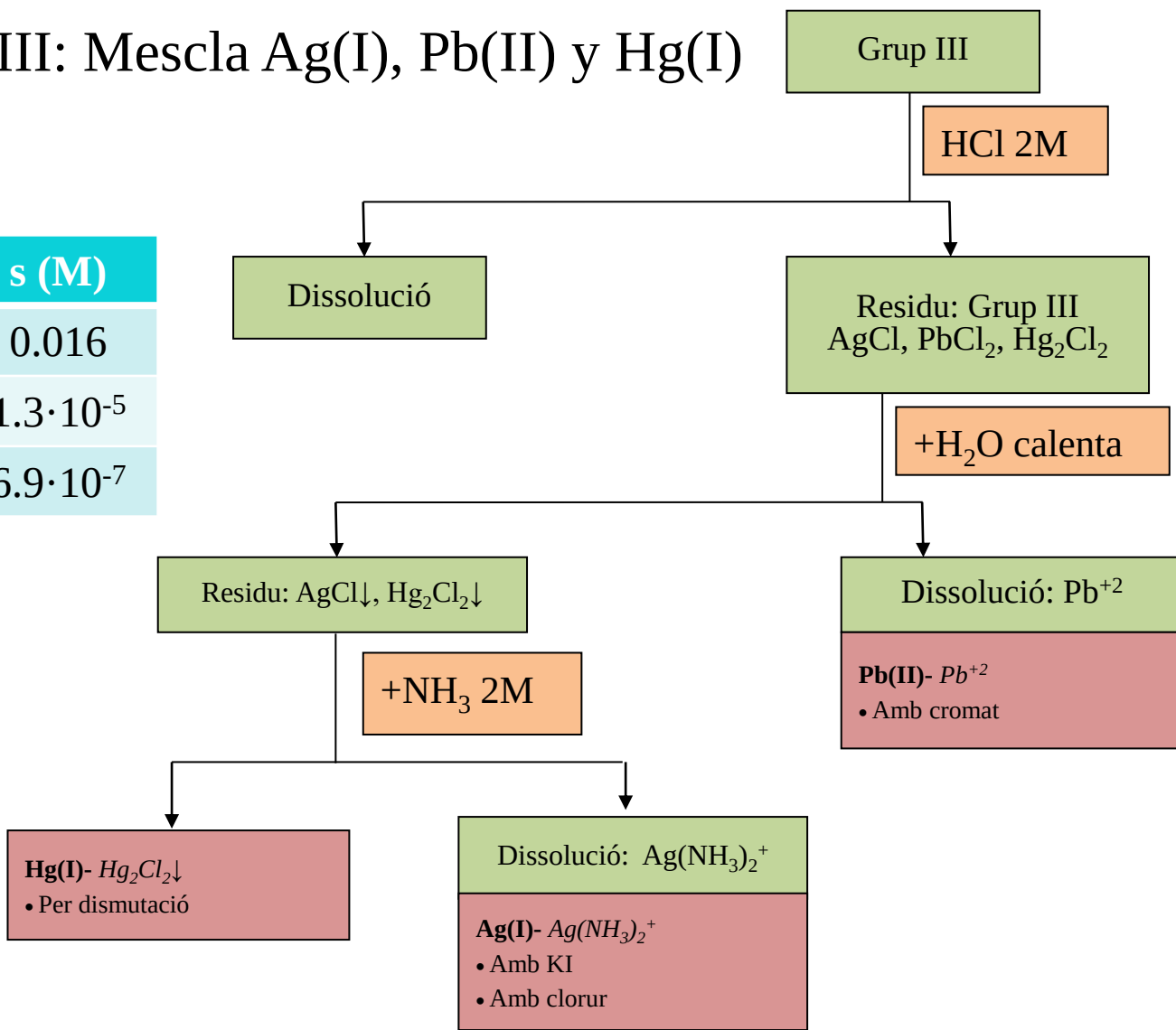
- Grup I: Cr(VI) i As(III)
 - Cr(VI)
 - Transformació de cromat (groc) en dicromat (taronja)
 - Formació del òxid peroxocròmic, $\text{CrO}(\text{O}_2)_2$ (blau)
 - Reducció a Cr(III) i formació del seu complex amb EDTA, CrY^- (violeta)
 - As(III)
 - Assaig de Fleitmann $\text{Ag}_3\text{As} \cdot 3\text{AgNO}_3$ (groc) a $\text{Ag}(\text{O})$ (negre)
- Grup II: Sn(IV)
 - Amb sal mercúrica ($\text{Hg}(\text{O})$ negre / Hg_2Cl_2 blanc)
 - Reducció a hidrur i luminescència a la flama ($\text{SO}^* \rightarrow \text{SO}$ luminescència blava)



Anàlisi Qualitativa Clàssica-1^a Sessió

- Grup III: Mescla Ag(I), Pb(II) y Hg(I)

	K_{ps}	s (M)
PbCl ₂	$1.6 \cdot 10^{-5}$	0.016
AgCl	$1.8 \cdot 10^{-10}$	$1.3 \cdot 10^{-5}$
Hg ₂ Cl ₂	$1.3 \cdot 10^{-18}$	$6.9 \cdot 10^{-7}$

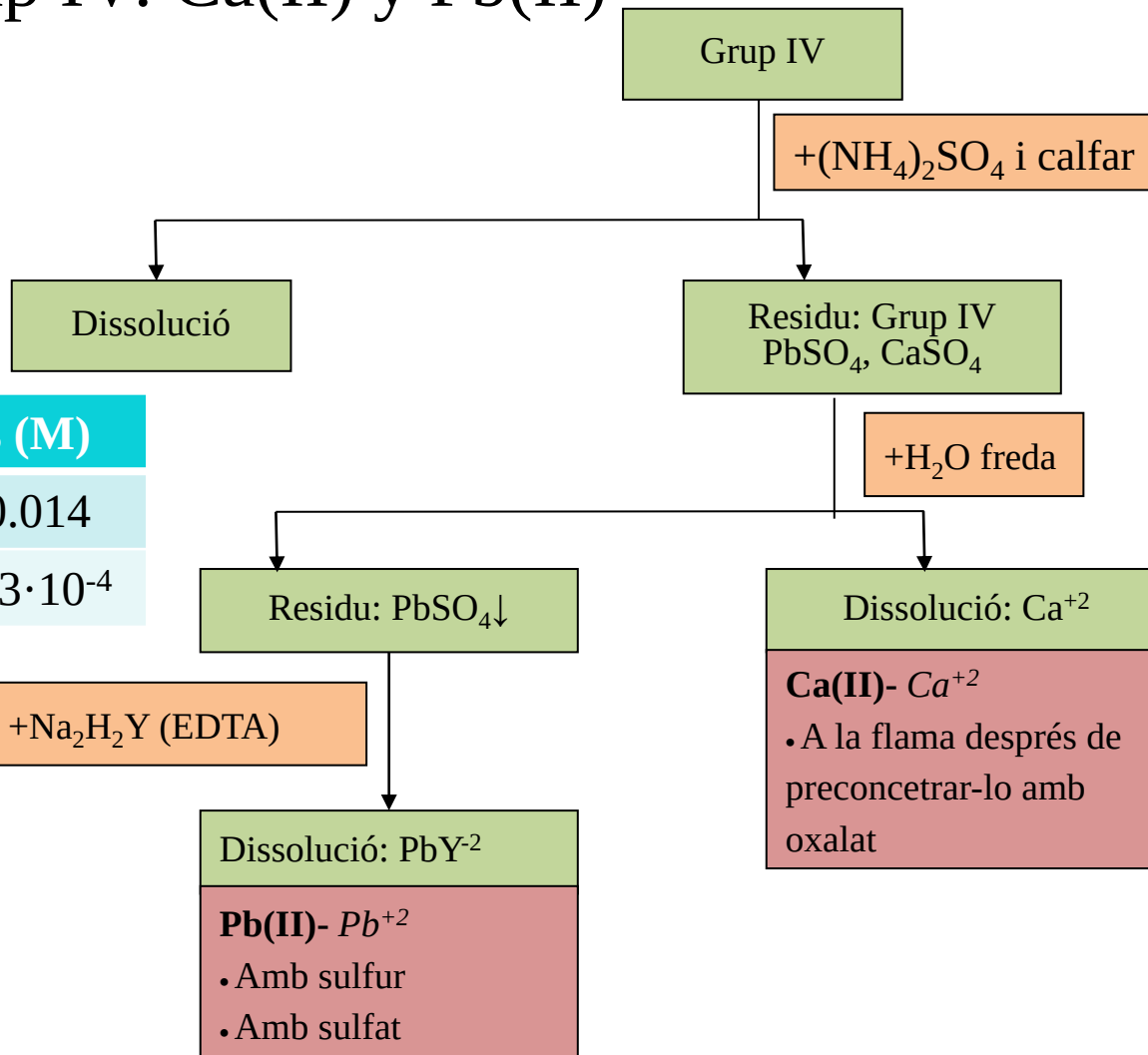


Anàlisi Qualitativa Clàssica-1^a Sessió

- Assajos d'identificació de cations del grup III:
 - Ag(I): iodur potàssic (AgI, molt insoluble) i amb clorur (AgCl) pptats blancs. Amb contacte amb la llum es torna negre Ag(O)
 - Pb(II): amb cromat PbCrO₄ pptat groc
 - Hg(I): dismutació $\left\{ \begin{array}{l} \text{HgNH}_2\text{Cl (blanc)} \\ \text{Hg metàl·lic (negre)} \end{array} \right.$

Anàlisi Qualitativa Clàssica-2^a Sessió

- Grup IV: Ca(II) y Pb(II)



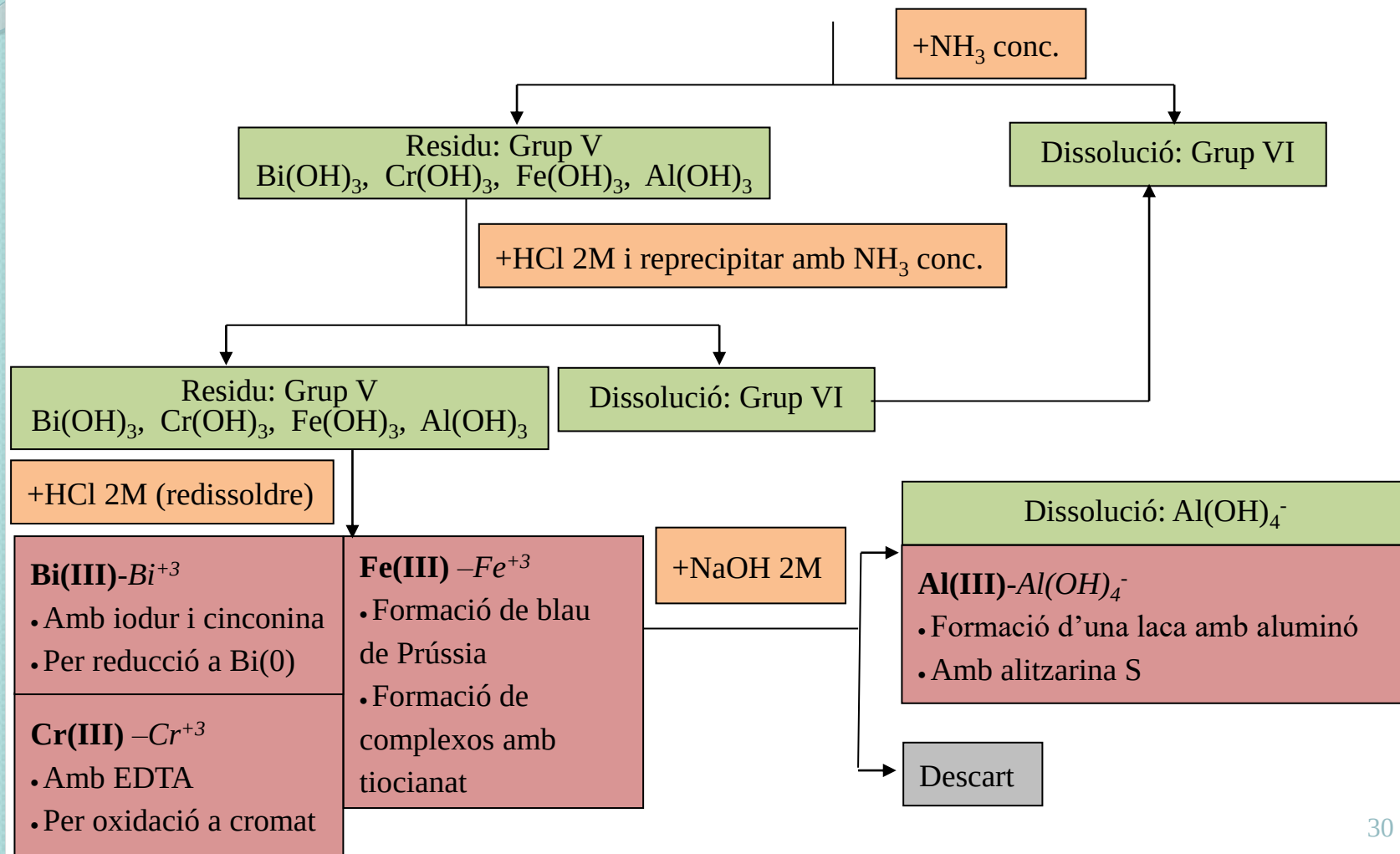
	K_{ps}	s (M)
CaSO_4	$2 \cdot 10^{-4}$	0.014
PbSO_4	$1.6 \cdot 10^{-8}$	$1.3 \cdot 10^{-4}$

Anàlisi Qualitativa Clàssica-1^a Sessió

- Assajos d'identificació de cations del grup IV:
 - Ca(II): flama amb preconcentració amb oxalat (CaO^* , roig rajola)
 - Pb(II): amb sulfur (PbS , pptat negre. Testimoni de Bi(II)) i sulfat PbSO_4 (blanc)

Anàlisi Qualitativa Clàssica-2^a Sessió

- Grup V: Fe(III), Cr(III), Al(III) i Bi (III)

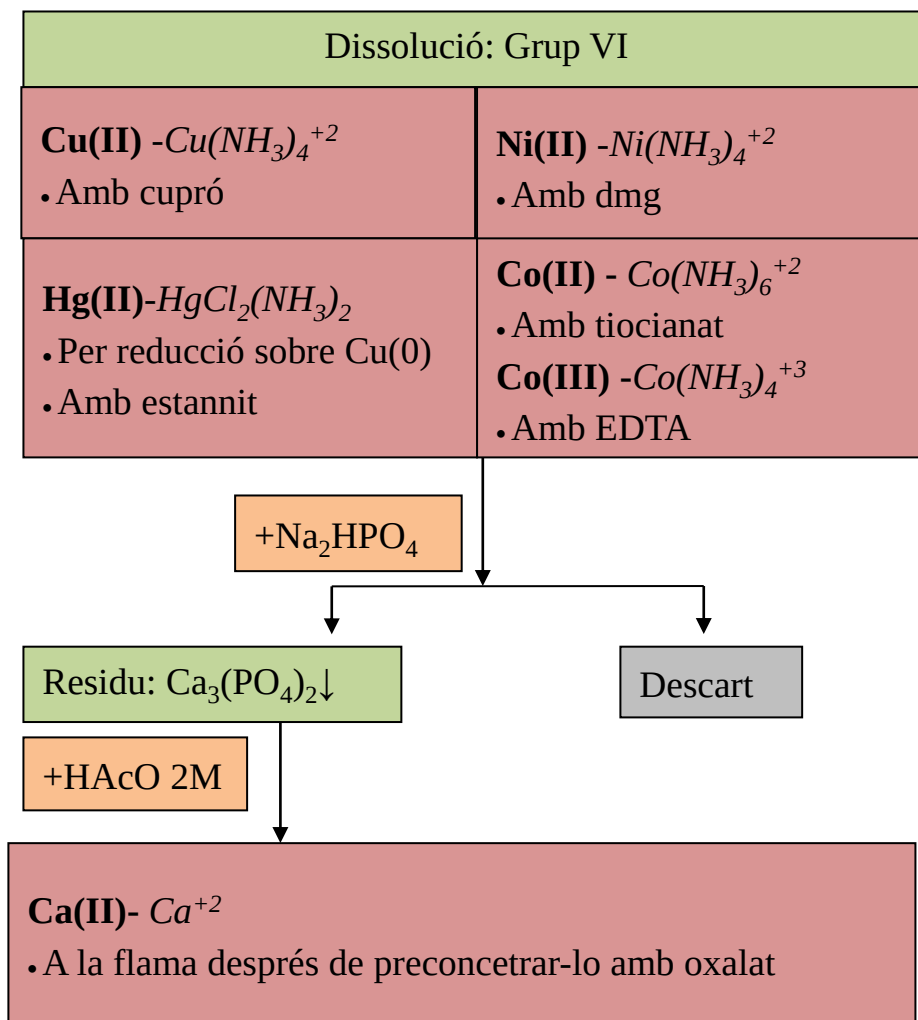


Anàlisi Qualitativa Clàssica-1^a Sessió

- Assajos d'identificació de cations del grup V:
 - Fe(III): blau de Prússia $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ (blau) i complexos amb tiocianat $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ (roig)
 - Bi(III): iodur + cinconina (taronja) i reducció a bismut(O) (marró oscur)
 - Cr(III): amb EDTA (CrY^- , violeta) i oxidació a cromat ($\text{CrO}(\text{O}_2)_2$, blau)
 - Al(III): laca (pseudo-pigment), + alumínó flocs gelatinosos rogencs i amb alitzarina (roig bru en paper de filtre)

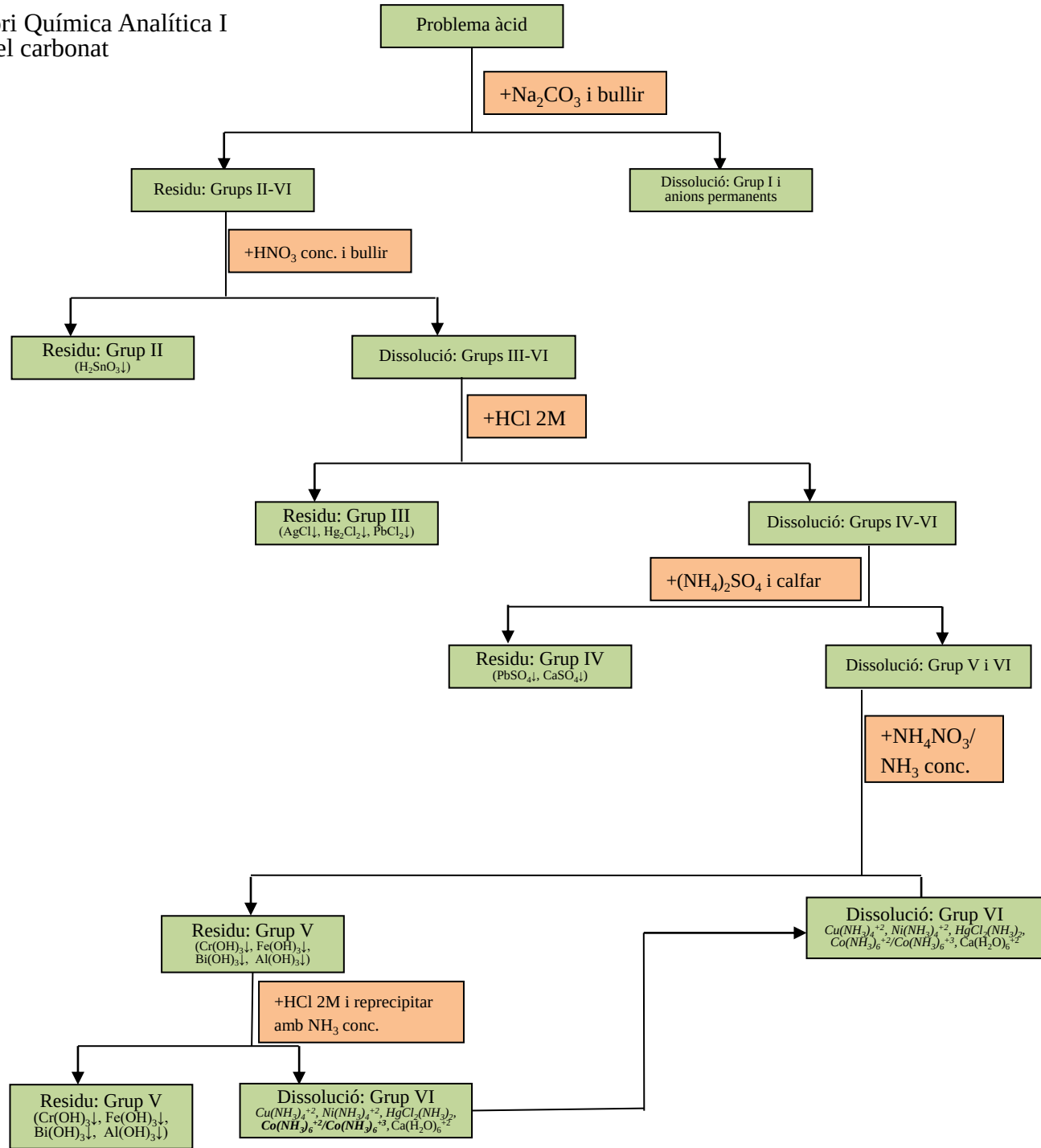
Anàlisi Qualitativa Clàssica-2^a Sessió

- Grup VI: Cu(II), Co(II), Ni(II), Hg(II)



Anàlisi Qualitativa Clàssica-1^a Sessió

- Assajos d'identificació de cations del grup VI:
 - Assaig previ amb sulfur sòdic: Identificació de Cu(II), Ni(II), Co(III), Hg(II) pptat negre indica la presència d'almenys d'un d'ells.
- Cu(II): amb cupró (verd)
- Co(II): amb tiocianat ($[\text{Co}(\text{SCN})_4]^{2-}$, blau)
- Co(III): amb EDTA (CoY^- , violeta). Només una identificació, no en mescla
- Ni(II): amb dimetilglioxima ($\text{Ni}(\text{dmg})_2$, roig-rosat)
- Hg(II): reducció sobre Cu(O) (Cu-Hg, blanc) i amb estannit ($\text{Hg}(\text{O})$, negre). El Bi(III) interferent



Anàlisi Qualitativa Clàssica

