

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	1 de 9

1. TITULO

Introducción al Laboratorio de Química Instrumental III

2. OBJETIVO

- ❖ El objetivo de este laboratorio es dar al estudiante las instrucciones generales tanto de seguridad como de entrega de informes y evaluación del correspondiente curso.

3. MARCO TEÓRICO

I. INSTRUCCIONES GENERALES

La realización aprovechada de este curso práctico, la conservación del laboratorio y la seguridad en el trabajo experimental, aconsejan tener en cuenta las siguientes instrucciones generales.

- 1º. Se debe conocer la ubicación de los elementos de seguridad en el lugar de trabajo: extintores, salidas de emergencia, arena, lavajos, gabinete para contener derrames etc.
- 2º. No se permite comer, beber, fumar o maquillarse dentro del laboratorio ni se deben guardar alimentos en el laboratorio, ni en las heladeras que contengan drogas.
- 3º. Se debe utilizar una vestimenta apropiada para realizar trabajos de laboratorio y cabello recogido (bata preferentemente de algodón y de mangas largas, zapatos cerrados, evitando el uso de accesorios colgantes).
- 4º. Para asistir al laboratorio cada alumno deberá llevar **gafas de seguridad, una bata de laboratorio preferiblemente de algodón, un paño para la limpieza de su mesa de trabajo y su cuaderno de trabajo.**
- 5º. Todos los alumnos deberán conocer el nombre de los utensilios de trabajo que van a manejar, según se expresa en las figuras que se verán a continuación.
- 6º. Antes de entrar en el laboratorio, cada alumno deberá haber estudiado cuidadosamente la práctica que va a realizar y las instrucciones correspondientes. Cualquier duda deberá resolverla antes de empezar el trabajo.
- 7º. Durante la realización de la práctica deberá anotar en su cuaderno, todas las observaciones que realice y los cálculos que desarrolle. Agilizar la capacidad de observación es uno de los primeros objetivos del curso práctico.
- 8º. Los residuos inservibles y los productos sólidos de deshecho no deben abandonarse sobre la mesa ni arrojarse al suelo o a la pila de desagüe sino únicamente a la basura o a los recipientes habilitados para ello. Los productos líquidos de deshecho, se depositarán en los recipientes destinados a tal efecto. Si por descuido se vierte cualquier sustancia sobre la mesa, debe ser inmediatamente recogida. La mesa de trabajo debe estar siempre limpia y ordenada. Al final de cada sesión todo el material debe ser adecuadamente recogido. El material de vidrio que se rompa, se entregará al ayudante de laboratorio que procederá a su

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	2 de 9

reposición. Los fragmentos de vidrio roto no se tirarán a la basura normal sino que se depositarán en los recipientes especiales para vidrio.

- 9°. Para verter sustancias en la pila de desagüe ha de tomarse la precaución de abrir la llave previamente para diluirlas, especialmente si se trata de ácidos o bases fuertes. Cuando se utilice ácido sulfúrico, recuerde que el agua nunca se añade sobre este ácido: *“el ácido sulfúrico se añade sobre el agua”*.
- 10°. Se debe trabajar en campanas de extracción de gases siempre que se utilicen sustancias que así lo requieran (volátiles, inflamables, irritantes, o con cualquier otro grado de peligrosidad). Nunca debe calentarse con el mechero un líquido que produzca vapores inflamables. Cuando se caliente un tubo de ensayo, debe cuidarse que la boca del tubo no se dirija hacia ninguna persona cercana. Nunca deben dejarse los reactivos cerca de una fuente de calor.
- 11°. Cualquier accidente, corte o quemadura que sufra algún estudiante, debe comunicársele inmediatamente al profesor. Si por descuido se ingiere cualquier reactivo debe enjuagarse rápidamente con agua abundante y consultar al profesor. **Importante: se prohíbe pipetear cualquier producto con la boca.**
- 12°. Un posible peligro de envenenamiento, frecuentemente olvidado, es la contaminación a través de la piel. Lávese las manos inmediatamente después de exponerse a un reactivo peligroso y antes de dejar el laboratorio. Es conveniente usar guantes cuando se trabaja con reactivos peligrosos. Los símbolos de peligrosidad de las sustancias se muestran en la tabla 1.
- 13°. No deben transportarse innecesariamente los reactivos de un sitio a otro del laboratorio. Si tuviese que transportarlos, tenga cuidado con las botellas que deben ser siempre transportadas cogiéndolas por el fondo, nunca por la boca.
- 14°. El lugar y el material de trabajo deben quedar limpios y ordenados
- 15°. Hasta que el profesor no de su autorización no se considera finalizada la práctica y por lo tanto, no se puede salir del laboratorio.

II. INSTRUCCIONES SOBRE OPERACIONES EN EL LABORATORIO

Contaminación de reactivos

La contaminación de reactivos sólidos y líquidos puede evitarse teniendo en cuenta las siguientes normas:

1. La parte interna del cierre de los frascos de los reactivos nunca se pondrá en contacto con la mesa y otras fuentes de contaminación.
2. Un reactivo cristalino o en polvo se sacará de su frasco con una espátula limpia y seca.
3. Después de que se saca una muestra de reactivo de un frasco, no debe devolverse al frasco ninguna porción de ella.
4. Antes de sacar una muestra de reactivo del frasco se debe estar seguro que es el reactivo necesario en la experiencia.

Transferencia de sólidos

Cantidades pequeñas de un reactivo sólido granulado o en polvo se transfieren desde un frasco a un recipiente, generalmente con una espátula limpia y seca.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	3 de 9

1. Para sacar una gran cantidad de un reactivo sólido del frasco almacén se gira éste lentamente de un lado a otro en posición inclinada.
2. Un trozo de papel limpio y blanco ayuda a extraer un reactivo sólido de un frasco almacén y echarlo en un recipiente que tiene una abertura relativamente pequeña. Si se trata de grandes cantidades se utiliza un trozo de papel enrollado en forma de cono y si son pequeñas cantidades se vierte el sólido en una estrecha de papel previamente doblada. El papel se inserta en la pequeña apertura del recipiente y el reactivo se transfiere fácilmente. Si el sólido se va a disolver, se puede recoger en un embudo previamente dispuesto y añadir el disolvente a través del embudo en fracciones sucesivas para no dejar nada de sólido en el embudo.

Transferencia de líquidos

Para evitar salpicaduras al verter un líquido de un recipiente a otro se apoya una varilla de vidrio sobre el pico del recipiente de forma que el líquido fluya por la varilla y se recoja en el otro recipiente.

Si el recipiente tiene una abertura pequeña, debe utilizarse un embudo de vidrio seco y limpio en el que caiga el líquido procedente de la varilla.

Medida de volúmenes

Son cuatro los instrumentos utilizados para la medida de volúmenes líquidos: pipetas, probetas, buretas y matraces aforados. Estos instrumentos tienen marcas grabadas en su superficie que indican volúmenes determinados. Las pipetas y las buretas se utilizan para transferir volúmenes de líquido cuya medida requiere cierta exactitud. Los matraces aforados se emplean para preparar volúmenes determinados de disoluciones de concentración conocida con una cierta exactitud. Las probetas se emplean cuando el volumen a medirse no requiere de una gran exactitud. La precisión de las medidas obtenidas con las probetas disminuye a medida que aumenta su capacidad. Para medir el volumen, el nivel del líquido se compara con las marcas de graduación señaladas sobre la pared del instrumento de medida. Dicho nivel se lee en el fondo del menisco que se forma en el líquido. Se obtienen lecturas exactas situando el ojo a la altura del menisco.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	4 de 9

Tabla 1. Símbolos de peligrosidad más habituales

Símbolo	Tipo de sustancia
	Explosivas. Sustancias y preparados que pueden explosionar bajo el efecto de una llama.
	Comburente. Sustancias y preparados que, en contacto con otros, particularmente con los inflamables, originan una reacción fuertemente exotérmica.
	Extremadamente inflamables Sustancias y productos químicos cuyo punto de ignición sea inferior a 0°C, y su punto de ebullición inferior o igual a 35°C. nte inflamables • Sustancias y preparados que, a la temperatura ambiente, en el aire y sin aporte de energía, puedan calentarse e incluso inflamarse. • Sustancias y preparados en estado líquido con un punto de ignición igual o superior a 0°C e inferior a 21°C. • Sustancias y preparados sólidos que puedan inflamarse fácilmente por la acción breve de una fuente de ignición y que continúen quemándose o consumiéndose después del alejamiento de la misma. • Sustancias y preparados gaseosos que sean inflamables en el aire a presión normal. • Sustancias y preparados que, en contacto con el agua y el aire húmedo, desprendan gases inflamables en cantidades peligrosas. Inflamables Sustancias y preparados cuyo punto de ignición sea igual o superior a 21°C e inferior a 55°C.
	Muy tóxicas. Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos graves, agudos o crónicos, e incluso la muerte.
	Nocivas. Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos de gravedad limitada. Irritantes. Sustancias y preparados no corrosivos que por contacto inmediato, prolongado o repetido con la piel o mucosas pueden provocar una reacción inflamatoria.
	Corrosivas. Sustancias y preparados que en contacto con los tejidos vivos puedan ejercer sobre ellos una acción destructiva.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	5 de 9

III. Guía para llevar el cuaderno de laboratorio

El uso adecuado del cuaderno del laboratorio es una cualidad adquirida que requiere práctica. El completo cuidado de registro de eventos y observaciones puede ser aplicado en muchos campos. Las claves para un buen cuaderno de laboratorio son:

- ❖ Descripciones buenas y concisas
- ❖ Claro esquema

Las razones para mantener un cuaderno de laboratorio son muchas. Por ejemplo, repeticiones innecesarias de experimentos pueden ser evitadas teniendo un buen registro de notas. En situaciones en la industria, puede ser usado como evidencia para disputas de patentes o para verificación de evaluación de productos.

El cuaderno de laboratorio debe estar bien organizado y completo para que pueda ser una herramienta útil. El contenido debe ser completo, de tal manera que una persona con el mismo nivel del autor pueda leer el cuaderno y reproducir los experimentos.

El Cuaderno:

1. Debe ser cocido para evitar la pérdida de hojas.
2. No se deben remover páginas del cuaderno o dejar páginas en blanco. La excepción es la primera hoja donde se debe incluir la tabla de contenido cuando el trabajo sea concluido.
3. Todas las páginas deben ser numeradas consecutivamente.
4. La tabla de contenido debe aparecer en la primera hoja del cuaderno.

Adecuado registro de la información:

Técnicas experimentales, datos y observaciones deben ser registradas a medida que el trabajo es desarrollado.- Esto ayuda a evitar pérdida de información importante que puede ser olvidada.

Títulos claros y descriptivos ayudan al experimentador a organizar la información importante. Comúnmente, el cuaderno de laboratorio es escrito en primera persona para dar crédito al autor del trabajo realizado.

Ocasionalmente, algunos datos pueden ser obtenidos de las impresoras de los equipos utilizados. Esta información debe ser pegada en el cuaderno. La referencia del equipo usado debe ser también incluida en el cuaderno (equipo, fabricante, molesto etc...).

Material de escritura:

Usar un lapicero de tinta permanente. No usar lápiz.

No se permite el uso de correctores líquidos. Si se comete algún error en el registro de información, se debe colocar una línea sobre la parte errada y colocar al lado de información correcta.

Organización de la información:

La habilidad más importante para mantener el cuaderno de notas es aprender a organizar la información para que sea de acceso fácil y entendible.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	6 de 9

El formato para cada experimento puede variar dependiendo de las metas planteadas.

La discusión de resultados es una parte importante del reporte. Debe ser breve y concisa de lo que fue desarrollado o aprendido.

Tablas y gráficas:

Las tablas y gráficas son importantes para organizar y presentar los datos. Cuando haga una tabla, tenga en cuenta los datos que va a registrar y deje un espacio para el cálculo de datos y comentarios. Otros puntos para recordar:

- ❖ Cada tabla o gráfica requiere de un título descriptivo. Numere las tablas y gráficas consecutivamente.
- ❖ Escribir las correspondientes unidades de medida en las columnas de las tablas o en los ejes de las gráficas.
- ❖ Anote la localización de cualquier dato adicional usado para el cálculo.

Discusión o evaluación de datos:

Anotar las ideas y pensamientos acerca del experimento y lo que usted percibe de los resultados obtenidos. Puede incluir sugerencias para mejorar la técnica, equipo, cantidades de materiales usado. Rescriba la meta del experimento y lo que fue encontrado. Ayuda esto a apoyar la hipótesis? Cuáles futuros experimentos podrían ser realizados para apoyar o refutar lo que usted ha hecho?

IV. INFORME DE LABORATORIO:

El informe o reporte del laboratorio, es la puesta por escrito de los resultados de **SU** experimento. Ningún tipo de plagio es permitido. Esto puede ser:

- Copia de datos de otra persona.
- Copia de texto de reportes viejos o de reportes de otros estudiantes de su clase.
- Copia exacta de texto de un libro, revista etc... sin escribir la respectiva referencia.

Usted debe presentar sus propios resultados lo mejor que usted pueda. Si usted tiene problemas con la escritura científica esta a tiempo de empezar a trabajar en ello.

El informe debe incluir una fotocopia de las secciones relevantes de su cuaderno de notas, el cual debe ser firmado por el docente al terminar la práctica, como apéndice. Estas deben ser referenciadas en su reporte, "según los resultados obtenidos se puede concluir.... (*Cuaderno de notas del laboratorio*)"

Los informes deben ser escritos: A mano, con letra legible y con lapicero de tinta negra o en computador en estilo de artículo (ver secciones). Cuando escriba el reporte de laboratorio debe considerarlo como un ejemplo del tipo de reporte que usted haría en su trabajo. Pregúntese: Esta tan bien preparado como para entregárselo al jefe? Tenga en mente las limitaciones de tiempo y de equipo.

Las figuras y tablas tienen que ir enumerada en orden secuencial con el respectivo título. Las

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	7 de 9

ecuaciones tienen que ser escritas en una línea separada con la respectiva referencia.

Secciones del informe de laboratorio:

Título, fecha de entrega, autor, compañero de trabajo

Resumen (Abstract): Resumen de 1-5 frases, que expliquen que fue hecho, porque se hizo, que paso y porque es importante. En una compañía este resumen es sumamente importante y critico, hasta el punto que es la única parte que muchas personas leen. Es muy importante aprender como decir el punto principal en pocas frases. Los resúmenes no contienen referencias.

Introducción: Marco teórico, describe las bases teóricas del experimento, presentado todas las ecuaciones y demostraciones necesarias para entender el reporte. Generalmente la introducción contiene las referencias de los trabajos realizados previamente, que son importantes para el informe, y todos tienen que estar citados en la bibliografía. Lo anterior no significa que usted tenga que ser un tratado de química referente al tema, sea conciso. Ni tanto que queme al santo ni tan lejos que no lo alumbré.

Parte Experimental: Que hizo? Usted tiene que describir todos los materiales, reactivos y equipos con sus respectivas referencias, y la forma como los utilizo de una forma tan clara que cualquier otra persona leyendo su informe pueda repetir el procedimiento sin prestarse a confusiones.

Resultados/Cálculos: Tablas de resultados y cálculos, los cuales deben usar las ecuaciones reportadas en la introducción.

Discusión de errores: Discutir los problemas que se pudieron presentar con el experimento, las posibles fuentes de error y la propagación del error si es necesario. Esta puede ser cualitativa o cuantitativo dependiendo de la medida. Esta es una parte muy importante del reporte pues es aquí donde usted justifica si los resultados obtenidos son validos o no, y por lo tanto deben tenerse en cuenta o desecharse.

Discusión de resultados: Interpretación de los resultados que usted obtuvo en el contexto del tema que se está tratando y la validez que usted le da a los resultados con base en la discusión hecha en el literal anterior. En resumen puede ser un pequeño ensayo sobre los resultados obtenidos.

Respuesta a las preguntas formuladas en la guía: Responda las preguntas formuladas en la guía cuando haya lugar.

Conclusiones: Como su nombre lo dice hace referencia a los aspectos mas relevantes que usted obtuvo o consiguió con la practica de laboratorio. Deben ser muy concisas, y describir la importancia de los resultados. No es repetir la introducción ni conjugar en pasado los objetivos.

Referencia: Enumerar las referencias respectivas de acuerdo a su aparición en el reporte. En el reporte usar corchetes para las referencias [1,4,8] y paréntesis para enumerar las ecuaciones (1).

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	8 de 9

Apéndice:

Las respectivas copias de su cuaderno de notas del laboratorio.

Copia de la guía de laboratorio correspondiente.

Otra información importante para el reporte que usted considere complementen el reporte.

Importancia relativa de las secciones del reporte: En un trabajo su jefe, típicamente leerá solamente el resumen y algunas veces la sección de conclusiones. Si estas secciones resultan importantes, el jefe leerá la sección de discusión. Usualmente confiarán en que usted trabajó bien la parte experimental y la sección de errores, al menos que ocurra alguna razón para dudar de los resultados. Mirando las cosas desde este punto de vista, las secciones de la parte experimental y los errores son importantes para validar sus resultados.

Calificación:

15% Resumen

15% Conclusiones

15% Respuesta a las preguntas

10% Discusión

10% Discusión de errores

10% Introducción

10% Resultados/Cálculos

5% Parte Experimental

5% Referencias

5% Apéndices/presentación y organización

Los reportes de laboratorio deben ser entregados una semana después de que se realizó la parte experimental, antes de iniciar la práctica siguiente. **NO SE ACEPTAN REPORTES FUERA DE LA FECHA LÍMITE.**

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

No aplica

5. REACTIVOS

No aplica

6. PROCEDIMIENTO

Discusión de procedimiento que se seguirá para trabajar en el laboratorio y aclaración de dudas a los estudiantes.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	9 de 3

7. NIVEL DE RIESGO

Ninguno

8. BIBLIOGRAFÍA

- Skoog,D.A; West,D.M et al. 2001. Química analítica, Mc Graw Hill, séptima edición, México.
- S. Bawn, W. Bowen: "Laboratory Exercises in Organic and Biological Chemistry" 2º Edición. Mac Millan Publishers, New York 1981.
- E. Heftmann. "Chromatography". Reinhold Publishing Corporation New York, 1961
- L Savidan. "Cromatografía". EUDEBA, Buenos Aires, 1979.
- E. y M. Lederer. "Cromatografía". El Ateneo, Buenos Aires, 1960.D.
- Abbot y R. Andrews. "Introducción a la Cromatografía". 2ª ed. Alhambra, Buenos Aires, 1970.
- I. Smith y J. Feinberg."Cromatografía sobre papel y capa fina. Electroforesis" Exedra, Buenos Aires,1979.
- A. Pomilio, A. Vitale "Métodos Experimentales de Laboratorio en Química Orgánica." O.E.A. 1988

9. ANEXOS

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	10 de 3

1. TITULO

Análisis Térmico de Oxalatos Metálicos

2. OBJETIVO

- ❖ Afianzar los conceptos básicos importantes para el análisis térmico, especialmente la operación del analizador térmico TA instrument 600.
- ❖ Evaluar la descomposición térmica de oxalatos metálicos usando la técnica de TGA o DSC.

3. MARCO TEÓRICO

Una de las formas más comunes de determinar la estabilidad de un compuesto es midiendo su respuesta física a la aplicación de calor. Hay muchos tipos de técnicas analíticas de análisis térmico, pero las dos más comunes son el análisis termogravimétrico (TGA) y la calorimetría de barrido diferencial (DSC). En TGA, la muestra a ser analizada se calienta siguiendo un programa de temperatura preestablecido (lo más común es elevar la temperatura por 10-20 C por minuto), y se registra la pérdida de peso del compuesto. En DSC, lo que se registra es la absorción o liberación de energía sobre el mismo rango de temperatura.

Los iones metálicos del Grupo 2 (IIA) forman oxalatos insolubles a partir de soluciones neutras o débilmente ácidas. Estos oxalatos precipitan como compuestos cristalinos blancos hidratados de composición específica, los cuales son candidatos ideales para estudiarse por métodos térmicos. Se observan regularidades periódicas en las propiedades térmicas de estas sales en el grupo o familia.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Analizador Térmico TA Instrument
Balones aforados de 10ml
Vidrio de reloj Toallas de papel

Guantes desechables
Espátula pequeña

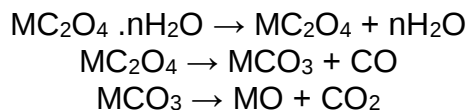
5. REACTIVOS

Oxalato de Magnesio hidratado
Oxalato de Calcio hidratado
Oxalato de estroncio hidratado
Oxalato de Bario hidratado

6. PROCEDIMIENTO

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	11 de 3

Obtenga el termograma TGA o DSC de cada oxalato metálico hidratado, como le indique su instructor de laboratorio. Los hidratos de oxalato (con algunas excepciones) se descomponen en tres etapas.



Determine la temperatura para cada una de estas descomposiciones, y calcule que tan exactamente la técnica térmica usada mide la pérdida de masa en cada etapa.

NOTA: La descomposición final para el producto de bario ocurre arriba de 1200 C, la cual quizá esté más allá de el límite de la capacidad del analizador.

Calcule el número de aguas de hidratación para cada oxalato hidratado en base a su termograma (Si sólo corrió uno, comparte los resultados con el resto del grupo).

7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

8. BIBLIOGRAFÍA

- ❖ Principios de Análisis Instrumental, (5ª ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Robinson, J.F. Robinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.
- ❖ Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry, F.A. Settle. Prentice Hall PTR, Upper Saddle River, NJ 07458.
- ❖ Instrumental Analysis, G.D. Christian, J.E. Oreilly. Allyn and Bacon Inc. 1986
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Robinson, J.F. Robinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.

9. ANEXOS

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	12 de 3

Incluir en el reporte

1. Correlacione las temperaturas a las que se pierden las aguas de hidratación. ¿Qué tendencia periódica ilustra esto?
2. Correlacione la temperatura a la que se descompone el carbonato para formar un óxido. ¿Qué tendencia periódica ilustra esto?
3. La temperatura a la que se pierde agua en un compuesto hidratado es indicativo de la manera en la que está enlazado. En el Grupo 2 (IIA) de los oxalatos, ¿De qué manera se enlaza el agua?
4. En sulfato de cobre, claramente hay dos modos de enlazarse las aguas de hidratación. ¿Cuáles son estas? Haga una búsqueda bibliográfica para encontrar la estructura del $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Un lugar conveniente para comenzar es Comprehensive Coordination Chemistry, Vol. 5, bajo "Copper". (Ayuda: El sulfato es un ligante oxigenado.) ¿Quién determinó primero esta estructura y cómo?

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	13 de 3

1. TITULO

Determinación del contenido de Hierro en un producto alimenticio por espectroscopia de absorción atómica

2. OBJETIVO

- ❖ Afianzar los conceptos básicos importantes para el estudio de la espectroscopia de absorción atómica, especialmente la operación del espectrofotómetro de AA7000 Series SHIMADZU, y como se relaciona la absorción con el análisis de metales.
- ❖ Adquirir un juicio crítico para la determinación del tipo de tratamiento que debe dársele a la muestra previo a su análisis.

3. MARCO TEÓRICO

La Espectroscopia es la ciencia que se encarga de estudiar la radiación electromagnética absorbida o emitida por la materia. Su importancia para los químicos es indudable. Desde el punto de vista científico ha generado contribuciones que permitieron avanzar en el conocimiento que hoy tenemos sobre la estructura atómica y desde el punto de vista práctico el desarrollo de métodos espectroscópicos se ha vuelto una herramienta importante para los analistas en los análisis de caracterización y cuantificación de sustancias químicas. Los métodos espectroscópicos pueden dividirse en tres grupos principales, espectroscopia óptica, de masas y de rayos X. A su vez la espectroscopia óptica, estudia la emisión, absorción y fluorescencia de especies atómicas o iones elementales presentes en una muestra.

La Espectroscopia por Absorción Atómica (EAA) es la medición de la cantidad de radiación absorbida por átomos no-excitados en el estado gaseoso. Durante la medición, las muestras previamente diluidas, son llevadas al equipo por medio de un capilar a la cámara de gasificación donde son nebulizadas para posteriormente ser transportadas a la llama donde son atomizadas. El espectro de absorción de un elemento en su forma atómica gaseosa consiste en líneas agudas, bien definidas, que surgen de las transiciones electrónicas desde el estado fundamental a niveles superiores. Para los metales, las energías de estas transiciones generalmente corresponden a longitudes de onda en las regiones UV y visible.

Para obtener espectros de absorción atómica debe seleccionarse la longitud de onda en la que el elemento absorba la radiación electromagnética en una mayor proporción,

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	14 de 3

teniendo especial cuidado en que otros elementos no absorban en la misma región del espectro pues pueden presentarse interferencia que conlleven a resultados erróneos. Para el calcio, la longitud de onda usual es 422.7 nm, y para magnesio es de 285.2 nm.

Para realizar un análisis de absorción atómica es necesario que las muestras sean previamente filtradas y diluidas preferiblemente en agua. Sin embargo, muchas de las muestras que son analizadas requieren de un pre-tratamiento de la muestra muy exhaustivo y cuidadoso donde se incluyen procesos de calcinación, digestión por varias horas, filtración, dilución que consumen no solo tiempo sino reactivos que elevan los costos, el tiempo de análisis y los impactos ambientales en este tipo de análisis.

No obstante, la Espectroscopia de Absorción Atómica sigue siendo una de las técnicas más utilizadas en análisis cuantitativas de composición elemental de más de 70 elementos. Las aplicaciones en la industria incluyen muestras clínicas y biológicas, materiales forenses, alimentos, bebidas, agua y efluentes, análisis de suelos, análisis de minerales, productos petrolíferos, farmacéuticos y cosméticos. Durante la práctica, el estudiante se familiarizará con todos los necesarios para la cuantificación del contenido de hierro de muestras alimenticias, desde el tratamiento de la muestra y elaboración patrones de calibración, hasta la obtención, análisis y discusión de los resultados obtenidos.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro A.A. 7000 Series SHIMADZU
 Lámpara de cátodo hueco de Fe
 Balanza analítica
 Placa de calentamiento con agitación
 Micropipeta de 2 a 200 µL
 Micropipeta de 100 a 1000 µL
 Puntas para micropipetas
 Balones aforados de 1 L (1)
 Balones aforados de 50 mL (10)
 Vaso de precipitado de 50 mL (1)
 Vaso de precipitados de 100 mL (1)
 Vaso de precipitados de 400 mL (1)
 Probeta graduada de 50 mL (1)
 Erlenmeyer de 250 mL (1)
 Erlenmeyer de 125 mL (1)
 Pipeta graduada de 10 mL (2)
 Mortero con pistilo (1)
 Barra magnética (1)
 Papel filtro (2)
 Embudo de vidrio (1)

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	15 de 3

Vidrio reloj (1)
 Pipeteador de 25 mL (1)
 Espátula (1)
 Frasco lavador (1)
 Toallas de papel
 Guantes desechables

5. REACTIVOS

Ácido clorhídrico
 Ácido Nítrico
 Hexano
 Alambre de hierro
 Etanol
 Agua destilada
 Muestra de cereales a ser analizada

6. PROCEDIMIENTO

A. Preparación de las muestras para la curva de calibración:

1. Preparar 1L de HCl 8M.
2. Preparar 1L de solución madre de hierro con una concentración de 1000 $\mu\text{gFe/mL}$.
 - a. Limpiar varios alambres de hierro con una servilleta y luego enjuagarlos con hexano para remover la capa protectora de aceite.
 - b. Disolver 1.000 g de alambre de Fe en un vaso de precipitado adicionando 50 mL 1:1 $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}$ (usar la vitrina extractora de gases para este efecto)
 - c. Transferir cuantitativamente esta solución a un balón aforado de 1L y aforar con agua desionizada.

3. Prepara 250 mL de una solución diluida de hierro a una concentración de 100 $\mu\text{g Fe/mL}$. Usar un balón aforado de 250 mL y agua desionizada para la dilución.

4. Soluciones de calibración:

<u>Muestra</u>	<u>Solución Fe diluida</u>	<u>HCl 8M</u>	<u>Volumen final</u>
Blanco	0.00 mL	125 mL	250.00 mL
1 $\mu\text{g Fe / mL}$	1.00 mL	50 mL	100.00 mL
3 $\mu\text{g Fe / mL}$	3.00 mL	50 mL	100.00 mL
5 $\mu\text{g Fe / mL}$	25.00 mL	250 mL	500.00 mL
10 $\mu\text{g Fe / mL}$	10.00 mL	50 mL	100.00 mL
15 $\mu\text{g Fe / mL}$	15.00 mL	50 mL	100.00 mL

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	16 de 3

20 µg Fe / mL

20.00 mL

50 mL

100.00 mL

B. Preparación de la muestra:

1. Pulverizar aproximadamente 6 g de cereal y pesar exactamente 4 g de muestra, colocarla en un erlenmeyer de 125 mL que contenga alrededor de 50 mL de agua desionizada.
2. Agitar, utilizando una barra magnética, aproximadamente durante 15 minutos, para permitir que todo el hierro se libere de la muestra y se pegue al imán.
3. Remover la barra magnética y lavar cuidadosamente con agua desionizada, tener cuidado de no perder muestra de hierro.
4. Colocar el imán dentro de un vaso de precipitado de 100 mL que contenga 50 mL de HCl 8M y calentar suavemente hasta que todo el hierro se disuelva (Usar la vitrina extractora de gases). No hierva la solución.
5. Dejar enfriar la solución.
6. Transferir cuantitativamente esta solución a través de un papel filtro Watman #1 a un balón aforado de 100 mL y diluir con agua desionizada.

C. Determinación de las Absorbancias:

1. Seguir las instrucciones del manual de operación del espectrómetro de absorción atómica PE Analys300.
2. Desarrollar los siguientes pasos:
 - a. Ajustar las líneas de gas al flujo deseado
 - b. Alinear la lámpara
 - c. Alinear el quemador. Usar la solución de 5 µg Fe/mL
 - d. Optimizar el nebulizador y la relación de gases Combustible/oxidante
 - e. Modo de autocero
 - f. Modo de absorbancia – desarrollar la parte experimental

7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados. Utilizar en todo momento los equipos de protección individual.

8. BIBLIOGRAFÍA

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	17 de 3

- ❖ Principios de Análisis Instrumental, (5ª ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Robinson, J.F. Robinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.
- ❖ Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry, F.A. Settle. Prentice Hall PTR, Upper Saddle River, NJ 07458.
- ❖ Instrumental Analysis, G.D. Christian, J.E. Oreilly. Allyn and Bacon Inc. 1986
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Robinson, J.F. Robinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.

9. ANEXOS

Incluir en el informe

5. Diagrama de los principales componentes del espectrómetro de absorción atómica
6. ¿Porque el alambre de hierro es un excelente estándar para este análisis?
7. Describir el procedimiento usado para la preparación de la muestra, incluyendo todas las observaciones.
8. Realizar la curva de calibración y determinar la ecuación de la recta. Determinar la cantidad de hierro en la muestra utilizando esta curva de calibración.
9. Reportar la cantidad de hierro encontrado en la muestra y compararlo con el valor reportado por el fabricante.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	18 de 3

1. TITULO

Determinación de la cantidad de cobre en un suplemento vitamínico

2. OBJETIVO

- ❖ Afianzar los conceptos básicos importantes para el estudio de la espectroscopia de absorción atómica, especialmente la operación del espectrofotómetro de A.A. 7000 Series SHIMADZU, y como se relaciona la absorción con el análisis de metales.
- ❖ Adquirir un juicio crítico para la determinación del tipo de tratamiento que debe dársele a la muestra previo a su análisis.

3. MARCO TEÓRICO

La Espectroscopia por Absorción Atómica (EAA) es la medición instrumental de la cantidad de radiación absorbida por átomos no-excitados en el estado gaseoso. El espectro de absorción de un elemento en su forma atómica gaseosa consiste en líneas agudas, bien definidas, que surgen de las transiciones electrónicas de los electrones de valencia. Para metales, las energías de estas transiciones generalmente corresponden a longitudes de onda en las regiones UV y visible. Se debe seleccionar una longitud de onda para cada elemento donde el absorba fuertemente el elemento, y donde no interfieran otros elementos.

La espectroscopia de absorción atómica se ha usado para la determinación de más de 70 elementos. Las aplicaciones en la industria incluyen muestras clínicas y biológicas, materiales forenses, alimentos, bebidas, agua y efluentes, análisis de suelos, análisis de minerales, productos petrolíferos, farmacéuticos y cosméticos. Durante la práctica se analizará el contenido de cobre en una muestra de suplemento vitamínico.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro A.A. 7000 Series SHIMADZU
 Lámpara de cátodo hueco de Cu
 Balanza analítica
 Balón aforado de 1L
 Balón aforado de 100 mL
 Balón aforado de 25 mL
 Vaso de precipitado de 50 mL
 Vaso de precipitado de 100 mL
 Frasco lavador
 Pipeta graduada de 10mL
 Pipeteador

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	19 de 3

Papel filtro
 Embudo de vidrio
 Varilla de vidrio
 Placa de calentamiento
 Espátula
 Mortero con pistilo
 Vidrio reloj
 Toallas de papel
 Guantes desechables, gafas de seguridad y kit de limpieza

5. REACTIVOS

Ácido clorhídrico
 Ácido nítrico
 Sulfato de cobre pentahidratado
 Agua destilada
 Tableta de suplemento vitamínico

6. PROCEDIMIENTO

D. Preparación de las muestras para la curva de calibración:

1. Preparar una solución madre de 1000 ppm de Cu usando sulfato de cobre penta hidratado como estándar.
2. Preparar 100 mL de una solución de 100 ppm usando la solución madre. Esta dilución se usará para preparar 25 mL de cada estándar.
3. Preparar soluciones de 20.0, 10.0, 5.0, 2.0 y 1.0 ppm de Cu. Usar una solución 1% de ácido nítrico para diluir todas las soluciones. La solución de 1% de ácido nítrico será usada como blanco.

E. Preparación de la muestra:

7. Disolver una tableta de suplemento vitamínico en 25.00 mL de HCl 6M, calentar por 20 minutos.
8. Filtrar usando filtración por gravedad.

F. Determinación de las Absorbancias:

3. Seguir las instrucciones del manual de operación del espectrómetro A.A. 7000 Series SHIMADZU

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	20 de 3

4. Desarrollar los siguientes pasos:
 - a. Ajustar las líneas de gas al flujo deseado
 - b. Alinear la lámpara
 - c. Alinear el quemador. Usar la solución de 5 µg Cu/mL
 - d. Optimizar el nebulizador y la relación de gases Combustible/oxidante
 - e. Modo de autocero
 - f. Modo de absorbancia – desarrollar la parte experimental
5. Medir la absorción del blanco.
6. Medir la absorción de cada estándar, empezando por el más diluido.
7. Medir la absorción de la solución de la tableta de vitamina.

7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

8. BIBLIOGRAFÍA

- ❖ Principios de Análisis Instrumental, (5ª ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Robinson, J.F. Robinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.
- ❖ Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry, F.A. Settle. Prentice Hall PTR, Upper Saddle River, NJ 07458.
- ❖ Instrumental Analysis, G.D. Christian, J.E. Oreilly. Allyn and Bacon Inc. 1986
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Robinson, J.F. Robinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	21 de 3

10. Describir el procedimiento usado para la preparación de la muestra, incluyendo todas las observaciones.
11. Realizar la curva de calibración y determinar la ecuación de la recta. Determinar la cantidad de cobre en la muestra utilizando esta curva de calibración.
12. Reportar la cantidad de cobre encontrado en la muestra y compararlo con el valor reportado por el fabricante.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	22 de 3

1. TITULO

Análisis Térmico de Oxalatos Metálicos

2. OBJETIVO

- ❖ Afianzar los conceptos básicos importantes para el análisis térmico, especialmente la operación del analizador térmico TA instrument 600.
- ❖ Evaluar la descomposición térmica de oxalatos metálicos usando la técnica de TGA o DSC.

3. MARCO TEÓRICO

Una de las formas más comunes de determinar la estabilidad de un compuesto es midiendo su respuesta física a la aplicación de calor. Hay muchos tipos de técnicas analíticas de análisis térmico, pero las dos más comunes son el análisis termogravimétrico (TGA) y la calorimetría de barrido diferencial (DSC). En TGA, la muestra a ser analizada se calienta siguiendo un programa de temperatura preestablecido (lo más común es elevar la temperatura por 10-20 °C por minuto), y se registra la pérdida de peso del compuesto. En DSC, lo que se registra es la absorción o liberación de energía sobre el mismo rango de temperatura.

Los iones metálicos del Grupo 2 (IIA) forman oxalatos insolubles a partir de soluciones neutras o débilmente ácidas. Estos oxalatos precipitan como compuestos cristalinos blancos hidratados de composición específica, los cuales son candidatos ideales para estudiarse por métodos térmicos. Se observan regularidades periódicas en las propiedades térmicas de estas sales en el grupo o familia.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Analizador Térmico TA Instrument
Balones aforados de 10ml
Vidrio de reloj Toallas de papel

Guantes desechables
Espátula pequeña

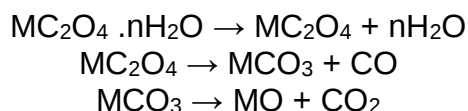
	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	23 de 3

5. REACTIVOS

Oxalato de Magnesio hidratado
Oxalato de Calcio hidratado
Oxalato de estroncio hidratado
Oxalato de Bario hidratado

6. PROCEDIMIENTO

Obtenga el termograma TGA o DSC de cada oxalato metálico hidratado, como le indique su instructor de laboratorio. Los hidratos de oxalato (con algunas excepciones) se descomponen en tres etapas.



Determine la temperatura para cada una de estas descomposiciones, y calcule que tan exactamente la técnica térmica usada mide la pérdida de masa en cada etapa.

NOTA: La descomposición final para el producto de bario ocurre arriba de 1200 C, la cual quizá esté más allá de el límite de la capacidad del analizador.

Calcule el número de aguas de hidratación para cada oxalato hidratado en base a su termograma (Si sólo corrió uno, comparte los resultados con el resto del grupo).

7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerígenos. No dejar botellas abiertas o muestras reposando en el área de trabajo. Preparar las soluciones en la vitrina extractora de gases. Limpiar cualquier derrame. Disponer de los desechos orgánicos en los contenedores apropiados.

8. BIBLIOGRAFÍA

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental III	Código	FLA-23 V. 00
		Página	24 de 3

- ❖ Principios de Análisis Instrumental, (5ª ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Robinson, J.F. Robinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.
- ❖ Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry, F.A. Settle. Prentice Hall PTR, Upper Saddle River, NJ 07458.
- ❖ Instrumental Analysis, G.D. Christian, J.E. Oreilly. Allyn and Bacon Inc. 1986
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Robinson, J.F. Robinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

13. Correlacione las temperaturas a las que se pierden las aguas de hidratación. ¿Qué tendencia periódica ilustra esto?
14. Correlacione la temperatura a la que se descompone el carbonato para formar un óxido. ¿Qué tendencia periódica ilustra esto?
15. La temperatura a la que se pierde agua en un compuesto hidratado es indicativo de la manera en la que está enlazado. En el Grupo 2 (IIA) de los oxalatos, ¿De qué manera se enlaza el agua?
16. En sulfato de cobre, claramente hay dos modos de enlazarse las aguas de hidratación. ¿Cuáles son estas? Haga una búsqueda bibliográfica para encontrar la estructura del $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Un lugar conveniente para comenzar es Comprehensive Coordination Chemistry, Vol. 5, bajo "Copper". (Ayuda: El sulfato es un ligante oxigenado.) ¿Quién determinó primero esta estructura y cómo?