

ÍNDICE

<i>Presentación de la obra</i>	9
<i>Buenas prácticas y seguridad en el laboratorio</i>	11

Tema 1

PREPARACIÓN Y TRATAMIENTO DE MUESTRA

<i>Práctica n.º 1. Preparación y tratamiento de distintos tipos de muestra.</i> Ataque por vía seca	34
<i>Práctica n.º 2. Preparación y tratamiento de distintos tipos de muestra.</i> Ataque por vía húmeda.....	42

Tema 2

MÉTODOS ÓPTICOS

<i>Práctica n.º 3. Determinación de hierro total en vinos mediante espectrofotometría UV-Visible</i>	54
<i>Práctica n.º 4. Determinación de hierro en una muestra de cereales por espectrofotometría de absorción atómica con llama</i>	69
<i>Práctica n.º 5. Determinación turbidimétrica de sulfatos en agua</i>	80

Tema 3

MÉTODOS ELECTROQUÍMICOS

<i>Práctica n.º 6. Determinación potenciométrica del contenido en fluoruro de un preparado farmacéutico</i>	110
<i>Práctica n.º 7. Valoración potenciométrica de una disolución de Cu(II) con AEDT</i>	120
<i>Práctica n.º 8. Análisis cualitativo y cuantitativo de una mezcla de Fe(II), Cu(II) y Tl(I) por polarografía (DPP)</i>	132

Tema 4

MÉTODOS CROMATOGRÁFICOS

<i>Práctica n.º 9.</i> Separación e identificación de colorantes por cromatografía clásica en columna	150
<i>Práctica n.º 10.</i> Determinación de cafeína y ácido acetil salicílico mediante cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC)	161
<i>Práctica n.º 11.</i> Separación e identificación de compuestos orgánicos mediante cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC) (simulaciones)	170

Tema 5

TRATAMIENTO DE DATOS EN QUÍMICA ANALÍTICA

<i>Práctica n.º 12.</i> Estadística de medidas repetidas y pruebas de significación	188
<i>Práctica n.º 13.</i> Métodos de calibración en análisis instrumental	205
<i>Bibliografía</i>	215
<i>Anexos</i>	219

Determinación potenciométrica del contenido en fluoruro de un preparado farmacéutico

1. INTRODUCCIÓN

El flúor se presenta en la naturaleza en forma de fluoruro de sodio. Entre sus beneficios o funciones más conocidas destaca el evitar la caries dental y el crecimiento de las bacterias que desarrollan el sarro, etc. Por ello, muchos países, a partir de los años 50, empezaron a añadir flúor a las aguas de consumo humano. Se pueden encontrar pastas de dientes y enjuagues con flúor que pretenden aportar sus beneficios a la higiene bucal.

Sin embargo, la utilización excesiva de flúor puede ocasionar fluorosis, que produce el efecto opuesto al que buscábamos ya que debilita el esmalte (provocando más caries) y debilita nuestros huesos (más descalcificación y osteoporosis). La fluorosis es irreversible y produce trastornos en el cerebro (debilita las facultades mentales y provoca un efecto mental sedante continuo). Un exceso de flúor puede decolorar o manchar los dientes para siempre.

En esta práctica se pretende que el estudiante, mediante la determinación de la cantidad de fluoruros en un enjuague bucal, adquiera los conocimientos necesarios para el manejo de electrodos selectivos de iones, así como una de las técnicas potenciométricas más utilizada, la potenciometría directa.

1.1. Objetivos

- Comprender los principios en los que se basan las medidas potenciométricas, y la utilidad de los electrodos selectivos para la determinación de una serie de analitos de interés.
- Aplicar la técnica de potenciometría con electrodos selectivos a la determinación de fluoruro en enjuagues bucales.

- Realizar una curva de calibrado, ajustándola a una recta por mínimos cuadrados.
- Calcular la concentración de fluoruro en un enjuague bucal.

2. FUNDAMENTO TEÓRICO

2.1. Potenciometría directa

La potenciometría directa, consistente en la determinación de la actividad (concentración) de una especie de forma directa, rápida y simple, mediante la medida del potencial eléctrico.

Como se ha visto anteriormente, la relación del potencial con la concentración de la especie electroactiva es proporcional:

$$E_{cel} = K - \frac{0,0592}{1} \log a_F = K + \frac{0,0592}{1} pF$$

La técnica requiere la comparación del potencial producido por el electrodo indicador en una disolución problema con el potencial que se obtiene cuando se sumerge el mismo electrodo en una disolución patrón de concentración conocida (Figura 14). Como la mayoría de los electrodos

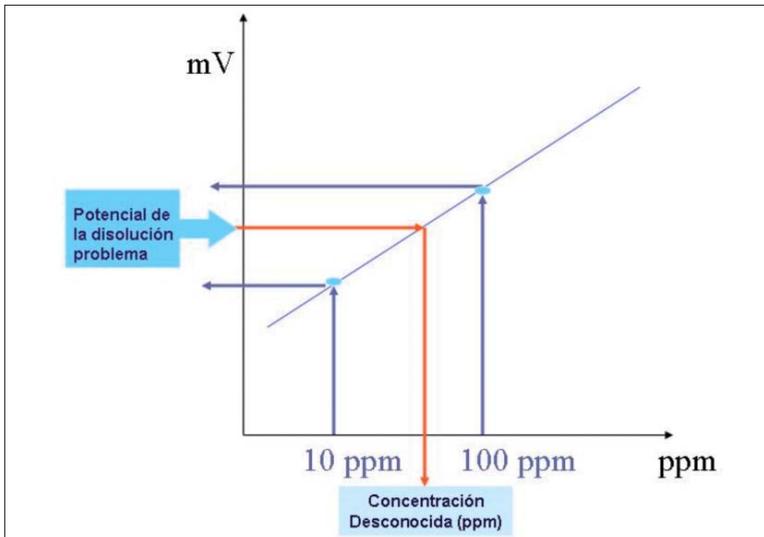


Figura 14. Esquema de trabajo en la potenciometría directa.

indicadores son selectivos para un único analito, normalmente no se requieren etapas de preparación previas a la determinación.

La respuesta de un electrodo indicador está relacionada con la actividad del analito. Sin embargo, el parámetro de interés analítico es la concentración. Para obtener la concentración, a partir de una medición potenciométrica directa, es necesario conocer los coeficientes de actividad, los cuales normalmente no se pueden evaluar ya que la fuerza iónica de la disolución se desconoce o es tan grande que la ecuación de Debye-Hückel no se puede aplicar.

La diferencia entre actividades y concentración se muestra en la Figura 15. La no linealidad de la curva E vs concentración se debe al aumento de la fuerza iónica.

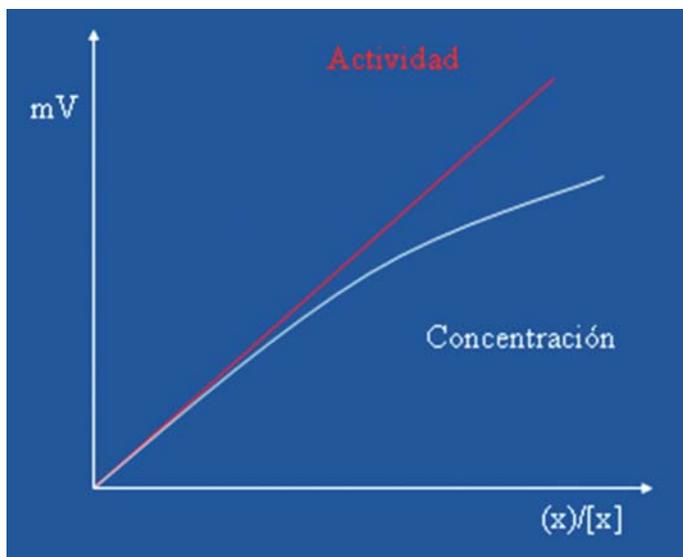


Figura 15. Diferencia entre concentración y actividad.

Una manera de transformar las medidas potenciométricas de actividad a concentración consiste en utilizar una curva de calibrado empírica, como la que se muestra en la Figura 14. Para que esta aproximación sea correcta es necesario que la composición iónica de los patrones sea prácticamente igual que la del analito. Cuando las concentraciones del electrolito no son muy grandes, es útil saturar tanto las muestras como los patrones con un exceso medido de un electrolito inerte. En estas circunstancias, el efecto del elec-

trólito de la muestra se hace despreciable y se puede considerar que la curva de calibrado empírica da los resultados en términos de concentración.

2.2. Electrodo selectivo de fluoruro

La presente práctica tiene como objeto la determinación de fluoruro en una muestra de un enjuague bucal, utilizando para ello un electrodo selectivo de membrana sólida para dicho anión.

El trifluoruro de lantano, es una sustancia ideal para la preparación de un electrodo de membrana cristalina para la determinación de ion fluoruro, constituido por un cristal de LaF_3 impurificado con Eu(II) . El LaF_3 es un conductor natural cuya conductividad se puede mejorar dopándolo con fluoruro de europio, EuF_2 . Este tipo de electrodo, que actúa de membrana en el electrodo selectivo de fluoruro, presenta una respuesta a dicho anión que es unas mil veces superior a la de los otros iones, siendo los iones OH^- la única especie interferente. El electrodo selectivo de fluoruro está constituido por un electrodo de referencia interno en una disolución de relleno de NaF y NaCl 0,1M. El monocristal de LaF_3 separa las dos disoluciones que contienen concentraciones diferentes de fluoruro: la disolución a medir y la confinada dentro del material no conductor que constituye el cuerpo del electrodo (Figura 16).

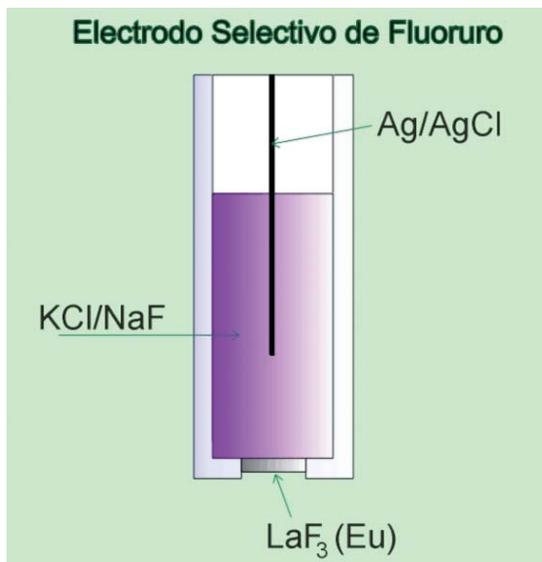


Figura 16. Electrodo selectivo de fluoruro.