

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

GUIA UNIFICADA DE LABORATORIO QUIMICA INSTRUMENTAL I



**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 química 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
INTRODUCCION	
Laboratorio 1. SEGURIDAD EN EL LABORATORIO Y REGLAS GENERALES.....	4
Laboratorio 2. GASES COMPRIMIDOS	13
Laboratorio 3. NORMA TECNICA COLOMBIANA 17025	
 METODOS DE EXTRACCION	
Laboratorio 4. Extracción asistida por ultrasonido (USE): <i>Extracción de curcumina de los rizomas de la cúrcuma.</i>	
Laboratorio 5. Dispersión de Matriz en Fase Sólida (MSPD): <i>Extracción de curcumina de los rizomas de la cúrcuma.</i>	
Laboratorio 6. Hidrodestilación Asistida por Microondas (MWHD): <i>Extracción del Aceite Esencial de Eucalipto</i>	
 CROMATOGRAFÍA PLANA, CROMATOGRAFÍA EN COLUMNA	
Laboratorio 7. Cromatografía de capa fina (TLC): <i>Identificación de los componentes de una muestra problema.</i>	
Laboratorio 8. Cromatografía en columna: <i>Separación de pigmentos vegetales.</i>	
 CROMATOGRAFIA DE GASES	
Laboratorio 9. Cromatografía de gases: <i>Separación de solventes.</i>	
Laboratorio 10. Cromatografía de gases: <i>Cuantificación de un analito por GC.....</i>	27
 PROYECTO DE AULA	
<ul style="list-style-type: none"> • Propuesta • Ejecución • Sustentación. 	31

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

1. TITULO

Laboratorio 1. INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO DE QUÍMICA INSTRUMENTAL I

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

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 V. 00
		Página	5 de 51

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 comunicarse 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
	<p>Explosivas. Sustancias y preparados que pueden explosionar bajo el efecto de una llama.</p>
	<p>Comburente. Sustancias y preparados que, en contacto con otros, particularmente con los inflamables, originan una reacción fuertemente exotérmica.</p>
	<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>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 Sustancias y preparados cuyo punto de ignición sea igual o superior a 21°C e inferior a 55°C.</p>
	<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>
	<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>
	<p>Corrosivas. Sustancias y preparados que en contacto con los tejidos vivos puedan ejercer sobre ellos una acción destructiva.</p>

	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 quede al tanto 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 utilizó 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 cuantitativa dependiendo de la medida. Esta es una parte muy importante del reporte pues es aquí donde usted justifica si los resultados obtenidos son válidos o no, y por lo tanto deben tenerse en cuenta o desecharse.

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

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

Conclusiones: Como su nombre lo dice hace referencia a los aspectos 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

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.

5. REACTIVOS

No aplica

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	14 de 51

6. PROCEDIMIENTO

- a) Este será un trabajo grupal.
- b) Los estudiantes realizarán una revisión del tema.
- c) Prepararán una presentación del mismo en powerpoint.
- d) 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. Rubinson, J.F. Rubinson. 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 Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	15 de 51

1. TITULO

Laboratorio 3. NORMA TECNICA COLOMBIANA 17025

2. OBJETIVO

- ❖ Conocer la NTC 17025 y su aplicación.
- ❖ Mantener la calidad de los laboratorios de ensayo y calibración.

3. MARCO TEÓRICO

En la norma técnica 17025 quedan establecidos todos los requerimientos necesarios para llevar a cabo ensayos y calibraciones en los laboratorios. Proporciona los requisitos necesarios que deben cumplir los laboratorios de ensayo y calibración, se facilita la armonización de criterios de calidad. El objetivo principal de la norma es garantizar la competencia técnica y la fiabilidad de los resultados analíticos.

El control de todos los procesos que tienen lugar en un laboratorio es fundamental, comienza al recibir las muestras y concluye cuando se obtienen los resultados finales.

Dentro de la norma 17025 quedan incluidos todos los requerimientos de la norma ISO 9001. Por ello en todos los laboratorios en los que se trabaja según 7025 también los hacen lo hacen conforme a un sistema de gestión de la calidad según la norma ISO 9001. Cualquier organización que realice ensayos y calibraciones puede aplicar la norma 17025. Entre las organizaciones se incluyen los laboratorios de primera, segunda y tercera parte, además de a los laboratorios donde el ensayo y la calibración forman parte de la inspección y certificación del producto.

Laboratorios de primera parte: Son laboratorios industriales en la que su principal clientela son fabricantes de productos que requieren utilizar el laboratorio para realizar el control de la calidad de dicho producto.

Laboratorios de segunda parte: Son los laboratorios de la propia organización, se emplean para garantizar que los productos cumplen correctamente los requerimiento establecidos.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	16 de 51

Laboratorios de tercera parte: Son laboratorios independientes que ofrecen un servicio, aseguran que los ensayos y calibraciones realizadas se hacen correctamente y cumplen con el contrato.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- Internet.
- Bases de datos de la biblioteca digital.
- PowerPoint.
- NTC 17025

5. REACTIVOS

No aplica

6. PROCEDIMIENTO

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

7. NIVEL DE RIESGO

Ninguno

8. BIBLIOGRAFÍA

- NTC 17025
- <https://co.isotoools.us/norma-iso-17025-cuales-los-requisitos-generales-la-competencia-los-laboratorios/>
- https://www.goconqr.com/es/p/9375446?dont_count=true&frame=true&fs=true
- <https://co.isotoools.us/iso-17025-colombia/>
- <https://www.mindomo.com/es/mindmap/isoiec-170252005-b89fdf5aca0245868339fc088dfdf409>
- https://ikastaroak.ulhi.net/edu/es/PPFM/VP/VP06/es_PPFM_VP06_Mapaconceptual/V06_Mapaconceptual.html

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	17 de 51

1. TITULO

Laboratorio 4. Extracción asistida por ultrasonido: *Extracción de curcumina de los rizomas de cúrcuma.*

2. OBJETIVO

- ❖ Extraer los metabolitos contenidos en un material vegetal mediante extracción Sólido-Líquido asistida por ultrasonido.
- ❖ Determinar el rendimiento de extracto seco obtenido a diferentes tiempos y temperaturas en cada extracción.

3. MARCO TEÓRICO

La extracción sólido-líquido (S-L) es una operación por la cual se extrae uno o varios solutos de un sólido, mediante la utilización de un disolvente líquido. Ambas fases entran en contacto íntimo y el o los solutos difunden desde el sólido a la fase líquida, lo que produce una separación de los componentes originales del sólido.

Entre más grande sea la superficie de contacto entre la parte sólida y el líquido que le atraviesa aumenta la eficiencia de la extracción y para que se dé esto es necesario que la parte sólida se le someta a un pretratamiento que normalmente es el secado, molienda y tamizado de la muestra. Otros factores influyentes son: el tamaño de partícula de la fase sólida, el tipo de disolvente, la temperatura y el tiempo de contacto; y en el caso de la extracción asistida por ultrasonido es importante también la velocidad de rotación.

La extracción S-L se explica con el modelo de equilibrio de fases, los principios activos difunden a la fase extractora hasta la igualdad de potenciales químicos; dependiente de concentración en la fase inicial y la afinidad de la fase extractora por los solutos.

La curcumina es un colorante natural procedente de la cúrcuma, especia obtenida del rizoma de la planta del mismo nombre cultivada principalmente en la India y utilizada desde la antigüedad para diversas aplicaciones. Químicamente, la curcumina es un diarilheptanoide que pertenece al grupo de los curcuminoideos, fenoles de origen natural responsables de color amarillo intenso característico. La curcumina es un compuesto tautomérico que existirá en forma enólica cuando está disuelto en disolventes apolares, debido a la formación de enlaces de hidrógeno intramoleculares, y en forma ceto cuando se disuelve en disolventes polares.

La extracción asistida por ultrasonido tiene amplia aplicación en la extracción de

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	18 de 51

compuestos bioactivos de plantas y frutos. Una de sus ventajas es alto rendimiento en muy cortos tiempos, fácil manipulación y disminución de uso de solventes frente a otros métodos. Este método consiste en transmitir radiación de ultrasonido en diferentes tipos de dispositivos tales como baños de agua, sondas y otros.

Método de Extracción Asistida por ultrasonido (EAU) La EAU ó sonicación favorece la extracción S-L, por efectos mecánicos induciendo a una mayor disolución del solvente en las paredes y membranas celulares logrando facilitar la liberación del contenido de las células. El colapso de las burbujas de cavitación cerca de las paredes celulares produce la rotura celular junto con una buena penetración del disolvente en las células, a través del ultrasonido.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Material Vegetal:

- Rizomas de Curcuma longa (pulverizado)

Material de vidrio:

- 3 probetas de 100 ml,
- 3 matraces Erlenmeyer de 125 ml
- 4 embudos de vidrio
- 3 placas Petri
- Mortero
- Termómetro

Equipos:

- Estufa con circulación de aire
- Equipo de baño de ultrasonido
- Molino artesanal Tamiz

Otros:

- Papel de filtro.
- Tijeras
- Cuchillo

5. REACTIVOS

- Etanol
- Agua destilada

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	19 de 51

6. PROCEDIMIENTO

Preparación de la muestra:

Los rizomas de *Curcuma longa*, serán recolectadas, lavadas y secados a temperatura ambiente por 72 horas y finalmente en la estufa a circulación forzada a la temperatura de 50 ° C por 72 horas más. Posteriormente serán trituradas hasta convertirlas en polvo a través de un molino.

Procedimiento:

Para cada sistema se pesará 1 g de rizomas secos, molidos y tamizados (M) y se colocará en un matraz de 125 ml al que se adicionará 50 ml de etanol. La relación material: disolvente será: 1:50 P/V. La temperatura de extracción será 40°C, y se realizará a los tiempos de 5, 10 y 15 minutos.

Obtención del extracto seco (ES):

Después de retirar los tres matraces Erlenmeyer se procederá a separar la fase extractora de la fase sólida (marco) por filtración. Se recibirá el extracto en placas Petri de peso conocido y se dejará en la estufa con aire forzado a temperatura de 40° C, con 50 % de circulación hasta sequedad total. Se calculará los pesos de cada extracto seco y se hallará el promedio (ES) para cada tiempo. Calcular el porcentaje de extracto obtenido.

Resultados Obtenidos:

Condiciones constantes	
Temperatura del baño:	
Intensidad de Ultrasonido:	
Tamaño de partícula:	

Tiempo de Extracción: xx minutos			
Muestra	Peso (g) Muestra 1	Peso (g) Muestra 2	Peso (g) Muestra 3
Material Vegetal (M)			
Placa petri			
Placa petri + Extracto seco			
Extracto seco			
Extracto seco Promedio (ES)			

Análisis de datos:

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	20 de 51

1. Representar el equipo para la experimentación.
2. Determinar el % Extracto obtenido por método de Extracción Asistida por ultrasonido a diferentes tiempos y temperaturas.

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

- García Taravilla, V. M. & Martí Oliet M. E. Operaciones básicas en la industria química, España, Editorial Síntesis.
- Sánchez, D. I. M., & Torres, M. H. (2014). Operaciones unitarias y proceso químico. QUIE0108: Operaciones básicas en planta química. IC Editorial. Corona-Jiménez, Edith, Martínez-Navarrete, Nuria, Ruiz-Espinosa, Héctor, & Carranza-Concha, José. (2016). Extracción asistida por ultrasonido de compuestos fenólicos de semillas de chia (*Salvia hispanica* L.) y su actividad antioxidante. *Agrociencia*, 50(4), 403-412. Recuperado en 26 de octubre de 2022, de
- http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1405-31952016000400403&lng=es&tlng=es.
- <https://www.hielscher.com/es/ultrasonic-cucurmin-extraction.htm>
- https://www.mdpi.com/journal/ijms/special_issues/Curcumin_3

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	21 de 51

1. TITULO

Laboratorio 5. Dispersión de Matriz en Fase Sólida (MSPD): *Extracción de curcumina de los rizomas de la cúrcuma*

2. OBJETIVO

- ❖ Extraer los metabolitos contenidos en un material vegetal mediante MSPD
- ❖ Determinar el rendimiento de extracto seco obtenido con diferentes fases estacionarias.

3. MARCO TEÓRICO

La curcumina es un colorante natural procedente de la cúrcuma, especia obtenida del rizoma de la planta del mismo nombre cultivada principalmente en la India y utilizada desde la antigüedad para diversas aplicaciones. Químicamente, la curcumina es un diarilheptanoide que pertenece al grupo de los curcuminoides, fenoles de origen natural responsables de color amarillo intenso característico. La curcumina es un compuesto tautomérico que existirá en forma enólica cuando está disuelto en disolventes apolares, debido a la formación de enlaces de hidrógeno intramoleculares, y en forma ceto cuando se disuelve en disolventes polares.

MSPD es una técnica alternativa a la extracción en fase sólida. (SPE). Fue presentada por primera vez en 1989 desarrollada por Steven Backer y colaboradores. En un principio, este procedimiento se había aplicado sobre todo en la preparación, extracción y fraccionamiento de muestras biológicas sólidas, semisólidas o altamente viscosas. Esta técnica posee una gran cantidad de aplicaciones ya que elimina gran parte de las complicaciones que aparecen cuando se utiliza extracción líquido-líquido o extracción en fase sólida para el tratamiento de muestras sólidas y semisólidas, particularmente en muestras biológicas complejas, pues se combina el uso de las fuerzas mecánicas generadas a partir de la molienda de una matriz de la muestra con partículas de forma irregular, con la capacidad de solubilización de los lípidos. Adicionalmente, combina la homogenización de la muestra, la alteración, extracción, fraccionamiento, y la limpieza en un solo proceso. El procedimiento es sencillo, rápido y requiere sólo de pequeños tamaños de muestra y de volumen del disolvente. (Figura 1). Se ha aplicado con éxito para la extracción de piretroides en este tipo de muestras que reduce considerablemente el tiempo de análisis, el tamaño de la muestra y el consumo de disolventes. El empleo de esta técnica y su desarrollo aún siguen creciendo debido a la viabilidad y versatilidad del proceso. La cantidad de analito extraída por MSPD puede verse afectada por algunos parámetros como tipo de fase estacionaria, tipo de solvente y volumen del mismo (Fernández, 2009)

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	22 de 51

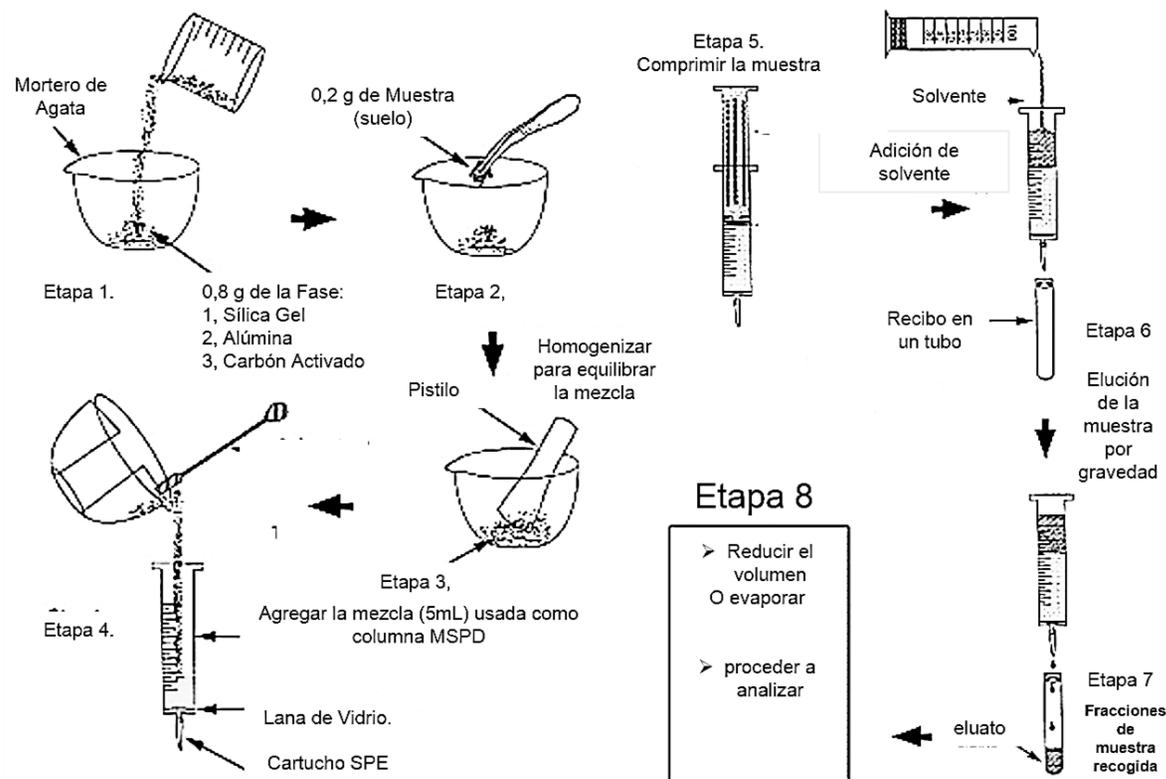


Figura 1. Proceso de MSPD
Tomado y modificado de Steven A. Barker. 2006

Dentro de las ventajas de este método de extracción se encuentran:

- El procedimiento analítico se simplifica y reduce drásticamente.
- La posibilidad de formación de emulsiones se elimina.
- El consumo de disolventes se reduce considerablemente.
- La eficiencia de la extracción aumenta ya que toda la muestra está expuesta al extractante.

La técnica MSPD ha dado muy buenos resultados en la extracción de distintos tipos de muestras biológicas, como extracción de pesticidas en frutas y hortalizas, para ello se han empleado diferentes adsorbentes como C8, C18, alúmina, Florisil, tierra de diatomeas y arena. (KRISTENSON, 2001; ALBERO, 2004)

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Material Vegetal:

- Rizomas de *Curcuma longa* (pulverizado)

Material de vidrio:

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

- 3 probetas de 100 ml,
- 3 matraces Erlenmeyer de 125 ml
- 4 embudos de vidrio
- 3 placas Petri
- Tubos de ensayo
- Plancha de calentamiento
- Mortero de ágata
- Rotoevaporador marca Heidolph

Equipos:

- Estufa con circulación de aire
- Bomba de vacío
- Equipo de SPE (Supelco visiprep TM),
- Molino artesanal Tamiz

Otros:

- Papel de filtro.
- Tijeras
- Cuchillo
- Jeringas desechables de 5ml
- Fibra de vidrio

5. REACTIVOS

- Etanol
- Agua destilada
- Sílica y alúmina.
- sulfato de sodio anhidro

6. PROCEDIMIENTO

Preparación de la muestra:

Los rizomas de Curcuma longa, serán recolectadas, lavadas y secados a temperatura ambiente por 72 horas y finalmente en la estufa a circulación forzada a la temperatura de 50 ° C por 72 horas más. Posteriormente serán trituradas hasta convertirlas en polvo a través de un molino. Adicionalmente se utilizará curcuma sin secar.

Procedimiento:

Utilizar 0,2 g de muestra biológica, adquirida en un mercado de la ciudad. Macerar y homogenizar con 0.8 g de la fase estacionaria, sílica y alúmina, las cuales fdeben secarse con anterioridad en una mufla por 5 horas junto con el sulfato de sodio anhidro. Posteriormente, transferir la mezcla a una jeringa desechable de 5 mL, que contenga en su interior una capa de lana de vidrio, una de sulfato de sodio, una de la mezcla de la

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

muestra con la fase y finalmente una nueva capa de lana de vidrio; a compactar. Posteriormente eluir con 5 mL del disolvente (etanol) en un equipo de SPE (Máx 20"Hg).

Obtención del extracto seco (ES):

Después de retirar los tres tubos de ensayo se procederá a separar la fase extractora de la fase solida (marco) por filtración. Se recibirá el extracto en placas Petri de peso conocido y se dejará en la estufa con aire forzado a temperatura de 40° C, con 50 % de circulación hasta sequedad total. Se calculará los pesos de cada extracto seco y se hallara el promedio (ES) para cada tiempo. Calcular el porcentaje de extracto obtenido.

Resultados Obtenidos:

Tiempo de Extracción: xx minutos			
Muestra	Peso (g) Muestra 1	Peso (g) Muestra 2	Peso (g) Muestra 3
Material Vegetal (M)			
Placa petri			
Placa petri + Extracto seco			
Extracto seco			
Extracto seco Promedio (ES)			

Análisis de datos:

1. Representar el equipo para la experimentación.
2. Determinar el % Extracto obtenido por método de Extracción Asistida por ultrasonido a diferentes tiempos y temperaturas.

7. NIVEL DE RIESGO

Muchos de estos compuestos son tóxicos y/o cancerigenos. 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

- FERNANDEZ ALVAREZ, Maria, et al. Development of a matrix solid-phase dispersion method for the simultaneous determination of pyrethroid and organochlorinated pesticides in cattle feed. En: Journal of Chromatography A, 2009. Vol. 1216 . p 2832–2842.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	25 de 3

- García Taravilla, V. M. & Martí Olié M. E. Operaciones básicas en la industria química, España, Editorial Síntesis.
- KRISTENSON, E.M., Haverkate, E.G.J., Slooten C.J., Ramos, L., Vreuls R.J.J. y Brinkman, U.A.Th. Miniaturized automated matrix solid-phase dispersion extraction of pesticides in fruit followed by gas chromatographic-mass spectrometric analysis. En: J.Chromatogr A, 2001. Vol. 917. p. 277.
- ALBERO, B.; SÁNCHEZ-BRUNETE, C. y TADEO, J.L. Determination of herbicide residues in juice by matrix solid-phase dispersion and gas chromatography–mass spectrometry. En: Journal of Chromatography A, 2004. Vol. 1043.p. 127–133.
- http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1405-31952016000400403&lng=es&tlng=es.
- <https://www.hielscher.com/es/ultrasonic-cucurmin-extraction.htm>
- https://www.mdpi.com/journal/ijms/special_issues/Curcumin_3

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	26 de 3

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.

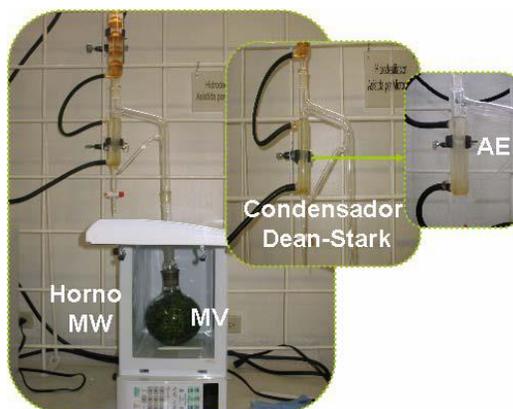


Figura 1. Montaje para hidrodestilación asistida por microondas (Balón fondo redondo, reductor, alargadera, trampa Dean-Stark, refrigerantes, horno microondas, baño refrigerante circulatorio)

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	27 de 3

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Hidrodestilador con microondas
 Balanza Analítica
 Toallas de papel

Guantes desechables
 Hojas frescas de Eucalipto.

5. REACTIVOS

NaCl
 Na₂SO₄ 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 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.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	28 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. 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 organoides H.B.K., en tres estados fenológicos*”, Universidad Industrial de Santander, Escuela de química, Bucaramanga-2008.

9. ANEXOS

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 Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	29 de 5

1. TITULO

Cromatografía de capa fina (TLC): *Identificación de los componentes de una muestra problema.*

2. OBJETIVO

- ❖ Familiarizar al estudiante en el uso de la cromatografía de capa fina como una herramienta valiosa en el proceso de separación de sustancias.
- ❖ Investigar la composición de una mezcla utilizando la cromatografía de capa fina.

3. MARCO TEÓRICO

El botánico ruso Mikhail Tswett estableció las ventajas de la cromatografía y fue el primero en utilizar este término. Es recordado como el Padre de la Cromatografía. Ismailov y Scaiber utilizaron láminas de vidrio para colocar capas muy delgadas de alúmina y luego aplicaron extractos vegetales, dando así la primera forma de Cromatografía de Capa Fina. Egon Stahl (1956) dió el nombre de Cromatografía de Capa Fina. Estandarizó los procedimientos, equipos y adsorbentes dando un auge a la técnica simple, a bajo costo y eficiente.

Proceso de Adsorción

La muestra aplicada en la capa es adsorbida en la superficie del material por la acción de fuerzas electrostáticas (fuerzas de Van der Waals, puentes de Hidrógeno, efectos inductivos, etc). Luego, cuando la capa es expuesta a un flujo por acción capilar, se inicia una competencia de enlaces entre los sitios activos del adsorbente y la sustancia con el solvente.

Adsorbentes

Los adsorbentes más utilizados en la Cromatografía de Capa Fina son:

- Silica gel (se utiliza en el 80% de las separaciones)
- Óxido de Aluminio ó Alúmina (ácida, neutra ó básica)
- Tierra Silíceá ó Kieselguhr
- Celulosa (Nativa o micro-cristalina)
- Poliamidas

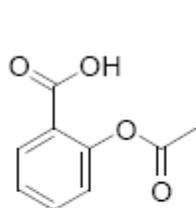
	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	30 de 5

Estos adsorbentes deber tener las siguientes características:

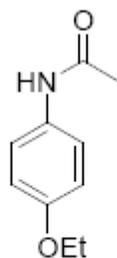
- Tamaño de Partícula
 - *Volúmen de Poro*
 - *Diámetro de Poro*
 - *Área Superficial*
- Homogeneidad
- Pureza

Nuestro problema consiste en una disolución que puede contener una, dos o tres de las siguientes sustancias fisiológicamente activas: los analgésicos aspirina y fenacetina y el estimulante cafeína. Además se dispone de disoluciones patrones de cada una de las tres sustancias puras.

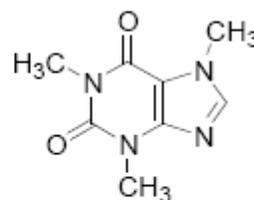
Debemos de investigar la composición de la mezcla problema utilizando la técnica de cromatografía de capa fina (TLC).



Aspirina



Fenacetina



Cafeína

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Cubeta
Placa para TLC
Toallas de papel

Guantes desechables
Pipeta graduada de 10ml
Pipeteador
Cafeína
Butanol

5. REACTIVOS

Aspirina
Fenacetina

Tolueno
Amoniaco

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	31 de 5

6. PROCEDIMIENTO

Método operativo

Marcar tres puntos finos a lápiz sobre la línea base. Sobre ellos se han de hacer los pinchazos. Procurar no acercarse demasiado a los bordes laterales de la placa. Hacer tres pinchazos: la disolución problema en el centro y dos de las disoluciones patrón a los lados (tres toques de capilar bastan para cada caso). Importante: cada vez que se cambie de muestra debe asegurarse que se ha limpiado el capilar. Para ello, descargar el contenido del capilar sobre un papel de filtro y lavar con metanol.

Introducir en la cubeta la mezcla del eluyente (BuOH/PhMe/NH₃ conc, 4:1:1). Debe de tenerse en cuenta que el nivel del eluyente debe de ser inferior a la distancia entre el borde de la placa y la línea base. También debe de introducirse una tira ancha de papel de filtro casi tan larga como la profundidad de la cubeta, que inmediatamente quedará empapada por el eluyente (su misión es contribuir a saturar el interior de la cubeta con los vapores del eluyente).

NOTA: La cubeta debe de mantenerse siempre cerrada para evitar la evaporación del eluyente. En caso contrario, debido a la diferente volatilidad de los componentes de la mezcla de disolventes, se alteraría la composición de la misma, dejando de ser reproducibles los valores de *R_f* obtenidos.

La placa se introduce con cuidado en la cubeta utilizando las pinzas. Es importante que la placa entre de forma totalmente vertical, para garantizar que el frente avance paralelamente a la línea base. Cerrar inmediatamente la cubeta.

El disolvente ascenderá por la plaquita. Cuando llegue al borde superior destapar y extraer la placa de la cubeta. Marcar una línea con lápiz indicando el nivel hasta el que ha ascendido el eluyente. ¡Recordad volver a tapar la cubeta! Secar la placa con la pistola de aire caliente.

Con ayuda de las pinzas exponer la placa bajo la lámpara UV. ¡Cuidado! no exponer la piel a la radiación UV. Con el lápiz dibujar los contornos de las manchas. El cromatograma debe de ser dibujado en el cuaderno.

Ahora, por comparación con los patrones laterales, determinar la composición de la mezcla problema. Si una de las manchas en el problema no se corresponde a ninguno de los dos patrones elegidos, comprobar que efectivamente se trata del tercer compuesto realizando un nuevo cromatograma pinchando el tercer patrón así como la disolución problema.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	32 de 5

Calcular el R_f de cada una de las tres sustancias.

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. Dibuje el diagrama de un cromatógrafo de gases e indique la función de cada una de partes que lo integran.
2. ¿Qué ventajas aporta la programación de temperatura en cromatografía de gases?.
3. a) ¿Qué ventajas y desventajas relativas tienen las columnas empaquetadas o empaquetadas y las tubulares abiertas en cromatografía de gases?

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	33 de 5

- b) Explicar la diferencia que existe entre columnas tubulares de pared recubierta, recubiertas de soporte (SCOT), y de capa porosa (PLOT)
- c) ¿Qué ventajas tiene una fase enlazada en cromatografía de gases?
4. a) ¿Por qué las columnas tubulares abiertas dan mayor resolución que las columnas empaquetadas en cromatografía de gases?
- b) ¿Por qué en cromatografía de gases el H₂ y el He permiten mayores caudales que el N₂, sin pérdida de eficacia de la columna.
5. Explicar los diferentes tipos de inyección que pueden utilizarse en CG y cómo se elimina el solvente o se atrapa en frío el soluto cuando se inyecta sin división.
6. ¿Por qué el detector de conductividad térmica responde a todos los analitos excepto al gas portador?. ¿Por qué nos es de aplicación general el detector de ionización de llama?
7. ¿Para qué se derivatiza en cromatografía gaseosa? Dar un ejemplo.
- 8) ¿Cómo se puede mejorar la resolución entre dos picos próximos en cromatografía de gases?

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	34 de 5

1. TITULO

Cromatografía en columna: *Separación de pigmentos vegetales.*

2. OBJETIVO

- Familiarizar al estudiante con las técnicas de separación.
- Separar 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 del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	35 de 5

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.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	36 de 5

Preparación de la mezcla a separar:

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. 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.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	37 de 5

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

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



1. TITULO

CROMATOGRAFÍA GASEOSA:

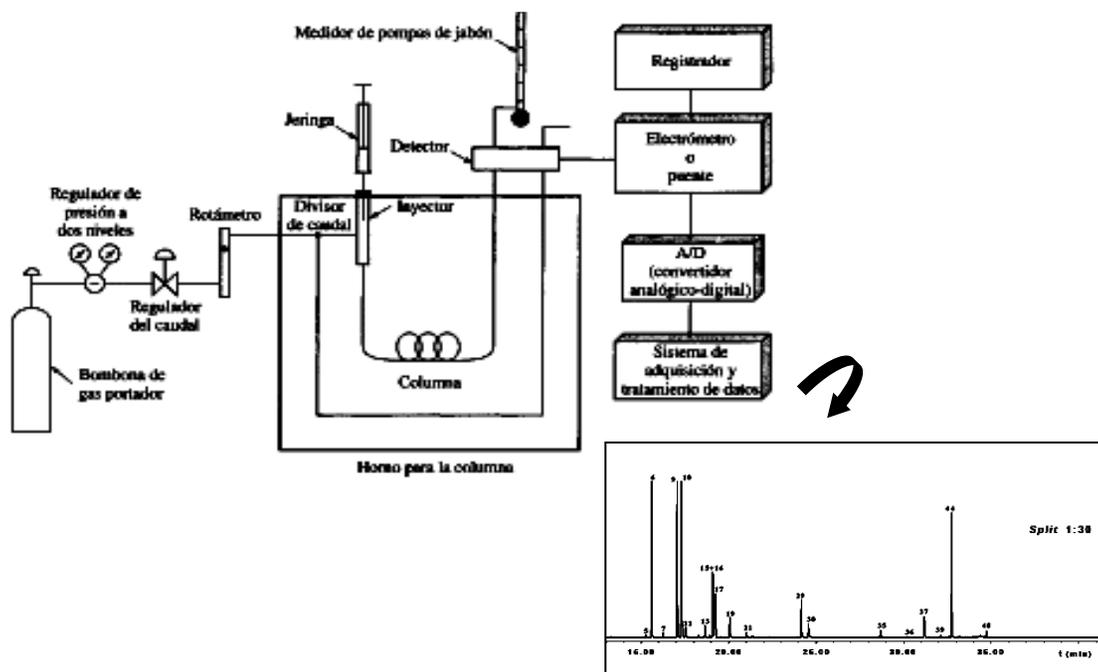
2. OBJETIVO

- ❖ Familiarizar al estudiante en el uso del cromatógrafo gaseoso, mediante la puesta a punto de un método de separación e identificación de una mezcla de componentes.
- ❖ Se aplicarán dos métodos de cuantificación: normalización de áreas y estándar interno.

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 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.



	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	39 de 5

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Cromatografo de Gases con detector FID
 Balones aforados de 10ml
 Vaso de precipitado de 50 ml
 Toallas de papel
 Guantes desechables
 Pipeta graduada de 10ml
 Pipeteador

5. REACTIVOS

Metanol
 Tolueno
 Benceno
 Xileno

6. PROCEDIMIENTO

A. Resolución de una mezcla de solventes.

Se utiliza un cromatógrafo HP, provisto de una columna capilar, rango de utilización de 0 a 350 °C, y detector de ionización de llama (FID).

Se analiza una muestra de cuatro componentes donde se debe elegir el mejor sistema para la resolución de los picos variando como único parámetro la temperatura.

Se debe diseñar una técnica donde deben definirse las siguientes temperaturas: del detector, de inyección, y de corrida. Se verifica la posibilidad de utilizar rampas de temperatura para lograr una mejor resolución.

Datos de la columna:

Longitud:

Diámetro externo:

Diámetro interno:

Soporte sólido:

Rango:

Fase móvil:

Fase estacionaria:

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	40 de 5

La muestra estará compuesta por:

- A-Metanol
- B-Tolueno
- C-Benceno
- D-Xileno (mezcla de sus isómeros, o-m-p)

Elección de las mejores condiciones de separación

Se inyectará 1µl de la mezcla, con inyección sin división (splitless) y se elegirán las mejores condiciones para la resolución de los picos variando las temperaturas de corrida hasta lograr una buena resolución.

Las temperaturas de corrida serán elegidas de acuerdo con los resultados obtenidos variando desde 50°C hasta 150°C.

Se observarán todos los cambios producidos en el cromatograma por la variación de la temperatura.

Determinación de los tiempos de retención

Con las condiciones elegidas para la resolución de la mezcla, se inyectarán cada uno de los componentes por separado para identificar sus tiempos de retención.

Determinación de la composición de una muestra incógnita

Se inyectará 1µl de la muestra incógnita de una mezcla de dichos componentes y se correrá en las condiciones elegidas.

Se informará la composición porcentual de la misma utilizando el método de cuantificación por normalización de áreas.

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 Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	41 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. 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

8. Dibuje el diagrama de un cromatógrafo de gases e indique la función de cada una de partes que lo integran.
9. ¿Qué ventajas aporta la programación de temperatura en cromatografía de gases?.
10. a) ¿Qué ventajas y desventajas relativas tienen las columnas empaquetadas o empaquetadas y las tubulares abiertas en cromatografía de gases?
 - b) Explicar la diferencia que existe entre columnas tubulares de pared recubierta, recubiertas de soporte (SCOT), y de capa porosa (PLOT)
 - c) ¿Qué ventajas tiene una fase enlazada en cromatografía de gases?
11. a) ¿Por qué las columnas tubulares abiertas dan mayor resolución que las columnas empaquetadas en cromatografía de gases?
 - b) ¿Por qué en cromatografía de gases el H₂ y el He permiten mayores caudales que el N₂, sin pérdida de eficacia de la columna.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	42 de 5

12. Explicar los diferentes tipos de inyección que pueden utilizarse en CG y cómo se elimina el solvente o se atrapa en frío el soluto cuando se inyecta sin división.
13. ¿Por qué el detector de conductividad térmica responde a todos los analitos excepto al gas portador?. ¿Por qué nos es de aplicación general el detector de ionización de llama?
14. ¿Para qué se derivatiza en cromatografía gaseosa? Dar un ejemplo.
- 9) ¿Cómo se puede mejorar la resolución entre dos picos próximos en cromatografía de gases?

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	43 de 5

1. TITULO

CROMATOGRAFÍA DE GASES: *Separación de solventes*

2. OBJETIVO

- ❖ Familiarizar al alumno en el uso del cromatógrafo gaseoso, mediante la puesta a punto de un método de separación e identificación de una mezcla de componentes.
- ❖ Aplicar dos métodos de cuantificación: normalización de áreas y estándar interno.

3. MARCO TEÓRICO

La cromatografía de gases (GC) es una técnica de separación que nos permite determinar los diferentes componentes de una muestra compleja formada por compuestos volátiles. Esta técnica utiliza como fase móvil un gas inerte que arrastra los diferentes componentes de la muestra a través de la columna cromatográfica donde son separados por la combinación de diversos procesos de interacciones físicas y/o químicas entre los componentes de la muestra y la fase estacionaria.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Cromatógrafo de Gases con detector Microcaptura de electrones (μ -ECD).	Vaso de precipitado de 50 ml
Equipo de SPE (Supelco visiprep TM)	Mortero
Balones aforados de 10ml	Jeringa de 5ml
Microjeringa	Toallas de papel
	Guantes desechables

5. REACTIVOS

Acetona	Helio
Sílica	
Estándar del analito a trabajar	

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	44 de 5

6. PROCEDIMIENTO

Estándar analítico de carbofurano, Dr. Ehrenstorfer (Augsburg, Alemania), con pureza de 98%. A partir de 250mg del estándar analítico de Carbofurano, se preparó la solución madre del pesticida carbamato (1000 mg/Kg) y por dilución volumétrica con Acetona (grado de pureza HPLC, marca Merck) las diferentes soluciones con concentraciones que oscilan en el rango de 5 mg/Kg a 100 mg/Kg. El Furdan 3SC (Carbofurano Comercial, suspensión concentrada para uso agrícola) de Bayer Cropscience S.A. Todas las soluciones, fueron almacenadas en viales color ámbar en la nevera. Las soluciones a utilizar se prepararon diariamente a partir de la solución madre o de las intermedias según correspondiera.

Para las extracciones se utilizó: Hexano, acetona y mezcla Hexano - acetona 8:2 grado de pureza HPLC marca Merck, Sulfato de sodio anhidro marca Merck. Sílica Gel marca Merck. Alumina marca Signa Aldrich y Carbón Activado marca Merck.

Condiciones de separación

En un cromatógrafo de gases Agilent Technologies 6890 equipado con un puerto de inyección Split-splitless y detector de microcaptura de electrones (μ -ECD), utilizar una columna capilar no polar (Restek) RTX-5 (5% fenil y 95% dimetilpolisiloxano) de 30m X 0,32mm de diámetro interno x 0,5 μ m de espesor. Utilizar la siguiente rampa de temperatura: Se inicia a 120 °C y se mantiene esta temperatura por dos minutos; seguidamente aumenta a 30 °C/min hasta 200 °C y de ahí aumenta a 8°C/min hasta 260 °C y por último a 30 °C/minuto hasta alcanzar una temperatura final de 295 °C. El tiempo de análisis por corrida fue de 11,33min. Se inyectará 1 μ l de la muestra, con inyección sin división (splitless). Estos valores son para el pesticida Carbofurano.

Determinación de los tiempos de retención

Con las condiciones elegidas para la resolución de la mezcla, se inyectará una solución del estándar del analito para identificar sus tiempos de retención.

Elaboración de la curva de calibración

Con el estándar analítico, preparar 5 soluciones de concentración conocida, en un rango de la mitad al doble de la concentración del analito en la muestra. Inyectar 1 μ l de cada solución estándar y correrlas en las condiciones elegidas.

Se integrará el pico del analito, utilizando el método de cuantificación por normalización de áreas, elaborar la respectiva curva de calibración concentración vs área y calcular la ecuación de la recta y el R^2 .

Determinación de la composición de una muestra incógnita

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	45 de 5

Primero preparar la muestra (Suelo contaminado o papa criolla contaminada con el pesticida) Las condiciones más favorables para la extracción y determinación de carbofurano en suelos por MSPD-GC (μ -ECD) son: 0,2 g de muestra de suelo, se maceran y homogenizan con 0.8 g de Sílica. Esto se transfiere a una jeringa desechable de 5 mL, la cual debe contener en su interior una capa de lana de vidrio, una de sulfato de sodio, una de la mezcla de la muestra con la fase y finalmente una nueva capa de lana de vidrio; a continuación, se compacta. Posteriormente se eluye con 5 mL de Acetona, en un equipo de SPE (Máx 20"Hg) y se concentra hasta 1 mL.

Se inyectará 1 μ l de la muestra incógnita de una mezcla de dichos componentes y se correrá en las condiciones elegidas.

Se informará la composición porcentual de la misma utilizando el método de cuantificación por normalización de áreas.

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

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	46 de 5

Incluir en el reporte

Cromatograma de estándares y muestra
Curva de calibración
Cálculo de la concentración del pesticida.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	47 de 5

1. TITULO

CROMATOGRAFÍA DE GASES: *Cuantificación de un analito*

2. OBJETIVO

- ❖ Familiarizar al alumno en el uso del cromatógrafo gaseoso, mediante la realización de una curva de calibración y cuantificación de un analito.
- ❖ Aplicar dos métodos de cuantificación: normalización de áreas y estándar interno.

3. MARCO TEÓRICO

Cromatografía de gases (GC), este concepto fue enunciado por primera vez en 1941 por Martin y Synge. En este tipo de cromatografía la muestra se volatiliza y se inyecta en la cabeza de una columna cromatográfica. La elución se produce por el flujo de una fase móvil de un gas inerte. A diferencia de la mayoría de los otros tipos de cromatografía, la fase móvil no interacciona con las moléculas del analito; su única función es la de transportar el analito a través de la columna. Existen dos tipos GC: La cromatografía gas- sólido y la cromatografía gas-líquido; esta última se basa en la distribución del analito entre una fase móvil gaseosa y una fase líquida inmovilizada sobre la superficie de un sólido inerte.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Cromatografo de Gases con detector FID
 Balones aforados de 10ml
 Vaso de precipitado de 50 ml
 Toallas de papel

Guantes desechables
 Pipeta graduada de 10ml
 Pipeteador

5. REACTIVOS

Metanol
 Tolueno

Benceno
 Xileno

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	48 de 51

6. PROCEDIMIENTO

A. Resolución de una mezcla de solventes.

Se utiliza un cromatógrafo HP, provisto de una columna capilar, rango de utilización de 0 a 350 °C, y detector de ionización de llama (FID).

Se analiza una muestra de cuatro componentes donde se debe elegir el mejor sistema para la resolución de los picos variando como único parámetro la temperatura.

Se debe diseñar una técnica donde deben definirse las siguientes temperaturas: del detector, de inyección, y de corrida. Se verifica la posibilidad de utilizar rampas de temperatura para lograr una mejor resolución.

Datos de la columna:

Longitud:

Diámetro externo:

Diámetro interno:

Soporte sólido:

Rango:

Fase móvil:

Fase estacionaria:

La muestra estará compuesta por:

A-Metanol

B-Tolueno

C-Benceno

D-Xileno (mezcla de sus isómeros, o-m-p)

Elección de las mejores condiciones de separación

Se inyectará 1µl de la mezcla, con inyección sin división (splitless) y se elegirán las mejores condiciones para la resolución de los picos variando las temperaturas de corrida hasta lograr una buena resolución.

Las temperaturas de corrida serán elegidas de acuerdo con los resultados obtenidos

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	49 de 51

variando desde 50°C hasta 150°C.

Se observarán todos los cambios producidos en el cromatograma por la variación de la temperatura.

Determinación de los tiempos de retención

Con las condiciones elegidas para la resolución de la mezcla, se inyectarán cada uno de los componentes por separado para identificar sus tiempos de retención.

Determinación de la composición de una muestra incógnita

Se inyectará 1µl de la muestra incógnita de una mezcla de dichos componentes y se correrá en las condiciones elegidas.

Se informará la composición porcentual de la misma utilizando el método de cuantificación por normalización de áreas.

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.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental I	Código	FLA-23 V. 00
		Página	50 de 51

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

Dibuje el diagrama de un cromatógrafo

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

1. TITULO

Proyecto de Aula

2. OBJETIVO

- ❖ Proponer y desarrolla una propuesta de investigación que brinde experiencias significativas en el proceso de formación, incorporando los conocimientos adquiridos durante las diferentes practicas realizadas en el semestre, para la solución de un problema.
- ❖ Afianzar los conceptos básicos importantes para el análisis químico por medio de la espectroscopia.
- ❖ Adquirir un juicio crítico para analizar y discutir los resultados obtenidos para la acertada toma de decisiones.

3. MARCO TEÓRICO

El Proyectos de Aula es una estrategia didáctica para propiciar el desarrollo de competencias investigativas, que permitan capacitar al estudiante en un proceso de conocimiento autónomo e independiente alternativo a las horas lectivas de clase para aprender a ser, aprender a conocer, aprender a hacer y aprender a vivir juntos. Esta actividad consiste en la articulación del conocimiento adquiridos en el laboratorio con la elaboración de una propuesta, que permita llevar los conocimientos obtenidos en las diversas unidades del curso, por parte del estudiante, a un proyecto de investigación relacionado con la solución de un problema del entorno. Esta actividad es ideal para desarrollar en el estudiante la capacidad de búsqueda del conocimiento, la posibilidad de ir graduando ese aprendizaje e ir construyendo cada uno su perfil profesional con la tutoría del docente.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Los contemplados en la propuesta que presente el estudiante.

	Guía Unificada de Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	52 de 4

5. REACTIVOS

Los necesarios para el desarrollo de la propuesta del estudiante, quien debe tener en cuenta la disponibilidad de los mismos en la universidad.

6. PROCEDIMIENTO

El método que se empleará para conseguir los objetivos de esta actividad consiste en la elaboración de una propuesta de investigación en el formato FPI-07 v.03 propuesta de investigación de semillero, el cual se encuentra anexo a continuación o lo podrá descargar de la página web de la universidad:

https://www.unipamplona.edu.co/unipamplona/portallG/home_13/recursos/gestion_investigacion/17112011/documentos_asociados.jsp

	Propuesta de Investigación de Semillero	Código	FPI-07 v.03
		Página	52 de 54

TÍTULO DE LA PROPUESTA:	
Línea de Investigación: (de acuerdo a las inscritas para el semillero)	
Nombre del Tutor:	
Nombre del (los) Semillero(s):	
Grupo(s) de Investigación:	Facultad(es):
Duración: (En meses, máximo un año)	
Resumen: (máximo 1000 palabras)	
Planteamiento del problema o Preguntas de Investigación:	
Objetivos:	
Antecedentes y Justificación:	
Impacto esperado:	



**Guía Unificada de Laboratorio de Técnicas de
Análisis Instrumental**

Código

FLA-23 V. 00

Página

53 de 4

Marco teórico: (máximo 1000 palabras)			
Metodología:			
Cronograma de actividades: (Detallar cada una de las actividades especificando su duración).			
Presupuesto:			
Resultados esperados: (charlas, cursos, documentos de difusión, socializaciones, artículos, ponencias, innovaciones artísticas y otras inherentes a los procesos de formación para la investigación).			
Estrategia de Difusión: (Plantear una estrategia de comunicación de los resultados: videos, folletos, conferencias, libros, textos didácticos, sección de libro, ponencia oral, ponencia poster, artículos, patentes, software, diseño de marcas, recursos electrónicos y otros relacionados con resultados con ciencia tecnología e información CTel).			
Nota: Una vez terminado el proyecto de investigación y entregado el informe final se recomienda incluir un artículo para la edición de la revista.			
Referencias:			
Nombre Estudiantes Participantes:	Identificación	Programa	Correo electrónico:

Firma y nombre del Tutor
Investigación

Firma y nombre del director de Grupo de

El estudiante identificará un problema del entorno y propondrá como solucionarlo aplicando lo aprendido en clase con la asesoría del docente.

7. NIVEL DE RIESGO

Depende de la propuesta presentada

	Guía Unificada de Laboratorio de Técnicas de Análisis Instrumental	Código	FLA-23 V. 00
		Página	54 de 4

8. BIBLIOGRAFÍA

- ❖ Tamayo, T. Mario. El Proceso de la Investigación Científica.
- ❖ Hernández S. Roberto et al. Metodología de la investigación. Ed Mc GrawHill, México, 2003
- ❖ Miranda M, Juan J. Gestión de proyectos. Cuarta edición, MM Editores, Bogotá, 2003