

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

Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental

Amanda Lucia Chaparro García
Qca., M.Sc.; Ph.D.

Yaneth Cardona Rodríguez
Qca.

UNIVERSIDAD DE PAMPLONA
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
DEPARTAMENTO QUÍMICA Y BIOLOGÍA
PAMPLONA, NORTE DE SANTANDER.
COLOMBIA
2012

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

INTRODUCCIÓN.

El análisis químico está relacionado con los problemas que intenta identificar y determinar la cantidad de las especies químicas presentes en una muestra dada. Cada investigación experimental depende, en alguna extensión de los resultados de medidas analíticas. Este curso permite al estudiante iniciarse en los métodos y técnicas del análisis cualitativo y cuantitativo que en un futuro serán de gran utilidad para determinar la composición y la calidad de una materia o alimento. Por ejemplo, la producción, distribución y comercialización de alimentos dentro de un país, están relacionadas directamente con la posibilidad de conseguir una nutrición adecuada; por lo tanto hasta donde sea posible, deben considerarse los métodos para mejorar la producción y utilización de los alimentos. Los estudiantes a través del estudio de las técnicas analíticas, deben estar capacitados para realizar análisis cualitativos y cuantitativos de elementos y compuestos en diferentes muestras, así como la determinación de impurezas y contaminantes durante todo su proceso de elaboración. Este tipo de actividad es fundamental durante el desempeño de su labor profesional.

En el transcurso de la asignatura se desarrollaran prácticas que permitirán introducir al estudiante en el campo de la química analítica instrumental, y de su carácter multidisciplinar, aportándole los principios básicos y conocimientos adecuados para la adquisición de las competencias necesarias para el desarrollo de su actividad profesional en la resolución de problemas cotidianos relacionados con el medio ambiente, la industria y en general en cualquier campo científico.

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

TABLA DE CONTENIDO

	Pág
1. INTRODUCCION LAB DE TECNICAS DE ANALISIS INSTRUMENTAL.	4
2. PRACTICA 1. HIDRODESTILACION.	13
3. PRACTICA 2. APLICACION UV-Vis AL ANALISIS CUANTITATIVO.	17
4. PRACTICA 3 ANALISIS DE ASPIRINA POR IR.	21
5. PRACTICA 4. DETERMINACION DE Na Y K EN BEBIDA HIDRATANTE.	26
6. PRACTICA 5. GC-MS ANALISIS DE ACEITE ESENCIAL.	31

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

INTRODUCCIÓN

1. TITULO

Introducción al Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental

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, lavaojos, 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 desecho 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 desecho, se depositarán en los

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

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

- 9º. 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”*.
- 10º. 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.
- 11º. 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.**
- 12º. 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.
- 13º. 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.
- 14º. El lugar y el material de trabajo deben quedar limpios y ordenados
- 15º. 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

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

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.

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 Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	7 de 9

Tabla 1. Símbolos de peligrosidad más habituales	
Símbolo	Tipo de sustancia
	Explosivas. Sustancias y preparados que pueden explotar bajo el efecto de una llama.
	Comburente. Sustancias y preparados que, en contacto con otros, particularmente con los inflamables, originan una reacción fuertemente exotérmica.
	<p>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.</p> <p>Inflamables</p> <ul style="list-style-type: none"> • 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. <p>Inflamables Sustancias y preparados cuyo punto de ignición sea igual o superior a 21°C e inferior a 55°C.</p>
	Muy tóxicas. Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos graves, agudos o crónicos, e incluso la muerte.
	<p>Nocivas. Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos de gravedad limitada.</p> <p>Irritantes. Sustancias y preparados no corrosivos que por contacto inmediato, prolongado o repetido con la piel o mucosas pueden provocar una reacción inflamatoria.</p>
	Corrosivas. Sustancias y preparados que en contacto con los tejidos vivos puedan ejercer sobre ellos una acción destructiva.

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

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	10 de 9

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

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 esa 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

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	11 de 9

(1).

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 Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	12 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 Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	13 de 3

PRÁCTICA 1

1. TITULO

Hidrodestilación Asistida por Microondas (MWHD): *Extracción del Aceite Esencial de Eucalipto*

2. OBJETIVO

- ❖ El objetivo de este laboratorio es que los estudiantes se familiaricen con las técnicas de extracción y la aplicación de cada una de ellas.
- ❖ Que los estudiantes adquieran experiencia en la función de cada uno de los parámetros de extracción, porque y cuando deben cambiarse.

3. MARCO TEÓRICO

Esta técnica fue patentada por J. Paré, es de gran utilidad para la extracción de los aceites esenciales a escala de laboratorio, pues es rápida, sencilla y relativamente económica. El material vegetal se sumerge al agua dentro de un matraz de 1 L; luego, bajo el efecto de la radiación, el agua se calienta hasta ebullición disolviendo parcialmente el aceites esencial alojado en los tejidos vegetales. Estas estructuras celulares se rompen por la presión de vapor elevada y la esencia se libera, y se arrastra por el vapor de agua, que luego se condensa. El balón que contiene el material, se introduce al horno microondas comercial, el material vegetal y el agua se calientan en el matraz, así se permite aislar el aceite, evaporarlo y luego condensarlo en una trampa tipo Dean-Stark. El tiempo de extracción es de aproximadamente 40 min, que es mucho menor que las 3 ó 4 horas necesarias para la hidrodestilación convencional.

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

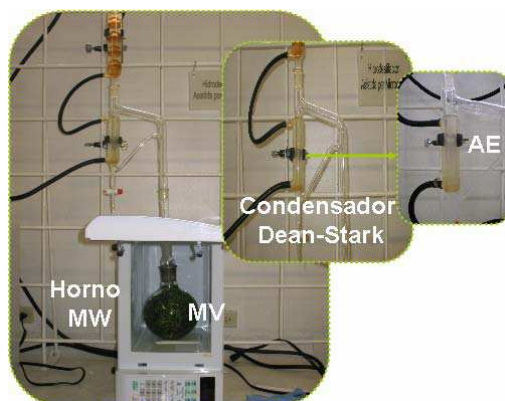


Figura 1. Montaje para hidrodestilación asistida por microondas (Balón fondo redondo, reductor, alargadera, trampa Dean-Stark, refrigerantes, horno microondas, baño refrigerante circulatorio)

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Hidrodestilador con microondas
 Balanza Analítica
 Toallas de papel
 Guantes desechables

Hojas frescas de Eucalipto.

5. REACTIVOS

NaCl
 Na_2SO_4 anhidro
 Diclorometano
 Agua destilada

6. PROCEDIMIENTO

Hidrodestilación asistida por la radiación de microondas (MWHD) :

1. Hidrodestilación (HD) se lleva a cabo utilizando un equipo de destilación tipo Clevenger (Figura 1). En vez de la manta de calentamiento, se emplea un horno microondas, dentro del cual se coloca el balón (1 L) con agua y material vegetal.
2. Usar alrededor de 100 g del material vegetal picado en trozos de 2-3 cm, sumergido

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

en agua.

3. El tiempo de extracción, a máxima potencia del horno, varía dependiendo de la muestra. Tomar lecturas de la cantidad de aceite extraído cada 10 minutos para calcular el tiempo óptimo de extracción.

4. El aceite esencial se separa del agua, previamente saturada con NaCl, por decantación; se seca con Na₂SO₄ anhidro.

5. Una alícuota del aceite (30 µL) se diluye en 1 mL de diclorometano, para el análisis cromatográfico.

6. Guardar la muestra en un vial para futuro análisis.

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. Tener cuidado con la radiación microondas.

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. Rubinson, J.F. Rubinson. 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. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.
- ❖ PARÉ, J. R. J. European Patent Application 0485668A1., **1992**.
- ❖ RUIZ, C. A. ., “ *Estudio de los metabolitos secundarios volátiles de lippia origanoides H.B.K., en tres estados fenológicos*”, Universidad Industrial de Santander, Escuela de química, Bucaramanga-2008.

9. ANEXOS

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

Incluir en el reporte

- a) Porcentaje de rendimiento de la extracción del aceite esencial.
- b) Tiempo de extracción óptimo.
- c) Costos de la práctica.
- d) Su opinión del método (Ventajas y desventajas)
- e) Variables a tener en cuenta durante el proceso
- f) Aplicación (Ejemplos reportados en la literatura)

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

PRÁCTICA 2

1. TITULO

Análisis Cuantitativo de Tabletas de Aspirina por Espectrometría UV

2. OBJETIVO

- ❖ El objetivo de este laboratorio es que los estudiantes se familiaricen con la Ley de Beer-Lambert y su aplicación en el análisis cuantitativo.

3. MARCO TEÓRICO

La absorción de radiación electromagnética por parte de las moléculas forma las bases para una gran variedad de técnicas analíticas instrumentales. Este experimento se basa en la absorción de fotones con longitudes de onda en el rango ultravioleta. La concentración del analito puede ser determinada por la absorción de los fotones usando la conocida ley de Beer- Lambert. La cantidad de aspirina (ácido acetilsalicílico) en analgésicos comerciales puede ser determinada una vez ella ha sido hidrolizada a ácido salicílico y diluida a una concentración donde la ley de Beer sea aplicada.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro UV-Vis
 Balanza Analítica
 Balones aforados de 10ml
 Balones aforados de 25ml
 Balones aforados de 100ml
 Vaso de precipitado de 50 ml

Toallas de papel
 Guantes desechables
 Pipeta graduada de 10ml
 Pipeteador
 Celda de Cuarzo

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

5. REACTIVOS

Acido salicílico Puro
 Hidróxido de Sodio Analítico
 Agua destilada
 Tableta de Aspirina

6. PROCEDIMIENTO

A. Encender el espectrómetro UV-VIS.

B. Preparación de Estándares:

- a. Pesar en balanza analítica alrededor de 25mg de acido salicílico puro y cuantitativamente transferirlo a un balón aforado de 25ml y diluir con una solución de NaOH 0.1M. Agitar y mezclar bien.
- b. Calcular la concentración (M) de la solución estándar.
- c. Preparar cinco diluciones de su solución estándar usando 100, 200, 300, 400, 500 μ L y diluirlos a 10ml con 0.1M de NaOH.
- d. Calcular la concentración (M) de cada una de las soluciones patrón.

C. Curva de Calibración:

- a. Usando una de las diluciones de acido salicílico, medir el espectro de absorción UV con el espectrofotómetro Shimadzu UV-VIS y determinar la longitud de onda de máxima absorción.
- b. Medir la absorbancia de cada uno de las soluciones patrón preparadas a la longitud de onda de máxima absorción.
- c. Realizar la curva de calibración para los estándares de acido salicílico (Absorbancia VS. Concentración)

D. Análisis de la Aspirina:

- a. Dejar disolver una tableta de aspirina en una solución 0.1M de NaOH contenida en un balón aforado de 100ml. Aforar el balón y mezclar.
- b. Diluir esta solución 1 a 50 con 0.1M de NaOH y medir la absorbancia de esta solución a la misma longitud de onda que midió los estándares.

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	19 de 5

- c. Usar la curva de calibración para determinar la concentración de ácido salicílico presente en la solución problema.
- d. Calcular el peso de ácido acetilsalicílico en la tableta de aspirina usando el factor estequiométrico apropiado y considerando las diluciones involucradas.
- e. Comparar el resultado obtenido con el contenido especificado en la etiqueta de la tableta. Calcular el porcentaje de recuperación.
- f. Comparar el costo de la tableta con la concentración (gr/\$) para cada una de las tabletas analizadas.

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. Rubinson, J.F. Rubinson. 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. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

- a. Porque se usa la solución de NaOH 0.1M como solvente en este experimento, porque se usa ácido salicílico?

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	20 de 5

- b. De algunas posibles explicaciones para el valor del porcentaje de recuperación encontrado cuando usted analizo la tableta de aspirina? Están sus resultados dentro del rango del valor esperado para el analgésico analizado?
- c. Que compuestos presentes en algunos analgésicos podrían interferir con la determinación de la aspirina por este método?

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	21 de 5

PRÁCTICA 3

3. TITULO

Análisis cualitativo de la tableta de Aspirina por Espectrometría IR con Transformada de Fourier (FT-IR)

2. OBJETIVO

El objetivo de la práctica es aprender a utilizar un espectrómetro de infrarrojo, a interpretar un espectro y a predecir a priori qué moléculas son susceptibles de ser detectadas por esta técnica y cuáles no. En esta práctica analizaremos el espectro de absorción infrarroja del ácido acetilsalicílico y del ácido salicílico. Se analizará una tableta de aspirina comercial, la cual contiene estas dos moléculas, y se compararán los espectros obtenidos.

3. MARCO TEÓRICO

La radiación infrarroja abarca las longitudes de onda desde aproximadamente 1 a 100 μm , que corresponde en número de ondas al intervalo 10000 a 100 cm^{-1} (esta es la unidad que se suele utilizar en espectroscopia infrarroja). Muchas moléculas absorben eficientemente radiación infrarroja (IR). La energía de los fotones IR absorbidos es almacenada por las moléculas en forma de energía vibracional y rotacional. Desde el punto de vista del análisis químico, cada molécula tiene un espectro de absorción IR específico que puede servir para la identificación y cuantificación de su presencia en una muestra.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro FTIR	Mortero de Ágata
Balanza Analítica	Toallas de papel
Película de Poliestireno para calibración	Guantes desechables
Espátula Pequeña	Prensa para hacer la pastilla

5. REACTIVOS

KBr (Bromuro de Potasio)

Acido Salicílico

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	22 de 5

Acido Acetilsalicílico

Tableta de Aspirina Comercial

6. PROCEDIMIENTO

E. Encender el espectrómetro IR.

Calentar el espectrofotómetro IR (Mirar el manual de operación del instrumento y leer las instrucciones de operación del equipo) antes de iniciar el experimento.

F. Preparación de la pastilla de KBr :

El material que contenga la muestra debe ser transparente a la radiación infrarroja para asegurar la medida de absorción solo de la muestra. Las sales halogenadas (incluido el KBr) tienen excelente transparencia en el IR. Las muestras líquidas se colocan, por lo general, entre dos cristales pulidos de KBr, los cuales se colocan en el espectrofotómetro. Para las muestras sólidas se mezcla una pequeña cantidad de muestra pulverizada con KBr pulverizado en un mortero de ágata y después se hace una pastilla con esta mezcla, la cual se coloca en el espectrofotómetro. Las muestras gaseosas se colocan en una celda especial para gases y luego esta celda se coloca en el espectrofotómetro.

a) Blanco pastilla de KBr

- i. Triturar hasta un polvo fino 200 a 300 mg de KBr utilizando un mortero de ágata.
- ii. Siguiendo las instrucciones de la prensa manual, hacer una pastilla de KBr.

b) Pastilla de Acido Salicílico en KBr

- i. Triturar hasta un polvo fino 200 a 300 mg de KBr utilizando un mortero de ágata.
- ii. Adicionar 1 a 2 mg de Acido Salicílico al KBr pulverizado y mezclar bien hasta obtener polvo fino.
- iii. Realizar la pastilla utilizando esta mezcla.

c) Pastilla de Acido Acetilsalicílico en KBr

- i. Triturar hasta un polvo fino 200 a 300 mg de KBr utilizando un mortero de ágata.
- ii. Adicionar 1 a 2 mg de Acido Acetilsalicílico al KBr pulverizado y mezclar bien hasta obtener polvo fino.
- iii. Realizar la pastilla utilizando esta mezcla.

d) Pastilla de Aspirina comercial en KBr

- i. Triturar hasta un polvo fino 200 a 300 mg de KBr utilizando un mortero de ágata.
- ii. Adicionar 1 a 2 mg de aspirina comercial al KBr pulverizado y mezclar bien hasta obtener polvo fino.
- iii. Realizar la pastilla utilizando esta mezcla.

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	23 de 4

G. Obtención de los espectros IR :

Consultar en el manual del usuario como se opera el FT-IR Prestige 21 de Shimatzu. Obtener todos los espectros utilizando los siguientes parámetros:

Resolution: 2.0 cm^{-1} ,
 Apodization: Strong,
 Range: 4400 cm^{-1} to 450 cm^{-1} ,
 Mode: Ratio
 Number of Scans: 4

a) Espectro del Background

Obtener el espectro del background del IR sin muestra en el equipo siguiendo las instrucciones del manual del usuario.

b) Calibración del Espectrofotómetro: Espectro del Poliestireno.

Antes de realizar una asignación cuantitativa de bandas en los espectros, es necesario realizar un calibrado de frecuencias del espectrofotómetro. Dicho calibrado suele realizarse mediante la medida del espectro de una película de poliestireno de espesor conocido.

- 1) Colocar la película de poliestireno en el soporte de la muestra del espectrofotómetro y registrar el espectro a la máxima resolución posible y a la resolución de 16cm^{-1} y 2cm^{-1} .
- 2) Identificar las bandas principales del espectro obtenido con las frecuencias numeradas y tabuladas en la Figura 1.
- 3) A la vista de la estructura del poliestireno, utilizar la información incluida en el apéndice para interpretar las bandas observadas. Asignar, por ejemplo, las bandas del espectro asociadas con los modos vibracionales de estiramiento de los enlaces C-H y C-C del anillo bencénico.
- 4) Representar finalmente gráficamente las frecuencias experimentales frente a los de la tabla anterior y realizar una regresión lineal para obtener los parámetros de calibrado.

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	24 de 4

Banda	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
$\tilde{\nu}; \text{ (cm}^{-1}\text{)}$	699	907	1029	1155	1181	1494	1601	1801	1943	2850	3027

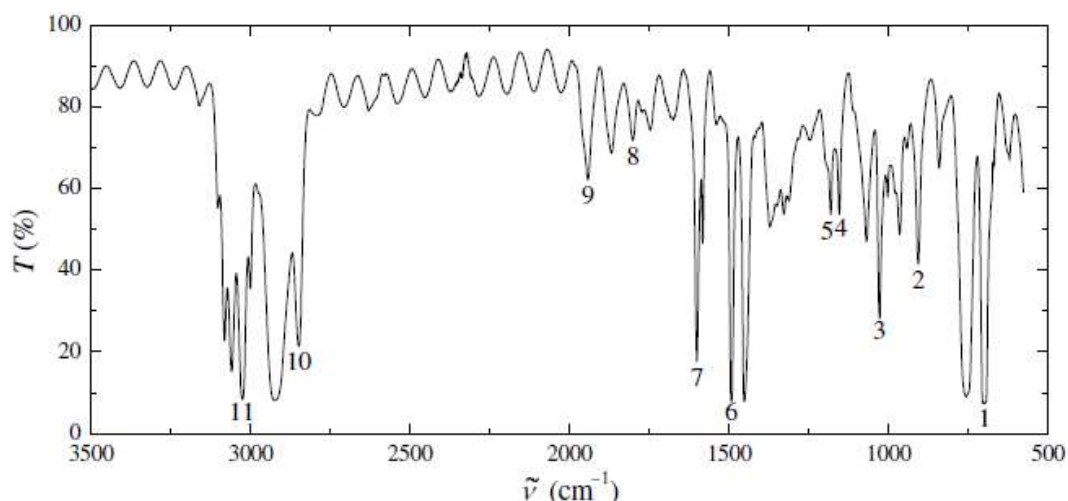


Figura 1: arriba: Estructura del poliestireno (en realidad en el sólido los anillos bencénicos están orientados aleatoriamente). **Abajo:** Espectro FTIR de una película de poliestireno.

c) Blanco pastilla de KBr

Colocar la pastilla de KBr en el compartimiento de la muestra y obtener el espectro.

d) Espectro del Acido Salicílico

Colocar la pastilla de Acido Salicílico/KBr en el compartimiento de la muestra y obtener el espectro.

e) Espectro del Acido Acetilsalicílico

Colocar la pastilla de Acido acetilsalicílico/KBr en el compartimiento de la muestra y obtener el espectro.

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	25 de 4

f) Espectro de la Aspirina Comercial

Colocar la pastilla de Aspirina Comercial/KBr en el compartimiento de la muestra y obtener el espectro.

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 químicos 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. Rubinson, J.F. Rubinson. 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.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

1. Explique porque el espectro IR del background tiene picos a pesar de que el compartimiento de la muestra se encontraba vacío.
2. Compare el espectro de la película de calibración de poliestireno obtenido a las resoluciones de 16.0 cm^{-1} y 2.0 cm^{-1} . Cuáles son las diferencias?
3. Examinar el espectro del ácido salicílico y usando las tablas de asignación de picos y la estructura de la molécula identificar los picos de mayor intensidad.
4. Examinar el espectro del ácido acetilsalicílico y usando las tablas de asignación de picos y la estructura de la molécula identificar los picos de mayor intensidad.
5. Examinar el espectro de la aspirina comercial y determinar las contribuciones espectrales del ácido salicílico y del ácido acetilsalicílico.

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	26 de 4

PRÁCTICA 4

1. TITULO

Determinación de Na y K en una bebida hidratante 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 AA analyst300, y como se relaciona la absorción con el análisis de metales.
- ❖ Reforzar los conceptos vistos en clase sobre espectrometría de absorción atómica
- ❖ Determinar la concentración de algunos metales como potasio y sodio en bebidas hidratantes.

3. MARCO TEÓRICO

Espectroscopía es la medición e interpretación de la radiación electromagnética absorbida, dispersada o emitida por átomos, moléculas u otras especies químicas. Estos fenómenos están asociados con cambios en los estados de energía de las diferentes especies. Por consiguiente, dado que cada especie posee estados energéticos característicos, la espectroscopía puede utilizarse para identificarlas.

La espectroscopia constituye la base del análisis espectroquímico, en el que la interacción de la radiación electromagnética con la materia se utiliza para obtener información cualitativa y cuantitativa acerca de la composición de una muestra. Dentro del análisis espectroquímico, la espectroscopía atómica estudia la absorción y emisión de la radiación por especies atómicas, iónicas y moleculares libres. Estas especies son generadas y examinadas en un medio gaseoso de alta energía, donde la muestra pasa por una etapa de vaporización, atomización, ionización y excitación.

Cuando una solución es introducida por aspiración en una llama, la mayor parte de los componentes inorgánicos son vaporizados y convertidos en su forma elemental, y los átomos son excitados térmicamente por la energía generada mediante reacciones

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	27 de 4

químicas.

En un átomo en su estado de menor energía (estado fundamental), uno de los electrones de valencia correspondiente a un orbital externo es transferido a un estado electrónico de mayor energía. Al retornar al estado fundamental o a uno de menor energía, los átomos pierden su energía de excitación en forma de calor o como radiación electromagnética de longitud de onda característica.

La absorción de energía térmica generada en una llama seguida por la emisión de toda o parte de esa energía en forma de una línea espectral discreta se denomina emisión atómica. La longitud de onda y la intensidad de las líneas de emisión constituyen la base del análisis cualitativo y cuantitativo por espectrometría de emisión atómica (EEA).

Los átomos neutros gaseosos en su estado fundamental pueden también absorber radiación a longitudes de ondas específicas, correspondientes a las energías de las transiciones electrónicas en sus orbitales externos. Este fenómeno se denomina absorción atómica. La medición de la magnitud de esa absorción atómica y su aplicación al análisis cuantitativo constituye la espectrometría de absorción atómica (EEA). La fuente de radiación luminosa es generalmente una lámpara de cátodo hueco del elemento de interés.

Calibración

En la calibración para la espectrometría de llama se establece experimentalmente una curva (o función matemática) que relacione la señal analítica obtenida con la concentración del elemento en varios estándares (patrones) adecuadamente espaciados, que cubren el ámbito de concentraciones requerido.

En la mayoría de los casos es necesario que la composición de las soluciones patrón sea similar a la de la muestra a analizar. En el caso de muestras muy complejas, algunas sustancias pueden interferir y afectar la respuesta obtenida para el analito, por lo que se recomienda la calibración con adición de patrón.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro A.A. Analyst 300
 Balanza analítica
 Balones aforados de 25ml
 Vaso de precipitado de 50 ml
 Toallas de papel
 Guantes desechables

Pipeta graduada de 10ml
 Micropipeta
 Frasco lavador
 Pipeteador
 Papel filtro
 Embudo

	Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	28 de 4

5. REACTIVOS

Acido clorhídrico
 Nitrato de sodio
 Nitrato de potasio
 Agua desionizada
 Bebida hidratante

6. PROCEDIMIENTO

Preparación de las muestras para la curva de calibración:

1. Preparar una solución madre de 1000 ppm de Na y una solución madre de 1000 ppm de K, utilizando nitrato de sodio y nitrato de potasio como estándar.
2. Preparar 100ml de una solución de 100ppm usando la solución madre Na y 100ml de una solución de 100ppm usando la solución madre K. Estas diluciones se usara para preparar 25ml de cada estándar.
3. Preparar soluciones de sodio de 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 y 1 ppm y de potasio de 0,4; 0,8; 1,2; 2,0 y 2,4 ppm . Usar una solución 1% de acido clorhidrico para diluir todas las soluciones. Las solución de 1% de acido clorhidrico le servirá como blanco.

A. Preparación de la muestra:

1. Preparan 2 soluciones de la bebida hidratante (que cada grupo debe traer para la práctica) de modo que la concentración de Na y K se encuentre en el rango de concentraciones de las soluciones patrón. Usar una solución 1% de acido clorhidrico para diluir todas las soluciones.

B. 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. Ajustas las líneas de gas al flujo deseado
 - b. Alinear la lámpara
 - c. Alinear el quemador. Usar la solución de 5µg Fe / mL
 - d. Optimizar el nebulizador y la relación de gases Combustible/oxidante

	Guía Unificada de Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	29 de 4

- 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.

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. Rubinson, J.F. Rubinson. 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. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

1. Diagrama de los principales componentes del espectrómetro de absorción atómica
2. Describir el procedimiento usado para la preparación de la muestra, incluyendo todas las observaciones.

	Guía Unificada de Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	30 de 4

3. 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.
 4. Reportar la cantidad de Na y K encontrado en la muestra y compararlo con el valor reportado por el fabricante.
 5. La concentración de sodio y potasio en las bebidas analizadas están acorde a la norma colombiana para bebidas hidratantes?
1. Mencione que interferencias se pueden presentar en una determinación por absorción atómica, ¿qué medidas se pueden tomar para evitarlas o disminuirlas?
 2. Mencione 3 aplicaciones de la absorción atómica en su área del conocimiento.

PRÁCTICA 5

1. TITULO

Identificación de los componentes de un aceite esencial por GC-MS

2. OBJETIVO

- ❖ Identificar los componentes del aceite esencial de eucalipto a través de la comparación de los espectros de masas con las bibliotecas correspondientes.
- ❖ Analizar cómo influye la temperatura en la separación de los picos de un cromatograma.
- ❖ Afianzar los fundamentos aprendidos para desarrollar un análisis por GC-MSD

3. MARCO TEÓRICO

La cromatografía gas-liquido se le llama simplemente cromatografía de gases (GC). Se fundamenta en el reparto del analito entre una fase móvil gaseosa y una fase líquida

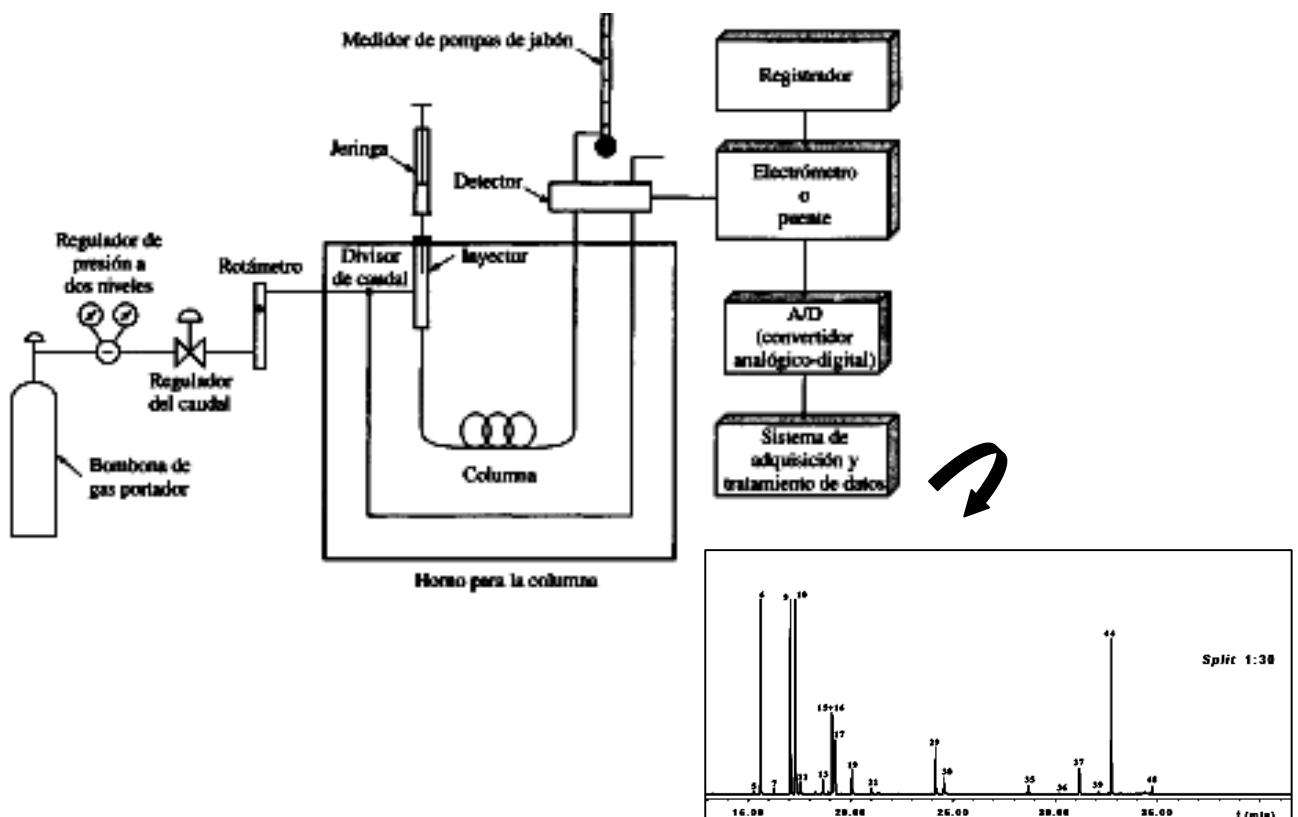
	Guía Unificada de Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	31 de 4

inmovilizada sobre una superficie de un sólido inerte o en las paredes de un tubo capilar.

Los componentes de una muestra introducida en el puerto de inyección, con una jeringa se vaporizan y separan como consecuencia de un reparto entre la fase móvil gaseosa y una fase estacionaria líquida o sólida mantenida en una columna. La elución se logra mediante un flujo de una fase móvil de gas inerte (helio), que no interactúa con el analito, su única función es transportar los analitos a lo largo de la columna hasta el detector, para posteriormente obtener el cromatograma.

Los aceites esenciales son las fracciones líquidas volátiles obtenidas de las plantas por destilación con arrastre con vapor de agua o hidrodestilación, que contienen las sustancias responsables de la fragancia de las plantas. La mayoría de los aceites se usan en cosméticos, para masajes, en aromaterapia, artesanías, productos de limpieza y como repelentes de insectos. Pueden encontrarse en las flores, cascara de los frutos, hojas, corteza, semillas y las raíces de las plantas. Estos aceites son mezclas muy complejas de hasta más de 100 componentes, entre los que se encuentran. Compuestos alifáticos, monoterpenos, monoterpenoides, sesquiterpenos, entre otros, y su valor comercial depende de esta composición.

La aplicación de la cromatografía de gases al estudio de los aceites esenciales ha sido posible debido al desarrollo de columnas capilares de alta resolución que permiten separar estas mezclas de multicomponentes, las cuales conectadas a un detector de espectrometría de masas permite identificar cada sustancia al analizar sus espectros de masas y compararlos con los reportados.



	Guía Unificada de Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	32 de 4

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Jeringa de 10 μ L
 5 viales de 1mL limpios
 2 vasos de precipitado de 100mL
 micropipeta de 10-100 μ L
 pipeta de 2mL
 pera
 Cromatógrafo de gases *Agilent Technologies* 6890 Plus equipado con un puerto de inyección *Split/splitless* (1:30) (250°C). Un sistema de datos HP MS *ChemStation* y acoplado a un detector selectivo de masas *Agilent Technologies* MSD 5973.

5. REACTIVOS

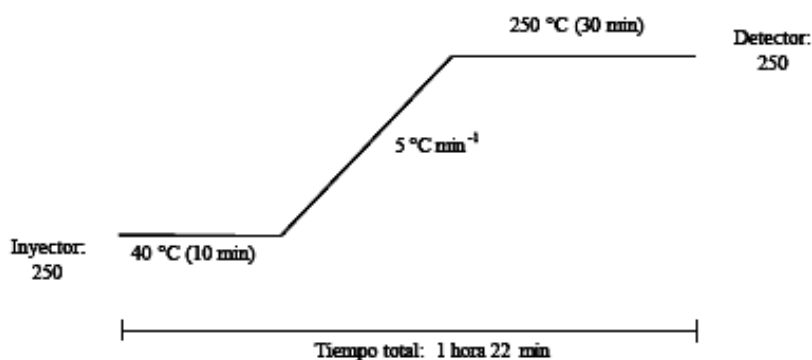
- Hexano grado HPLC
- Diclorometano grado HPLC
- Metanol grado HPLC
- Aceite esencial extraído previamente, almacenado en un tubo con tapa rosca, cubierto con papel aluminio y refrigerado.

6. PROCEDIMIENTO

- a) Identifique las principales partes del equipo
- b) Registre los parámetros de operación del equipo, así como el tipo de columna y el modo de inyección.
- a) Limpie la jeringa de inyección tomando y expulsando varias veces hexano. Repita el procedimiento con diclorometano y metanol. Por ultimo repita el procedimiento con el solvente en que se encuentran las muestras.

	Guía Unificada de Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	33 de 4

- b) Inyecte un microlitro de diclorometano en el puerto de inyección del cromatógrafo para acondicionar la columna.
- c) Tome 30 μ L del aceite esencial en un vial y afofe a 1mL con diclorometano.
- d) Inyecte 1 μ L del aceite esencial diluido a una temperatura del horno uniforme de 60°C por 30 minutos.
- e) inyecte 1 μ L del aceite esencial diluido. La temperatura del horno se puede programar desde 40°C (10min) hasta 250°C (30 min). Con una velocidad de calentamiento de 5°C min⁻¹.



- f) Compare los dos cromatogramas obtenidos
- g) Determine los componentes principales del aceite esencial, comparando sus espectros de masas con las bibliotecas de espectros que posee el software del equipo.

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.

	Guía Unificada de Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	34 de 4

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. Rubinson, J.F. Rubinson. 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. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

- ¿Qué otras estrategias se pueden utilizar para identificar los componentes del aceite esencial?
- según la composición del aceite esencial que posibles usos se le puede dar
- Describa el procedimiento que usaría para extraer, identificar y cuantificar el componente mayoritario del aceite