


| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 1 de 51 |

GUIA UNIFICADA DE LABORATORIO TECNICAS DE ANALISIS INSTRUMENTAL



**UNIVERSIDAD DE PAMPLONA
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
PAMPLONA, NORTE DE SANTANDER.
COLOMBIA
2024**

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 2 de 51 |

INTRODUCCION

El laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental, es una asignatura fundamental donde los estudiantes adquieren los conceptos y procedimientos del análisis químico instrumental y desarrolla las competencias interpretativas, argumentativas y propositiva a través de la ejecución y sustentación de los resultados de las prácticas asignadas y propuestas por ellos mismos.


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 de separación y las técnicas del análisis instrumental. Así mismo pretende que el estudiante conozca los fundamentos físicos y químicos en los que se basa una técnica o grupo de técnicas. El estudiante y futuro profesional deberá conocer los equipos e instrumentos utilizados en cada caso, sus aplicaciones y limitaciones y ser capaz de discutir los resultados obtenidos y correlacionarlos con otros parámetros de interés analítico, en los diferentes campos donde se desempeñe como profesional.

Este curso tiene la finalidad 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 de Laboratorios | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 3 de 51 |

CONTENIDO

| | Pag |
|--|------------|
| Laboratorio 1. SEGURIDAD EN EL LABORATORIO Y REGLAS GENERALES..... | 4 |
| Laboratorio 2. GASES COMPRIMIDOS | 13 |
| RADIACIONES ELECTROMAGNETICAS | 13 |
| CAMPOS ELECTRICOS Y MAGNETICOS | 13 |
| Laboratorio 3. ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA-VISIBLE | |
| • Análisis Cuantitativo de Tabletas de Aspirina por Espectrometría UV | 15 |
| Laboratorio 4. ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA-VISIBLE | |
| • Determinación Simultánea de Cromo y Cobalto por Espectrometría UV- Vis..... | 18 |
| Laboratorio 5. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA | |
| • Análisis de extractos de plantas por ATR-FTIR | 22 |
| Laboratorio 6. ESPECTROSCOPIA DE ABSORCION ATOMICA | |
| • Determinación de Na y K en una bebida hidratante por espectroscopia de absorción atómica | 27 |
| Laboratorio 7. CROMATOGRAFIA | |
| • Cromatografía en columna: Separación de pigmentos vegetales. | 31 |

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 4 de 51 |

1. TITULO

Laboratorio 1. SEGURIDAD EN EL LABORATORIO Y REGLAS GENERALES

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 neveras que contengan medicinas.
- 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 estudiante 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 estudiantes deberán conocer el nombre de los utensilios de trabajo que van a manejar.
- 6º. Antes de entrar en el laboratorio, cada estudiante 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 de Laboratorios | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 5 de 51 |

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

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 de Laboratorios | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 6 de 51 |

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 de Laboratorios | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 7 de 51 |

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. |
|  | <p>Extremadamente inflamables</p> <p>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>nte 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</p> <p>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 de Laboratorios | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 8 de 51 |

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, modelo 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 de Laboratorios | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 9 de 51 |

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 está 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 plantilla en la página web del programa). 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 ecuaciones tienen que ser escritas en una línea separada con la respectiva referencia.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 10 de 51 |

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 cómo 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 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 más relevantes que usted obtuvo o consiguió con la práctica 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 de Laboratorios | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 11 de 51 |

Apéndice:

Las respectivas copias de su cuaderno de notas del laboratorio.

Copia de la guía de laboratorio correspondiente o diagrama de flujo.

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:

10% Resumen

10% Introducción

5% Parte Experimental

10% Resultados/Cálculos

20% Discusión

15% Discusión de errores

10% Respuesta a las preguntas

10% Conclusiones

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 II | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 12 de 51 |


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.

9. ANEXOS

| | | | |
|---|--|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 13 de 51 |

1. TITULO

Laboratorio 2. GASES COMPRIMIDOS, RADIACIONES ELECTROMAGNÉTICAS Y CAMPOS ELÉCTRICOS Y MAGNÉTICOS.

2. OBJETIVO

- ❖ El objetivo de este trabajo es que los estudiantes se familiaricen con los gases comprimidos, las radiaciones electromagnéticas y su aplicación en el análisis instrumental y los campos eléctricos y magnéticos.

3. MARCO TEÓRICO

Los gases no líquidos se conocen también como gases permanentes, presurizados o comprimidos. Estos gases no se vuelven líquidos cuando están comprimidos a temperaturas normales, incluso a muy altas presiones. Ejemplos comunes de estos son el oxígeno, nitrógeno, helio y argón.

Se entiende por radiación electromagnética a las ondas producidas por la emisión de energía debida a la oscilación o aceleración de las cargas eléctricas. La absorción de radiación electromagnética por parte de las moléculas forma las bases para una gran variedad de técnicas analíticas instrumentales.

Un campo eléctrico es un campo de fuerza creado por la atracción y repulsión de cargas eléctricas (la causa del flujo eléctrico) y se mide en Voltios por metro (V/m) y un campo magnético se producen por cualquier carga eléctrica producida por los electrones en movimiento y el momento magnético intrínseco de las partículas elementales asociadas con una propiedad cuántica fundamental, su espín.

Este trabajo se basa en revisar que son los gases comprimidos, la radiación electromagnética y los campos eléctricos y magnéticos; sus aplicaciones en la química analítica, ventajas, desventajas, efectos dañinos a la salud y los estándares de seguridad y recomendaciones que se deben tener cuando se trabaja con ella.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- Internet.
- Bases de datos de la biblioteca digital.
- PowerPoint.

| | | | |
|---|--|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 14 de 5 |

5. REACTIVOS

No aplica

6. PROCEDIMIENTO

- Este será un trabajo grupal.
- Los estudiantes realizarán una revisión del tema.
- Prepararán una presentación del mismo en powerpoint.
- Realizarán una infografía con la presentación del tema y lo subirán a la plataforma de MS Teams.

7. NIVEL DE RIESGO

Ninguno

8. BIBLIOGRAFÍA

- ❖ 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.
- ❖ Analytical Chemistry, R. Kellner, J.M. Mermet, M. Otto, H.M. Widmer (eds), Wiley-VCH, 1998.
- ❖ Principios de Análisis Instrumental, (5ª ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.
- ❖ <http://www.sciencedirect.com>
- ❖ <http://www.wiley.co.uk/wileychi/eac/>
- ❖ <http://www.library.ucsb.edu/subjects/guides/chemanal.html>
- ❖ <http://www.chem.vt.edu/chem-ed/>
- ❖ <http://pubs.acs.org/journals/ancham/index.html>
- ❖ <http://pubs.acs.org/journals/chreay/index.html>

| | | | |
|---|--|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 15 de 5 |

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 | Toallas de papel |
| Balanza Analítica | Guantes desechables |
| Balones aforados de 10ml | Pipeta graduada de 10ml |
| Balones aforados de 25ml | Pipeteador |
| Balones aforados de 100ml | Celda de Cuarzo |
| Vaso de precipitado de 50 ml | |

5. REACTIVOS

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

| | | | |
|---|--|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 16 de 5 |

6. PROCEDIMIENTO

A. Encender el espectrómetro UV-VIS.

B. Preparación de Estándares:


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

C. Curva de Calibración:

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

D. Análisis de la Aspirina:

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

| | | | |
|---|--|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 17 de 5 |

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

- a. Porque se usa la solución de NaOH 0.1M como solvente en este experimento, porque se usa ácido salicílico?
- b. De algunas posibles explicaciones para el valor del porcentaje de recuperación encontrado cuando usted analizó 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 Química Instrumental II | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 18 de 5 |

1. TITULO

Laboratorio 4. Determinación Simultánea de Cromo y Cobalto por Espectrometría UV- Vis

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 de mezclas.

3. MARCO TEÓRICO

La ley de Beer-Lambert (Ecuación 1) puede ser usada para realizar análisis cuantitativos por espectrometría UV-Vis:

$$A_{\lambda} = \epsilon_{\lambda} b C \quad (1)$$

A_{λ} = Absorbancia a una longitud de onda λ = -log transmitancia

ϵ_{λ} = Absortividad Molar

b = Longitud de la celda en cm.

C = concentración en moles/litros.

Bajo ciertas condiciones, la ley de Beer-Lambert puede ser usada para la determinación simultánea de dos o más sustancias absorbentes. Si los componentes de la mezcla no reaccionan entre si o no afectan las propiedades de la absorción de la luz del uno al otro en alguna forma, la absorbancia total a cualquier longitud de onda es la suma de las absorbancias de los componentes de la mezcla. Entonces a una longitud de onda λ ;

$$A_{\lambda} = A_{1\lambda} + A_{2\lambda} + A_{3\lambda} + \dots \quad (2)$$


$$A_{\lambda} = \epsilon_{1\lambda} b C_1 + \epsilon_{2\lambda} b C_2 + \epsilon_{3\lambda} b C_3 + \dots \quad (3)$$

Donde los subíndices 1, 2, y 3 se refieren a los compuestos absorbentes. Como la longitud de la celda es igual, la ecuación se reduce a:

$$A_{\lambda} = k_{1\lambda} C_1 + k_{2\lambda} C_2 + k_{3\lambda} C_3 + \dots \quad (4)$$

Donde:

$$k_{1\lambda} = \epsilon_{1\lambda} b \text{ etc.} \quad (5)$$

| | | | |
|---|--|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 19 de 5 |

El propósito de este experimento es la determinación simultánea de la concentración de $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{+3}$ (hexaaquocromium(III)) y $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{+2}$ (hexaaquocobalt(II)). Para estos dos componentes de la mezcla la ecuación se reduce a:

$$A_{\lambda 1} = k_{\text{Cr } \lambda 1} C_{\text{Cr}} + k_{\text{Co } \lambda 1} C_{\text{Co}} \quad (6)$$

$$A_{\lambda 2} = k_{\text{Cr } \lambda 2} C_{\text{Cr}} + k_{\text{Co } \lambda 2} C_{\text{Co}} \quad (7)$$

$k_{\text{Cr } \lambda 1}$, $k_{\text{Cr } \lambda 2}$, $k_{\text{Co } \lambda 1}$ and $k_{\text{Co } \lambda 2}$ son calculados midiendo la absorbancia de una solución pura de cada uno de los complejo a las dos longitudes de onda que se desean estudiar (λ_1 y λ_2). Los valores de C_{Co} y C_{Cr} , son determinados tomando el espectro de absorción de la mezcla a las dos longitudes de onda determinadas.


En este experimento la selección de las longitudes de onda es muy importante. La situación ideal es usar una longitud de onda donde uno de los componentes de la mezcla no absorba y el otro absorba substancialmente. Como esta situación no se presenta normalmente, una buena elección seria una longitud de onda donde la mayor absorción sea por parte de una especie y menor absorción de la otra especie y viceversa.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

| | |
|------------------------------|-------------------------|
| Espectrómetro UV-Vis | Toallas de papel |
| Balanza Analítica | Guantes desechables |
| Balones aforados de 10ml | Pipeta graduada de 10ml |
| Balones aforados de 25ml | Pipeteador |
| Balones aforados de 100ml | Celda de Cuarzo |
| Vaso de precipitado de 50 ml | |

5. REACTIVOS

| | |
|--|----------------------|
| $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ | Agua destilada |
| $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ | Solución desconocida |

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

6. PROCEDIMIENTO

E. Encender el espectrómetro UV-VIS.

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

F. Preparación de Estándare:

- Usando el $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, preparar 5 soluciones de concentraciones 0.01, 0.02, 0.03 y 0.04 M en Cr(III).
- Usando el $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, preparar 5 soluciones de concentraciones 0.04, 0.08, 0.12 y 0.16M en Co(II).

G. Verificación de la adición de las absorbancias de $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{+3}$ y $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{+2}$:


- Preparar 25 ml de una mezcla de a Cr(III)/Co(II) con una concentración de 0.02M en Cr(III) y 0.08 M en Co(II). Estas concentraciones deben coincidir con las soluciones de 0.02M Cr(III) y la de 0.08M de Co(II) preparadas en la parte B.
- Medir el espectro de absorción, en el rango de 650nm a 350nm, de la solución 0.02M Cr(III), 0.08 M en Co(II) y de la mezcla de Cr(III)/Co(II), utilizando el espectrofotómetro Shimadzu UV-VIS y determinar la longitud de onda de máxima absorción para cada uno de los complejos.

H. Determinación de las constantes de la ley de Beer y determinación de las absorbancias de la muestra desconocida:

- Medir la absorbancia de cada uno de las soluciones puras de Cr(III) y Co(II) preparadas a cada una de las longitudes de onda seleccionadas. Asegúrese de usar la misma celda de muestra en todas las medidas.
- Medir la absorbancia de la solución desconocida de Cr(III)/Co(II) a cada una de las longitudes de onda seleccionadas.

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

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.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

Tratamiento de Resultados:


1. Determinar las sumas de las absorbancias de Cr(III) and Co(II) de los espectros a intervalos de 50 nm. Comparar con las absorbancias de la mezcla.
2. Determinar el valor de kCr y kCo par las longitudes de onda determinadas utilizando los espectros de las soluciones puras de Cr(III) y Co(II).
3. Determinar la concentración de Cr(III) y Co(II) en la muestra desconocida.

Defina:

Punto Isobestico

Transición $n \rightarrow \pi^*$

Efecto fotoelectrico

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

1. TITULO

Análisis de extractos de plantas por ATR-FTIR (Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier)

2. OBJETIVO

El objetivo de la práctica es aprender a utilizar un espectrómetro de infrarrojo, a interpretar un espectro y monitorear por FTIR el proceso de extracción etanólica de plantas a diferentes tiempos en el ultrasonido (USE) a temperatura ambiente.


3. MARCO TEÓRICO

FTIR es uno de los métodos más utilizados para identificar los componentes químicos y dilucidar las estructuras de los compuestos. Esta técnica de espectroscopia vibracional IR proporciona información a nivel molecular que permite la investigación de grupos funcionales, conformaciones moleculares, análisis cuantitativo y permite estudiar la estructura con información sobre los tipos de enlaces intra e intermoleculares. El modo de transmisión, la reflectancia total atenuada (ATR), la reflectancia difusiva y la microespectroscopia son los más comunes entre los métodos de espectroscopia infrarroja.

Las ventajas de la técnica infrarroja transformada de Fourier de reflexión total atenuada (ATR-FTIR) incluyen una pequeña cantidad de material requerido para experimentar, y puede repetirse muchas veces muy rápidamente para verificar los resultados, poco tiempo para obtener espectros, alta sensibilidad y en el caso de tejido no es necesario hacer ninguna operación de preparación de muestras. El uso del dispositivo de reflectancia total atenuada (ATR) evolucionó a mediciones FTIR rápidas de líquidos como aceites y extractos de plantas, lo que permitió la identificación y cuantificación de valiosos biomarcadores de plantas.

La región media de la radiación infrarroja (MIR) (números de onda de 4000 cm^{-1} a 400 cm^{-1}) es la más utilizada para estudiar las muestras biológicas. El espectro de absorción infrarroja de cada compuesto tiene su propio patrón único de huella digital que va desde 1400 a 400 cm^{-1} . Además, la región de 1800 cm^{-1} a 1400 cm^{-1} podría brindar información sobre los grupos funcionales que se encuentran en las moléculas investigadas. La espectroscopia infrarroja, como técnica rápida, ha encontrado una aplicación en la investigación de carbohidratos, especialmente para los polisacáridos de la pared celular con la gran diversidad de pectina, hemicelulosas y celulosa.

La extracción de productos botánicos puede realizarse mediante diversas técnicas. Sin embargo, la eficacia, el rendimiento y la calidad del extracto dependen en gran medida del método y el protocolo de extracción utilizados. La maceración, la extracción con CO_2

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

supercrítico, la percolación y la extracción Soxhlet son métodos de extracción habituales, que a menudo ofrecen resultados de extracción insuficientes. La extracción por ultrasonidos es una sofisticada técnica de aislamiento que supera en varios puntos a los métodos de extracción tradicionales. La extracción por ultrasonidos mediante una sonda ultrasónica es un método muy eficaz para extraer compuestos de plantas y otros materiales.

Para obtener extractos botánicos de alta calidad no sólo es esencial la materia prima (material vegetal), sino también la técnica de extracción aplicada. Los extractos vegetales son sensibles a la temperatura, lo que significa que se degradan con el calor. Por lo tanto, es crucial elegir un método de extracción no térmico. La selección del disolvente de extracción es otro factor importante, que influye en la calidad del extracto. Disolventes como el hexano, el metanol, el butano y otros productos químicos agresivos pueden contaminar el extracto. Aunque los disolventes se eliminan después de la extracción, pueden encontrarse trazas de disolventes tóxicos en el extracto final. El agua, el alcohol, el etanol, la glicerina o los aceites vegetales son disolventes seguros, no tóxicos y aprobados por la FDA para su consumo.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

| | |
|---------------------|-------------------------------------|
| Espectrómetro FTIR | Toallas de papel |
| Balanza Analítica | Guantes desechables |
| Baño de Ultrasonido | Kimwipes (Papel Tissue, Limpieza De |
| Espátula Pequeña | Lentes) |
| Mortero de Ágata | |

5. REACTIVOS

| | |
|---|-------------------------------------|
| Etanol 96%, 600mL | 2 muestras de material vegetal seco |
| Acido gálico, estándar, 100mg | |
| Película de Poliestireno para calibración | |

6. PROCEDIMIENTO

I. Obtención de los extractos del material vegetal

Colocar 1 g de material vegetal seco (triturada) en un recipiente de extracción con 10 mL de alcohol etílico como solvente. Colocar las muestras en un baño ultrasonido durante 15, 30 y 45 min. Una vez terminado el proceso de extracción, filtrar y conservar el extracto para el análisis por FTIR.

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

J. 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.

K. Obtención de los espectros IR :

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

Resolution: 4.0 cm^{-1} ,
Apodization: Strong,
Range: 4400 cm^{-1} to 600 cm^{-1} ,
Number of Scans: 24

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 | 25 de 4 |

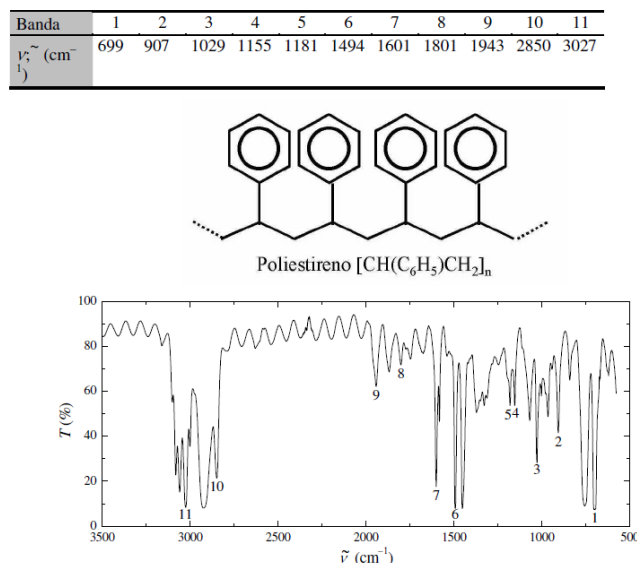


Figura 1: arriba: Estructura del poliestireno (en realidad en el sólido los anillos bencénicos están orientados aleatoriamente). Abajo: Espectro FTIR de una película de poliestireno.

c) Blanco del solvente

Colocar una gota de solvente sobre el cristal de ATR y obtener el espectro.

d) Espectro del extracto etánolico del material vegetal

Colocar una gota del extracto sobre el cristal de ATR y obtener el espectro.

e) Cuantificación de fenoles

Los fenoles totales se determinan por el método FTIR, ya sea utilizando la intensidad del pico a 1710 cm⁻¹ o a partir del área de la región 950-1800 cm⁻¹, considerando la curva de calibración con ácido gálico puro (rango de concentraciones 5 a 30 mg /ml de alcohol). Colocar una gota de cada patrón sobre el cristal de ATR y obtener el espectro.

e) Tratamiento de los espectros

Realizar un suavizado de 5, corrección de línea base y normalizado del espectro y exportar el mismo en formato TXT para el respectivo 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 químicos en los contenedores apropiados.

| | | | |
|---|--|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada del Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental | Código | FLA-23 V. 00 |
| | | Página | 26 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. 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.
- ❖ Topalăa C.M., Tătarua L.D, Ducu Cb. 2017. ATR-FTIR Spectra Fingerprinting of Medicinal Herbs Extracts Prepared Using Microwave Extraction. Arabian Journal of Medicinal & Aromatic Plants V3 N (1) 1-9.
- ❖ Laura Sofía Torres-Valenzuela, Johanna Andrea Serna-Jiménez, Valentina Pinto, Daniel Vargas. 2021. Evaluación de condiciones de extracción asistida por ultrasonido de compuestos bioactivos de cáscara de pitahaya amarilla. Rev. Lasallista Investig. vol.17 no.1 Caldas Jan./June 2020 Epub Jan 28.

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

1. TITULO

Laboratorio 6. 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 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

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

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 | Pipeta graduada de 10ml |
| Balanza analítica | Micropipeta |
| Balones aforados de 25ml | Frasco lavador |
| Vaso de precipitado de 50 ml | Pipeteador |
| Toallas de papel | Papel filtro |
| Guantes desechables | Embudo |

5. REACTIVOS

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

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

6. PROCEDIMIENTO

A. 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 ácido clorhídrico para diluir todas las soluciones. Las solución de 1% de ácido clorhídrico le servirá como blanco.

B. 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 ácido clorhídrico para diluir todas las soluciones.

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 5µg 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.

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

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.
 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.

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

1. TITULO

Cromatografía en columna: Separación de pigmentos vegetales.

2. OBJETIVO

- Manejo de técnicas de separación. Introducción a las sofisticadas técnicas de cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) y cromatografía de gases (GC).
- Separación de los componentes colorantes de los vegetales...

3. MARCO TEÓRICO

La cromatografía en columna es la técnica de separación e identificación de sustancias químicas, por la diferente retención que experimentan los componentes de una mezcla, al ser más o menos adsorbidos por los componentes de una fase fija situada en una columna, cuando son arrastrados por un fluido (fase móvil). Si la fase móvil es líquida hablamos de cromatografía líquida y si es gas será cromatografía de gases. El adsorbente, suele ser gel de sílice o alúmina, pero pueden ser otros.

Intervienen los fenómenos de adsorción y disolución, por consiguiente es fundamental tener en cuenta la polaridad, tanto de las sustancias a arrastrar como del disolvente, si queremos tener una buena separación.

El disolvente al descender arrastra las sustancias a distinta velocidad según la mayor o menor retención que experimenten, y salen de la columna a distinto tiempo.

La técnica, en forma generalizada, comprende:

- * Preparación del disolvente
- * Preparación de la columna
- * Desarrollo del cromatograma
- * Estudio del tiempo de retención
- * Revelado de las sustancias separadas, si no son visibles

El tiempo de retención es un parámetro útil porque es constante cuando se reproduce el experimento en todas las condiciones, se pone en tablas y sirve para identificar compuestos; es fundamental en Cromatografía Líquida de Alta Resolución (HPLC) y en Cromatografía de Gases.

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

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- Bureta como columna
- Embudo
- Erlenmeyer (3)
- Soporte y pinzas
- Toallas de Papel
- Guantes desechables

5. REACTIVOS

- Agua destilada
- Gel de Sílice 60, 63-200 micras
- Etanol absoluto
- Éter de Petróleo 40-60°C
- Calcio Carbonato precipitado
- Hojas, flores amarillas, rojas,...de vegetales.

6. PROCEDIMIENTO

Preparación de la columna:

Se toma una bureta o una pipeta como columna, se sujeta en el soporte con las pinzas. Se engrasa la llave y se mantiene en posición de cerrado. Se introduce hasta el fondo un pequeño trozo de algodón ayudándose con la varilla de vidrio, se agregan 3 ml de Etanol absoluto y se presiona suavemente el algodón para que quede bien colocado y sin burbujas, se prepara una suspensión de 15 g de Gel de Sílice 60, 63-200 micras en 50 ó 60 ml de Etanol absoluto y se agita durante 5 minutos para eliminar las burbujas.

A través del embudo se vierte la suspensión en la columna golpeando ligeramente con los dedos para que el empacado sea uniforme.

Se abre la llave para eliminar el exceso de disolvente teniendo cuidado de no dejar secar la Gel de Sílice.

Se podría haber empaquetado en seco, pero teniendo cuidado de que no nos queden espacios vacíos, y luego pasarle disolvente, por ej. Etanol.

Preparación de la mezcla a separar:

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

Se recogen hojas y flores verdes, amarillas, rojas,...., se ponen en un mortero, junto con alcohol y una pequeña cantidad de Calcio Carbonato precipitado (que evita la degradación de los pigmentos fotosintéticos).

Se tritura la mezcla hasta que las hojas se decoloran y el disolvente adquiere un color verde intenso, se decanta y se realiza la práctica con el líquido como extracto de vegetales.

Desarrollo o elución:

Cuando el eluyente haya descendido 0,5 cm de la parte superior del relleno, se añaden dos gotas del extracto. Se pone una pequeña bolita de algodón en la parte superior de la columna y a continuación se añade eluyente (Éter de Petróleo 40-60°C), manteniendo el nivel varios cm por encima del relleno. Al desarrollarse la cromatografía, se separan las fracciones, que se recogen en distintos matraces, contando el tiempo que tarda cada componente en salir (tiempo de retención).

Hacer dibujos donde figuren claramente coloreadas las separaciones de colorantes, con esquemas de las distancias recorridas cada intervalo de tiempo (20-25 minutos) y los tiempos de retención para una cierta longitud de columna (10 cm).

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.

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

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

- La cromatografía en columna, sus características y aplicaciones. Cromatografía de adsorción. Cromatografía de partición.
- Eluyentes y soportes para cromatografía en columna.
- Factores que influyen en una separación por cromatografía en columna.