

ABSORCIÓN MOLECULAR

Práctica N° 1. DETERMINACIÓN SIMULTÁNEA DE Mn Y Cr EN UNA MEZCLA

(ESTUDIAR EXPERIMENTOS 25 G. CHRISTIAN Y 16.3 FISCHER)

Soluciones y reactivosEstándar 1000 ppm de $K_2Cr_2O_7$ preparada en medio ácido con H_2SO_4 0,5 M.Solución estandarizada 500 ppm $KMnO_4$ preparada en medio ácido con H_2SO_4 0,5 M.**Procedimiento Experimental**

A partir de soluciones de $K_2Cr_2O_7$ (400 ppm) y $KMnO_4$ (50 ppm) determine el espectro de absorbancia para ambas especies solas entre 300 y 600 nm. A partir de este resultado, seleccione las dos longitudes de onda de trabajo en que será medida la muestra.

También en base a los espectros de absorbancia obtenidos, prepare la curva de calibración para cada analito medida a ambas longitudes de onda $KMnO_4$ (5-75 ppm) y $K_2Cr_2O_7$ (25-700 ppm).

NOTA: Antes de la práctica consulte en la bibliografía la preparación de soluciones patrones de $K_2Cr_2O_7$ y $KMnO_4$. Así como la estandarización de la solución de $KMnO_4$. Los pasos de oxidación de Cr^{+3} y Mn^{+2} se omiten, si estos no están contenidos en la muestra. Todas las soluciones deben ser preparadas en presencia de H_2SO_4 0,5 M. Preparar solución blanco.

Tablas de datos

Tabla 1. Datos para la construcción de las curvas de calibración de $KMnO_4$ y $K_2Cr_2O_7$ para la determinación de Mn y Cr en la muestra problema.

Apreciación del instrumento:

Longitudes de onda usadas: $\lambda_1 =$ $\lambda_2 =$

Solución blanco:

Matraz	V, ml (Patrón $KMnO_4$)	A ó %T		V, ml (Patrón $K_2Cr_2O_7$)	A ó %T		V, ml (H_2SO_4)
		λ_1	λ_2		λ_1	λ_2	
blanco							
1							
2							
3							
4							
5							
Muestra	0			0			

Presentación de los resultados:

1. Graficar los espectros de absorción en el UV-Vis del cromato y dicromato de potasio, indicando las longitudes de onda seleccionadas para la cuantificación.
2. Obtener las curvas de calibración para cada compuesto a ambas longitudes de onda indicando; pendiente, coeficiente de correlación, ordenada al origen, límite de detección y límite de cuantificación.
3. Determinar las absorptividades molares de los compuestos a las dos longitudes de onda. Calcular la concentración de KMnO_4 y $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ en la muestra y el % de Mn y Cr en la muestra.

CUESTIONARIO

1. ¿Que requisito espectral deben cumplir dos compuestos para que una mezcla de los mismos, pueda ser resuelta aplicando Lambert-Beer?
2. Sería aplicable la resolución de una mezcla (compuestos A y B) usando Lambert-Beer, si los espectros de las especies solo se superponen a la longitud de onda 1 (λ_1 máximo de la especie A). Además, el compuesto A no absorbe a la longitud de onda 2 (λ_2 máximo de la especie B). Señale matemáticamente como calcular la concentración de A.
3. Con ayuda de un diagrama de bloques especifique la instrumentación básica de un espectrofotómetro de doble haz para UV-Vis. En el mismo describa la función de cada parte del instrumento.
4. Para resolver una mezcla (MnO_4^- y $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) los máximos de absorbancia usados son 545 y 440 nm, respectivamente. ¿Porque se descarta usar el máximo a 525 nm de la especie de manganeso?
5. Diseñe para la resolución de una mezcla hipotética de tres componentes, el procedimiento experimental que debe seguirse.
6. Como se calibra un instrumento UV-Vis al 0 y al 100 % T, respectivamente.
7. Defina los siguientes términos: absorción, transmitancia, cromóforo, cromógeno, desplazamiento batocrómico, desplazamiento hipsocrómico, espectrómetro de doble haz, espectrómetro de un solo haz.
8. Determine: a) la absorbancia para % T de 20 y 75 b) la transmitancia si $A=0,35$.
9. Un compuesto M presenta un máximo de absorción a 285 nm ($a=187 \text{ L/g}\cdot\text{cm}$) y un hombro a 450 nm ($a=9 \text{ L/g}\cdot\text{cm}$). Por otra parte, el compuesto N no absorbe a 285 nm y presenta un máximo a 450 nm ($a=250 \text{ L/g}\cdot\text{cm}$). Una mezcla que contiene ambos compuestos tiene absorbancias de 0,852 y 0,654 a 285 y 450 nm, respectivamente. Determine las concentraciones de M y N en la muestra, en mg/L si se utilizo una celda de 1cm.
10. Describa la preparación de 100 mL de una solución 500 ppm de Cr (PM: 52,01 g/mol) a partir del reactivo $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (PM=294,19 g/mol, pureza 98,5 % p/p).

Practica N° 2 DETERMINACIÓN DE Fe Y DE LA RELACIÓN Fe(III)-1,10-FENANTROLINA POR EL MÉTODO DE LA RAZÓN MOLAR

(ESTUDIAR GUÍA LAB. ANÁLISIS INSTRUMENTAL, EXPERIMENTOS 21 G. CHRISTIAN, 16-1 FISCHER Y 20 HARRIS)

Procedimiento Experimental

1. Determinación cuantitativa de hierro (Revisada y adaptada a la cuarta parte)

Principio

Al complejo coloreado que se forma entre el Fe (II) y 1,10-fenantrolina, $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3^{+2}$, se le mide la absorbancia utilizando un espectrofotómetro y se determina la absorbancia máxima. La hidroxilamina se añade para reducir cualquier Fe^{+3} a Fe^{+2} y mantenerlo en este estado de oxidación (1, 9-10).

Reactivos químicos y soluciones

Solución patrón de Fe(II) 10 mg de Fe/L. Prepare 25 mL de esta solución a partir de la solución de Fe 55,9 ppm usada en la relación molar.

Solución de 1,10-fenantrolina 5,044 mM Disuelva 0,025 g de 1,10-fenantrolina monohidratado en 25 mL de agua. Conserve en un envase plástico.

Solución de cloruro de hidroxilamonio 1,439 M Prepare 25 mL de esta solución, a partir de la solución de hidroxilmanio 3 M usada en la relación molar.

Solución de acetato de sodio 1,22 M Prepare 25 mL de esta solución, a partir de la solución de acetato 2 M usada en la relación molar.

Procedimiento. En una serie de frascos volumétricos de 25 mL añada con una pipeta el volumen correspondiente de la solución patrón de hierro. En otro frasco añada 12,5 mL de agua destilada para preparar el blanco.

Fe, mg/L	Vol. Patrón Fe, mL	Añadir a todas
0,1	0,25	0,25 mL de hidroxilamonio
0,2	0,5	
0,5	1,25	1,25 mL de 1,10-fenantrolina
1,0	2,5	
2,5	5,0	2 mL de Acetato de sodio
blanco	0	

La muestra desconocida puede ser suministrada en otro frasco de 25 ml. A cada uno de los frascos (incluyendo el desconocido) añada 0,25 mL de solución de cloruro de hidroxilamonio y 1,25 mL de la solución de 1,10-fenantrolina. Añada a cada solución 2 mL de acetato de sodio para producir el color rojo del complejo; éste se forma a un pH entre 3-8. El acetato de sodio neutraliza el ácido presente y ajusta el pH a un valor al cual se forma el complejo. Deje reposar al menos por 15 minutos una vez añadidos los

reactivos, antes de realizar las medidas. Luego de desarrollado el color, el complejo es estable por horas. Diluya cada solución a 25 mL.

Obtenga el espectro de absorción de la solución 2,5 ppm de hierro, midiendo la absorbancia entre 400-700 nm. La solución blanco es usada como la referencia. Obtenga el espectro y seleccione la longitud de onda de máxima absorción. Calcule la absorptividad molar del complejo Fe(II)-fenantrolina a la longitud de onda de máxima absorción.

Prepare una curva de calibración midiendo la absorbancia de cada una de las soluciones patrón a la longitud de onda seleccionada. Mida la absorbancia de la muestra problema en la misma forma.

Grafique la absorbancia en función de la concentración de hierro en ppm. Del gráfico y de la absorbancia de la muestra desconocida, determine la concentración de hierro en la muestra. Reporte los mg de Fe de la muestra junto con la absorptividad molar y el espectro del complejo Fe (II)- fenantrolina.

Si la muestra es un medicamento sólido pese la pastilla, tritúrela, tome una porción de la misma, disuelva en la mínima cantidad de ácido sulfúrico y prepárela similar a los patrones de la curva de calibrado.

2. Determinación de la razón de complejación ligando/metal.

Soluciones:

(NH₄)₂Fe(SO₄)₂ 1 mM Prepare 250 mL de esta solución con 0,75 mL de ácido sulfúrico concentrado esta solución corresponde a 55,9 ppm de Fe.

50 mL de 1,10-fenantrolina; 1,26 mM Prepárela a partir de la solución 5,04 mM de la curva de calibrado.

100 mL de acetato de sodio 2 M

100 mL de NH₂OH 3 M

Procedimiento. Transfiera exactamente los volúmenes señalados en la tabla del patrón de hierro y de 1,10-fenantrolina a frascos volumétricos de 25 mL, añada a cada frasco el acetato de sodio 2 M, y el hidroxilammonio; diluya hasta la marca y mezcle. Espere 5-10 minutos. El buffer de acetato es usado para mantener el pH en 5, mientras que la hidroxilamina asegura que el hierro se encuentre en estado de oxidación +2. La absorbancia de cada una de las soluciones es medida a la longitud de onda de 510 nm.

Nº	Fe (1 mM), mL	Fenantrolina (1,26 mM), mL	Añadir a todas
1	0	5	5 mL solución Acetato 2 M
2	0,5	4,5	
3	0,75	4,25	
4	1,0	4,0	4 mL Hidroxilammonio 3 M
5	1,5	3,5	
6	2,0	3,0	
7	2,5	2,5	
8	3,0	2,0	
9	3,5	1,5	
10	4,0	1,0	
11	4,5	0,5	
12	5,0	0	

Tablas de datos

Tabla 1. Determinación del espectro de absorción molecular (UV-Vis) del complejo ferroína.

Apreciación del instrumento:
Concentración del patrón de Fe usada:
Concentración de 1,10-fenantrolina usada:
Solución blanco:
pH de la solución:
Rango de longitud de onda estudiado:
Longitud de onda máximo:

Tabla 2. Datos para la curva de calibración del Fe a partir del complejo de ferroína.

Apreciación del instrumento:
Concentración de 1,10-fenantrolina usada:
Solución blanco:
Longitud de onda máximo:
Volumen de dilución de los patrones:
Factor de dilución de la muestra:

Matraz	V, ml (Patrón Fe)	A
blanco		
1		
2		
3		
4		
5		
Muestra	0	

Tabla 3. Estudio de la relación estequiométrica ligando/metal por el método de variación continua.

Apreciación del instrumento:
Concentración del patrón de Fe usada:
Concentración de 1,10-fenantrolina usada:
Solución blanco:
Longitud de onda máximo:
Volumen de dilución de los patrones:

Matraz	V, ml (Patrón Fe)	V, ml (Patrón ligando)	A	X _{Fe}
1				
2				
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				

Presentación de los resultados

1. Obtener el espectro de absorción en el UV-Vis del complejo ferroína, indicando la longitud de onda seleccionada para la cuantificación. Calcular la absorptividad molar del complejo.
2. Graficar la curva de calibración para Fe a la longitud de onda máxima indicando; pendiente, coeficiente de correlación, ordenada al origen, límite de detección y límite de cuantificación. Cálculo de la concentración mM de Fe en la muestra. Cálculo del % de Fe la muestra. Comparar el valor de la pendiente con la absorptividad molar del complejo previamente calculada.
3. Graficar la absorbancia corregida* en función de la fracción molar del Fe y determinar la relación estequiométrica Fe/ligando. Explique en que zona de la gráfica es posible calcular la constante de formación y determínela.

*Nota: Estudie la guía de lab., para el cálculo de la absorbancia corregida.

CUESTIONARIO

1. Indique la reacción química que ocurre entre el hierro y la 1,10-fenantrolina. Explique la utilidad de la hidroxilamina y del acetato de sodio en la obtención de complejo tris(1,10-fenantrolina)hierro (II).
2. Con ayuda de un diagrama de bloques especifique la instrumentación básica de un espectrofotómetro de doble haz para UV-Vis. En el mismo describa la función de cada parte del instrumento.
3. Defina los siguientes términos: absorción, transmitancia, cróforo, cromógeno, desplazamiento batocrómico, desplazamiento hipsocrómico, espectrómetro de doble haz, espectrómetro de un solo haz.
4. Explique como se obtiene experimentalmente, el espectro de absorción de un complejo coloreado. Por que cerca del máximo de absorción, las lecturas de absorbancia de toman a un menor intervalo de longitud de onda.
5. Sí, un compuesto (orgánico e inorgánico) no absorbe en la región UV-Vis como puede resolverse este inconveniente para analizar el compuesto por espectroscopía UV-Vis.
6. En el complejo tris(1,10-fenantrolina)hierro (II) que tipo de transición es la responsable del intenso color observado y cual es la magnitud del valor de ϵ .
7. Indique que propiedades debe cumplir un reactivo cromogénico.
8. Cuando un gran exceso del ión X^- se le añade a una solución de iones M^{+2} , se forma un complejo MX_3^- el cual absorbe fuertemente a una longitud de onda de 350 nm. Una solución que es $5,0 \times 10^{-4} M$, en M^{+2} se le añade otra a $0,2 M$ en X^- y se detecta que la absorbancia a 350 nm es de 0,8 en una celda de 1,00 cm. Otra solución que es $5,0 \times 10^{-4} M$ en M^{+2} se le añade otra $0,0025 M$ en X^- y la absorbancia medida a 350 nm es de 0,64 en la misma celda. Suponiendo, que todos los iones M^{+2} son complejados en la primera solución pero no en la segunda, calcule la constante de estabilidad del complejo.
9. Determine: a) la absorbancia para % T de 20 y 75 b) la transmitancia para $A=0,35$.
10. Describa la preparación de 500 mL de un patrón de Fe 1000 ppm a partir del reactivo $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ (278,02 g/mol, pureza 99,5 % p/p)
11. La intensidad de color del complejo tris(1,10-fenantrolina)hierro (II) es estable en el rango de pH entre 3 y 9. Explique los posibles efectos en la señal de absorbancia al trabajar a pH fuera de este rango.

Práctica N° 3 DETERMINACIÓN DE Ca EN ANALGÉSICOS

(ESTUDIAR GUÍA LAB. ANÁLISIS INSTRUMENTAL)

Soluciones y reactivos

Estándar 500 ppm Ca (CaCO_3) preparada disolviendo la sal en el mínimo volumen de HNO_3 .
Solución de lantano al 5 % p/v.

Procedimiento experimental**1. Parámetros instrumentales**

- ✓ Velocidad de aspiración

Mida la velocidad con que es aspirado un volumen conocido de agua deionizada. Con los parámetros óptimos de altura del quemador y relación combustible/aire que indique el equipo realice las medidas de Ca a $\lambda=422,67$ nm.

2. Determinación de Ca en analgésicos**Experimental**

Solución de lantano 5 % (p/v). Pese el óxido de lantano y transfiera a un frasco volumétrico de 50 mL. Añada 2 mL de agua y lentamente añada 12 mL de HCl conc. y deje enfriar; finalmente añada agua hasta el enrase.

Solución patrón de 500 mg/L de calcio. Utilice carbonato de calcio como patrón primario. Disuelva la cantidad pesada en un mínimo volumen 1:4 de ácido nítrico. Diluya a 100 mL con agua destilada.

Soluciones patrones de trabajo. De la solución patrón prepare al menos, seis soluciones de Ca en el rango 1-10 mg/L por dilución. Se utilizan frascos volumétricos de 25 mL, añada 1 ml de lantano 5 % a cada frasco y se enrasa hasta la marca. Prepare la solución blanco.

Solución A. Pese las pastillas enteras. Triturar 1 ó 2 tabletas recubiertas de un producto farmacéutico, en un mortero y convertirlo en un fino polvo. Pese exactamente 100 mg en un beaker, añada 10 mL de HCl conc. Transfiera cuantitativamente esta solución a un frasco volumétrico de 50 mL y diluya hasta la marca con agua.

Solución B. Filtre la solución A por medio de un cono de papel de filtro grueso, diluya 2,5 ml del filtrado con agua hasta 50 mL.

Solución test. Diluya 2,5 mL de la solución B y 5 mL de lantano a un volumen de 25 mL con agua.

Análisis. Use un espectrofotómetro de emisión atómica con una llama aire/acetileno para analizar las soluciones de trabajo y las muestras. Utilice la longitud de onda de 422,7 nm y un ancho de rendija de 0,7

nm. Prepare una curva de calibración con los datos de las soluciones patrones y por interpolación determine la concentración en la solución test.

Calcule el porcentaje de calcio presente teniendo en cuenta las dos diluciones que se efectuaron.

El cloruro de estroncio puede ser utilizado si no se dispone de lantano.

Nota: Lleve al laboratorio el analgésico que utilizará en la práctica. Guarde la solución patrón de Ca 500 ppm ya que puede usarla en la práctica 5.

Tablas de datos

Tabla 1. Datos para la determinación de Ca en analgésicos.

Características del instrumento:
Concentración del patrón Ca usada:
Solución blanco:
Longitud de onda de trabajo:
Datos de la muestra:

Matraz	V, ml (Patrón Ca)	Señal Ca
blanco	0	
1		
2		
3		
4		
5		
Muestra	0	

Presentación de los resultados

1. Graficar la curva de calibración para Ca indicando; pendiente, coeficiente de correlación, ordenada al origen, límite de detección y límite de cuantificación.
2. Calcular la concentración M de Ca en la muestra y el % de Ca correspondiente por tableta.
3. Determinar la velocidad de aspiración del equipo.

CUESTIONARIO

1. Utilice un diagrama de bloques y especifique la instrumentación básica de un instrumento de emisión atómica. En el mismo describa la función de cada parte del instrumento.
2. Indique como funciona un quemador de flujo laminar.
3. Defina los términos siguientes: nebulizador, interferencia física, absorción de fondo, sensibilidad, límite de detección, exactitud, precisión.
4. Señale las interferencias espectrales comunes en emisión atómica.
5. Explique la función del carbonato de calcio contenido en una tableta de analgésico.
6. Aplicando mínimos cuadrados a una serie de resultados, obtenidos por diferentes métodos para el mismo analito, se obtuvieron las siguientes ecuaciones matemáticas que relacionan la señal analítica con la concentración:

Método	Ecuación recta	Error en y
Método 1	$y=0,95x + 0,001$	0,001
Método 2	$y=1,20x + 0,002$	0,005
Método 3	$y=0,75x + 0,008$	0,010

Indique cual método de análisis presenta la mayor sensibilidad y cual la mayor precisión. Justifique su respuesta.

7. Explique como preparar soluciones de Ca en matraces de 50 mL con un factor de dilución 1:20, 1:50 y 1:75 a partir de un patrón de Ca; que fue preparado usando 0,05 gr de Ca que se llevaron a un volumen final de 100 mL.
8. Indique como determinar la precisión, exactitud y límite de detección de un método de análisis.

Práctica N° 4 DETERMINACIÓN DE Na EN AGUA POTABLE USANDO BUFFER DE IONIZACIÓN POR EMISIÓN ATÓMICA EN LLAMA

(ESTUDIAR EXPERIMENTO 30 G. CHRISTIAN)

Soluciones y reactivos

100 mL de un estándar 1000 ppm Na (a partir de NaCl).

Solución 500 ppm de LiNO_3 ó una sal de Cs.

Solución de ácido nítrico 0,5 M.

Procedimiento experimental

1. Parámetros instrumentales

- ✓ Velocidad de aspiración

Mida la velocidad con que es aspirado un volumen conocido de agua deionizada. Con los parámetros óptimos de altura del quemador y relación combustible/aire que indique el equipo realice las medidas para Na a $\lambda=589$ nm.

2. Determinación de Na en agua potable por calibrado sencillo con y sin buffer de ionización

Recolecte 50 mL de agua potable, filtre y acidifique con HNO_3 para obtener una concentración final de ácido 0,01 M. Preparar la curva de calibración con al menos cinco soluciones de Na entre 0,25 y 2 ppm más una solución blanco, todas en HNO_3 0,01 M.

Adicionalmente, en el mismo rango de concentración de Na, con 0,01 M de HNO_3 prepare una curva de calibración tal que la muestra, el blanco y los patrones de Na contengan 100 ppm de un buffer de ionización (sal de Li ó Cs). Seleccione el factor de dilución adecuado para la muestra si es necesario. Mida la señal de las soluciones.

3. Determinación de Na en agua potable por calibrado con adición de estándar

Mida dos alícuotas de la muestra de agua potable, adicione el buffer de ionización y solo a una muestra añada un volumen conocido de solución patrón de sodio, enrrese a un volumen conocido. Mida la señal de ambas soluciones. *Nota:* Una muestra agua de la facultad de ciencias, se analizo con un factor de dilución 1:20.

Tablas de datos

Tabla 1. Datos para la determinación de Na en agua potable (calibrado sencillo / buffer ionización)

Características del instrumento:
Concentración del patrón Na usada:
Solución blanco:
pH de la muestra:
Longitud de onda de trabajo:
Datos de la muestra:
Factor de dilución de la muestra:

Matraz	V, ml (Patrón Na)	Señal Na Calib. Sencilla	Señal Na Calib. Buffer
blanco	0		
1			
2			
3			
4			
5			
Muestra	0		

Tabla 2. Datos para la determinación de Na en agua potable (calibrado con adición de estándar)

Características del instrumento:
Concentración del patrón Na usada:
pH de la muestra:
Longitud de onda de trabajo:

Matraz	V, ml (Patrón Na)	Señal Na
0	0	
1		

Presentación de los resultados

1. Graficar las curvas de calibración para Na indicando; pendiente, coeficiente de correlación, ordenada al origen, límite de detección y límite de cuantificación.
2. Calcular la concentración en ppm de Na en la muestra y el % de Na correspondiente por litro de agua. Discutir si la concentración de Na esta dentro de los límites máximos permitidos para aguas de consumo.
3. Con los datos del experimento 3 calcular la concentración de la muestra y compararla con la obtenida a partir de las curvas de calibrado sencillo con y sin buffer de ionización. Discutir los resultados obtenidos.

CUESTIONARIO

1. Resuelva las preguntas del 1 al 4 de la práctica N° 3.
2. Que características debe cumplir un analito para ser usado como estándar interno y por que en este tipo de calibrado se mide la relación de señales de analito a estándar interno.
3. De los elementos de la tabla periódica cual sería el más indicado como patrón interno, para el análisis de Na. Justifique su respuesta.
4. A 5 ml de una solución que contiene una concentración desconocida de un analito X, se le agregaron 2 mL de una solución de estándar interno (S) 4,13 mg/L y se diluyo a un volumen final de 10 mL. La relación de la Señal_X/Señal_S es igual a 0,808. Por otra parte, para concentraciones iguales de X y S se tiene que la señal de X es 1,3 veces mas intensa que la señal de S. Calcule la concentración de X en la muestra y el factor de respuesta.

5. Explique como preparar 100 mL de un estándar de Na con una concentración de 500 ppm a partir de NaCl al 98%.
6. Señale la ecuación matemática que permite calcular la concentración de la muestra, cuando solo se analizan dos soluciones. Consulte la guía de calibración

Práctica N° 5 DETERMINACIÓN DE Ca EN SUERO Ó PLASMA POR ABSORCIÓN ATÓMICA EN LLAMA

(ESTUDIAR GUÍA LAB. ANÁLISIS INSTRUMENTAL, CAPÍTULO 24 Y EXPERIMENTOS 24 Y 29 DEL G. CHRISTIAN)

Soluciones y reactivos

100 mL de un estándar 500 ppm de Ca (CaCO_3) preparada disolviendo la sal en el mínimo volumen de HNO_3 .

Solución de tricloroacético al 5%

Solución de estroncio al 5 % p/v .

Muestra de sangre (5-7 mL)

1. Parámetros instrumentales

- ✓ Velocidad de aspiración

Mida la velocidad con que es aspirado un volumen conocido de agua deionizada. Con los parámetros óptimos de altura del quemador y relación combustible/aire que indique el equipo realice las medidas para Ca a $\lambda=422,67$ nm.

2. Determinación de Ca en suero

- ✓ Calibrado sencillo
- ✓ Calibrado con Adición de estándar

Calibrado sencillo: Previo al trabajo en el laboratorio estudie el tratamiento de una muestra de sangre completa para obtener el suero ó plasma sanguíneo, así como el uso del ácido tricloroacético (TCA) como desproteinizador. Tome dos alícuotas de la muestra de suero ó plasma obtenido y someta una a tratamiento con TCA. Estas muestras deben diluirse en un factor de dilución total 1:50 para posteriormente medir su señal de absorbancia (*tenga en consideración que la muestra tratada con TCA se somete a una dilución previa*). Prepare al menos seis estándares para la curva de calibración entre 0,5 y 3 ppm de Ca. Todas las soluciones, incluida la muestra y el blanco se preparan con una concentración final de SrCl_2 al 0,5% ó La al 1%.

Calibrado con adición de estándar: Aplicando el mismo factor de dilución del procedimiento anterior, prepare la muestra de tal forma que contenga SrCl_2 . Mida cuatro alícuotas de 10 mL de la muestra diluida y prepare las soluciones añadiendo 0; 0,1; 0,2 y 0,3 mL del patrón 100 ppm de Ca. Asuma que las variaciones en los volúmenes no son significativas y utilice muestras tratadas con TCA. Mida la señal de absorbancia de las soluciones estándares y la muestra. **Nota: Tome y prepare con tiempo la muestra de sangre.*

Tablas de datos

Tabla 1. Datos para la determinación de Ca en suero.

Calibrado Sencillo

Características del instrumento:
Concentración del patrón Ca usada:
Solución blanco:
Longitud de onda de trabajo:
Datos de la muestra:
Factor de dilución de la muestra:

Matraz	V, ml (Patrón Ca)	Señal Ca
blanco	0	
1		
2		
3		
4		
5		
Muestra	0	

Calibrado Adición de estándar

Características del instrumento:
Concentración del patrón Ca usada:
Longitud de onda de trabajo:
Factor de dilución de la muestra:
Volumen de muestra usado:

Matraz	V _{añadido} , ml (Patrón Ca)	Señal Ca
0	0	
1		
2		
3		

Presentación de los resultados

1. Construya las curvas de calibrado correspondiente (sencilla y adición de estándar). Calcule el coeficiente de correlación, ordenada al origen, la sensibilidad y el límite de detección. Determine por ambos procedimientos, la concentración de Ca en meq/L, y discuta los resultados obtenidos.

CUESTIONARIO

1. Señale los inconvenientes de la determinación de Ca en suero a partir de una curva de calibrado sencilla y las ventajas del calibrado con adición de estándar. ¿Que tipo de interferencias son comunes en este tipo de muestra y como se corrigen?
2. Explique la finalidad de utilizar SrCl_2 para la determinación de Ca en suero ó plasma.
3. Describa las diferencias en cuanto al procedimiento en la obtención de suero y de plasma.
4. Indique la ecuación matemática que describe la gráfica de calibrado con adición de estándar en función del volumen añadido de estándar, además señale los términos que describen la pendiente y el corte.
5. ¿Que otra técnica de análisis químico, podría utilizarse para llevar a cabo este análisis?
6. Se debe determinar la cantidad de Al contaminante en muestras de agua de dos ríos, para esto se recolectaron 10 mL de las muestras de agua (A y B) y se diluyeron a un volumen final de 50 mL. Por otra parte, a la muestra A se le adiciono una solución estándar que contiene 0,25 mg/mL de Al, mientras que el estándar de la muestra B, contiene 25 ng/ml de Al. A partir de las curvas de calibración (Señal vs Volumen añadido del estándar) se obtiene que el corte en el eje x para la muestra A es 6 mL y para B es 14,6 mL. Determine la concentración mM de Al en las muestras de agua. (Al= 27 g/mol)
7. Con ayuda de un diagrama de bloques especifique la instrumentación básica de un fotómetro de absorción atómica con llama. En el mismo describa la función de cada parte del instrumento. ¿En que se diferencia de un espectrómetro?
8. Señale los inconvenientes de utilizar oxalato de potasio como agente anticoagulante cuando se analiza Ca, K u otros metales.
9. Cual es la ventaja de analizar una muestra de suero ó plasma previamente sometido a un filtrado libre de proteína (PFF).
10. Es común en un análisis de Ca en suero agregar Na y K en concentraciones similares a las que se encuentran en el suero. También se suele diluir el suero en un factor 1:20 con una solución que contenga EDTA. Explique el objetivo de cada procedimiento.
11. Un patrón de Ca se preparo usando 0,115 gr de Ca que se llevaron a un volumen final de 100 mL. Explique como preparar soluciones de Ca 10, 25 y 70 mg/L en un volumen final de 25 mL a partir del patrón inicial.
12. Indique como determinar la precisión, exactitud y límite de detección de un método de análisis.

Práctica N° 6. DETERMINACIÓN DE UNA MEZCLA DE ISÓMEROS DE XILENO

(ESTUDIAR GUÍA LAB. ANÁLISIS INSTRUMENTAL Y EXPERIMENTOS 27 G. CHRISTIAN)

Procedimiento experimental

Seguir el procedimiento del manual de laboratorio. *Fijar y asistir a la charla previa a la práctica, con el técnico del laboratorio.*

Tablas de datos**Tabla 1. Estudio del espectro IR de los compuestos puros (o-xileno, m-xileno y p-xileno)**

Características del instrumento:	
Longitud de onda de trabajo ó numero de onda:	
Camino óptico de la celda:	%T
$\lambda_{\text{máxima}}$ ó número onda, o-xileno	
$\lambda_{\text{máxima}}$ ó número onda, m-xileno	
$\lambda_{\text{máxima}}$ ó número onda, p-xileno	

Tabla 2. Datos para las curvas de calibración de los compuestos m-xileno y p-xileno usando o-xileno como estándar interno.

Características del instrumento:	
Volumen añadido de o-xileno, mL	
Volumen final dilución, mL	
Camino óptico de la celda:	
$\lambda_{\text{máxima}}$ ó número onda de o-xileno:	
$\lambda_{\text{máxima}}$ ó número onda de m-xileno:	
$\lambda_{\text{máxima}}$ ó número onda de p-xileno:	

Matraz	m-xileno, %v/v	V, ml (m-xileno)	p-xileno, %v/v	V, ml (p-xileno)	%T o-xileno	%T m-xileno	%T p-xileno
1	2,5		2,5				
2	3,0		3,0				
3	3,5		3,5				
4	4,0		4,0				
5	4,5		4,5				
Muestra	?	0	?	0			

Matraz	m-xileno, %v/v	$\log(T_o/T)_{\text{meta}} / \log(T_o/T)_{\text{orto}}$	p-xileno, %v/v	$\log(T_o/T)_{\text{para}} / \log(T_o/T)_{\text{orto}}$
1	2,5		2,5	
2	3,0		3,0	
3	3,5		3,5	
4	4,0		4,0	
5	4,5		4,5	
Muestra	?		?	

Resultados

1. En base a los espectros obtenidos para las sustancias puras, indique la longitud de onda ó número de onda seleccionado para la construcción de las curvas de calibración de m-xileno y p-xileno en presencia de o-xileno como estándar interno. Discuta el efecto del NaCl y KBr sobre los espectros de los analitos estudiados.
2. Calcule el espesor de la celda por medio del espectro de interferencia.
3. Construya las curvas de calibrado sencillo y con estándar interno correspondiente al m-xileno y p-xileno. Calcule el coeficiente de correlación, ordenada al origen, la sensibilidad y el límite de detección. Determine la concentración de m-xileno y p-xileno en la muestra y discuta los resultados obtenidos.

CUESTIONARIO

1. Explique a que se refiere el método de la línea base para determinar la absorbancia correspondiente a una banda en IR y que otros métodos se conocen.
2. ¿Que limitaciones presenta un análisis cuantitativo en IR?
3. ¿Que ventaja presenta un espectrómetro FTIR con respecto a un espectrómetro IR dispersivo?
4. ¿Que característica debe cumplir un compuesto para obtener su espectro en IR?
5. El espectro IR del CO muestra una banda de absorción vibracional a 2.170 cm^{-1} .
 - a) Determine la constante de enlace C-O.
 - b) ¿En que número de onda aparecería el pico correspondiente para C^{14}O ?
6. ¿Que otra técnica de análisis instrumental permite llevar a cabo este análisis?
7. Se dispone de los reactivos puros de m-xileno (99,3 % de pureza), o-xileno (98 %) y p-xileno (99,5 %). Explique como prepararía una solución multielemental que los contenga en una proporción v/v de 0,2 % de m-xileno, 0,4 % de o-xileno y 0,6 % de p-xileno en un volumen final de 10 mL. ¿Sería necesario la adición de un solvente orgánico adecuado?