

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

GUIA UNIFICADA DE LABORATORIO QUÍMICA INSTRUMENTAL II



**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 II 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 continuar con la exploración de otras regiones del espectro electromagnético e iniciarse en los métodos térmicos. 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 aparatos 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.

El objetivo perseguido en este curso, tiene la finalidad introducir al estudiante 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
Unidad 1. SEGURIDAD EN EL LABORATORIO Y REGLAS GENERALES.....	4
Unidad 2. RADIACIONES ELECTROMAGNETICAS	13
Unidad 3. ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA-VISIBLE	
<ul style="list-style-type: none"> • Aplicación de UV-VIS al Análisis Cualitativo. 15 • Análisis Cuantitativo de Tabletas de Aspirina por Espectrometría UV-Vis..... 20 • Determinación Simultánea de Cromo y Cobalto por Espectrometría UV- Vis..... 23 	
Unidad 4. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	
<ul style="list-style-type: none"> • Espectrometría IR con Transformada de Fourier (FT-IR) Aplicada al Análisis cualitativo de Cálculos Urinarios.....27 • Análisis de extractos de plantas por ATR-FTIR 32 • Espectrometría IR con Transformada de Fourier (FT-IR) Aplicada al Análisis de la degradación térmica que sufren los aceites vegetales comestibles al ser calentados en los procesos de fritura de los alimentos.....37 	
Unidad 5. ESPECTROSCOPIA DE ABSORCION ATOMICA	
<ul style="list-style-type: none"> • Determinación del contenido de hierro en un alimento.....42 • Determinación del contenido de cobre en un suplemento multivitamínico.....46 	
Unidad 6. PROYECTO DE AULA.....	49
<ul style="list-style-type: none"> • Propuesta. • Ejecución. • Sustentación. 	

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

1. TITULO

Introducción al Laboratorio de Química Instrumental II

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

Radiaciones Electromagnéticas

2. OBJETIVO

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

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 trabajo se basa en revisar que es la radiación electromagnética, 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

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

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

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

Aplicación de UV-VIS al Análisis Cualitativo

2. OBJETIVO

- ❖ El objetivo de este laboratorio es que los estudiantes aprendan cuales sistemas químicos se pueden beneficiar de la espectroscopia UV-VIS y cuáles no.
- ❖ Que los estudiantes adquieran experiencia en la función de cada uno de los parámetros de barrido y porque y cuando deben cambiarse.

3. MARCO TEÓRICO

La espectroscopia UV-VIS puede ser aplicada al análisis cuantitativo (Análisis utilizando la ley de Beer) y cualitativo (Identificación de compuestos y pureza de los mismos). En este laboratorio se explorará el uso del espectrómetro UV-VIS para analizar varias especies orgánicas e inorgánicas que absorben en la región UV-VIS.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro UV-Vis	Pipeta graduada de 10ml
Balones aforados de 10ml	Pipeteador
Vaso de precipitado de 50 ml	Celda de Cuarzo
Toallas de papel	Celda de Vidrio
Guantes desechables	

5. REACTIVOS

Oxido de holmio	Ciclohexano
Ácido Perclórico	Hexano
Benceno	Metanol
Naftaleno	Agua destilada
Antraceno	

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

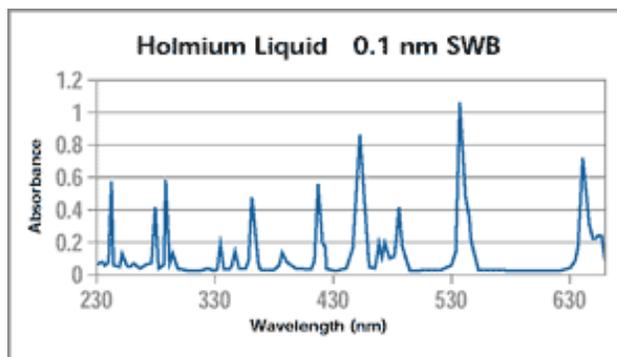
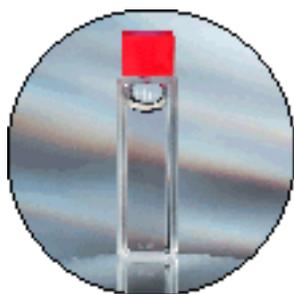
6. PROCEDIMIENTO

A. Exactitud de la longitud de onda

Este procedimiento no tiene que ser hecho cada vez que se utilice el espectrofotómetro. Sin embargo, es importante realizarlo porque, aunque el instrumento indique que 500 nm son medidos, no es garantía absoluta de que así sea. Si la exactitud de la longitud de onda es de vital importancia, entonces debe verificarse la calibración del espectrofotómetro midiendo las líneas de absorción de un vidrio de holmio o las líneas de emisión de la lámpara de deuterio (D_2). El siguiente procedimiento permitirá la verificación de la exactitud de la longitud de onda del espectrofotómetro.

Método de Oxido de Holmio: El uso de una solución al 4% de óxido de holmio en 10% ácido perclórico es un método bien establecido para la verificación de la calibración de la escala de la longitud de onda en un espectrómetro en la región UV-VIS (240nm – 650nm). Después de llenada la celda de cuarzo con la solución de óxido de holmio, es sellada permanentemente usando calor.

- a) Colocar el estándar (Oxido de holmio) en el compartimiento de la muestra, medir la absorción desde 240.0 a 650 nm con un ancho de banda (bandwidth) de 0.5nm, Velocidad de barrido (scan speed) 10nm/min, y un intervalo de dato (data interval) de 0.1nm.
- b) Determinar la longitud de onda de máxima absorción usando la tabla de reporte (peak pick table)



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

Valores típicos obtenidos:

SB W	nm													
0.10	640. 54	536. 47	485. 26	467. 88	452. 13	416. 16	385. 55	361. 43	345. 60	333. 52	287. 10	278. 29	249. 85	241. 07
0.25	640. 52	536. 52	485. 29	467. 84	452. 12	416. 16	385. 48	361. 42	345. 46	333. 56	287. 12	278. 26	249. 88	241. 09
0.50	640. 52	536. 55	485. 31	467. 90	451. 99	416. 19	385. 61	361. 39	345. 54	333. 61	287. 19	278. 29	249. 94	241. 6
1.00	640. 65	536. 85	485. 37	467. 93	451. 38	416. 58	385. 90	361. 18	345. 56	333. 64	287. 66	278. 28	250. 14	241. 33
1.50	640. 58	536. 66	485. 31	467. 88	451. 37	416. 40	385. 78	361. 41	345. 53	333. 58	287. 39	278. 27	250. 00	241. 30
2.00	640. 85	537. 01	485. 29	468. 00	451. 42	416. 73	385. 90	361. 13	345. 66	333. 62	287. 78	278. 25	250. 25	241. 34
3.00	641. 29	537. 50	485. 28	468. 14	451. 45	417. 04	386. 17	361. 11	345. 67	333. 74	287. 91	278. 30	250. 38	241. 34

SBW: spectral bandwidth

B. Efecto del ancho de banda (Bandwidth)

Colocar una gota de benceno en el fondo de una celda limpia y seca, y sellar la celda. Tenga cuidado de **NO** derramar benceno en las paredes de la celda.

- a) Colocar la celda en el compartimiento de la muestra, no es necesario colocar referencia.
- b) Obtener el espectro de absorción del vapor de benceno en un rango de 220 a 280 nm (30nm/min, 0.1 nm data interval) a los siguientes anchos de banda: (Graficar en la misma grafica para mirar diferencias y similitudes)
 - a. 4nm
 - b. 2nm
 - c. 1.0 nm
 - d. 0.5nm
 - e. 0.2nm

C. Celdas y Solventes

- l) Obtener el espectro de una celda de cuarzo vacía en el rango máximo de longitud de onda del instrumento.

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

Obtener el espectro de una celda de vidrio vacía en el rango máximo rango de longitud de onda del instrumento

- II) Usar la celda de cuarzo, obtener el espectro de los siguientes solventes
- a. Agua
 - b. Metanol
 - c. Hexano

C. Transiciones electrónicas de moléculas orgánicas

Obtener el espectro UV-VIS de los siguientes compuestos, usando el solvente como referencia. Usted debe preparar la solución de la muestra a una concentración tal que la escala de absorbancia no sea mayor de 1.5 nm. Usted debe escoger el rango de longitud de onda apropiado para obtener todas las características espectrales de importancia. Usar un ancho de banda de 1.0 nm, a menos que otra cosa sea indicada. Registrar también la posición de los picos.

- a. Benceno en ciclo hexano (a 0.5 nm y 1 nm de ancho de banda)
- b. Naftaleno en ciclo hexano
- c. Antraceno en ciclo hexano

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

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

- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

- a) Diagrama de los componentes básicos (diagrama de bloque) del espectrofotómetro UV-VIS.
- b) Para qué tipo de moléculas se usa más a espectroscopia UV-VIS? Para cuales no? Como consecuencia, cuales son los mejores solventes para espectroscopia UV-VIS?
- c) Que se entiende como ancho de banda? A medida que usted disminuye el ancho de banda del espectrómetro UV-VIS, que esperaría que pasara con el espectro?
- d)** Discuta en que situaciones la calibración de exactitud de UV-VIS es más importante.
- e) Discuta como al cambiar el ancho de banda cambia el espectro del vapor de benceno.
- f) Compare los diferentes materiales ópticos usados para hacer las celdas. Para que rango de longitud de onda es útil cada material.?
- g) Compare los espectros de los diferentes solventes usados. Determine cuál de estos solventes es más recomendado para espectroscopia de absorción UV-VIS.
- h) Discuta las diferencias y similitudes entre los siguientes espectros:
 - a. Benceno en fase de vapor vs. Benceno en ciclo hexano (a 0.5nm de ancho de banda)
 - b. Benceno vs. naftaleno vs. antraceno (todos en ciclo hexano)
 - c. Encuentra laguna correlación entre la estructura molecular y el espectro?
- i) Cómo describiría, cuantitativamente, la concentración de las muestras orgánicas que usted preparo? Sugiera un procedimiento para la preparación cuantitativa de estas concentraciones

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

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

Ácido 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	21 de 51

6. PROCEDIMIENTO

A. Encender el espectrómetro UV-VIS.

B. Preparación de Estándares:

- a. 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.
- b. Calcular la concentración (M) de la solución estándar.
- c. Preparar cinco diluciones de su solución estándar usando 100, 200, 300, 400, 500 μL y diluirlos a 10ml con 0.1M de NaOH.
- d. Calcular la concentración (M) de cada una de las soluciones patrón.

C. Curva de Calibración:

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

D. Análisis de la Aspirina:

- a. Dejar disolver una tableta de aspirina en una solución 0.1M de NaOH contenida en un balón aforado de 100ml. Aforar el balón y mezclar.
- b. Diluir esta solución 1 a 50 con 0.1M de NaOH y medir la absorbancia de esta solución a la misma longitud de onda que midió los estándares.
- c. Usar la curva de calibración para determinar la concentración de ácido salicílico presente en la solución problema.
- d. Calcular el peso de ácido acetilsalicílico en la tableta de aspirina usando el factor estequiométrico apropiado y considerando las diluciones involucradas.
- e. Comparar el resultado obtenido con el contenido especificado en la etiqueta de la tableta. Calcular el porcentaje de recuperación.
- f. 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	22 de 51

7. NIVEL DE RIESGO

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

8. BIBLIOGRAFÍA

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

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

- a. Porque se usa la solución de NaOH 0.1M como solvente en este experimento, porque se usa ácido salicílico?
- b. De algunas posibles explicaciones para el valor del porcentaje de recuperación encontrado cuando usted analizo la tableta de aspirina? Están sus resultados dentro del rango del valor esperado para el analgésico analizado?
- c. Que compuestos presentes en algunos analgésicos podrían interferir con la determinación de la aspirina por este método?

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

1. TITULO

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 sí 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	24 de 51

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 complejos 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 sería 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 Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	25 de 51

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 Estándar:

- a. 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).
- b. 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 $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{+2}$:

- a. 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.
- 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:

- a. 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.
- b. 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 Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	26 de 51

8. BIBLIOGRAFÍA

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

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

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 k_{Cr} y k_{Co} para 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 Isosbético
 Transición $n \rightarrow \pi^*$
 Efecto fotoeléctrico

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	27 de 51

1. TITULO

Espectrometría IR con Transformada de Fourier (FT-IR) Aplicada al Análisis cualitativo de Cálculos Urinarios

2. OBJETIVO

El objetivo de este trabajo es determinar la composición química de los cálculos urinarios aplicando espectroscopia infrarroja.

3. MARCO TEÓRICO

Los cálculos urinarios pueden considerarse como una de las aflicciones más antiguas que ha padecido la humanidad. Se presentan en todas las clases sociales, razas, edades, regiones geográficas y ambos sexos. Los cálculos son producidos por la precipitación ya sea de las sales de la orina que se mantienen disueltas en condiciones normales o de ciertos constituyentes anormales que se presentan en ella en situaciones particulares. La formación de estas piedras tiene dos consecuencias perjudiciales para el aparato urinario, por una parte, perturba el correcto drenaje y por otra tiende a facilitar o mantener una infección en dicho sistema. El conocer la composición del cálculo urinario permite al médico diagnosticar la causa del mismo y así determinar qué tipo de tratamiento se debe seguir para evitar su nueva formación.

La técnica infrarroja permite utilizar la energía vibración al de las moléculas para determinar cualitativamente los aniones presentes en los cálculos urinarios. Los métodos instrumentales de análisis comparados con los métodos químicos tradicionales ofrecen grandes ventajas tales como la eliminación de interferencias, alta precisión, uso limitado de reactivos químicos y menor tiempo en la realización del análisis.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro FTIR
 Balanza Analítica
 Película de Poliestireno para calibración
 Espátula Pequeña

Mortero de Ágata
 Toallas de papel
 Guantes desechables
 Prensa para hacer la pastilla

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	28 de 51

5. REACTIVOS

KBr (Bromuro de Potasio)	Fosfato amónico-magnésico,
Oxalato de calcio	Carbonato de calcio
Fosfato de calcio	Cistina
Ácido úrico	Cálculo Urinario

6. PROCEDIMIENTO

I. 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.

Antes de iniciar el análisis el cálculo urinario se debe lavar con etanol para eliminar residuos de sangre o tejido que puedan tener y eliminar un poco de interferencias.

J. Preparación de la pastilla de KBr:

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

a) Blanco pastilla de KBr

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

b) Pastilla de Oxalato de calcio, Fosfato de calcio, Ácido úrico, Fosfato amónico-magnésico, Carbonato de calcio y Cistina en KBr

- i. Triturar hasta un polvo fino 200 a 300 mg de KBr utilizando un mortero de ágata.
- ii. Adicionar 1 a 2 mg de oxalato de calcio al KBr pulverizado y mezclar bien hasta obtener polvo fino.
- iii. Realizar la pastilla utilizando esta mezcla.
- iv. Realizar el mismo procedimiento para las demás moléculas.

c) Pastilla de Cálculo Urinario en KBr

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

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	29 de 5

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

a) Espectro del Background

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

b) Calibración del Espectrofotómetro: Espectro del Poliestireno.

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

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

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

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

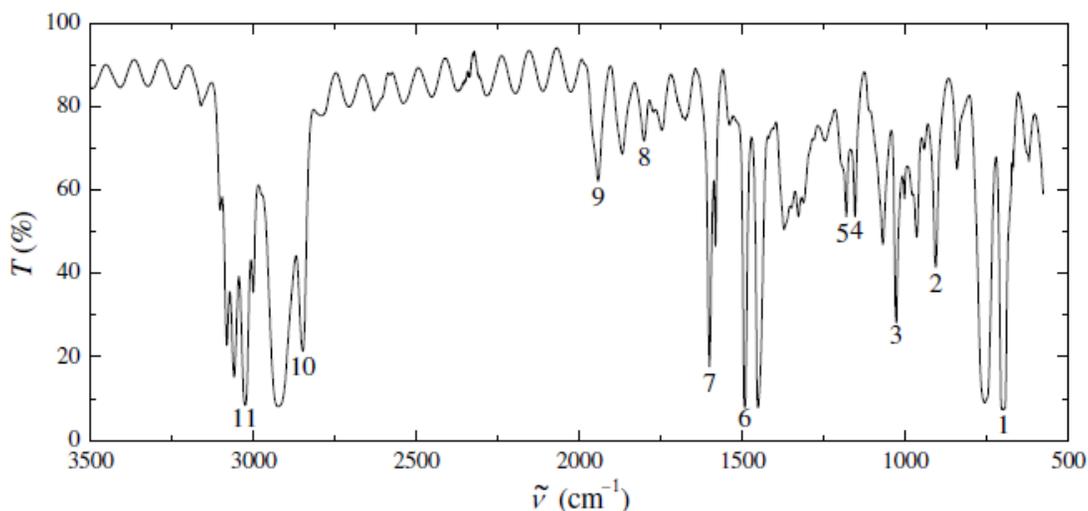
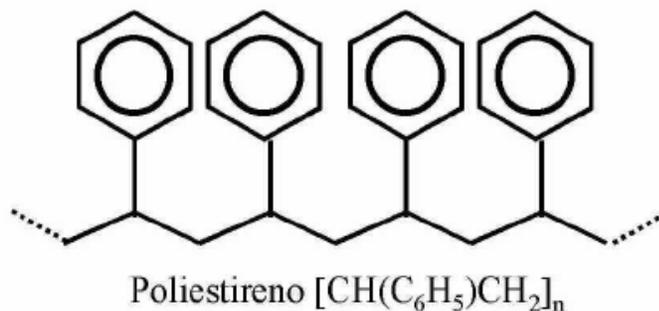


Figura 1: arriba: Estructura del poliestireno (en realidad en el sólido los anillos bencénicos están orientados aleatoriamente). Abajo: Espectro FTIR de una película de poliestireno.

c) Blanco pastilla de KBr

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

d) Espectro del Oxalato de calcio, Fosfato de calcio, Ácido úrico, Fosfato amónico-magnésico, Carbonato de calcio y Cistina

Colocar la pastilla Oxalato de calcio /KBr en el compartimiento de la muestra y obtener el espectro. Realizar el mismo procedimiento con las otras pastillas.

e) Espectro del Calculo Urinario

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

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	31 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 químicos en los contenedores apropiados.

8. BIBLIOGRAFÍA

- ❖ Principios de Análisis Instrumental, (5ª ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.
- ❖ Análisis Instrumental, K.A. Rubinson, J.F. Rubinson. Prentice Hall, Pearson Education S.A. 2001.
- ❖ Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry, F.A. Settle. Prentice Hall PTR, Upper Saddle River, NJ 07458.
- ❖ Instrumental Analysis, G.D. Christian, J.E. Oreilly. Allyn and Bacon Inc. 1986.
- ❖ Espectroscopia infrarroja aplicada al análisis de los cálculos urinarios Revista FABICIB • año 2008 • volumen 12 • PÁGS. 211 a 219

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

1. Examinar los espectros del Oxalato de calcio, Fosfato de calcio, Ácido úrico, Fosfato amónico-magnésico, Carbonato de calcio y Cistina y usando las tablas de asignación de picos y la estructura de la molécula identificar los picos de mayor intensidad.
- 2.
3. Examinar el espectro del cálculo urinario y determinar las contribuciones espectrales de cada una de las moléculas analizadas anteriormente.

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

1. TITULO

Análisis de extractos de plantas por ATR-FTIR

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 supercrítico, la percolación y la extracción Soxhlet son métodos de extracción habituales,

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

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 Lentes)
Espátula Pequeña	
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

L. 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.

M. Encender el espectrómetro IR.

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

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

N. Obtención de los espectros IR :

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

Resolution: 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.



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

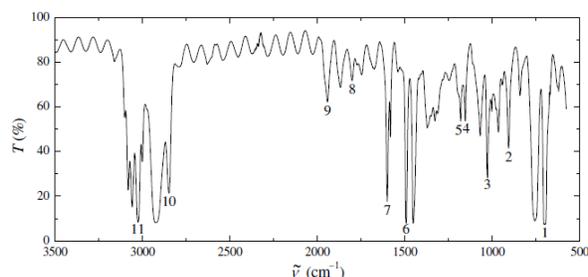


Figura 1: arriba: Estructura del poliestireno (en realidad en el sólido los anillos bencénicos están orientados aleatoriamente). Abajo: Espectro FTIR de una película de poliestireno.

c) Blanco 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 Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	36 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.
- ❖ Topalãa C.M., Tãtarua 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 Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	37 de 5

1. TITULO

Espectrometría IR con Transformada de Fourier (FT-IR) Aplicada al Análisis de la degradación térmica que sufren los aceites vegetales comestibles al ser calentados en los procesos de fritura de los alimentos.

2. OBJETIVO

El objetivo de este trabajo es determinar las diferencias existentes en la estructura química de los aceites, al ser sometidos a repetidos procesos de calentamiento, simulando un comportamiento similar al efectuado en las frituras de alimentos en los hogares de la región, con el fin de comprobar la descomposición de la insaturación de los aceites y su efectos en la salud humana, todo este análisis es realizado mediante el estudio y comparación de los espectros en diferentes muestras de aceites.

3. MARCO TEÓRICO

Los aceites vegetales comestibles son indispensables para mantener el equilibrio de los lípidos, colesterol y lipoproteínas que circulan en la sangre ya que tienen una función vital en nuestro organismo. Los aceites vegetales proporcionan vitaminas A, D, E y K y aceites esenciales que nuestro organismo no puede producir; y, además, tienen la capacidad de resaltar muchas de las características sensoriales de los alimentos, como el sabor, el aroma y la textura.

Las grasas alimentarias incluyen todos los lípidos de los tejidos vegetales y animales que se ingieren como alimentos. Las grasas (sólidas) o aceites (líquidos) más frecuentes son una mezcla de triacilglicéridos (triglicéridos) con cantidades menores de otros lípidos. Los ácidos grasos presentes en varias moléculas de lípidos constituyen la parte con mayor interés nutritivo.

En el espectro IR de un aceite o grasa existen una serie de bandas características, con ciertas variaciones en los distintos tipos de muestras lipídicas, como son las ocasionadas por el enlace olefinico ($=CH$ a 3010cm^{-1}), metilo y metilen (CH_2 y CH_3 a 2950 , 2850 , 1470cm^{-1}), carbonilo esterificado ($COOR$ a 1750cm^{-1}), ácido libre ($COOH$ a 1710cm^{-1}), enlace trans (965 , 941cm^{-1}), enlaces cis (1471cm^{-1}) etc.

La fritura es el proceso culinario o industrial que implica la utilización como medio de un aceite o grasa calentado a elevada temperatura, en el interior del cual se introduce el alimento para su preparación o cocción. El proceso de fritura es un método culinario que requiere un tiempo pequeño de preparación y confiere al alimento un aroma y textura

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	38 de 5

más sabrosos favoreciendo la digestión de ciertos nutrientes. Por todo ello, el alimento es más aceptable para el consumidor. Como proceso térmico, destruye bacterias, toxinas y ciertos enzimas, además de disminuir la humedad relativa del alimento.

El recalentamiento repetido degrada la integridad del aceite y permite la liberación de polímeros y compuestos polares que pueden absorberse con la comida.

Los aceites de soja y los aceites de girasol son los de mayor peso en los envíos nacionales.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro FTIR	Jeringas de insulina (5)
Balanza Analítica	Cuchillo
Película de Poliestireno para calibración	Pipetas de 1mL (5)
Toallas de papel	Beaker de 250mL (5)
Guantes desechables	Soportes universales, aro y malla (5)
Porta muestras para líquidos	Mecheros (5)
Balones aforados de 5mL (50)	
Viales (50)	

5. REACTIVOS

Aceites (5 marcas comerciales)
Papa pastusa
Tetracloruro de carbono

6. PROCEDIMIENTO

O. Preparación de las muestras

a). Blanco aceites comerciales (Aceite sin calentar)

Tomar una muestra de cada uno de los aceites comerciales escogidos y preparar una solución 5% p/p en Tetracloruro de carbono, para cada una de ellas

b). Proceso de fritura

- i. Pelar y pesar 30 gramos de papa
- ii. En un Beaker, calentar 100mL de aceite hasta alcanzar una temperatura de 180°C
- iii. Echar la papa y fritar por 35 minutos
- iv. Sacar la papa, dejar enfriar por 3 horas y tomar muestra de cada aceite

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

- v. Preparar soluciones de 5% p/p en Tetracloruro de carbono, para cada muestra
- vi. Repetir este procedimiento hasta obtener un total de 50 muestras, todas diluidas para efectuar el análisis por FT-IR

P. 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.

Q. 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 cm^{-1} ,
 Apodization: Strong,
 Range: 3100 cm^{-1} to 2900 cm^{-1} ,
 Mode: Ratio
 Number of Scans: 50

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.



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

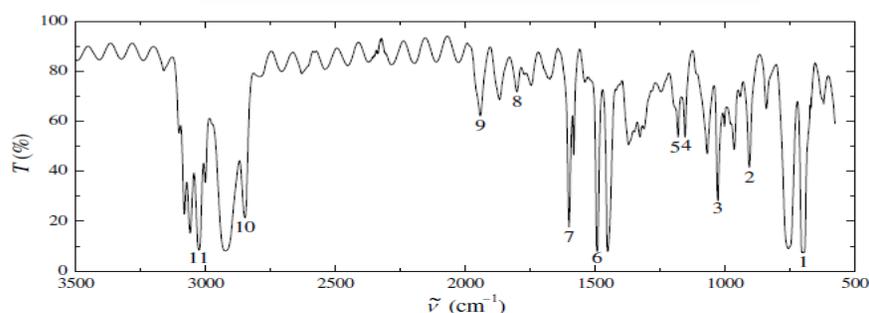


Figura 1: arriba: Estructura del poliestireno (en realidad en el sólido los anillos bencénicos están orientados aleatoriamente). Abajo: Espectro FTIR de una película de poliestireno.

c) Blanco aceites

Colocar una gota de uno de los aceites en el porta muestra para líquidos y obtener el espectro. Repetir procedimiento para los otros 4 blancos de aceites (Aceite sin calentar)

d) Espectro de las muestras de aceites con procesos de calentamientos

Colocar una gota de las soluciones de los aceites ya calentados y obtener espectro. Realizar el mismo procedimiento con las otras muestras.

7. NIVEL DE RIESGO

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

8. BIBLIOGRAFÍA

- ❖ Principios de Análisis Instrumental, (5ª ed). D. Skoog, F.J. Holler, T.A. Nieman, McGraw-Hill/Interamericana de España, 2000.

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	41 de 5

- ❖ Medida del grado de insaturación de aceites y grasas comestibles por espectroscopia infrarroja y su relación con el índice de yodo. S. Muniategui, P. Paseiro, J. Simal. Grasas y aceites. Vol. 43 Fasc. 1 (1992)
- ❖ La reutilización del aceite en la cocina eleva el riesgo de hipertensión. Dmedicina.com. Redacción Ondasalud.com - Jueves, 8 de Enero de 2004
- ❖ http://www.quiminet.com.mx/ar8/ar_aasdaasdbcBu-tipos-de-aceites-vegetales-comestibles.htm
- ❖ <http://www.fao.org/docrep/v4700s/v4700s06.htm>

9. ANEXOS

Incluir en el reporte

4. Examinar los espectros para cada muestra de aceite y usando las tablas de asignación de picos y la estructura de la molécula identificar los picos de mayor intensidad.
5. Examinar el espectro de las muestras de aceites sin calentar con sus respectivas muestras sometidas a calentamiento.
6. Analizar las áreas de los picos y determinar los aceites que sufren menor degradación térmica y mencionar los cambios sufridos y registrados en cada uno de los espectros
7. Realizar el análisis correspondiente a cada banda de absorción representativa de los aceites, siguiendo como patrón la figura 2.

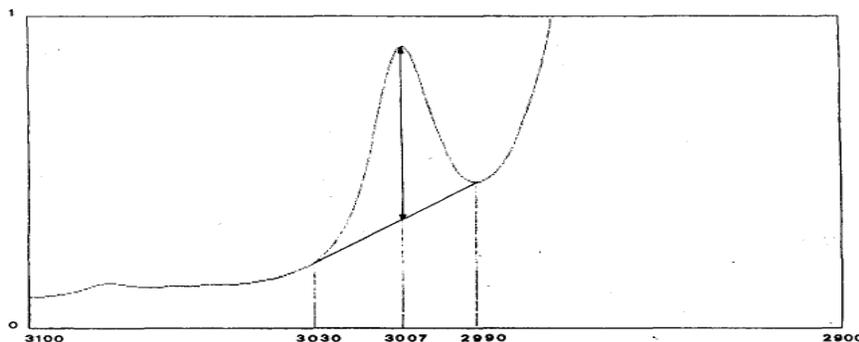


Fig. 2: Espectro de absorción IR característica de los aceites comestibles.

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

1. TITULO

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

2. OBJETIVO

- ❖ Afianzar los conceptos básicos importantes para el estudio de la espectroscopia de absorción atómica, especialmente la operación del espectrofotómetro de AA analyst300, y como se relaciona la absorción con el análisis de metales.
- ❖ Adquirir un juicio crítico para la determinación del tipo de tratamiento que debe dársele a la muestra previo a su análisis.

3. MARCO TEÓRICO

La Espectroscopia por Absorción Atómica (EAA) es la medición instrumental de la cantidad de radiación absorbida por átomos no-excitados en el estado gaseoso. El espectro de absorción de un elemento en su forma atómica gaseosa consiste de líneas agudas, bien definidas, que surgen de las transiciones electrónicas de los electrones de valencia. Para metales, las energías de estas transiciones generalmente corresponden a longitudes de onda en las regiones UV y visible. Se debe seleccionar una longitud de onda para cada elemento donde el absorba fuertemente el elemento, y donde no interfieran otros elementos. Para el calcio, la longitud de onda usual es 422.7 nm, y para magnesio es de 285.2 nm.

La espectroscopia de absorción atómica se ha usado para la determinación de más de 70 elementos. Las aplicaciones en la industria incluyen muestras clínicas y biológicas, materiales forenses, alimentos, bebidas, agua y efluentes, análisis de suelos, análisis de minerales, productos petrolíferos, farmacéuticos y cosméticos. En este experimento, se analizará el contenido de calcio y magnesio de muestras de agua de la llave o agua dura.

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

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro A.A. Analyst 300
 Balones aforados de 10ml
 Vaso de precipitado de 50 ml
 Toallas de papel
 Guantes desechables
 Pipeta graduada de 10ml
 Pipeteador
 Papel filtro
 Embudo

5. REACTIVOS

Ácido clorhídrico
 Ácido Nítrico
 Alambre de hierro
 Agua desionizada

6. PROCEDIMIENTO

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

- Preparar 1L de HCl 8M.
- Preparar 1L de solución madre de hierro con una concentración de 1000 μ g Fe/ml.
 - Limpiar varios alambres de hierro con una servilleta y luego enjuagarlos con hexano para remover la capa protectora de aceite.
 - Disolver 1.000g de alambre de Fe en un vaso de precipitado adicionando 50ml 1:1 HNO₃:H₂O (usar la vitrina extractora de gases para este efecto)
 - Transferir cuantitativamente esta solución a un balón aforado de 1L y aforar con agua desionizada.
- Prepara 250ml de una solución diluida de hierro a una concentración de 100 μ g Fe/ml. Usar un balón aforado de 250ml y agua desionizada para la dilución.
- Soluciones de calibración:

<u>Muestra</u>	<u>Solución Fe diluida</u>	<u>HCl 8M</u>	<u>Volumen final</u>
Blanco	0.00 mL	125 mL	250.00 mL
1 μ g Fe / mL	1.00 mL	50 mL	100.00 mL
3 μ g Fe / mL	3.00 mL	50 mL	100.00 mL
5 μ g Fe / mL	25.00 mL	250 mL	500.00 mL
10 μ g Fe / mL	10.00 mL	50 mL	100.00 mL
15 μ g Fe / mL	15.00 mL	50 mL	100.00 mL
20 μ g Fe / mL	20.00 mL	50 mL	100.00 mL

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

B. Preparación de la muestra:

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

C. Determinación de las Absorbancias:

1. Seguir las instrucciones del manual de operación del espectrómetro de absorción atómica PE Analys300.
2. Desarrollar los siguientes pasos:
 - a. Ajustar las líneas de gas al flujo deseado
 - b. Alinear la lámpara
 - c. Alinear el quemador. Usar la solución de 5µg Fe / mL
 - d. Optimizar el nebulizador y la relación de gases Combustible/oxidante
 - e. Modo de auto cero
 - 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 del Laboratorio de Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	45 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

1. Diagrama de los principales componentes del espectrómetro de absorción atómica
2. Porque el alambre de hierro es un excelente estándar para este análisis?
3. Describir el procedimiento usado para la preparación de la muestra, incluyendo todas las observaciones.
4. 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.
5. Reportar la cantidad de hierro encontrado en la muestra y compararlo con el valor reportado por el fabricante.

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

1. TITULO

Determinación de la cantidad de cobre en un suplemento vitamínico

2. OBJETIVO

- ❖ Afianzar los conceptos básicos importantes para el estudio de la espectroscopia de absorción atómica, especialmente la operación del espectrofotómetro de AA analyst300, y como se relaciona la absorción con el análisis de metales.
- ❖ Adquirir un juicio crítico para la determinación del tipo de tratamiento que debe dársele a la muestra previo a su análisis.

3. MARCO TEÓRICO

La Espectroscopia por Absorción Atómica (EAA) es la medición instrumental de la cantidad de radiación absorbida por átomos no-excitados en el estado gaseoso. El espectro de absorción de un elemento en su forma atómica gaseosa consiste de líneas agudas, bien definidas, que surgen de las transiciones electrónicas de los electrones de valencia. Para metales, las energías de estas transiciones generalmente corresponden a longitudes de onda en las regiones UV y visible. Se debe seleccionar una longitud de onda para cada elemento donde el absorba fuertemente el elemento, y donde no interfieran otros elementos. Para el calcio, la longitud de onda usual es 422.7 nm, y para magnesio es de 285.2 nm.

La espectroscopia de absorción atómica se ha usado para la determinación de más de 70 elementos. Las aplicaciones en la industria incluyen muestras clínicas y biológicas, materiales forenses, alimentos, bebidas, agua y efluentes, análisis de suelos, análisis de minerales, productos petrolíferos, farmacéuticos y cosméticos. En este experimento, se analizará el contenido de calcio y magnesio de muestras de agua de la llave o agua dura.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Espectrómetro A.A. Analyst 300
 Balones aforados de 10ml
 Vaso de precipitado de 50 ml
 Toallas de papel

Guantes desechables
 Pipeta graduada de 10ml
 Pipeteador
 Papel filtro

	Guía Unificada del Laboratorio de Química Instrumental II	Código	FLA-23 V. 00
		Página	47 de 51

5. REACTIVOS

Ácido clorhídrico
 Sulfato de cobre pentahidratado
 Agua desionizada

6. PROCEDIMIENTO

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

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

E. Preparación de la muestra:

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

F. Determinación de las Absorbancias:

3. Seguir las instrucciones del manual de operación del espectrómetro de absorción atómica PE Analys300.
4. Desarrollar los siguientes pasos:
 - a. Ajustar las líneas de gas al flujo deseado
 - b. Alinear la lámpara
 - c. Alinear el quemador. Usar la solución de 5 µg Cu / mL
 - d. Optimizar el nebulizador y la relación de gases Combustible/oxidante
 - e. Modo de auto cero
 - f. Modo de absorbancia – desarrollar la parte experimental
5. Medir la absorción del blanco.
6. Medir la absorción de cada estándar, empezando por el más diluido.
7. Medir la absorción de la solución de la tableta de vitamina.

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

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

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

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

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.

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

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/gestio_n_investigacion/17112011/documentos_asociados.jsp

	Propuesta de Investigación de Semillero	Código	FPI-07 v.03
		Página	50 de 51

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:	
Marco teórico: (máximo 1000 palabras)	
Metodología:	

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

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 Investigación

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

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