

Instituto Politécnico

Universidad Nacional de Rosario Universidad Nacional de

Guía de Trabajos Prácticos I

4º Año

Introducción al Laboratorio de Química

Cód. 22403-25

Benjamín Pisaroni
Camila de la Horra
Agustín Devia
Julieta Ledesma



Dpto. de Tecnología de los Alimentos

Masterización: RECURSOS PEDAGÓGICOS



ÍNDICE

Introducción al Trabajo en el Laboratorio	2
Ante un accidente en el laboratorio ¿Cómo actuar?	4
Fichas de seguridad.....	4
Residuos.....	6
Recomendaciones	7
Material de Laboratorio.....	8
Objetivo	8
Introducción.....	8
Material general de Laboratorio	8
Material de Cerámica.....	10
Material de Vidrio.....	11
Preparación de Soluciones.....	16
Objetivo	16
Uso de Pipetas.....	16
Uso de Balanzas.....	18
Preparación de soluciones y Enrase de matraces.....	20
Actividades	21
Precipitación y Técnicas Gravimétricas	23
Objetivo	23
Precipitación	23
Filtración.....	24
Secado y Calcinación.....	27
Actividades	28
Densimetría.....	30
Objetivo	30
Densidad de un líquido con picnómetro	30
Densidad de un líquido con densímetro.....	32
Densidad de un sólido por desplazamiento de líquido.....	33
Calibración de Material de Vidrio	34
Objetivo	34
Introducción Teórica.....	34
Actividades	35
Espectroscopía de Absorción UV - Visible.....	37
Introducción.....	37
Análisis cuantitativo	39
Parte experimental	41
Bibliografía	42

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

Trabajo Práctico N° 1

INTRODUCCIÓN AL TRABAJO EN EL LABORATORIO

Para poder trabajar adecuadamente en el laboratorio deben conocerse las normas de higiene y seguridad generales, al igual que los elementos de protección personal que se deben utilizar en todo momento. Los accidentes en el laboratorio pueden ser mortales o generar incapacidades permanentes, totales o parciales. Por esto prevenirlos es un objetivo importante. En general los accidentes pueden imputarse directa o indirectamente a fallas humanas.

El objetivo principal de la seguridad es la disminución del riesgo asociado al trabajo en el laboratorio. Para reducir el riesgo debemos cumplir ciertas normas de trabajo en el laboratorio y tener los conocimientos mínimos del lugar de trabajo, equipos y reactivos a utilizar. A continuación, se desarrollan los aspectos más importantes para aprender y aplicar en el desarrollo de las prácticas de laboratorio.

Antes de ingresar al laboratorio debemos tener en cuenta que en el lugar hay equipos que pueden estar calientes por su uso previo, reactivos que son peligrosos para la salud, material de vidrio frágil, entre otros riesgos; es por ello que los elementos de protección humana siempre deben estar presentes y tienen que ser resistentes, cómodos y no inflamables para moverse de forma tranquila y segura. Los elementos de protección personal (EPP) que debemos tener al ingresar al laboratorio son los siguientes:

- Cofia o cabello siempre recogido, ya que el trabajo de mesada implica utilizar mecheros, material de vidrio y frascos que pueden enredarse con el cabello largo.
- Gafas para proteger los ojos de proyecciones o salpicaduras (indispensable en el momento de lavar el material). Los lentes de contacto no son aconsejables.
- Los barbijos en algunos laboratorios son obligatorios porque evitan la inhalación inadvertida de partículas tóxicas, así como que el propio usuario contamine, con su respiración, las muestras y reactivos.
- Guardapolvo con mangas largas para proteger tanto la piel de los brazos como la ropa personal.
- Guantes (látex o nitrilo) para poder manipular sustancias corrosivas y proteger la piel de las manos.
- Calzado cerrado para proteger los pies de posibles salpicaduras de reactivos corrosivos o de caídas de frascos que podrían perjudicarnos.

Dentro del laboratorio, lo primero que debemos conocer es la ubicación del material para el control y atención de accidentes como pueden ser: matafuegos, salidas de agua, baldes con arena, salidas de emergencia, botiquín, duchas, lavaojos, etc.

Para el desarrollo de prácticas seguras es fundamental cumplir con las siguientes normas:

- No comer, beber ni fumar en el laboratorio.





- Después del trabajo sacarse los guantes con técnica de seguridad y una vez retirado los guantes lavarse las manos con jabón.
- No inhalar, probar u oler ninguna sustancia.
- Trabajar en campana extractora para manipular productos muy volátiles con características inflamables, irritantes, tóxicas y/o corrosivas. Las campanas de extracción se utilizan para captar vapores, prevenir de sus exposiciones al personal y evitar la diseminación de las mismas en la atmósfera del laboratorio. Deben estar en funcionamiento siempre que se utilicen reactivos de esta naturaleza y se deben apagar una vez que ya no se usen más.
- Atender a las indicaciones del profesor acerca del armado y condiciones seguras de funcionamiento de cualquier aparato o instrumental. Para evitar accidentes es importante el funcionamiento adecuado de los equipos, así como el manejo apropiado de los materiales de uso frecuente (material de vidrio y reactivos).
- Las estufas y muflas son equipos utilizados para muchos prácticos en el laboratorio como ser calentamiento, secado o calcinación de muestras. Hay que extremar medidas y utilizar materiales correspondientes ya que no todo material es apto para ser secado en estufa ni toda muestra puede ingresar a estos equipos sin corroborar previamente la temperatura.
- No dejar en ningún caso experimentos en marcha sin la atención de un operador capacitado.
- No manipular instalaciones eléctricas visiblemente deterioradas ni tampoco con las manos húmedas.
- Reconocer los colores de las cañerías, tuberías y válvulas que se utilizan en las mesadas para encendido de mecheros, drenajes y trampas de vacío.
- No utilizar material de vidrio en malas condiciones.
- Cuando se utilizan mecheros de gas: alejar del mechero los frascos de reactivos químicos. No calentar nunca líquidos inflamables con un mechero. Cuando no se utilice más, cerrar la llave del mechero y la de paso de gas.
- No trasladar innecesariamente los reactivos de un sitio a otro del laboratorio. Las botellas se transportan siempre tomándolas por el fondo y nunca de la tapa.
- No calentar nunca un recipiente totalmente cerrado. Durante un calentamiento, dirigir siempre la boca del recipiente en dirección contraria a uno mismo y a las demás personas cercanas.
- Conocer datos de la ficha de seguridad y estar formado en su interpretación (las fichas de seguridad deben estar disponibles en el laboratorio e impresas).
- Etiquetar todos los envases que contengan sustancias químicas, aclarando el nombre y fórmula química de la sustancia, peligrosidad y fecha de envasado.
- No utilizar químicos contenidos en recipientes no etiquetados.
- Atender a las normas para el descarte de residuos.
- Mantener ordenado el lugar de trabajo es fundamental para evitar accidentes. La mesada sin libros, abrigos, excesos de reactivos químicos y cosas innecesarias.
- Mantener siempre limpio el lugar de trabajo.

Ante un accidente en el laboratorio ¿Cómo actuar?

Primero **NO** perder la calma y dar **AVISO** al docente. Luego, tratar de reconocer la naturaleza del problema para contrarrestarlo efectivamente.

B. Pisaroni – C. de la Horra – A. Devia – J. Ledesma

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

1. Incendio

- Siempre lo primero es que alguien dé aviso.
- Evitar la propagación por convección, contacto, conducción.
- Extinguir del modo adecuado.
- Evacuar al personal.

Si el incendio fue provocado por la ignición de encendedores o mecheros con material combustible (ropa, papel, trapo, etc.) se debe usar cualquier dispositivo contra incendio. Por esto mismo hay que saber dónde están ubicados los matafuegos, al igual que las duchas, baldes con arena, etc.

2. Cortocircuito

- Cortar el paso de la corriente eléctrica mediante los interruptores, y si no se tiene respuesta, cortar los generales. Llamar al servicio técnico.

3. Olor a gas

- Cerrar la llave de paso.
- No encender artefactos eléctricos para evitar chispazos (extractor, ventilador, campanas, luces, etc.)
- Ventilar el ambiente abriendo puertas y ventanas.
- Llamar al especialista para detectar la fuga.
- Evitar prender encendedores, fósforos o mecheros hasta que se solucione el problema.

4. Acumulación de vapores nocivos

- Ventilar el ambiente mediante campanas, ventiladores, extractores y aberturas.
- Si hay personas involucradas, llevarlas a urgencias.

5. Intoxicación

- Ya sea por contacto, ingestión o inhalación de sustancias tóxicas o altamente corrosivas, recurrir al docente y luego al centro asistencial más próximo.

Fichas de seguridad

Un aspecto importante para el cumplimiento de las buenas prácticas de laboratorio es conocer los datos de la ficha de seguridad y estar formado en su interpretación. La ficha de datos de seguridad son documentos que deben ser preparados por los fabricantes o proveedores de la sustancia química o de la mezcla siguiendo las directivas del Sistema Globalmente Armonizado de Clasificación y Etiquetado de Productos Químicos (SGA). Poseen una información más detallada que el contenido que aparece en la etiqueta y constituye como se establece en el SGA una “historia clínica” del producto o de la mezcla destinada a proveer información no sólo a los usuarios sino también a los Servicios de Higiene y Seguridad, Salud Pública y Medio Ambiente respecto a los cuidados y accionar frente a accidentes. La información que contiene se dividen en 16 secciones:

- Identificación del producto
- Identificación del peligro o peligros



- Composición/ información sobre los componentes
- Primeros auxilios
- Medidas de lucha contra incendios
- Medidas que deben tomarse en caso de vertido accidental
- Manipulación y almacenamiento
- Controles de exposición/ protección personal
- Propiedades físicas y químicas
- Estabilidad y reactividad
- Información toxicológica
- Información ecotoxicológica
- Información relativa a la eliminación de los productos
- Información relativa al transporte
- Información sobre la reglamentación
- Otras informaciones

Las fichas también incluyen a lo largo del documento **pictogramas**, que pueden definirse como composiciones gráficas que representan de forma visual y rápida la información específica sobre un peligro, inflamabilidad, riesgo específico y riesgo para la salud. Al igual que las fichas de seguridad, la forma, color y tipografía que utilizan los pictogramas se encuentran armonizados por el SGA.



INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

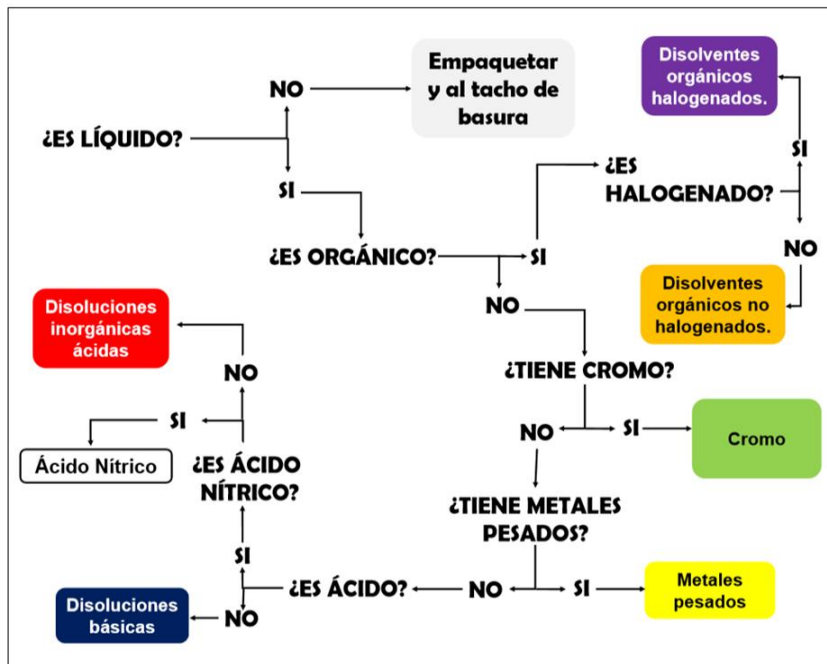


Residuos

En el laboratorio de química se generan muchos residuos, tanto líquidos como sólidos.

Los residuos sólidos, que se descartan en los recipientes con bolsas, no deben estar calientes. Si el material (trapo o papel) está encendido debe apagarse bajo chorro de agua de la canilla antes de ser desechado. Para el descarte de residuos comunes, como material descartable o cualquiera que no haya entrado en contacto con agentes químicos contaminantes, se emplean bolsas de residuo color negro. Para la disposición de residuos que hayan estado en contacto con agentes químicos que resultan tóxicos, se emplean bolsas amarillas. Para descartar residuos biológicos, se emplean bolsas rojas. Los vidrios o cortopunzantes siempre se descartan en caja o algún recipiente rígido para evitar cortes en bolsas y manos del operador.

Con respecto a los residuos líquidos hay bidones y botellas con las etiquetas especificadas con colores y nomenclaturas para el descarte de los mismos. Si los recipientes se llenaran se deberá avisar al encargado del droguero para el recambio correspondiente. El almacenamiento hasta su descarte o disposición final, se realiza en el gabinete que está en el patio del 3er piso, a la salida del laboratorio general.



Recomendaciones

Asistir al laboratorio teniendo conocimiento del protocolo del práctico que se va a realizar ese día. Se debe concurrir y permanecer en el laboratorio con el equipamiento adecuado según se describió previamente para la seguridad personal. Además, es recomendable tener entre los elementos personales:

- Cuaderno o libreta para anotaciones.
- Lápiz o birome para tomar apuntes.
- Fibrón indeleble para el rotulado de material de vidrio.
- Repasador, trapo rejilla y papel absorbente para secar manos, mesada y material.

En el laboratorio actuar con responsabilidad, trabajar sin prisa, pensando en cada momento lo que se está haciendo.

Al finalizar el trabajo práctico se debe **lavar y ordenar** el material empleado y dejar las campanas y equipos en buenas condiciones. El sitio de trabajo debe quedar perfectamente limpio y ordenado.

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

Trabajo Práctico N° 2 MATERIAL DE LABORATORIO

Objetivo

- Introducir al estudiante al material de laboratorio cotidiano con el que trabajará a lo largo del año

Introducción

En el laboratorio utilizaremos materiales de todo tipo, desde aquellos que son de plástico, metal, madera, porcelana o de vidrio. El objetivo de este trabajo es poder distinguir cada uno de los elementos más comunes que utilizaremos a lo largo de la práctica en el laboratorio.

Material general de Laboratorio

Mecheros

Dentro del laboratorio nos encontraremos con tres tipos de mecheros: *bunsen*, *mecker* y *teclu*. Siendo el más común el mechero de tipo bunsen.



Bunsen



Mecker



Teclu

En principio los tres mecheros funcionan de la misma manera. Poseen en su base una entrada que permite regular el aire que ingresa. Este aire se mezcla con el gas, luego asciende la mezcla por el vástago del mechero para generar una combustión al final del mismo. Es importante que al momento de encender el mechero la entrada de aire esté cerrada. Una vez encendido el fuego se verá una llama amarilla, paso siguiente se debe ir abriendo lentamente la entrada de aire hasta lograr una llama completamente celeste.

Trípode

Es una estructura metálica que sirve para sostener material de vidrio. Es común utilizarlo en combinación con un triángulo de pipa o una tela metálica para realizar calentamientos prolongados sobre los mecheros.





Tela metálica

Es una malla metálica cuadrada que en el centro tiene un círculo de amianto. Se utiliza para difundir el calor del mechero y que la llama no impacte directamente sobre el material a calentar. Se coloca sobre el trípode.



El equipo completo de calentamiento quedaría como muestra la figura a la izquierda del párrafo. Se coloca el trípode sobre el mechero y por encima del mismo la malla metálica, luego se puede colocar el material a calentar sobre la malla.

Triángulo de pipa

Es un material de alambre trenzado que en cada lado contiene unas varillas de material refractario. Se utiliza principalmente para sostener los crisoles durante una calcinación.



Soporte universal

Consta de una base pesada de metal de la cual sale una varilla larga del mismo material. Se utiliza para colocar diversas pinzas y aros metálicos que sirven para sostener material de laboratorio utilizado durante una experiencia.



Pinza

En el laboratorio se utiliza una amplia variedad de pinzas. Nosotros emplearemos pinzas de madera para sostener tubos de ensayo, pinzas para balones y para buretas con nuez, pinzas mariposa para buretas y pinza para crisoles.



Nuez

La nuez es un soporte de hierro que de un lado va calzado en el soporte universal, mientras que del otro lado se le puede colocar una pinza para balones, un aro o cualquier elemento para sujetar que no traiga una nuez incorporada.



Aro con nuez o anilla

El aro con nuez o anilla es un aro de hierro que se coloca en el soporte universal y se utiliza para sostener material de vidrio.



INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

Gradilla

Es un soporte que se utiliza para colocar tubos de ensayo al momento de realizar experiencias. Puede estar construída de madera o metal y vienen en distintas formas



Piseta

La piseta es una botella de plástico que tiene una salida que permite emitir pequeños volúmenes en forma de chorro fino. Al presionar las paredes de la botella se genera presión dentro de la misma y ésto permite que se emita el líquido.



Escobilla

Sirven para poder limpiar correctamente el material de vidrio utilizado en el laboratorio.



Propipetas o peras de goma

Se colocan en el extremo más ancho de la pipeta y se emplean para poder tomar muestras de líquidos sin tener que succionar con la boca a través de la pipeta. Su uso es obligatorio en todo momento, está prohibido tomar muestras con la boca.



Material de Cerámica

Embudo de Buchner

Es un embudo que tiene en su base perforaciones y es utilizado para filtraciones al vacío. Va adosado a un kitasato mediante un tapón o disco de goma. Se debe colocar un papel de filtro en su base para poder filtrar correctamente. También se pueden encontrar embudos de Buchner de plástico.



Cápsula

Se utilizan para calentar sustancias en general: puede ser para secar un sólido, llevar a sequedad un líquido, etc. Al estar caliente se debe manipular con pinzas.



Crisol

Es similar a un vaso de pequeñas proporciones que tiene una tapa. Se utiliza comúnmente para realizar calcinaciones. En nuestro laboratorio los crisoles que se encuentran son de porcelana, sin embargo, existen de platino, níquel y hierro. Al igual que la cápsula, el crisol, se debe manipular con pinzas.



Tanto el crisol como la cápsula de porcelana, y el equipamiento que utilizaremos para calentar en general, están elaborados en materiales que resisten ciertos



cambios de temperatura; sin embargo, lo ideal es siempre que se esté trabajando con un material a temperaturas elevadas no depositarlo directamente sobre la mesada de trabajo, sino sobre una malla metálica para evitar roturas.

Mortero y pilón

El mortero consta de dos partes: el mortero en sí y un pilón. Se utiliza para pulverizar material sólido. En el laboratorio encontrarán morteros de cerámica y también de vidrio, aunque existen otros de piedra, madera y unos mucho más sofisticados de ágata.



Placa de toque

Existen varios tipos de placas de toque, las hay lisas o con pequeños huecos. Sirven para realizar ensayos a la gota, es decir para probar ensayos a microescala.



Material de Vidrio

Agitadores

Los agitadores son varillas finas de vidrio de aproximadamente 20 cm de largo que se utilizan para múltiples propósitos dentro del laboratorio. Como lo indica su nombre, su principal función es la de agitar soluciones.



Tubos de ensayo

Existen muchísimos tipos de tubos en el laboratorio de química. Nosotros utilizaremos en particular tres tipos: los de ensayo, los tubos con tapa y los de centrífuga. Los tubos de ensayo se utilizan para realizar pequeños experimentos que no requieren de grandes volúmenes. Se pueden usar para calentar, realizar pequeñas diluciones, observar cambios de coloración, precipitaciones, etc.

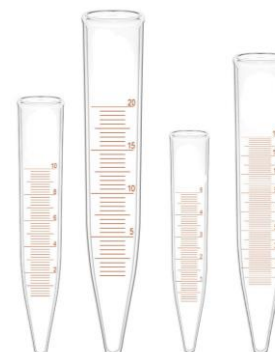


Tubos con tapa tipo Hach

Son tubos que tienen una capacidad máxima de aproximadamente 5 mL. Tienen en su extremo una rosca en la cual se puede colocar una tapa.

Tubos de centrífuga

Tienen diferentes dimensiones parecidas a los tubos de ensayo y los tubos con tapa tipo Hach, además, pueden tener como no una rosca para colocarles una tapa. La diferencia principal es que su extremo cerrado tiene forma cónica. Se utilizan para separar precipitados de su sobrenadante mediante centrifugación. Estos tubos también existen en materiales plásticos.



INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

Vasos de precipitado

Son vasos que poseen en su boca un pequeño pico que sirve para poder verter líquidos fácilmente. Son utilizados con muchos propósitos en el laboratorio, entre los más frecuentes nos encontramos con calentar soluciones y realizar ensayos que requieran mayor volumen. Si bien muchos vasos de precipitados tienen una escala, **no se utilizan para medir volúmenes** ya que tiene un error en su medición muy grande. Existen vasos de precipitado de diversos volúmenes, por ejemplo: 50 mL, 250 mL y 1000 mL, por mencionar algunos.



Matraz Erlenmeyer

Los erlenmeyers tienen forma cónica y una boca mucho más cerrada que los vasos de precipitado. Por su forma son muy útiles para agitar la solución contenida sin utilizar un agitador, por lo que se utilizan para realizar titulaciones (valoraciones). También se lo utiliza para calentar soluciones que no queremos que se evaporen o para evitar proyecciones. Al igual que el vaso de precipitado, no se utiliza para medir volúmenes con exactitud.



Cristalizadores

Tienen una forma muy similar al vaso de precipitados, pero de paredes mucho más cortas. Como su nombre indica se utiliza para cristalizar una sustancia en solución por evaporación o enfriamiento.



Vidrio de reloj

Son superficies cóncavas de vidrio que se utilizan para tapar los vasos de precipitados, cristalizadores, erlenmeyers, etc. También, aunque no sea su principal función, se los utiliza como recipiente contenedor para pesar sustancias.



Embudos

Los embudos son conos de vidrio que en su extremo tienen un vástago que puede ser largo o corto. Los embudos de vástago largo se utilizan principalmente para realizar filtraciones, mientras que los de vástago corto para realizar trasvases.





En el embudo de vástago largo la columna de líquido que se forma ayuda a aumentar la velocidad de filtración, por esto es que se lo utiliza con este fin. Muchos tienen también estrías en el vidrio para aumentar la velocidad de filtración.

Embudo con placa filtrante o con vidrio sinterizado

Existen sustancias que no pueden ser filtradas utilizando papeles. Por lo tanto, para filtrarlas se pueden utilizar embudos de vidrio sinterizado. Estos consisten de un embudo que tiene un disco de vidrio poroso que retiene el precipitado y deja pasar el sobrenadante.



Kitasato

El kitasato es igual al erlenmeyer con la excepción de que tiene una acodadura a un lado. Se utilizan en conjunto con el embudo de Buchner para realizar filtraciones al vacío. A diferencia del erlenmeyer, el kitasato está construido con paredes de vidrio mucho más grueso, para poder soportar la fuerza que ejerce la atmósfera al realizar vacío en su interior.



Pesafiltro

Son pequeños recipientes de vidrio con tapa que se utilizan para guardar sustancias sólidas que pueden reaccionar con el aire, o bien que hayan sido secadas en estufa y se quiera mantenerlas libres de humedad. También se los puede utilizar como material contenedor para pesar.



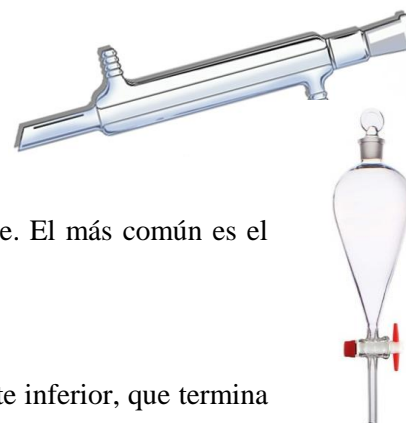
Balones

Tienen forma de esfera y se utilizan normalmente para recolectar líquidos que se quieran destilar o calentar. Existe una amplia variedad de balones.



Refrigerantes

Al realizar destilaciones o calentamientos con reflujo es necesario utilizar refrigerantes para poder recuperar los líquidos que se hayan evaporado. Existen múltiples refrigerantes que tienen formas diferentes. Constan en general de dos tubos concéntricos, el interior es por donde transitan los vapores que se quieren condensar y por el exterior, o encamisado, recorrerá el líquido refrigerante que se utilice. El más común es el refrigerante de Liebig.



Ampollas de decantación

Tienen una forma redondeada en su parte superior y cónica en su parte inferior, que termina en un robinete y un vástago. Se utilizan para separar fases líquidas inmiscibles.

B. Pisaroni – C. de la Horra – A. Devia – J. Ledesma

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

Los materiales que se describirán a continuación también son de vidrio, sin embargo, están separados debido a que son aquellos que utilizaremos en el día a día para realizar mediciones de volúmenes con exactitud.

Estos materiales se clasifican por la forma en que miden el volumen del líquido. Esto puede ser por contención o por emisión.

- **Por contención:**
 - Volumen fijo. Por ej. matraz.
 - Volumen variable. Por ej. probeta.
- **Por emisión:**
 - Volumen fijo. Por ej. pipeta aforada
 - Volumen variable. Por ej. pipeta graduada, bureta graduada.

Sin embargo, su clasificación más importante es en base a la precisión y exactitud de éstos materiales. En base a esta característica nos encontramos con dos tipos de materiales diferentes:

- **Material calibrado o volumétrico.**
- **Material graduado o no volumétrico.**

Como regla fundamental, el material volumétrico o calibrado **nunca se debe calentar**, ya sea mediante una reacción exotérmica o para ser secado en estufa. Mientras que el material no volumétrico o graduado se puede calentar, aunque nunca es deseable hacerlo, ya que pierde parte de su precisión.

Probetas

(Graduado). Son cilindros de vidrio que tienen una base en la que se apoyan. Se utilizan para medir grandes volúmenes de líquidos o aquellos en los que no se necesita una precisión alta. Miden volúmenes variables por contención.



Matraces

(Calibrado). Los matraces aforados son el material predilecto para la preparación de soluciones. Existen múltiples volúmenes, desde 1 mL hasta 5 L, los más comunes utilizados en el laboratorio son de 50 mL, 100 mL, 200 mL, 250 mL, 500 mL y hasta 1 L. Miden volúmenes fijos por contención.



Pipetas graduadas

(Graduado). Sirven para medir pequeños volúmenes, las más comunes pueden medir hasta 1 mL, 2 mL, 5 mL y 10 mL. Miden volúmenes variables por emisión. Al emitir el total del volumen queda una gota retenida



por capilaridad en el extremo de la pipeta, éste pequeño volumen ya está considerado en la medición, por lo que no se debe soplar para emitirla.

Pipetas aforadas

(Calibrado). Son tubos finos de vidrio, al igual que las pipetas graduadas, pero que tienen un ensanchamiento en la parte media. Se debe tener especial atención al momento de utilizarlas ya que hay pipetas de simple aforo o de doble aforo. Los volúmenes más comunes son 5 mL, 10 mL, 25 mL, pero existen también desde 0,5 mL hasta 100 mL. Miden volúmenes fijos por emisión.



Buretas

(Graduado). Se utilizan para medir volúmenes líquidos de a intervalos con precisión. Son muy utilizadas para realizar valoraciones ya que tienen un robinete que permite regular con mayor facilidad el volumen emitido. Existen de múltiples tamaños, en nuestro laboratorio hay de 25 mL y de 50 mL. Miden volúmenes variables por emisión.



INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

Trabajo Práctico N° 3 PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

Objetivo

- Interiorizarse con las técnicas de pipeteo, pesada y enrase.
- Preparar soluciones que se utilizarán en trabajos prácticos posteriores.

Uso de Pipetas

La pipeta es un instrumento utilizado para tomar alícuotas de líquidos. Se llena utilizando una propipeta por succión y luego se emite la porción del líquido deseada dejando que ingrese aire por su boca superior. Existen pipetas volumétricas o aforadas y pipetas graduadas.

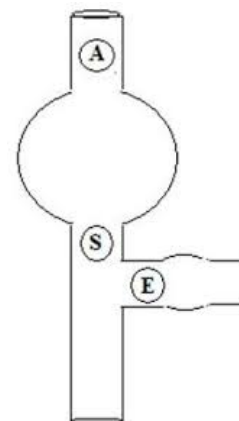
Al igual que todo el material de laboratorio, las pipetas deben estar limpias. Para esto se hacen lavados con agua corriente y luego enjuagues con agua destilada. Si al momento de querer tomar una alícuota la pipeta se encuentra mojada en su interior **no se debe introducir a la estufa** para ser secada. Se pueden realizar enjuagues con pequeñas alícuotas de la solución a pipetear para limpiar, siempre que alcance el volúmen.

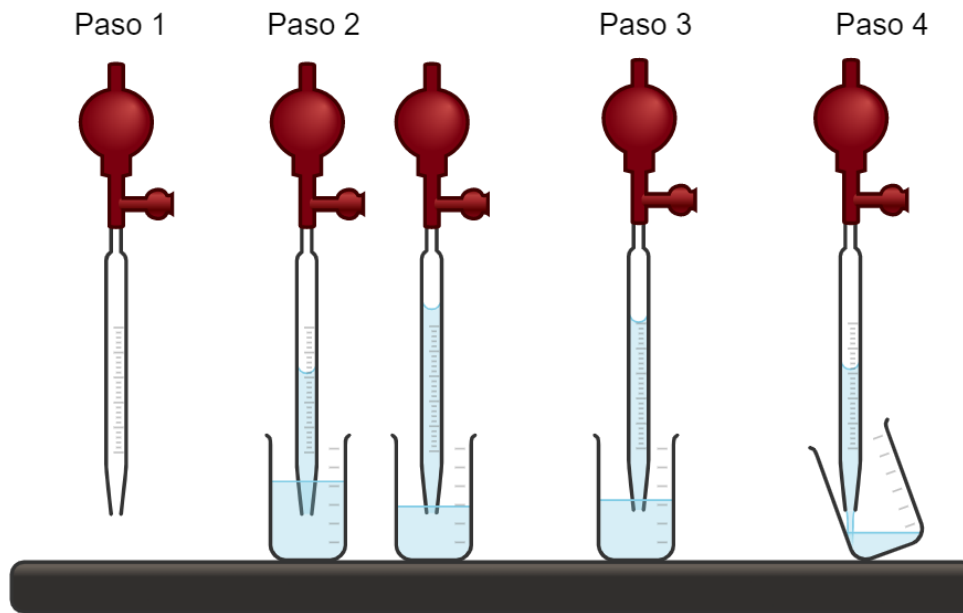
Una vez limpia la pipeta se debe colocar la propipeta. Para esto se presiona en la válvula marcada con una (A) al mismo tiempo que se presiona el cuerpo de la propipeta para poder remover el aire que contiene. Una vez vacía se introduce la pipeta por el extremo más largo de la propipeta (Paso 1).

Luego de haber colocado la propipeta se debe sumergir la punta libre de la pipeta en la solución a pipetear. Es importante que durante toda la operación se mantenga la punta sumergida, ya que sino se tomarán porciones de aire que ocupan cierto volumen dentro de la pipeta. Después de verificar esto se presiona la válvula de succión marcada con una letra (S) para dejar que el líquido ascienda por la pipeta. Se debe succionar suficiente líquido hasta que supere por lo menos un centímetro la marca de 0 de la pipeta (Paso 2). **En todo momento se debe mantener la pipeta en posición vertical.**

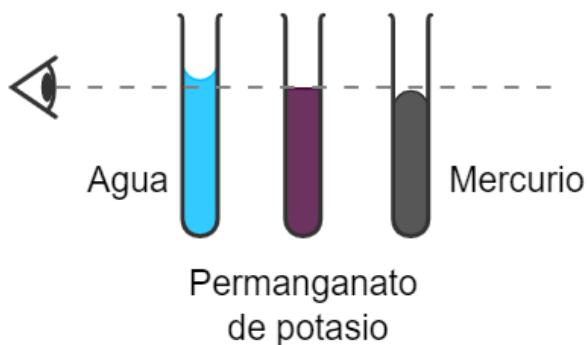
Posteriormente, presionar la válvula de emisión de la propipeta, marcada con una letra (E), y emitir líquido hasta que la parte inferior del menisco se apoye sobre la marca del 0 (Paso 3).

Finalmente, una vez enrasado exactamente en cero la pipeta y manteniéndola siempre vertical, se apoya la punta de la pipeta en una de las paredes internas del recipiente que recibirá la alícuota tomada, que debe mantenerse levemente inclinado para evitar salpicaduras. Se presiona la válvula de emisión (E) y se emite lentamente el volumen hasta que el menisco quede enrasado en la marca deseada (Paso 4).



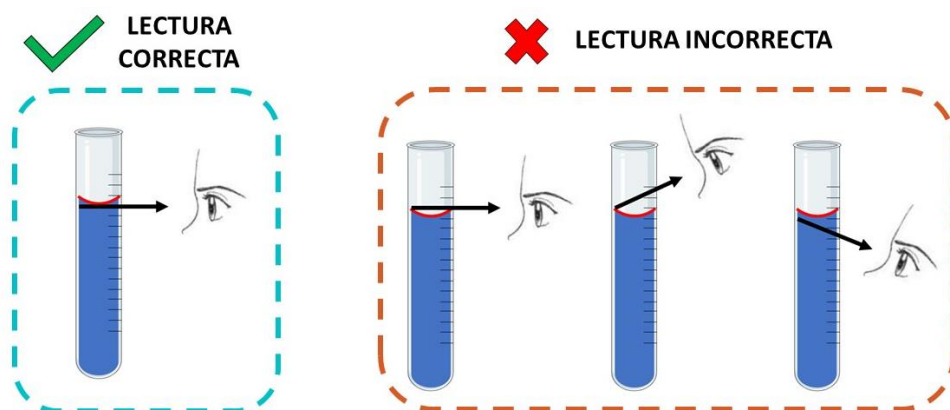


El menisco es una leve curvatura formada por las fuerzas de cohesión del líquido a pipetear y su adhesión por el vidrio. Existen dos tipos de meniscos diferentes: *cóncavos* y *convexos*. En el caso del **menisco cóncavo** las fuerzas de cohesión del líquido son menores que las de adhesión al vidrio, por lo que el líquido asciende por capilaridad por las paredes del vidrio a una pequeña altura, dando lugar al menisco. Este es el caso de todas las soluciones acuosas. Por otra parte, el **menisco convexo** se forma cuando las fuerzas de cohesión del líquido son mayores a las de adhesión al vidrio. Se observa cómo el líquido es más alto en la parte central de la interfase, mientras que contra las paredes de la pipeta el líquido desciende una pequeña altura, como es el caso del mercurio.



Cuando se lee la escala, el observador ha de mantener su ojo en posición horizontal con el menisco, evitando así los errores de paralaje. Si el líquido que se está manipulando es incoloro o débilmente coloreado (transparente), al enrasar en cualquier graduación, se debe hacer coincidir la parte inferior del menisco con la graduación del instrumento. Si no se puede observar la parte inferior del menisco por tratarse de un líquido intensamente coloreado, como puede ser una solución de permanganato de potasio concentrada, se debe hacer coincidir, entonces, con su parte superior.

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO



Apreciación de un instrumento: es la mínima medida que puede dar un instrumento con exactitud. También se puede ver como la variación mínima de la medición que puede detectar el instrumento.

La **exactitud** en la medida hace referencia a la diferencia entre el valor medido y el valor real de la cantidad que se midió. Por ejemplo, si se tomó una alícuota de 5,00 mL con una pipeta aforada, pero en realidad se emitieron 5,15 mL, entonces la medición no fue exacta. La **precisión** de un instrumento es una medida de la reproducibilidad de un resultado, es decir que se refiere a la variabilidad entre mediciones repetidas de la misma cantidad.

Uso de Balanzas

En el laboratorio nos encontraremos con dos tipos de balanzas muy diferentes: la balanza granataria y la balanza analítica.

Balanza granataria

Esta balanza es muy utilizada para realizar pesadas auxiliares o que no requieren una alta precisión. Las balanzas granatarias ofrecen como ventaja una mayor velocidad de pesada, una capacidad de peso mayor que las balanzas analíticas, pueden llegar a pesar hasta kilogramos, mientras que la analítica usualmente alcanza los 220 g; y tienen un costo económico mucho menor que una balanza analítica. Dependiendo del modelo, estas balanzas tienen una apreciación de 0,1 g a 1 g, aunque existen algunas que alcanzan una apreciación de 0,01 g.



Para pesar en una balanza granataria simplemente se debe colocar sobre el platillo de la misma el objeto a pesar. En el caso de querer pesar un sólido para luego preparar una solución se suele utilizar un auxiliar de pesada, como ser un papel doblado o un vidrio de reloj, o directamente el vaso de precipitados en el que se preparará la solución. Luego se presiona el botón de tara para llevar la balanza a cero y descontar el peso del auxiliar de pesada. Finalmente se coloca sobre el auxiliar, o el vaso, el sólido que se quiere pesar.



Balanza analítica

Tienen una precisión mucho mayor que las balanzas granatarias. A diferencia de la balanza granataria, la analítica cuenta con una estructura de puertas corredizas de vidrio alrededor. Estas puertas están para evitar corrientes de aire alrededor del platillo, ya que al tener una apreciación tan pequeña ($0,0001 \text{ g} = 0,1 \text{ mg}$) las corrientes de aire modifican el valor de la pesada. Siempre que se quiera leer una pesada en ésta balanza se debe hacer con las tres puertas corredizas cerradas y se debe dejar estabilizar hasta que no varíe el valor del visor.



Además, esta balanza cuenta con un nivel de burbuja que debe ser revisado antes de realizar una pesada. En el caso de que la burbuja no esté centrada en la marca del nivel se debe ajustar girando las patas para modificar la altura y que la balanza quede nivelada.

Precauciones generales al usar una balanza

1. Si la balanza cuenta con un nivel de burbuja se debe controlar antes de usarla. La balanza debe estar nivelada para operar apropiadamente.
2. La balanza debe manejarse con cuidado, evitando movimientos bruscos en todo momento.
3. No se deben pesar objetos calientes. Ya que generan corrientes de convección que cambian la exactitud de la pesada.
4. Las balanzas no deben sobrecargarse; se debe respetar la carga máxima (generalmente indicada en el frente de la balanza).
5. No se deben colocar productos químicos u objetos húmedos sobre los platillos. Conviene usar siempre un auxiliar de pesada para pesar tales objetos.
6. Se debe usar un pincel o brocha pequeña para eliminar cualquier residuo de materiales o polvo que quede sobre las partes de la balanza.
7. Al terminar una pesada, se deben retirar todos los objetos y poner la balanza en cero nuevamente.

Técnicas de pesadas

La pesada nunca debe llevarse a cabo sobre el platillo de la balanza directamente. Se debe emplear un auxiliar de pesada correspondiente a cada caso. Al pesar una droga sólida el trasvase del reactivo desde su recipiente original al auxiliar de pesada se debe realizar fuera del platillo de la balanza. Esto se hace para evitar que parte del sólido caiga sobre la balanza y se introduzca dentro de la misma.

Existen dos técnicas de pesada: *pesada directa* y *por diferencia*.

- **Pesada Directa:** Como su nombre indica se pesa directamente el material deseado.

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

- **Pesada por diferencia:** se utiliza cuando el sólido a pesar reacciona con el ambiente. Lo más común es que el sólido sea **higroscópico**, es decir que absorba humedad del ambiente, y se lo quiera preservar seco. Para esto se utiliza un *pesafiltro*. Se lo coloca (con la muestra a pesar) tapado en la balanza y se tara. Luego se retira el pesafiltro del platillo de la balanza, se destapa, se retira una cucharadita del sólido, se tapa y se lo vuelve a colocar, ahora tapado, en la balanza. El valor que haya disminuido el peso inicial del pesafiltro es la masa exacta que se ha tomado. Por esto es que se llama pesada por diferencia.

Preparación de soluciones y Enrase de matraces

La preparación de soluciones es un procedimiento fundamental y cotidiano en un laboratorio de química. Una solución puede ser preparada a partir de una droga sólida, mediante la **disolución** de la misma, o a partir de una solución más concentrada por medio de una **dilución**.

Las soluciones se preparan siempre que sea posible en un matraz aforado. Este material volumétrico tiene una alta precisión en el volumen que contiene, por lo tanto, nos aseguramos de minimizar el error.

Para preparar una solución a partir de una **droga sólida** se deben seguir los siguientes pasos:

1. Realizar los **cálculos** de cuánta masa es necesaria de la droga para preparar el volumen deseado de la solución.
 2. **Pesar** en la balanza la droga sobre un vidrio de reloj tarado y trasvasar cuantitativamente todo el sólido a un vaso de precipitados.
 3. Para **trasvasar cuantitativamente** se utiliza una piseta para arrastrar con el solvente toda la droga del vidrio de reloj. Luego se deben hacer unos enjuagues con pequeñas porciones de solvente para asegurarnos de que toda la droga fue trasvasada al vaso de precipitados.
 4. Se agrega más solvente al vaso de precipitados y con ayuda de un agitador **se disuelve** todo el sólido. En caso de que el sólido no se haya disuelto completamente se puede calentar un poco la solución para aumentar su solubilidad.
 5. Luego se **trasvasa cuantitativamente** toda la solución contenida en el vaso de precipitados **a un matraz aforado** con ayuda de un embudo de trasvase.
- Es importante que para estos pasos no se supere más del 60 - 70% del volumen final de la solución. Por ejemplo, si se desea preparar 100 mL de una solución, en lo posible no se debe utilizar más de 60 - 70 mL para estos pasos.
6. Se agita por **rotación** el matraz para homogeneizar toda la solución contenida dentro del matraz.
 7. Luego, se sigue agregando solvente por la boca del matraz hasta encontrarnos a unos pocos mililitros de alcanzar el aforo. Para finalizar el **enrase** preferentemente se lleva a volumen con una pipeta Pasteur o una pipeta, con ayuda de una propipeta, para así evitar pasarnos del enrase. En caso de que el volumen supere el enrase se debe descartar la solución y comenzar nuevamente.
 8. Para finalizar, se tapa el matraz y **se agita por inversión** para homogeneizar completamente la solución.
 9. Si es necesario guardar la solución, se trasvasa a un envase, como ser una botella, y se lo rotula correctamente.



Para preparar una solución partiendo de una de mayor concentración, **por dilución**, se sigue una técnica muy similar:

1. Realizar los **cálculos** de qué volumen de alícuota de la solución de mayor concentración es necesario tomar.
2. En el matraz **se coloca un colchón de agua** de aproximadamente el 10% del volumen final. Este paso no es obligatorio para todas las soluciones, pero sí es recomendable ya que éste colchón de agua ayudará a absorber parte de las variaciones de temperatura generadas por dilución.
3. Siempre que sea posible se prefiere tomar la alícuota con una pipeta aforada. En caso de que no se pueda, se toma la alícuota con una pipeta graduada y se trasvasa al matraz con el colchón de agua.
4. Se agrega agua hasta llegar a aproximadamente el 60 - 70 % de capacidad del matraz.
5. Se siguen los pasos 6 - 9 de la técnica para preparar soluciones a partir de una droga sólida.

Actividades

Preparación de solución de CaCl_2

1. Realizar los cálculos de masa necesaria de CaCl_2 para preparar 50 mL de solución 0,45 M. Comprobar si el sólido es anhidro o está hidratado.
2. Pesar la masa calculada y preparar dicha solución.
3. Reservar en una botella plástica y rotular correctamente.

Preparación de solución de Na_2CO_3

1. Realizar los cálculos de masa necesaria de Na_2CO_3 para preparar 50 mL de solución 0,50 M. Comprobar si el sólido es anhidro o está hidratado.
2. Pesar la masa calculada y preparar dicha solución.
3. Reservar en una botella plástica y rotular correctamente.

Preparación de solución Sørensen (50 %m/m)

Se utiliza como solución madre de Hidróxido de Sodio para preparación de soluciones más diluidas.

1. Disolver con precaución 6,2500 g de NaOH sólido en 8 mL de agua destilada, previamente hervida, para obtener 10 mL de solución.
2. Se debe eliminar el Carbonato Sódico precipitado manteniendo la solución a punto de ebullición durante al menos 20 minutos en un baño de agua caliente, o dejando precipitar las partículas durante al menos 48 horas en un recipiente de plástico resistente a los álcalis (de polietileno) y protegido del CO_2 atmosférico.
3. Las soluciones de NaOH se guardan siempre en frascos de plástico, ya que el boro silicato se corroe con estas soluciones.
4. Tener la precaución de no dejar espacio de aire en las botellas guardadas presionando la misma hasta que la solución toque la tapa del recipiente.

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

Preparación de solución de HCl 3 M

1. Realizar 50 mL de solución HCl 3M a partir de la droga comercial disponible en el laboratorio. A continuación, se adjunta una foto con la etiqueta de la droga que contiene la información necesaria para realizar los cálculos.
2. Tomar la alícuota calculada con el material correspondiente y preparar la solución.
3. Reservar en una botella de vidrio y rotular correctamente.



Preparación de Sulfocrómica

1. Pesar 3,5 g de $K_2Cr_2O_7$ en un auxiliar de pesada.
2. Medir 10,0 mL de agua destilada con probeta.
3. Medir 90,0 mL de H_2SO_4 con probeta.
4. Transferir el sólido a un Erlenmeyer de un litro con ayuda de una varilla de vidrio.
5. Enjuagar el auxiliar de pesada con pequeñas alícuotas de agua de la probeta, luego trasvasar el agua de la probeta al Erlenmeyer.
6. Colocar el Erlenmeyer sobre la platina de calefacción para favorecer la completa disolución de la sal. **No agitar el líquido.**
7. Una vez disuelto pasar el Erlenmeyer a un baño maría inverso (frío) e ir transfiriendo de forma continua el H_2SO_4 . Realizar este paso con cuidado.

Información adicional de la solución Sulfocrómica

Una de las principales funciones de esta solución es la limpieza del material de vidrio cuando se requieren agentes más potentes para tal fin.

La solución sulfocrómica es un potente agente de limpieza, sumamente corrosiva e higroscópica y debe ser almacenada en botellas con tapón de vidrio en un lugar seguro. Consiste en una solución diluida de dicromato de sodio o potasio en ácido sulfúrico concentrado. Es importante asegurarse de que el ácido sea concentrado (título mayor al 95%), puesto que la mezcla tiene efecto limpiante solamente si se cumple este requisito. La misma posee un color pardo que le imparten los iones de Cr (VI) y a medida que estos iones se reducen a Cr (III) la solución va tornándose de color verde. Cuando la mezcla adquiere color verde debe descartarse cumpliendo con todas las reglamentaciones vigentes sobre protección y seguridad del medio ambiente.



Trabajo Práctico N° 4

PRECIPITACIÓN Y TÉCNICAS GRAVIMÉTRICAS

Objetivo

- Que el alumno se interiorice con las técnicas de precipitación, filtración y calcinación.

Precipitación

Existen múltiples técnicas para obtener un precipitado a ser evaluado por un **análisis gravimétrico**. En química analítica, esta técnica consiste en determinar la **cantidad proporcionada** de un elemento o compuesto presente en una muestra, eliminando todas las sustancias que interfieren y convirtiendo el analito deseado en un compuesto de composición definida, que sea susceptible de pesarse. La **gravimetría** es un **método analítico cuantitativo**, es decir, que determina la cantidad de sustancia, midiendo el peso de la misma con una balanza analítica.

En este trabajo nos concentraremos en la precipitación en fase acuosa por reacciones entre dos iones que forman una sal insoluble.

Para poder analizar gravimétricamente un precipitado, éste debe cumplir ciertas condiciones.

- **Solubilidad:** debe tener una solubilidad lo suficientemente baja como para considerar la precipitación total de los iones.
- **Filtrabilidad:** este parámetro tiene relación con la morfología del precipitado. Es decir, al tamaño y su forma. Para que un precipitado sea fácilmente filtrable se deben obtener partículas grandes y definidas.

En este sentido encontraremos dos tipos de precipitados. Los que forman suspensiones cristalinas y coloidales. Las suspensiones coloidales son más difíciles de filtrar que las cristalinas debido a su bajo tamaño de partículas (<100 nm) y a su tendencia a no decantar.

La morfología del precipitado se ve afectada principalmente por las condiciones de precipitación, las propiedades inherentes al precipitado y los tratamientos que sucedan a la precipitación. Trabajando con una baja velocidad de agregado de los reactivos, agitación constante y a concentraciones no muy elevadas de reactivos obtendremos los mejores resultados de precipitación. Utilizando las condiciones mencionadas previamente favorecemos la velocidad de crecimiento (v_c) de las partículas por sobre la de nucleación (v_n). De esta manera tendremos menores aglomeraciones de precipitado con mayor tamaño, en vez de muchas partículas de tamaño más pequeño.

$v_n \gg v_c \Rightarrow$ Se obtienen muchos cristales de pequeño tamaño.

$v_n \leq v_c \Rightarrow$ Se obtienen pocos cristales de gran tamaño.

Para aumentar el tamaño de los cristales obtenidos se puede realizar un envejecimiento y digestión del precipitado. El envejecimiento consiste en dejar en contacto el precipitado con sus aguas madres para

B. Pisaroni – C. de la Horra – A. Devia – J. Ledesma

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

eliminar aguas de ocusión y aumentar el tamaño del precipitado. Mientras que la digestión consiste en calentar el conjunto de precipitados y aguas madres. Al calentar la solución aumenta la solubilidad del precipitado, generando que parte del mismo se disuelva. Luego, al enfriar la solución disminuye la solubilidad conllevando a la reprecipitación del sólido inicialmente disuelto. En este proceso, el sólido nuevo que precipite se depositará sobre los cristales ya existentes, debido a que es termodinámicamente más favorable, generando así el crecimiento de los mismos. En esencia la digestión hace lo mismo que el envejecimiento, pero con mayor velocidad.

- **Pureza:** el precipitado debe tener una alta pureza o ser fácilmente purificable. Es decir que se le puedan remover las impurezas de manera sencilla.

Las principales impurezas que puede tener un precipitado son iones adsorbidos en su superficie, ocluidos en su estructura o incluso la coprecipitación de otros iones. Para eliminar las impurezas adsorbidas en la superficie se debe lavar con algún solvente que no disuelva el precipitado pero que sí arrastre a las impurezas. Las impurezas ocluidas son mucho más difíciles de remover. Una de las impurezas más comunes que pueden quedar ocluidas son moléculas de agua. Estas sí se pueden remover por digestión o envejecimiento y luego por secado o calcinación se eliminan completamente.

- El precipitado debe tener una **composición química conocida**, estequiométricamente definida y estable. Esto es fundamental debido a que sino no se podrá relacionar la masa pesada al final de la técnica con la concentración inicial de las especies en la solución.

Filtración

La filtración sirve para separar sistemas heterogéneos empleando un medio físico, tal como papel, placa de vidrio fritada o porosa, etc., empleando la acción de la gravedad. Dependiendo de las características del sistema, se pueden emplear los sistemas a presión normal o a presión reducida (aplicando vacío por acción de bombas mecánicas o trampas de agua). Se fundamenta en que alguno de los componentes de la mezcla no es soluble en el otro. Tipo de filtraciones a aplicar en sistemas sólido-líquido:

- a **presión atmosférica**.
- a **presión reducida** (aplicando vacío).

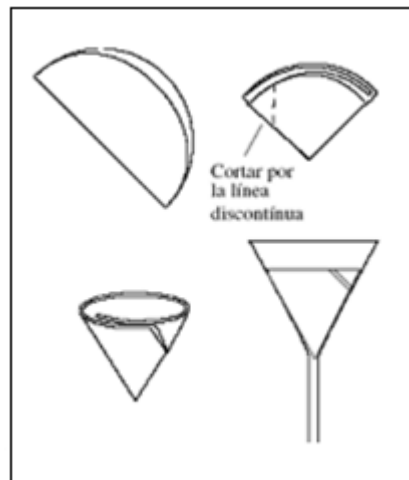
En esta práctica vamos a utilizar presión atmosférica con embudo de vidrio.

Materiales a utilizar

- Soporte universal, aro con nuez, vasos de precipitado de 250 mL o 500 mL, varilla de vidrio.
- **Embudo:** los embudos deben seleccionarse cuidadosamente. Los comunes tienen un cono de 60° y el vástago no debe ser muy ancho. Se sostienen con anilla cuyo diámetro será determinado por el tamaño del embudo.
- **Papel de filtro:** el papel de filtro (fibras de celulosa) para uso cuantitativo debe estar libre de cenizas. Existen papeles de filtro de diferentes tamaños de poro. Esta porosidad debe estar en consonancia con el tamaño de las partículas a filtrar. Cuanto más denso sea el papel (poros más finos), más lenta será la filtración. La medida está determinada por la cantidad de precipitado más que por la cantidad de líquido a filtrar.

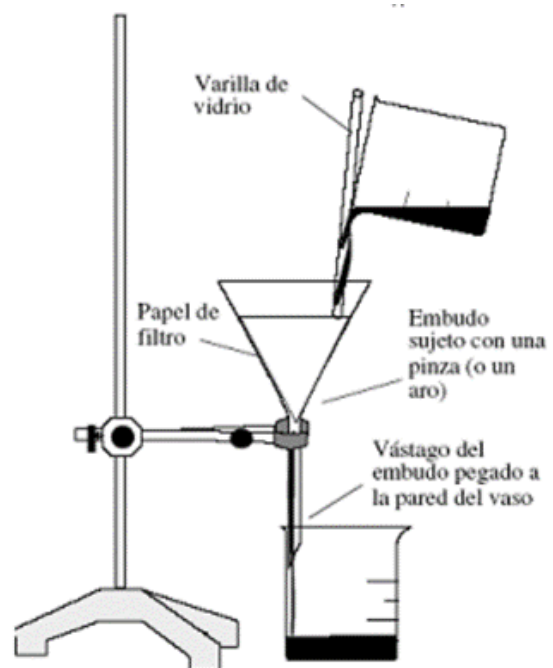


El papel de filtro se pliega como se muestra a continuación.



Una vez colocado en el interior del embudo, se humedece el papel con agua de una piseta y se presiona su tercio superior con el fin de que la superficie externa del papel se adhiera perfectamente a la pared interna del embudo. Cuando se vierte agua en el filtro debe llenarse el vástago del embudo. El vidrio que está arriba del papel no debe humedecerse. Es muy importante que haya en el vástago una columna de líquido ininterrumpida porque el peso de dicha columna produce una succión que acelera el proceso de filtración.

El embudo con el papel de filtro se situará sobre un soporte, de forma que el vástago se halle en contacto con la pared del recipiente de recogida del líquido de filtrado para prevenir salpicaduras, y a continuación se irá vertiendo el líquido en el embudo, deslizándolo por la varilla. Debe cuidarse mucho que, en las adiciones de producto al filtro, la disolución no rebase nunca el borde del papel pues en ese caso pasaría líquido sin atravesar el papel de filtro y arrastraría parte del precipitado. El sólido no llenará en lo posible más de un tercio del filtro y nunca más de la mitad de este.



Proceso de filtrado

Si el precipitado, luego de ser filtrado, va a ser **secado** es fundamental registrar el peso del papel de filtro que se coloca en el embudo. Por lo tanto, se deben seguir todos los pasos de doblado y colocado descriptos anteriormente, con la diferencia de que antes de humedecer el papel y pegarlo al embudo se lo debe pesar en balanza analítica. Si el precipitado será **calcinado** no es importante registrar su peso, ya que al seguir el proceso la celulosa del papel es destruida por el calor, quedando solo su contenido mineral. Para esta última

B. Pisaroni – C. de la Horra – A. Devia – J. Ledesma

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

técnica se deben utilizar papeles de filtro especiales que tienen la tara de las cenizas que dejan luego de ser calcinadas.

- Se retira la varilla del vaso, cuidando de no perder gotas de líquido y se mantiene vertical sobre el embudo.
- Se apoya la varilla contra el borde del vaso y se lo inclina lentamente haciendo que el líquido fluya por la varilla hacia el papel. Al transferir el líquido al filtro no revolver el precipitado que está en el fondo del vaso. Mientras el líquido fluye libremente a través del filtro, el vaso se mantiene inclinado, y se vierte un chorro lento en el embudo.
- Una vez vertido la mayor parte del líquido sobrenadante, vendrán las partículas del precipitado, y disminuirá gradualmente la velocidad de la filtración debido a que se obturan los poros del papel con el precipitado. Esperar a que se desocupe el filtro. Mantenerlo siempre lleno de líquido para impedir que se vacíe el vástago. Examinar el líquido filtrado en busca de partículas de precipitado que puedan haber atravesado el papel. Si se encuentran, pasar a través del filtro el líquido del vaso receptor recibiendo el filtrado en otro vaso.
- Cuando se ha vertido todo el líquido sobrenadante posible comienza el lavado por decantación. Se vierte contra las paredes del vaso un chorro del líquido lavador de la piseta para empujar hacia abajo las partículas adheridas, se agita el precipitado y luego se deja sedimentar. Después de cada adición se deja que el filtro se agote completamente. La operación se repite hasta ensayo negativo (hacer un ensayo con las aguas madres para corroborar presencia o ausencia de precipitado o iones). La parte principal del precipitado se transfiere al filtro mezclándola con la solución de lavado y vertiendo la suspensión; el procedimiento se repite hasta que la mayor parte del sólido esté sobre el papel.
- Lavar el precipitado en el filtro. La clase de solución que se use para lavar depende del precipitado. Si el precipitado es soluble en agua no puede lavarse con este solvente.

Secado y Calcinación

Una vez separado el precipitado de interés de las aguas madres es necesario eliminar el exceso de humedad para poder determinar su masa. Para esto existen dos técnicas que se utilizan en el laboratorio: el secado y la calcinación. La elección de la técnica a emplear dependerá principalmente de si se está siguiendo el protocolo de una norma, la naturaleza del precipitado, su higroscopicidad, etc.

Tanto el secado como la calcinación son **tratamientos térmicos**. Las técnicas se diferencian entre sí por las temperaturas a las que son sometidas las muestras, en la calcinación se utilizan temperaturas mucho más altas que en el secado. De la mano con la diferencia nombrada anteriormente es que se utilizan equipos distintos. En el **secado** la técnica se lleva a cabo en una **estufa** (se utilizan temperaturas que varían entre los 60 y 120 °C y se elimina de esta manera el solvente o la humedad); mientras que en la **calcinación** se lo hace



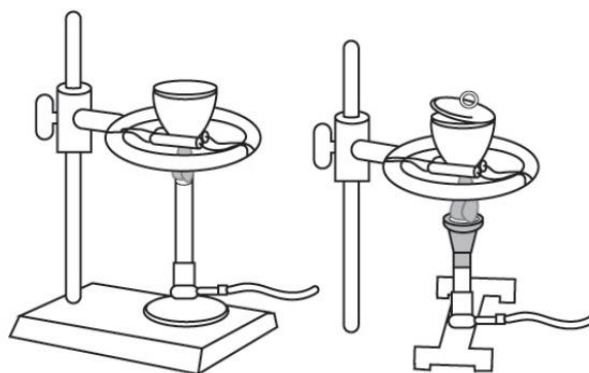
en una **mufla** (se trabaja con temperaturas superiores a 400°C, se elimina el agua y la materia orgánica de la muestra sufre una combustión).

Para el tratamiento cuantitativo de la muestra durante el **secado** se realizan los siguientes pasos:

- El filtro se saca cuidadosamente del embudo y se lo coloca completamente abierto sobre un vidrio de reloj o un cristallizador.
- Se introduce dentro de una **estufa** a una cierta temperatura por un determinado tiempo. Estos factores dependen del precipitado que se esté secando.
- Una vez pasado el tiempo, se traspasa el precipitado ya seco a un desecador para dejar que se enfríe en un ambiente libre de humedad.
- Se pesa en una **balanza analítica** y se vuelve a colocar en la estufa.
- Este procedimiento se realiza hasta secada constante. Es decir que entre dos pesadas consecutivas no haya una diferencia mayor a un 5% del peso en seco del sólido.

Por otra parte, la **calcinación** consiste en someter un precipitado a temperaturas intensas. Para el tratamiento cuantitativo se realizan los siguientes pasos:

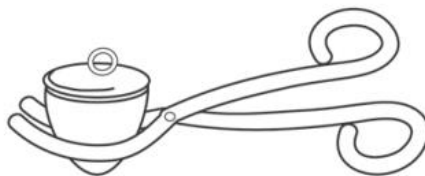
- El filtro se saca cuidadosamente del embudo y los bordes del papel se doblan de manera tal que quede como completamente cerrado.
- El papel con el precipitado se coloca sobre un crisol previamente pesado, con el lado que tiene las tres capas de papel hacia abajo, cuidando que no sobresalga por los bordes del crisol.
- La calcinación, en primera instancia, puede efectuarse directamente sobre el mechero, en cuyo caso el crisol se apoya apenas inclinado en un triángulo de pipa, hasta llevar el papel a cenizas de color gris o hasta que cese el humo. Mientras tanto es recomendable encender la mufla y programar la misma a la temperatura indicada.



Cuando cese el desprendimiento de humos se debe colocar el crisol a 45° y se destapa para dejar ingresar O₂. Se mantiene el crisol sobre el mechero hasta que en el fondo del crisol queden cenizas blancas grisáceas.

- Luego se toma la pinza para crisoles y se lleva la muestra a la mufla por 20 minutos aproximadamente.

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO



Generalmente la calcinación se comienza a temperatura baja, la cual se incrementa a medida que va progresando.

- Las muflas son hornos eléctricos, su interior se encuentra recubierto de ladrillo refractario que ayuda a alcanzar y mantener en el interior temperaturas de hasta 1000 °C o más, dependiendo del modelo.
- Cuando finaliza la calcinación, y mientras aún está caliente, se coloca el crisol en el desecador. Siempre manipulando el material con pinza.
- Una vez que el crisol alcanza la temperatura ambiente, se pesa y se calcina de nuevo entre 10 a 15 minutos.
- Se repite eso último hasta peso constante, que se pone de manifiesto con dos pesadas consecutivas que no difieran en más de 5 %, en el caso más común.

Actividades

Precipitación de Carbonato de Calcio

1. Tomar una alícuota de 40,00 mL de solución de CaCl_2 0,45 M y trasvasar a un vaso de precipitados de 100 mL.
2. Tomar una alícuota de 40,00 mL de solución de Na_2CO_3 0,50 M y trasvasar a un vaso de precipitados de 100 mL.
3. Calentar ambos vasos de precipitados hasta 50 °C aproximadamente. En caliente, agregar 1 mL de la solución de Na_2CO_3 al vaso de precipitados que contiene el CaCl_2 lentamente y agitando constantemente.
4. Agregar el resto de la solución de a pequeñas porciones. Esta operación se realiza siempre bajo agitación constante y lenta.
5. Filtrar el precipitado obtenido y lavar con porciones de 10 mL de agua destilada hasta ensayo negativo. En cada lavado tomar dos alícuotas pequeñas y colocarlas en dos tubos. En uno de los tubos verificar presencia de cloruros y en el otro de carbonatos.
6. Colocar el papel de filtro con el precipitado en su interior, en una cápsula de porcelana o vidrio de reloj y llevar a la estufa a 110 °C durante una hora.
7. Cuando finaliza el secado, y mientras aún está caliente, se coloca la cápsula de porcelana en el desecador.
8. Una vez que el crisol alcanza la temperatura ambiente, se pesa y se seca de nuevo entre 10 a 15 minutos.



9. Repetir los puntos 7 - 9 hasta pesada constante. Es decir que la diferencia entre dos pesadas consecutivas sea menor al 5% de la masa teórica del precipitado.

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

Trabajo Práctico N° 5 DENSIMETRÍA

Objetivo

- Comprender los fundamentos de los diferentes métodos para la determinación de la densidad.

Densidad de un líquido con picnómetro

La densidad es una propiedad básica de cualquier líquido, y se define como la cantidad de masa que entra en una unidad de volumen. Las unidades más comunes de densidad son g/mL y kg/m³.

En este caso se determinará la densidad de un líquido con un picnómetro. Este instrumento es un recipiente de vidrio con tapa, que cuenta con un tubo capilar en posición vertical que se encuentra abierto a la atmósfera. Este capilar abierto permitirá que el enrase del picnómetro con líquido se haga siempre del mismo modo (llenando un volumen constante, que es el volumen del picnómetro). El cuello del picnómetro es de vidrio esmerilado para favorecer el cierre. Por su forma, en el llenado pueden quedar burbujas alojadas bajo el esmerilado, es importante evitar que queden atrapadas.

El procedimiento con picnómetro permite el cálculo de la densidad de cualquier líquido a través de tres determinaciones gravimétricas (a través de la determinación de tres masas con una balanza analítica). Es importante tener en cuenta que, puesto que los líquidos varían su volumen con la temperatura, la densidad también sufre esta variación.



Procedimiento

- A continuación se detalla el procedimiento experimental para determinar la densidad de una cierta disolución acuosa (ρ_d).

Para determinar la densidad de un líquido con el método del picnómetro, solamente se necesita la masa del mismo en tres situaciones diferentes. Todas las masas deben determinarse en balanza analítica y con la tapa.

1. Pesar el picnómetro vacío y anotar su masa (m_p)
2. Enrasar el picnómetro con fluido de referencia (generalmente agua) y anotar su masa (m_{p+w}).

Enrasar el picnómetro, evitando la formación de burbujas en su interior. Al cerrarlo, el nivel de agua subirá por el capilar y ésta rebosará, quedando el capilar también lleno de agua. Una vez el agua haya rebosado, habrá que secar el picnómetro por fuera antes de pesarlo.

3. Enrasar el picnómetro con una disolución (líquido cuya densidad queremos hallar) y anotar su masa (m_{p+d}). Se seguirá el mismo procedimiento y se tendrán las mismas precauciones que al enrasar el picnómetro con agua.



4. Realizar los cálculos necesarios para la determinación de la densidad

Así se obtienen tres datos de masa para la determinación de la densidad de la disolución: m_p , m_{p+w} y m_{p+d} . Con estos tres valores se puede determinar la densidad del líquido utilizando la siguiente fórmula:

$$\rho_r = \frac{\rho_d}{\rho_w} = \frac{m_{p+d} - m_p}{m_{p+w} - m_p}$$

Cabe destacar que de esta manera nosotros obtenemos la **densidad relativa** del líquido. Por lo que para obtener la densidad de la muestra analizada se debe multiplicar la densidad relativa obtenida por la densidad del líquido de referencia a la temperatura de trabajo. Usualmente, como ya marcamos antes, el líquido de referencia es agua destilada.

Desarrollo de la ecuación para determinar la densidad de una solución con picnómetro.

La densidad de nuestra solución (ρ_d) será el cociente entre la masa de disolución que hay alojada en el interior del picnómetro y el volumen de éste:

$$\rho_d = \frac{m_d}{V_p}$$

El valor del numerador de este cociente es fácil de hallar, puesto que la masa de disolución en el interior del picnómetro será la resta de dos masas ya determinadas: la del picnómetro lleno de disolución y la del picnómetro vacío ($m_{p+d} - m_p$). Por lo tanto, la ecuación quedaría así:

$$\rho_d = \frac{m_{p+d} - m_p}{V_p}$$

Llegados a este punto, para poder calcular la densidad de la disolución hay que hallar el volumen del picnómetro (V_p). Con este fin se realizará la determinación de m_{p+w} (masa del picnómetro enrasado con agua, que es el fluido de referencia). Cuando el picnómetro está lleno de agua se cumple que:

$$\rho_w = \frac{m_w}{V_w} = \frac{m_w}{V_p}$$

En donde se asume que el volumen de agua V_w es igual al volumen del picnómetro V_p , cuando el picnómetro está enrasado con agua. A partir de esta expresión se puede determinar fácilmente V_p :

$$V_p = \frac{m_w}{\rho_w} = \frac{m_{p+w} - m_p}{\rho_w}$$

Ya tenemos una expresión para el volumen del picnómetro, finalmente se sustituye ésta en la de ρ_d , para obtener la ecuación que nos permitirá calcular la densidad de nuestra disolución:

$$\rho_d = \frac{m_{p+d} - m_p}{m_{p+w} - m_p} \cdot \rho_w$$

Actividades

1. Pesar 250 g de azúcar de mesa y trasvasar a un vaso de precipitados de 1 L.
2. Agregar al vaso 750 mL de agua destilada y disolver completamente el azúcar. De ser necesario calentar suavemente la solución. **Solución madre.**
3. Preparar 250 mL de una dilución al medio de la solución madre. **Solución 1.**

B. Pisaroni – C. de la Horra – A. Devia – J. Ledesma

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

4. Preparar 250 mL de una dilución al cuarto de la solución madre. **Solución 2.**
5. Determinar la densidad de la **solución madre, solución 1 y solución 2**, utilizando un picnómetro y agua como solvente de referencia.

Densidad de un líquido con densímetro

El densímetro es un cuerpo cilíndrico de vidrio, hueco, con un lastre en su extremo inferior (de forma periforme) y su extremo superior (delgado) contiene una escala graduada en unidades de densidad de diferentes rangos. Su funcionamiento se basa en el Principio de Arquímedes, que establece: "todo *cuerpo sumergido en un líquido, experimenta un empuje de abajo hacia arriba igual al peso del volumen del líquido desalojado*". Al sumergir el densímetro en el líquido cuya densidad se quiere determinar, se hunde por el lastre que presenta, pero recibe una fuerza hacia arriba por efecto del empuje. Cuando las fuerzas se equilibran, el densímetro flota en el líquido y se lee en la escala graduada la densidad del mismo. Cuando se sumerja al densímetro en una solución de mayor densidad que el agua, el empuje que reciba será mayor y por lo tanto flotará más. Esto se expresa en la graduación de la columna, en donde se podrá leer la densidad relativa. El caso inverso resultará con los líquidos de menor densidad.



Procedimiento

1. Se coloca en una probeta de 250 mL el líquido al que se le quiere determinar la densidad.
2. Se introduce el densímetro en el líquido. Se debe tener **cuidado** de no soltarlo y que golpee el fondo de la probeta, para evitar posible rotura. Al introducirlo se hace con un movimiento de giro del densímetro, para que quede en el medio y de esa manera no toque las paredes de la probeta (ya que no flotaría libremente).
3. Se mira dónde enrasa el menisco del líquido en la escala graduada y se determina la densidad.

Actividades

- Determinar la densidad de la **solución madre, solución 1 y solución 2** utilizando un densímetro.

Densidad de un sólido por desplazamiento de líquido

De acuerdo con la expresión de densidad, para determinar la densidad de un sólido necesitamos dos magnitudes, la masa y el volumen del mismo. La **masa** se obtiene mediante la utilización de una balanza granataria.

$$\rho = \frac{m}{V}$$

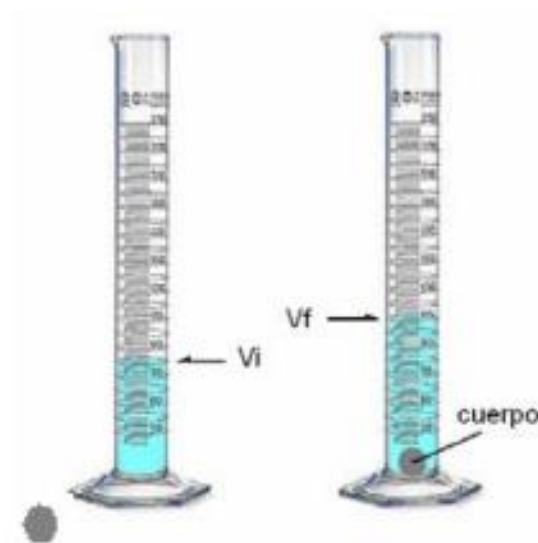
Mientras que, **para determinar el volumen**, se puede proceder de la siguiente manera:



1. Llenar una probeta con agua hasta un volumen definido (volumen inicial: V_i), a continuación se introduce el cuerpo, con la probeta inclinada, para evitar derramar agua y no romper el fondo de la probeta.

2. Se mide el volumen (volumen final: V_f), teniendo la precaución de que no haya burbujas y el cuerpo esté totalmente sumergido.

3. Por diferencia entre el V_f y el V_i , se obtiene el volumen del cuerpo. Este método se emplea tanto para cuerpos irregulares como regulares. El líquido utilizado no debe reaccionar, ni disolver al sólido.



Actividades

Determinar la densidad del sólido provisto por los docentes por desplazamiento de un líquido.

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

Trabajo Práctico N° 6 CALIBRACIÓN DE MATERIAL DE VIDRIO

Objetivo

- Conocer la técnica de calibración de un material de vidrio y calibrar una pipeta.

Introducción Teórica

Todos los instrumentos de medida que se utilizan tienen algún tipo de escala para medir una magnitud, como masa, volumen, fuerza, corriente eléctrica, etc. El calibrado es el proceso de medir la cantidad real de masa, volumen, fuerza, corriente eléctrica, etc. que corresponde a la cantidad indicada en la escala del instrumento. Por ejemplo, un matraz aforado de 25,00 mL está certificado para contener $25,00 \pm 0,03$ mL si se usa de forma adecuada. A través de una serie de ensayos se encuentra que dicho matraz contiene $25,11 \pm 0,04$ mL, esto significa que el matraz contendría 0,11 mL más que el valor certificado por el fabricante.

Para una mayor exactitud, el material de vidrio volumétrico debe ser calibrado para conocer el volumen que realmente contiene o que puede trasvasar. Esto se hace midiendo la masa de agua contenida o trasvasada por el recipiente y usando la densidad del agua para convertir la masa en volumen.

Es necesario tener en cuenta el efecto boya y la dilatación térmica de las disoluciones y del material de vidrio si se producen cambios de temperatura. Por lo tanto, se debe conocer la temperatura de trabajo, la temperatura del laboratorio. La **Tabla 1** muestra la densidad del agua y cómo varía la misma al cambiar la temperatura de trabajo con las correcciones por el efecto boya y la dilatación térmica

Tabla 1: Densidad del agua.

Densidad del agua		Volumen de un gramo de agua (mL)	
Temperatura (°C)	Densidad (g/mL)	A la temperatura mostrada ^a	Corregido a 20 °C ^b
10	0,999 702 6	1,001 4	1,001 5
11	0,999 608 4	1,001 5	1,001 6
12	0,999 500 4	1,001 6	1,001 7
13	0,999 380 1	1,001 7	1,001 8
14	0,999 247 4	1,001 8	1,001 9
15	0,999 102 6	1,002 0	1,002 0
16	0,998 946 0	1,002 1	1,002 1
17	0,998 777 9	1,002 3	1,002 3
18	0,998 598 6	1,002 5	1,002 5
19	0,998 408 2	1,002 7	1,002 7
20	0,998 207 1	1,002 9	1,002 9
21	0,997 995 5	1,003 1	1,003 1
22	0,997 773 5	1,003 3	1,003 3
23	0,997 541 5	1,003 5	1,003 5
24	0,997 299 5	1,003 8	1,003 8
25	0,997 047 9	1,004 0	1,004 0
26	0,996 786 7	1,004 3	1,004 2
27	0,996 516 2	1,004 6	1,004 5
28	0,996 236 5	1,004 8	1,004 7
29	0,995 947 8	1,005 1	1,005 0
30	0,995 650 2	1,005 4	1,005 3

a. Corregido por efecto boya con la ecuación 2.1.
b. Corregido por efecto boya y la dilatación del vidrio de borosilicato ($0,001 0\% K^{-1}$).

El hecho de que la masa leída por una balanza para una determinada sustancia no coincida exactamente con la verdadera masa pesada en el vacío está relacionado con el *Efecto Boya*. Se llama *efecto boya* a la fuerza



aparente que disminuye la masa medida. Esto sucede dado que cuando se pesa un objeto se desplaza un volumen determinado de aire, la masa aparente del objeto (la que nos indica la balanza) es menor que la masa real en una cantidad que es igual a la masa del aire desplazado. Este mismo efecto, también tiene lugar cuando se calibra la balanza con las pesas patrón, ya que tampoco se lleva a cabo la pesada en el vacío. Por lo tanto, se requiere una corrección de masa siempre que la densidad del objeto pesado no sea igual a la densidad de las pesas patrón (que suele ser 8,0 g/mL). Dicha corrección se lleva a cabo mediante la siguiente ecuación:

$$m = \frac{m' \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_p}\right)}{\left(1 - \frac{\rho_a}{\rho}\right)}$$

Donde m es la masa real, m' es la masa aparente que medimos en la balanza, ρ_a es la densidad del aire = 0,0012 g/mL, ρ es la densidad de la sustancia u objeto que se pesa; y, ρ_p es la densidad de las pesas = 8 g/mL.

Dado que la concentración de una disolución es proporcional a su densidad, podemos escribir la siguiente igualdad como Corrección para la dilatación térmica:

$$c' \rho' = c \rho$$

donde c' y ρ' son la concentración y la densidad a la temperatura T' , y c y ρ , a la temperatura T .

Por ejemplo, tenemos una disolución acuosa 0,0305 M (c') que fue preparada en invierno, cuando la temperatura del laboratorio era de 17 °C (T'). Un día de primavera, cuando la temperatura es de 25 °C (T), la molaridad de esa disolución cambia a 0,0304 M (c). Suponemos que la dilatación térmica de una disolución diluida es igual que la del agua pura. Utilizamos los datos de densidad del agua de la tabla anterior para cada temperatura, $\rho'_{17^\circ\text{C}} = 0,9988$ g/mL y $\rho'_{25^\circ\text{C}} = 0,9971$ g/mL.

Actividades

Calibración de una pipeta de 25 mL

1. Encender la balanza y esperar para su estabilización.
2. Medir la temperatura, humedad y presión atmosférica del aire en el interior del gabinete de pesada y la temperatura del agua destilada dentro del frasco.
3. Con ayuda de unos “dedos de goma” introducir un pesafiltro limpio, vacío y con la tapa colocada en el interior del gabinete de pesada y apoyarlo sobre el platillo lo más en el centro posible. Tara la balanza.
4. Por intermedio de una propipeta aspirar el agua destilada y luego enrasar la pipeta aforada de 25,00 mL a calibrar.
5. Con ayuda de unos “dedos de goma” retirar el pesafiltro de la balanza y emitir el contenido de la pipeta dentro de este.
6. Ingresar nuevamente el pesafiltro (con la tapa puesta) a la balanza y registrar el valor obtenido.
7. Repetir los pasos anteriores: tara, llenado y enrase de la pipeta, emisión y pesada; al menos tres veces. La intención es que obtenga una serie de valores próximos entre sí.

B. Pisaroni – C. de la Horra – A. Devia – J. Ledesma

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

8. Registrar nuevamente la temperatura, humedad y presión atmosférica del aire en el interior del gabinete de pesada y la temperatura del agua destilada dentro del pesafiltro. Ningún valor debe haber cambiado con los iniciales más de un 2%, sino se debería repetir todo el proceso.
9. Finalmente, usar la siguiente ecuación para convertir la masa en volumen.

$$\text{Volumen real} = (\text{gramos de agua}) \times (\text{volumen de 1 g de H}_2\text{O})^c$$

c. Dato de la tabla de densidad del agua considerando las correcciones por efecto boya y dilatación térmica.



Trabajo Práctico N° 7 ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN UV - VISIBILE

Introducción

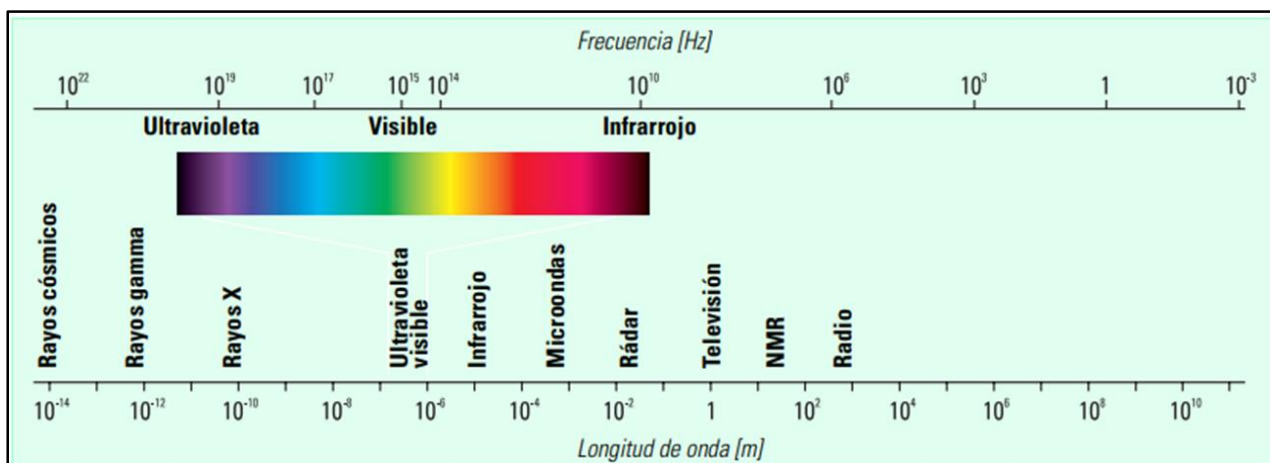
La espectroscopía es la ciencia que estudia la interacción entre la radiación y la materia. La espectrofotometría es el conjunto de técnicas que utilizan la luz para medir concentraciones químicas. Los métodos espectroscópicos de análisis están basados en la medida de la radiación electromagnética que es absorbida o emitida por una sustancia. En función de ello se clasifican fundamentalmente en métodos de absorción y de emisión.

- **Métodos de absorción:** basados en la disminución de la potencia de un haz de radiación electromagnética al interaccionar con una sustancia;

- **Métodos de emisión:** basados en la radiación que emite una sustancia cuando es excitada previamente.

La **espectroscopía de absorción Ultravioleta – Visible (UV-Vis)** es una de las técnicas instrumentales más útiles y utilizadas en química analítica. Se basa en estudiar la interacción de la radiación electromagnética con la materia. En concreto, se mide la cantidad de luz absorbida en función de la longitud de onda (λ) utilizada. Esta técnica permite identificar sustancias químicas, mediante el análisis cualitativo, y determinar su concentración mediante un análisis cuantitativo.

El **espectro electromagnético** se compone de todas las clases de radiación en el universo, que abarca desde longitudes de onda (λ) muy cortas (rayos cósmicos y rayos gamma) hasta longitudes de onda muy largas (microondas y ondas de radio). La radiación ultravioleta (UV) y visible representa apenas una pequeña porción del espectro electromagnético. En concreto, la radiación UV ocupa un rango entre 190 y 350 nm, y la radiación visible ocupa un rango entre 350 y 800 nm. En esta última región, se le puede hacer coincidir a cada longitud de onda un color en particular.

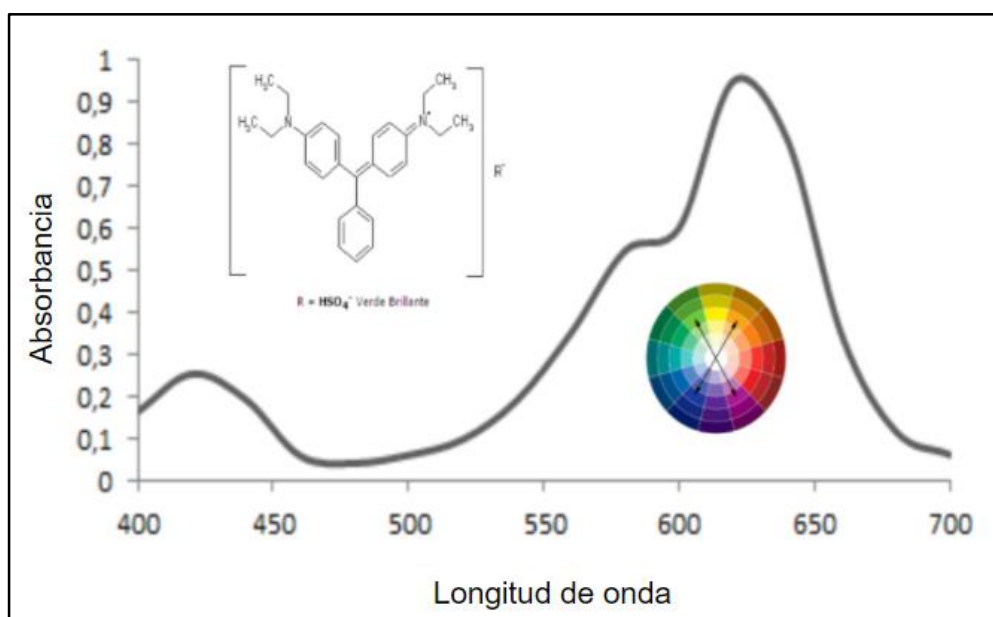
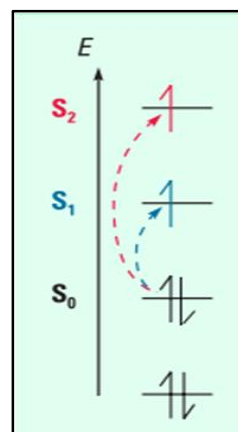


INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

La **absorción de radiación en el UV-visible** se basa en las **transiciones electrónicas** entre niveles energéticos de los átomos de la muestra. Los electrones más externos, los electrones de valencia, pueden saltar a otro orbital vacío de mayor nivel energético y se les transmite la energía adecuada. Esto ocurre por la absorción de un fotón cuya energía coincide exactamente con la diferencia de energía entre el estado fundamental y el estado excitado del átomo.

Si hacemos un **barrido espectral** y representamos gráficamente la intensidad de absorción de radiación en función de la λ obtenemos lo que se denomina "la huella dactilar" de un compuesto. Se lo denomina así, debido a que cada espectro de absorción de cada sustancia es único, ya que presenta máximos de energía a λ característicos y con diferentes intensidades.

Los barridos espectrales son útiles para el **análisis cualitativo** puesto que estudiando la localización de los máximos de energía en un espectro se pueden identificar y diferenciar unos compuestos de otros. Para el **análisis cuantitativo**, la información la obtenemos de la intensidad de absorción de cada compuesto, a su λ característica, dado que es mayor la intensidad de absorción cuanto mayor sea su concentración.



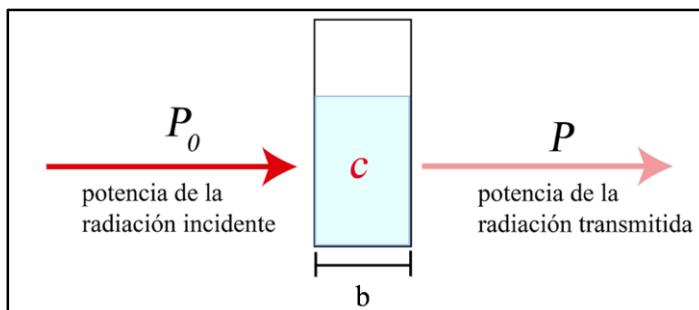


Análisis cuantitativo

Cuando una muestra absorbe luz, la irradiancia del haz de luz disminuye. La **irradiancia**, P , es la energía por segundo y por unidad de área del haz de luz.

Cuando una de radiación monocromática, de una determinada longitud de onda, atraviesa una muestra de longitud b la irradiancia del haz incidente (P_0) se atenúa disminuyendo hasta P .

La **transmitancia**, T , se define como la fracción de la luz incidente que pasa a través de la muestra.



$$T = \frac{P}{P_0}$$

Por tanto, T puede adoptar valores entre 0 a 1. Es común expresar a la transmitancia de manera porcentual. La **absorbancia**, A , se define como.

$$A = -\log \log T = \log \log \frac{P_0}{P}$$

La absorbancia es una medida importante ya que puede relacionarse de manera directa con la concentración de la especie que absorbe la luz en la muestra. Esta relación fue determinada de manera empírica y se la conoce como **Ley de Beer – Lambert**. La cual podría escribirse de la siguiente manera:

$$A = a b c = \epsilon b c$$

En donde A es la absorbancia de la muestra y es adimensional; a es el coeficiente de extinción o absorptividad y tiene unidades de concentración⁻¹cm⁻¹; b es el paso o camino óptico y se expresa generalmente en centímetros; y c es la concentración. Cuando la concentración se expresa en molaridad, al coeficiente a se lo llama **coeficiente de extinción molar** o **absortividad molar** y se lo representa con la letra ϵ .

Es importante destacar que la absorptividad depende de la longitud de onda a la que se mida, por lo que la Ley de Beer sólo es válida cuando las mediciones se realizan a una misma longitud de onda. Caso contrario varía esta constante y por consiguiente la absorbancia.

La ley de Beer afirma que la absorbancia es proporcional a la concentración de la especie absorbente siempre que se cumplan las siguientes condiciones:

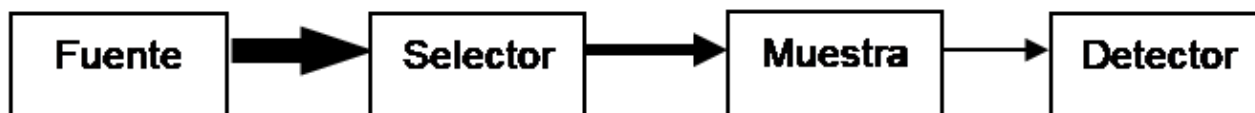
- Se deben utilizar disoluciones muy diluidas (concentraciones mM).
- La especie absorbente no debe asociarse, disociarse o reaccionar con el solvente.
- La radiación debe ser monocromática.

Para medir la transmitancia, o absorbancia, de una muestra se utiliza un equipo llamado **espectrofotómetro**. Los componentes clave de un espectrofotómetro, son:

B. Pisoni – C. de la Horra – A. Devia – J. Ledesma

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO

1. Una fuente que genera una banda ancha de radiación electromagnética,
2. Un dispositivo de dispersión que selecciona una longitud de onda particular,
3. Un recipiente para la muestra, en los espectrofotómetros UV-Visible se utilizan cubetas que contienen la solución a medir. Estas cubetas pueden ser de acrílico o vidrio óptico para la región visible o cuarzo para la región UV, aunque también pueden utilizarse para la región visible.
4. Un sistema de detectores para medir la intensidad de la radiación.



Una **curva de calibración** es una herramienta que se utiliza para verificar el correcto funcionamiento de un instrumento o sistema de medida, comparando sus resultados con los de un patrón de referencia¹. También es un método muy utilizado para conocer la concentración de un analito en una muestra.

La curva de calibración **muestra la relación entre la señal analítica** que proporciona el instrumento y la **concentración de la sustancia que se quiere medir** (analito) en una muestra. Esta relación debe ser proporcional y, en muchos casos, lineal.

- Para elaborar una curva de calibración se requieren los siguientes pasos:
- Preparar una serie de soluciones con concentraciones diferentes y conocidas de analito, llamadas soluciones patrón o soluciones de la curva.
- Medir con el instrumento la señal analítica de cada solución patrón.
- Representar gráficamente la señal analítica en función de la concentración de analito y obtener la ecuación que describe la curva de calibración.
- Utilizar la curva de calibración para determinar la concentración de analito en muestras desconocidas, midiendo su señal analítica y aplicando la ecuación de la curva.

¹ Patrón de referencia: es una solución de concentración perfectamente conocida



Parte experimental

Objetivo:

- Aprender a usar un espectrofotómetro UV-Vis.
- Realizar una curva de calibración a partir de una solución patrón concentrada de azul brillante. Verificar el cumplimiento de la Ley de Beer.
- Calcular la concentración de azul brillante en una muestra con los datos obtenidos.

Instrumental

- Espectrofotómetro UV-Vis.
- Cubeta de policarbonato o vidrio

Muestras

- Frizze® ultra blue (desgasificado).
- Gatorade® Cool Blue.

Reactivos

- Solución patrón de azul brillante 52,0 mg/L (52 ppm)

Introducción:

El azul brillante es un colorante sintético que se emplea en la industria alimentaria para teñir los alimentos de color azul, su código es el E133. Se emplea en la tinción de bebidas, helados y en repostería. Según el Código Alimentario Argentino, el colorante azul brillante en bebidas no debe exceder los 0,010 g cada 100 mL de muestra. Este colorante cumple con la Ley de Beer en un amplio intervalo de concentraciones.

Procedimiento:

1. Preparar las soluciones para la construcción de la curva de calibración (5 puntos por simplificado) a partir de la solución patrón de azul brillante, teniendo en cuenta el material volumétrico disponible. Concentraciones de las soluciones a preparar: 2 mg/ L, 3 mg/ L, 4 mg/ L, 5 mg/ L y 6 mg/ L.
2. Medir la absorbancia ($\lambda = 630$ nm) de las diferentes soluciones patrones, empezando por la más diluida.
3. Medir la absorbancia de las muestras comerciales a la longitud de onda seleccionada.
4. Realizar la curva de calibración.
5. Calcular la concentración de las muestras comerciales.
6. Realizar el informe del trabajo realizado.

BIBLIOGRAFÍA

Bibliografía consultada en la elaboración del apunte

- Chisten, HR (1976). Química 2° Edición. Editorial Reverté S.A.
- Harris, DC (2016). *Análisis Químico Cuantitativo* 3° edición. Editorial Reverté S.A.
- Mueller-Harvey, I y Baker RM (2013). *El análisis químico en el laboratorio*. Editorial Acribia S.A.
- *SGA en la Empresa. Fichas de Datos de Seguridad*. (2019, January 14). Argentina.gob.ar. <https://www.argentina.gob.ar/srt/capacitacion/SGA/notas-tecnicas/SGA-empresa>
- TempsNZ - Recruitment Agency in Auckland, New Zealand. (2024, August 7). Pictogramas de Seguridad - Descubre su Significado y Usos. *Coditeq - Codificación y Etiquetado Industrial*. <https://www.coditeq.com.co/pictogramas-de-seguridad/>
- Vicente Serna, E. (2017). *Registro, clasificación, organización y almacenamiento seguro de productos químicos en un laboratorio*.