



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO



TECNOLÓGICO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE ECATEPEC  
DIRECCIÓN ACADÉMICA  
DIVISIÓN DE INGENIERÍA QUÍMICA Y BIOQUÍMICA

# Manual de Prácticas de Análisis Instrumental Tercer semestre

INGENIERÍA QUÍMICA

Octubre, 2021



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



### Presentación.

El presente manual contiene las prácticas de laboratorio que acompañan al nuevo programa de Análisis Instrumental, que fueron elaboradas por los profesores de la División Académica de Ingeniería Química y Bioquímica.

La asignatura de Análisis Instrumental, que se imparte en el tercer semestre para ambas ingenierías, química y bioquímica, en el Tecnológico de Estudios Superiores de Ecatepec, se apegas al programa oficial y modelo de competencias autorizado por el Tecnológico Nacional de México "TecNM".

El manual tiene como objetivo apoyar al curso teórico de la signatura, que contiene ocho unidades temáticas de aprendizaje, donde se abordan experiencias prácticas siguiendo el mismo orden en el que se presentan las unidades, apoyando el avance teórico-práctico de los estudiantes, el desarrollo de capacidades y competencias instrumentales, interpersonales y sistémicas.

La investigación previa a la experiencia a desarrollar por parte del estudiante considera la búsqueda de las medidas de seguridad que deben conocer y adoptar en los laboratorios de docencia, así como la información relativa a grados o cualidades de reactivos químicos, el manejo correcto de dispositivos y equipos y adoptando prácticas ambientales seguras no contaminantes.



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



### Contenido

- I.- Introducción al manejo y operación de equipos ópticos.  
(Refractómetro e índice de refracción)
- II.- Polarimetría: Medición de alfa, C y pureza óptica
- III.- Espectroscopía y Espectrofotometría de absorción visible  
(Barrido espectrofotométrico y curva de calibración)
- IV.-Determinación espectrofotométrica de  $\text{Fe}^{2+}$  hierro con el método de 1,10-fenantrolona (Diferentes muestras)
- V.- Realización de curvas estándar leídas en un espectrofotómetro Ultravioleta/Visible. (Determinación de la concentración de los componentes de una mezcla de Cobalto-Níquel)
- VI.- Determinación de Sulfatos en agua por Turbidimetría.
- VII.-Separación de pigmentos mediante Cromatografía en capa fina.
- VII.- Cromatografía de gases en columna.



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



|   |   |                         |         |
|---|---|-------------------------|---------|
| <b>CARRERA (S):</b>                                 | Ingeniería Química y Bioquímica   |                         |         |
| <b>NOMBRE DE LA ASIGNATURA</b>                      | Análisis Instrumental   |                         |         |
| <b>NO. CRÉDITOS SATCA DE PRÁCTICA</b>               | 3-2-5   |                         |         |
| <b>NOMBRE(S) DE LA(S) UNIDAD(ES) DE APRENDIZAJE</b> | Métodos ópticos   |                         |         |
| <b>TEMA(S)</b>                                      | <b>INTRODUCCIÓN AL MANEJO Y OPERACIÓN DE EQUIPOS ÓPTICOS (ÍNDICE DE REFRACCIÓN)</b>   |                         |         |
| <b>COMPETENCIA A DESARROLLAR</b>                    | <p><b>Competencias genéricas:</b><br/> <u>Competencias instrumentales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de análisis y síntesis</li> <li>• Capacidad de organizar y planificar</li> <li>• Conocimientos básicos de la carrera</li> <li>• Comunicación oral y escrita</li> <li>• Habilidades básicas de manejo de la computadora</li> <li>• Habilidad para buscar y analizar información proveniente de fuentes diversas</li> <li>• Solución de problemas</li> <li>• Toma de decisiones</li> </ul> <p><u>Competencias interpersonales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad crítica y autocrítica</li> <li>• Trabajo en equipo</li> <li>• Habilidades interpersonales</li> </ul> <p><u>Competencias sistémicas</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de aplicar los conocimientos en la práctica</li> <li>• Habilidades de investigación</li> <li>• Capacidad de aprender</li> <li>• Capacidad de generar nuevas ideas (creatividad)</li> <li>• Habilidad para trabajar en forma autónoma</li> <li>• Búsqueda del logro</li> </ul> |                         |         |
| <b>NO. DE PRACTICA</b>                              | 1   | <b>DURACION (HORAS)</b> | 2 horas |



### ANTECEDENTES

El índice de refracción de una sustancia se determina ordinariamente midiendo el cambio en dirección (refracción) de una radiación cuando pasa a través de medios de diferente densidad.

$$\frac{n_2}{n_1} = \frac{v_1}{v_2} = \frac{\text{sen } 1}{\text{sen } 2}$$

Es mucho más cómodo medir el índice de refracción respecto a algún medio distinto del vacío; con este objeto se emplea a menudo el aire como referencia, la mayoría de las recopilaciones de valores de n para líquidos y sólidos, que aparecen en la literatura son con referencia al aire, a temperaturas y presiones de laboratorio. Por fortuna el cambio en el líquido de refracción del aire con la temperatura y la presión es bastante pequeño, por lo que una corrección de las condiciones ambientales del laboratorio a condiciones estándar solo se necesita para el trabajo de máxima precisión.

La temperatura, la longitud de onda y la presión son las variables más comunes que afectan a la medición de un índice de refracción.

- a).-Temperatura.- La temperatura influye en el índice de refracción de un medio principal por el cambio concomitante en la densidad.
- b).- Longitud de onda de la radiación.- El índice de refracción de un medio de transporte disminuye gradualmente al aumentar la longitud de onda.
- c).- Presión.- El índice de refracción de una sustancia aumenta con la presión, debido al concomitante aumento de la densidad.

| Material y Equipo       | Reactivos |
|-------------------------|-----------|
| Refractómetro de ABBE   | Etanol    |
| Gotero                  | Solventes |
| Algodón o papel secante |           |

**Recuerde cumplir con las normas de seguridad y prevención de accidentes en el trabajo**

### PREGUNTA GENERADORA

Se podrá conocer el manejo del refractómetro de Abbe y determinar el índice de refracción del agua destilada y otras sustancias problemáticas.

### ACTIVIDADES A DESARROLLAR

- 1.- Poner en funcionamiento el sistema de circulación del agua y ajustarse de tal manera que la temperatura sea de 20°C
- 2.- Limpie los prismas con algodón o papel humedecido con etanol. deje secar al aire
- 3.- Con el gotero y sin tocar los prismas colocar 2 ó 3 gotas de agua en el centro de los prismas



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



- 4.- Leer el índice de refracción y grados Brix
- 5.- Limpie los prismas con algodón o papel humedecido con etanol. Deje secar al aire
- 6.- Determine el índice de refracción de otras sustancias.
- 7.- Con el picnómetro determine la densidad del alcohol

### EVIDENCIAS A GENERAR EN EL DESARROLLO DE LA PRACTICA

1. Indique cada uno de los pasos para determinar el índice de refracción
2. Elaborar una tabla donde se indique: Sustancia: Índice de refracción: Temperatura en °C: Grados Brix.
3. Revise de nuevo los objetivos de la práctica, evalúe si se cumplieron total o parcialmente y redacte unas conclusiones en donde exprese en forma explícita lo aprendido en esta práctica
4. Describa las características de luz refractada al pasar de un medio a otro de diferente densidad
5. Indique que tipo de luz se utiliza para la determinación del índice de refracción
6. Dibuje un prisma de Amici
7. Con los valores de refracción atómica reportados en tablas. Calcular la refracción molecular del agua
8. Calcule la refracción molecular del agua por la ecuación de Lorentz – Lorenz y compare los resultados
9. Conociendo el índice de refracción y la densidad, calcule la refracción específica del agua.
10. Revise de nuevo los objetivos y evalúe si se cumplieron total o parcialmente, y redacte unas conclusiones en donde exprese en forma clara lo aprendido en esta práctica.

### ANEXO INSTRUMENTO DE EVALUACION (RUBRICA, LISTA DE COTEJO)

### BIBLIOGRAFIA

Schenk, G. Hahn, r. y Hatkoff, A., 1984 Química analítica cuantitativa CECSA  
Skoog, D. y West, D. Química Analítica McGraw-Hill  
Problemas y experimentos de análisis instrumental Cliftón E. Meloan Ed. Reverte pag. 522



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales

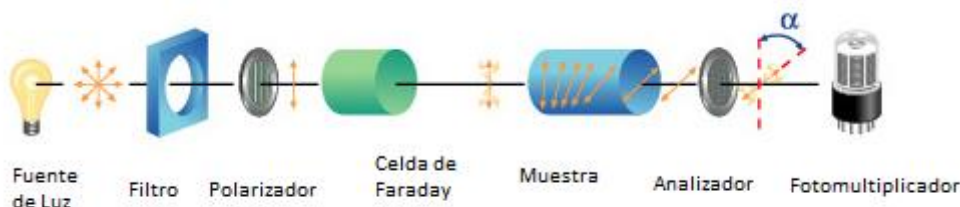


|   |   |                         |         |
|---|---|-------------------------|---------|
| <b>CARRERA (S):</b>                                 | Ingeniería Química y Bioquímica   |                         |         |
| <b>NOMBRE DE LA ASIGNATURA</b>                      | Análisis Instrumental   |                         |         |
| <b>NO. CRÉDITOS SATCA DE PRÁCTICA</b>               | 3-2-5   |                         |         |
| <b>NOMBRE(S) DE LA(S) UNIDAD(ES) DE APRENDIZAJE</b> | Métodos ópticos   |                         |         |
| <b>TEMA(S)</b>                                      | <b>POLARIMETRÍA<br/>(MEDICIÓN DE ALFA, C Y PUREZA ÓPTICA)</b>   |                         |         |
| <b>COMPETENCIA A DESARROLLAR</b>                    | <p><b>Competencias genéricas:</b></p> <p><u>Competencias instrumentales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de análisis y síntesis</li> <li>• Capacidad de organizar y planificar</li> <li>• Conocimientos básicos de la carrera</li> <li>• Comunicación oral y escrita</li> <li>• Habilidades básicas de manejo de la computadora</li> <li>• Habilidad para buscar y analizar información proveniente de fuentes diversas</li> <li>• Solución de problemas</li> <li>• Toma de decisiones</li> </ul> <p><u>Competencias interpersonales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad crítica y autocrítica</li> <li>• Trabajo en equipo</li> <li>• Habilidades interpersonales</li> </ul> <p><u>Competencias sistémicas</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de aplicar los conocimientos en la práctica</li> <li>• Habilidades de investigación</li> <li>• Capacidad de aprender</li> <li>• Capacidad de generar nuevas ideas (creatividad)</li> <li>• Habilidad para trabajar en forma autónoma</li> <li>• Búsqueda del logro</li> </ul> |                         |         |
| <b>NO. DE PRACTICA</b>                              | 2   | <b>DURACION (HORAS)</b> | 2 horas |



## ANTECEDENTES

Como sucede en la reflectometría, la medición de la rotación óptica requiere instrumentos de diseño relativamente sencillo. Los instrumentos escogidos determinan la precisión que pueda obtenerse y las mediciones se hacen fácilmente con todos los tipos. Necesariamente, las aplicaciones analíticas están limitadas a la determinación de sustancias asimétricas. En el trabajo cualitativo, los efectos ópticos rotatorios son medios valiosos para identificar, cuando las posibilidades mediante el uso de otros datos son pocas (mínimos), además, las mezclas orgánicas que contienen una o más sustancias ópticamente activas, pueden analizarse con frecuencia en forma cuantitativa, mediante la polarimetría.



**POLARIMETRÍA.-** La actividad óptica es una medida de la capacidad de ciertas sustancias para hacer girar la luz polarizada en un plano, puede definirse como el estudio de la rotación de la luz polarizada por sustancias transparentes. La dirección y la rotación ( potencia rotatoria óptica ) es útil para el análisis cualitativo y cuantitativo y para la elucidación de estructuras químicas.

**POLARÍMETROS.-** Los componentes básicos de un polarímetro son: una fuente de luz monocromática, un prisma polarizado para producir radiación polarizada, un tubo de muestra, prisma analizador con escala circular y un detector. En la mayoría de los polarímetros el ojo funciona como un detector, si bien tiende a generalizarse el uso de los polarímetros fotoelectrónicos.

El dispositivo de media sombra típico consta de un pequeño prisma de NICOL (llamado prisma de Lippich) que intercepta la mitad del haz que sale del polarizador. la posición del prisma de Lippich se ajusta para alterar el plano de polarización en unos pocos grados; así en ausencia de muestra y con el analizador, se observa un campo dividido, mitad iluminado y mitad oscuro.

## APLICACIÓN DE LA POLARIMETRÍA

**Análisis Cualitativo.** - La rotación óptica de un compuesto puro bajo condiciones específicas proporcionan una constante física fundamental útil para fines de identificación semejante al punto de fusión al punto de ebullición o al índice de refracción.

**Determinación Estructural.** - En esta aplicación, se mide el cambio en rotación óptica resultante de una transformación química. Se emplean entonces correlaciones empíricas, obtenidas del estudio de estructuras conocidas, para deducir información sobre un compuesto desconocido.





Análisis Cuantitativo. -Las mediciones polarimétricas se adaptan fácilmente al análisis cuantitativo de compuestos ópticamente activos. Se emplean curvas de calibración empíricas que relacionan la rotación óptica con la concentración.

| Material y Equipo              | Reactivos         |
|--------------------------------|-------------------|
| Polarímetro                    | Sacarosa          |
| Vasos de precipitado de 250 ml | Acido sulfúrico   |
|                                | Acido clorhídrico |
|                                |                   |

**Recuerde cumplir con las normas de seguridad y prevención de accidentes en el trabajo**

#### **PREGUNTA GENERADORA**

Con el proceso de inversión del azúcar en la descomposición hidrolítica de la sacarosa en glucosa y fructosa podrá evaluar la variación de la dirección del ángulo de rotación específica con el polarímetro.

#### **ACTIVIDADES A DESARROLLAR**

- 1.- Prepara una serie patrón a partir de un estándar de sacarosa: (0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1.0 ).
  - 2.- Se prepara una solución problema
  - 3.- Se conecta la lámpara esperando unos 16 minutos
  - 4.- Se hacen coincidir los ceros de la escala móvil y el cuadrante
  - 5.- Se observa a través del ocular (las dos mitades deben verse iguales)
  - 6.- Con cuidado se llena la celda de 10 cm
  - 7.- Se atrapa la burbuja
  - 8.- Se introduce en el polarímetro
  - 9.- Se observa el ocular
  - 10.- Se mueve la escala móvil hasta lograr que nuevamente las dos mitades se vean iguales
  - 11.- Con cuidado se leen los grados de rotación y los grados Brix
  - 12.- Se lava la celda
  - 13.- Se miden las demás soluciones
- 1.-Se conecta el equipo
  - 2.- Se hacen coincidir los ceros de la escala móvil y el cuadrante
  - 3.-Se observa a través del ocular (las dos mitades deben verse iguales)
  - 4.- Con cuidado se llena la celda de 10 cm.
  - 5.- Se atrapa la burbuja
  - 6.- Se introduce en el polarímetro



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



- 7.- Se observa el ocular
- 8.- Se mueve la escala móvil hasta lograr que nuevamente las dos mitades se vean iguales
- 9.- Se leen los grados de rotación.
- 10.-Se lava la celda

### EVIDENCIAS A GENERAR EN EL DESARROLLO DE LA PRACTICA

1. Indique cada uno de los pasos para determinar el índice de refracción
2. Elaborar una tabla donde se indique: Sustancia: Índice de refracción: Temperatura en °C, Grados Brix.
3. Revise de nuevo los objetivos de la práctica, evalúe si se cumplieron total o parcialmente y redacte unas conclusiones en donde exprese en forma explícita lo aprendido en esta práctica
4. Revise de nuevo los objetivos y evalúe si se cumplieron total o parcialmente, y redacte unas conclusiones en donde exprese en forma clara lo aprendido en esta práctica.

### ANEXO INSTRUMENTO DE EVALUACION (RUBRICA, LISTA DE COTEJO)

### BIBLIOGRAFIA

Schenk, G. Hahn, r. y Hatkoff, A., 1984 Química analítica cuantitativa CECSA  
Skoog, D. y West, D. Química Analítica McGraw-Hill  
Problemas y experimentos de análisis instrumental Cliftón E. Meloan Ed. Reverte pag. 522



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



|   |   |                         |         |
|---|---|-------------------------|---------|
| <b>CARRERA (S):</b>                                 | Ingeniería Química y Bioquímica   |                         |         |
| <b>NOMBRE DE LA ASIGNATURA</b>                      | Análisis Instrumental   |                         |         |
| <b>NO. CRÉDITOS SATCA DE PRÁCTICA</b>               | 3-2-5   |                         |         |
| <b>NOMBRE(S) DE LA(S) UNIDAD(ES) DE APRENDIZAJE</b> | Principios del análisis instrumental  |                         |         |
| <b>TEMA(S)</b>                                      | <p align="center"><b>ESPECTROSCOPIA Y ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN VISIBLE</b></p> <p align="center"><b>(BARRIDO ESPECTROFOTOMÉTRICO Y CURVA DE CALIBRACIÓN)</b></p>   |                         |         |
| <b>COMPETENCIA A DESARROLLAR</b>                    | <p><b>Competencias genéricas:</b></p> <p><u>Competencias instrumentales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de análisis y síntesis</li> <li>• Capacidad de organizar y planificar</li> <li>• Conocimientos básicos de la carrera</li> <li>• Comunicación oral y escrita</li> <li>• Habilidades básicas de manejo de la computadora</li> <li>• Habilidad para buscar y analizar información proveniente de fuentes diversas</li> <li>• Solución de problemas</li> <li>• Toma de decisiones</li> </ul> <p><u>Competencias interpersonales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad crítica y autocrítica</li> <li>• Trabajo en equipo</li> <li>• Habilidades interpersonales</li> </ul> <p><u>Competencias sistémicas</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de aplicar los conocimientos en la práctica</li> <li>• Habilidades de investigación</li> <li>• Capacidad de aprender</li> <li>• Capacidad de generar nuevas ideas (creatividad)</li> <li>• Habilidad para trabajar en forma autónoma</li> <li>• Búsqueda del logro</li> </ul> |                         |         |
| <b>COMPETENCIAS ESPECÍFICAS:</b>                    | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar los fundamentos de la Química analítica e instrumental</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la refractometría y nefelometría</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia atómica la espectroscopia por absorción molecular ultravioleta y visible</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia en el rango del infrarrojo</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (rmn)</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectrometría de masas moleculares</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar las técnicas de separaciones</li> </ul>   |                         |         |
| <b>NO. DE PRACTICA</b>                              | 3   | <b>DURACION (HORAS)</b> | 2 horas |



## ANTECEDENTES

La espectrofotometría de absorción se refiere a la medición de la radiación electromagnética que es absorbida por una solución, a una longitud de onda en particular o en una serie de longitudes de onda. La radiación electromagnética es caracterizada por su longitud de onda y energía, la primera se mide comúnmente en nanómetros (nm) y está relacionada con la energía mediante la velocidad de la luz de acuerdo a la expresión:

$$E = h c/\lambda,$$

Donde  $c$  es la velocidad de la luz, aproximadamente  $3.0 \times 10^{17} \text{ nm/s}$ ;  $h$  es la constante de Planck,  $6.62 \times 10^{34} \text{ J s}$ ;  $\lambda$ . es la longitud de onda, en nm y  $E$  es la energía, en Joules.

El espectro de absorción de la radiación electromagnética es dividido en cuatro intervalos cuya longitud de onda y energía se muestran en la tabla siguiente:

|                    | Intervalo de $\lambda$ (nm) | Intervalo de energía (J) |                        |
|--------------------|-----------------------------|--------------------------|------------------------|
| Ultravioleta (UV)  | 185 – 380                   | $1.07 \times 10^{-18}$   | $5.23 \times 10^{-19}$ |
| Visible (Luz)      | 380 - 750                   | $5.23 \times 10^{-19}$   | $2.65 \times 10^{-19}$ |
| Infrarrojo cercano | 750 – 2500                  | $2.65 \times 10^{-19}$   | $7.94 \times 10^{-10}$ |
| Infrarrojo (IR)    | 2500 - 1500                 | $7.94 \times 10^{-10}$   | $1.32 \times 10^{-10}$ |

Dependiendo del rango en el que se desea medir se selecciona el equipo, sí solo se trata de la medición de la radiación visible se emplea un colorímetro y si el interés es medir la absorción en el intervalo visible y/o ultravioleta se requiere de un espectrofotómetro.

La absorción de radiación electromagnética se puede medir al colocar en una celda la muestra, se inserta en el equipo de medición y se hacen incidir sobre la muestra varias longitudes de onda. Parte de los fotones de cierta longitud de onda  $Y$  son absorbidos por la muestra, según se muestra en la Fig. 1 y otra parte pasan a través de la solución. El número de fotones de un haz que pasa por unidad de tiempo se denomina *poder radiante*. El poder radiante incidente es  $P_o$  y el que transmite la solución es  $P$ . A la longitud de onda  $Y$ ,  $P$  es aproximadamente la mitad de  $P_o$ . En el caso la longitud de onda  $X$ ,  $P$  y  $P_o$  tienen el mismo valor.

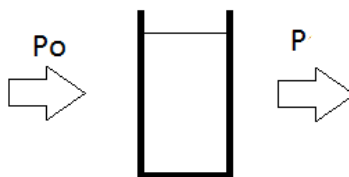


Fig. 1 diagrama esquemático de la celda de un espectrofotómetro la cual contiene una solución que absorbe la radiación a la longitud de onda  $P_o$  en dirección  $x$

Basándose en el concepto de poder radiante es fácil comprender las unidades que se emplean en la escala del espectrofotómetro: la absorbancia "A" y la transmitancia "T". La primera se refiere a la radiación que es absorbida y toma un valor de 0.00 a 1.00 o 2.00, la transmitancia, que es expresada en porcentaje va de 0 a 100%. Dichas variables están relacionadas de manera inversamente proporcional:

|    |          |     |     |     |      |     |
|----|----------|-----|-----|-----|------|-----|
| %T | 0        | 1   | 10  | 50  | 90   | 100 |
| A  | $\infty$ | 2.0 | 1.0 | 0.3 | 0.05 | 0.0 |

La absorbancia y la transmitancia pueden expresarse matemáticamente como:

$$A = \log P_o - \log P$$

y

$$T = P/P_o$$

De manera que  $A = -\log T$

La relación entre la concentración de la especie absorbente y la cantidad de radiación absorbida, a la longitud de onda a la cual debe pasar la radiación por la solución, está dada por la Ley de Beer-Lambert. Esta ley establece una relación lineal entre la concentración y la absorbancia, que es expresada por:

$$A = a \times b \times c$$



Donde  $a$  es la constante de proporcionalidad que se conoce como absorptividad molar,  $h$  es la longitud interna de la celda y  $c$  es la concentración del analito.

Las moléculas o iones están formados por grupos que pueden absorber la radiación, estos son los llamados cromóforos. Hay dos clases de cromóforos: i) electrónicos, en los cuales ciertos electrones absorben radiación ultravioleta o visible, y ii) vibracionales en los cuales ciertos enlaces absorben radiación infrarroja. La energía que puede absorber determinado cromóforo determina la longitud de onda a la cual se realiza la medición. Por ejemplo, una solución incolora no proporcionará información alguna en la región visible sino que podría dar en la región UV. En comparación, una solución coloreada de compuestos inorgánicos u orgánicos puede absorber tanto la región visible como en la UV.

| Material y Equipo              | Reactivos            |
|--------------------------------|----------------------|
| Espectrofotómetro y celdas     | Dicromato de potasio |
| Espátula                       |                      |
| pipeta de 1 ml                 |                      |
| pipeta de 5 ml                 |                      |
| pipeta de 10 ml                |                      |
| Perillas                       |                      |
| Piseta                         |                      |
| vasos de precipitado de 250 ml |                      |
| Matraz aforado                 |                      |

**Recuerde cumplir con las normas de seguridad y prevención de accidentes en el trabajo**

#### PREGUNTA GENERADORA

1. Determinar la longitud de onda de máxima absorción del dicromato de potasio por medio del espectro de absorción.
2. Realizar una curva estándar para determinar la concentración de una muestra de concentración desconocida de dicromato de potasio.



**ACTIVIDADES A DESARROLLAR**

**Parte I. Obtención del espectro de absorción**

1. Prepara una solución de 5 mg/ml de dicromato de potasio
2. Realiza tres diluciones de la solución estándar con 2, 6 y 10 ml

|                     |   |   |   |   |     |
|---------------------|---|---|---|---|-----|
| Sln. Dicromato (ml) | 0 | 2 | 4 | 5 | 5.5 |
| Agua destilada (ml) | 6 | 4 | 2 | 1 | 0.5 |
| Dicromato (mg/ml)   |   |   |   |   |     |

3. Determina la absorbancia de las tres diluciones a 400 nm y elige aquella cuya absorbancia se encuentre entre 0.1 y 0.5.
4. Con la dilución elegida realiza lecturas de absorbancia con incrementos de 25 nm entre 400 y 600 nm. Acorta los intervalos de lectura a 5 nm donde observes que la absorbancia tiende a un máximo. Registra los datos en tu bitácora
5. Grafica la absorbancia en función de la longitud de onda para determinar gráficamente la longitud de onda de máxima absorción.

**Parte II. Desarrollo de una curva estándar**

1. Prepara una solución de 2 mg/ml de dicromato de potasio.
2. Prepara las diluciones que se listan a continuación y calcula la concentración de dicromato en las diluciones
3. Determina la absorbancia de las diluciones en la longitud de onda de máxima, absorción determinada en la sección anterior. Registra los datos de absorbancia en tu bitácora.
4. Determina la absorbancia de la muestra problema. Si la absorbancia es mayor a uno realiza una dilución.
5. Grafica los resultados de absorbancia en función de la concentración de dicromato de las diluciones
6. Mediante el método de mínimos cuadrados obtén la ecuación de la recta que relaciona la absorbancia con la concentración y por medio de la ecuación de ajuste obtenida estima la concentración de la muestra problema. Corrige con el factor de dilución si es necesario.

**EVIDENCIAS A GENERAR EN EL DESARROLLO DE LA PRACTICA**

1. Grafica del espectro de absorción obtenido, indicando el punto de máxima absorción.
2. Grafica de los datos de curva estándar y la indicación de la ecuación de ajuste obtenida. Verificar que los datos usados para el ajuste estén entre 0.1 y 1 de absorbancia.
3. Presenta los cálculos de la estimación de la concentración de la muestra problema
4. - Revise de nuevo los objetivos de la práctica, evalúe si se cumplieron total o parcialmente y redacte unas conclusiones en donde exprese en forma explícita lo aprendido en esta práctica



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



### ANEXO INSTRUMENTO DE EVALUACION (RUBRICA, LISTA DE COTEJO)

#### BIBLIOGRAFÍA

Schenk, G. Hahn, r. y Hatkoff, A., 1984 Química analítica cuantitativa CECSA  
Skoog, D. y West, D. Química Analítica McGraw-Hill





GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



|   |   |                         |         |
|---|---|-------------------------|---------|
| <b>CARRERA (S):</b>                                 | Ingeniería Química y Bioquímica   |                         |         |
| <b>NOMBRE DE LA ASIGNATURA</b>                      | Análisis Instrumental   |                         |         |
| <b>NO. CRÉDITOS SATCA DE PRÁCTICA</b>               | 3-2-5   |                         |         |
| <b>NOMBRE(S) DE LA(S) UNIDAD(ES) DE APRENDIZAJE</b> |   |                         |         |
| <b>TEMA(S)</b>                                      | <b>DETERMINACIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA DE Fe<sup>2+</sup> HIERRO CON EL MÉTODO DE 1,10-FENANTROLINA ( EN DIFERENTES MISTRAS)</b>  |                         |         |
| <b>COMPETENCIA A DESARROLLAR</b>                    | <p><b>Competencias genéricas:</b></p> <p><u>Competencias instrumentales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de análisis y síntesis</li> <li>• Capacidad de organizar y planificar</li> <li>• Conocimientos básicos de la carrera</li> <li>• Comunicación oral y escrita</li> <li>• Habilidades básicas de manejo de la computadora</li> <li>• Habilidad para buscar y analizar información proveniente de fuentes diversas</li> <li>• Solución de problemas</li> <li>• Toma de decisiones</li> </ul> <p><u>Competencias interpersonales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad crítica y autocrítica</li> <li>• Trabajo en equipo</li> <li>• Habilidades interpersonales</li> </ul> <p><u>Competencias sistémicas</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de aplicar los conocimientos en la práctica</li> <li>• Habilidades de investigación</li> <li>• Capacidad de aprender</li> <li>• Capacidad de generar nuevas ideas (creatividad)</li> <li>• Habilidad para trabajar en forma autónoma</li> <li>• Búsqueda del logro</li> </ul> |                         |         |
| <b>COMPETENCIAS ESPECÍFICAS:</b>                    | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar los fundamentos de la Química analítica e instrumental</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la refractometría y nefelometría</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia atómica la espectroscopia por absorción molecular ultravioleta y visible</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia en el rango del infrarrojo</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (rmn)</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectrometría de masas moleculares</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar las técnicas de separaciones</li> </ul>   |                         |         |
| <b>NO. DE PRACTICA</b>                              | 4   | <b>DURACION (HORAS)</b> | 2 Horas |



### ANTECEDENTES

El hierro puro, preparado por la electrólisis de una disolución de sulfato de hierro (II), tiene un uso limitado. El hierro comercial contiene invariablemente pequeñas cantidades de carbono y otras impurezas que alteran sus propiedades físicas, pero éstas pueden mejorarse considerablemente añadiendo más carbono y otros elementos de aleación. El hierro forma compuestos en los que tiene valencia +2 (antiguamente compuestos ferrosos). Los compuestos de hierro (II) se oxidan fácilmente a los compuestos de hierro (III). El compuesto más importante de hierro (II) es el sulfato de hierro (II)  $\text{FeSO}_4$ , denominado caparrosa verde; normalmente existe en forma de cristales verde pálido que contiene siete moléculas de agua de hidratación. El hierro (II) se acompleja cuantitativamente en un pH de 3 a 9. Por lo general, se recomienda un pH de 3.5 para evitar que precipite sales de hierro, como los fosfatos.

En los alimentos el hierro es un nutriente que necesita añadirse (excepto en la harina integral) en la forma de citrato férrico de amoníaco o citrato de hierro y amonio fresco de acuerdo a los criterios de pureza de los reglamentos de alimentos. Existen normas que dictan las concentraciones mínimas requeridas como nutriente, para el pan y las harinas se exige que contengan por lo menos 1.65 mg de hierro por cada 100 g.

Para determinar Hierro en la harina el FSC (1960) recomendó el uso del método de Pringle (1946) que emplea o-fenantrolina. La reacción entre el ión hierro (II) y la 1,10 Fenantrolina para formar un complejo,  $[(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3\text{Fe}]^{2-}$  de color rojo. La intensidad de color es independiente del pH en el rango de 2 a 9, el complejo es muy estable y la intensidad del color no cambia con el tiempo además obedece a la ley de Beer.

| Material y Equipo              | Reactivos                       |
|--------------------------------|---------------------------------|
| Espectrofotómetro y celdas     | alcohol etílico glicerol        |
| Espátula                       | sulfato ferroso de amonio       |
| cápsulas de porcelana          | Ácido clorhídrico               |
| pipeta de 1 ml                 | o-fenontralina monohidratada    |
| pipeta de 5 ml                 | cloruro de hidroxilamina        |
| pipeta de 10 ml                | acetato de sodio                |
| Perillas                       | 2 muestras de frutas o verduras |
| Piseta                         |                                 |
| vasos de precipitado de 250 ml |                                 |
| Morteros                       |                                 |
|                                |                                 |



Recuerde cumplir con las normas de seguridad y prevención de accidentes en el trabajo

### PREGUNTA GENERADORA

Es posible determinar el contenido de hierro en alimentos utilizando espectrofotometría en la región del visible.

### ACTIVIDADES A DESARROLLAR

#### I. preparación de soluciones

1. Solución A: disolver 0.1 g de 1,1 0-fenantrolina monohidratada y aforar a 100 ml.
2. Solución B: disolver 10 g de cloruro de hidroxilamina y aforar a 100 ml.
3. Solución C: disolver 10 g de acetato de sodio y aforar a 100 ml.

#### II. Curva estándar

1. Pesar 0.0070 g de sulfato ferroso amoniacal, disolver y adicionar 2.5 ml de  $H_2SO_4$  concentrado, aforar a 100 ml.
2. Preparar las siguientes diluciones y calcular la concentración final del sulfato ferroso amoniacal.

|                      |     |     |   |     |
|----------------------|-----|-----|---|-----|
| Sulfato ferroso (ml) | 0.1 | 0.5 | 1 | 2.5 |
| Aguas destilada (ml) | 9.9 | 9.5 | 9 | 7.5 |

3. Adicionar a cada tubo 0.1 ml de solución B y 0.5 ml de solución A amortiguadora el pH de cada solución adicionando 0.9 ml de solución C.
4. Dejar reposar durante 15 minutos para permitir se desarrolle el color de la reacción. Una vez desarrollado el color es estable durante varios días
5. Con la dilución más concentrada obtener el espectro de absorción entre 400 y 600 nm, tomando lecturas cada 25 nm y acortando los intervalos a 5 nm donde la absorbancia tienda al máximo.



### III. Tratamiento de la muestra.

#### (LA MUESTRA PUE SER FRUTA, VERDURA, AGUA POTABLE O TABLETAS DE SULFATO DE HIERRO)

1. En el mortero, moler 10 g de la muestra
2. Tomar 1 g de muestra y disolverlo en 10 ml de agua destilada
3. Adicionar 0.1 ml de solución B y 0.5 ml de solución A. Amortiguadora el pH de cada solución adicionando 0.9 ml de solución C.
4. Dejar reposar durante 15 minutos para permitir se desarrolle el color de la reacción. Una vez desarrollado el color es estable durante varios días
5. Determinar la absorbancia a la longitud de onda de máxima absorción y la concentración de hierro en la muestra

#### EVIDENCIAS A GENERAR EN EL DESARROLLO DE LA PRACTICA

1. Graficar la absorbancia en función de la longitud de onda y determinar gráficamente la longitud de onda de máxima absorción.
2. Determinar la absorbancia de las diluciones a la longitud de onda de máxima absorción.
3. Gráfica los resultados de absorbancia en función de la concentración de sulfato ferroso y sus diluciones y obtén la ecuación de la recta mediante el método de mínimos cuadrados.
4. Indicar la reacción que ocurre entre el hierro (III) e hidroxilamina, hierro (II) y I, 10-fenantrolína.
5. Reportar el espectro de absorción obtenido e indicar la longitud de onda de máxima absorción
6. Comparar los resultados obtenidos del contenido de hierro con el reportado en la bibliografía para las muestras utilizadas.
7. Revise de nuevo los objetivos y evalúe si se cumplieron total o parcialmente, y redacte unas conclusiones en donde exprese en forma clara lo aprendido en esta práctica.



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



### ANEXO INSTRUMENTO DE EVALUACION (RUBRICA, LISTA DE COTEJO)

#### BIBLIOGRAFIA

Schenk, G. Hahn, r. y Hatkoff, A., 1984 Química analítica cuantitativa CECSA  
Skoog, D. y West, D. Química Analítica McGraw-Hill

## II.- DETERMINACIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA DE Fe<sup>2+</sup> HIERRO CON EL MÉTODO DE ORTO-FENANTROLINA.(agua potable)

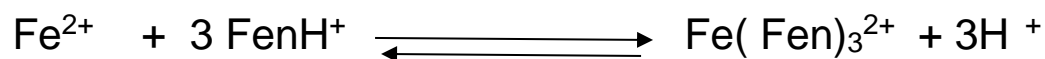
### ANTECEDENTES

La espectrofotometría, especialmente en la región visible, es empleada con frecuencia como métodos de análisis para detectar y cuantificar diversas especies químicas. Muchas sustancias son coloridas o forman complejos o derivados coloridos, cuantificables en esta región, por medio de un espectrofotómetro. (Análisis colorimétrico)

Un campo de aplicación de la espectrofotometría en la región del visible, es la determinación de especies metálicas mediante la formación de compuestos de coordinación (o complejos de coordinación). La presencia del hierro en el agua potable en determinadas concentraciones produce un sabor metálico desagradable y el agua tiene un color tenue amarillo claro.

El complejo de color rojo-anaranjado que se forma entre el hierro III y la 1,10-fenantrolina (orto-fenantrolina) es útil para la determinación de hierro en agua, que es suministrada por la red municipal para el consumo humano.

El reactivo es una base débil que reacciona de la siguiente manera:



La constante de formación para el equilibrio mostrado en la reacción tiene un valor de  $2.5 \times 10^6$  a 25 °C en un intervalo de pH de 3 a 9, usualmente cuando se desarrolla la técnica se recomienda un pH de 3.5 para evitar la precipitación de sales.

Una vez formado el complejo es muy estable y la longitud de onda recomendada por la bibliografía (D. A. Skoog, D. Harris, J. S. Fritz) se encuentra en un rango de 508 a 510 nm.



| Material y Equipo              | Reactivos                               |
|--------------------------------|---|
| Espectrofotómetro y celdas     | Sulfato ferroso amoniacal hexahidratado |
| Espátula                       | Ácido sulfúrico                         |
| cápsulas de porcelana          | Ácido clorhídrico                       |
| pipeta de 1 ml                 | 1,10-fenontralina monohidratada         |
| pipeta de 5 ml                 | Cloruro de hidroxilamina                |
| pipeta de 10 ml                | Acetato de sodio                        |
| Perillas                       | Muestra agua potable                    |
| Piseta                         |   |
| vasos de precipitado de 250 ml |   |
| Morteros                       |   |

**Recuerde cumplir con las normas de seguridad y prevención de accidentes en el trabajo**

**PREGUNTA GENERADORA**

Es posible determinar el contenido de hierro y otros metales en agua utilizando espectrofotometría en la región del visible.

**ACTIVIDADES A DESARROLLAR**

**I. preparación de soluciones**

4. Solución A de 1,10-fenantrolina al 0.1%(p/v)  
Disolver 0.1 g de 1,10-fenantrolina monohidratada y aforar a 100 ml.
- 5.- Solución B de clorhidrato de hidroxilamina monohidratada al 10%(p/v)  
Disolver 10 g de cloruro de hidroxilamina y aforar a 100 ml.
- 6.- Solución C Acetato de Sodio al 10% (p/p): o 1 M  
Disolver 10 g de acetato de sodio y aforar a 100 ml.  
O preparar una solución 1 Molar.

**II. Curva estándar**



- Pesar 0.0070 g de sulfato ferroso amoniacal, disolver y adicionar 1.0 ml a 2.5 ml de  $H_2SO_4$  concentrado, aforar a 100 ml. Y determinar el pH de la solución
- Preparar las siguientes diluciones y calcular la concentración final del sulfato ferroso amoniacal.

| No.       | Fe <sup>2+</sup><br>ppm | Solucion<br>B | Solucion<br>C | Solucion<br>A | Aforar a<br>10 ml con<br>agua |
|-----------|-------------------------|---------------|---------------|---------------|-------------------------------|
| Blanco    | 0                       | 0.1 ml        | 1 ml          | 1 ml          | 7.9                           |
| 1         | 0.5                     | 0.1 ml        | 1 ml          | 1 ml          | 7.4                           |
| 2         | 1.0                     | 0.1 ml        | 1 ml          | 1 ml          | 6.9                           |
| 3         | 2.0                     | 0.1 ml        | 1 ml          | 1 ml          | 5.9                           |
| 4         | 4.0                     | 0.1 ml        | 1 ml          | 1 ml          | 3.9                           |
| Muestra 1 | 5 ml                    | 0.1 ml        | 1 ml          | 1 ml          | 2.9                           |
| Muestra 2 | 5 ml                    | 0.1 ml        | 1 ml          | 1 ml          | 2.9                           |

- Adicionar a cada tubo 0.1 ml de solución B y 1.0 ml de solución C amortiguadora el pH de cada solución adicionando 1.0 ml de solución A.
- Dejar reposar durante 15 minutos para permitir se desarrolle el color de la reacción. Una vez desarrollado el color es estable durante varios días
- Con la dilución más concentrada obtener el espectro de absorción entre 400 y 600 nm, tomando lecturas cada 25 nm y acortando los intervalos a 5 nm donde la absorbancia tienda al máximo.

#### EVIDENCIAS A GENERAR EN EL DESARROLLO DE LA PRACTICA

- Graficar la absorbancia en función de la longitud de onda y determinar gráficamente la longitud de onda de máxima absorción.
- Determinar la absorbancia de las diluciones a la longitud de onda de máxima absorción.
- Gráfica los resultados de absorbancia en función de la concentración de sulfato ferroso y sus diluciones y obtén la ecuación de la recta mediante el método de mínimos cuadrados.
- Indicar la reacción que ocurre entre el hierro (III) e hidroxilamina, hierro (II) y I, 10-fenantrolína.



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



12. Reportar el espectro de absorción obtenido e indicar la longitud de onda de máxima absorción
13. Comparar los resultados obtenidos del contenido de hierro con el reportado en la bibliografía o la NOM y ver los límites de hierro permitidos en ppm.
14. Revise de nuevo los objetivos y evalúe si se cumplieron total o parcialmente, y redacte unas conclusiones en donde exprese en forma clara lo aprendido en esta práctica.

### ANEXO INSTRUMENTO DE EVALUACION (RUBRICA, LISTA DE COTEJO)

#### BIBLIOGRAFIA

Schenk, G. Hahn, r. y Hatkoff, A., 1984 Química analítica cuantitativa CECSA  
Skoog, D. y West, D. Química Analítica McGraw-Hill





GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO

### Modelo por Competencias Profesionales



|   |   |                         |  |
|---|---|-------------------------|--|
| <b>CARRERA (S):</b>                                 | Ingeniería Química y Bioquímica   |                         |  |
| <b>NOMBRE DE LA ASIGNATURA</b>                      | Análisis Instrumental   |                         |  |
| <b>NO. CRÉDITOS SATCA DE PRÁCTICA</b>               | 3-2-5   |                         |  |
| <b>NOMBRE(S) DE LA(S) UNIDAD(ES) DE APRENDIZAJE</b> | Espectrofotometría  |                         |  |
| <b>TEMA(S)</b>                                      | <b>REALIZACIÓN DE CURVAS ESTÁNDARES LEIDAS EN ESPECTROFOTOMETRO UV/VIS (DETERMINAR LA CONCENTRACIÓN EN UNA MEZCLA DE COBALTO/ NIQUEL)</b>   |                         |  |
| <b>COMPETENCIA A DESARROLLAR</b>                    | <p><b>Competencias genéricas:</b></p> <p><u>Competencias instrumentales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de análisis y síntesis</li> <li>• Capacidad de organizar y planificar</li> <li>• Conocimientos básicos de la carrera</li> <li>• Comunicación oral y escrita</li> <li>• Habilidades básicas de manejo de la computadora</li> <li>• Habilidad para buscar y analizar información proveniente de fuentes diversas</li> <li>• Solución de problemas</li> <li>• Toma de decisiones</li> </ul> <p><u>Competencias interpersonales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad crítica y autocrítica</li> <li>• Trabajo en equipo</li> <li>• Habilidades interpersonales</li> </ul> <p><u>Competencias sistémicas</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de aplicar los conocimientos en la práctica</li> <li>• Habilidades de investigación</li> <li>• Capacidad de aprender</li> <li>• Capacidad de generar nuevas ideas (creatividad)</li> <li>• Habilidad para trabajar en forma autónoma</li> <li>• Búsqueda del logro</li> </ul> |                         |  |
| <b>COMPETENCIAS ESPECÍFICAS:</b>                    | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar los fundamentos de la Química analítica e instrumental</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la refractometría y nefelometría</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia atómica la espectroscopia por absorción molecular ultravioleta y visible</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia en el rango del infrarrojo</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (rmn)</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectrometría de masas moleculares</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar las técnicas de separaciones</li> </ul>   |                         |  |
| <b>NO. DE PRACTICA</b>                              | 5   | <b>DURACION (HORAS)</b> |  |



### ANTECEDENTES

Análisis de mezclas de sustancias absorbentes por espectrofotometría UV/Vis

La absorbancia total de una disolución a una longitud de onda dada es igual a la suma de las absorbancias de los componentes individuales presentes. El método más conocido para la determinación de las concentraciones de un sistema con dos o mas componentes, requiere establecer los picos de absorción de cada componente y que cada uno de ellos se encuentre libre de absorciones parásitas o de otros compuestos.

Esto hace posible la determinación cuantitativa de los constituyentes individuales de una mezcla, incluso si su espectro se superpone o traslapan, en este acaso se requiere de un barrido de los dos componentes y encontrar las longitudes de onda máxima.

Las absorbancias de las mezclas A y B se determina experimentalmente al igual que b, la anchura de la celda. Así fácilmente se pueden calcular las concentraciones de cada una de las constituyentes individuales. Estas relaciones son válidas solo si se cumple la ley de Beer y si las dos componentes se comportan independientes una de la otra. la mayor precisión de un análisis de este tipo se alcanza cuando se eligen longitudes de onda en las cuales las que las diferencias entre las absortividades molares sean grandes.

Se pueden analizar mezclas que contengan más de dos especies absorbentes, al menos al principio si se hace más medidas de absorbancia para cada componente añadido. Sin embargo, las determinaciones en los datos obtenidos se hacen mayores a medida que el número de medidas aumenta. Algunos de los espectrofotómetros computarizados más recientes son capaces de reducir estas indeterminaciones aumentando el número de determinaciones. Estos instrumentos utilizan mucho más dato que incógnitas y ajustan efectivamente el espectro completo de la incógnita lo más posible a un espectro sintético derivado, asumiendo varias concentraciones de las componentes. El espectro derivado es comparado con el analito hasta encontrar un ajuste casi perfecto. Evidentemente se solicita el espectro de las soluciones patrón de cada uno de los componentes.

A partir del concepto siguiente se tiene que:

$$A_{mezcla} = A_1 + A_2 + A_3 + \dots + A_i$$

**En donde:**

$$A_{mezcla} = \epsilon_1 b C_1 + \epsilon_2 b C_2 + \epsilon_3 b C_3 + \dots + \epsilon_i b C_i$$

Amezcla: Absorbancia de la mezcla

Ai: Absorbancia del componente i

$\epsilon_i$ : Absortibilidad molar del componente i

b: longitud de la celda

Ci: Concentración molar del componente



| Material y Equipo   | Reactivos   |
|---|---|
| Espectrofotómetro Spectronic<br>y 2 celdas.                           | Agua destilada  |
| 7 Matraces volumétricos de 100 ml                                     | Sal de <b>Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> .6H<sub>2</sub>O</b> |
| 2 Matraces volumétricos de 25 ml<br>4 vasos de precipitados de 100 ml | Disolución de Cobalto (sol A) 0.09 M<br>100 ml                |
| 2 pipeta graduadas de 5 ml  | Sal de <b>Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O</b>  |
| 2pipeta graduada de 10 ml<br>1 vidrio de reloj                        | Disolución de Níquel (sol B) 0.09M<br>100 ml                  |
| Perillas  |   |
| Piseta con agua destilada   |   |
| Balanza analítica   |   |
| Espátula  |   |
|   |   |
|   |   |

**Recuerde cumplir con las normas de seguridad y prevención de accidentes en el trabajo con sustancias químicas.**

**PREGUNTA GENERADORA**

Podrá demostrar que es posible determinar el análisis de mezclas con espectros bien resueltos, aplicando la Ley de Lambert Beer.

**ACTIVIDADES A DESARROLLAR**

- 1.- Se selecciona la longitud de onda adecuada para la solución A de concentración 0.09M
  - 2.- Verifique que las longitudes de onda de máxima absorbancia no se sobrepongan o traslapen, realizando un barrido de ( ± ) 50 nm, de 10 en 10 nm, para cada valor.
- El Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> tiene un máximo de absorción reportada de 510 nm y el Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> tiene un valor máximo de 395 nm.**



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



(De esta disolución patrón o estándar se toman alícuotas 5, 10,15,20, y 25 ml y llevar a un aforo de 100 ml con agua destilada, utilizando como blanco el agua destilada y se leen en el espectrofotómetro, se pueden graficar los datos utilizando absorbancia vs concentración)

- 2.- Se calibra a 0 y 100% de T
- 3.- Se mide la absorbancia de la solución A, de la solución B a las longitudes de onda máxima de 510nm y 395 nm
- 4.- Se selecciona la longitud de onda adecuada para la solución B
- 5.- Se calibra a 0 y 100% de T
- 6.- Se mide la Absorbancia de la solución A, y de la solución B
- 7.- Y obtener las absorbancias de una mezcla problema de Cobalto-Níquel.

### EVIDENCIAS A GENERAR EN EL DESARROLLO DE LA PRACTICA

1. Obtención de las lecturas de absorbancia para mezcla y estándares conocidos a una longitud de onda máxima obtenida
2. Calcule el coeficiente de extinción molar de los iones a las dos diferentes longitudes de onda.
3. Calculo de las concentraciones desconocidas de cada componente en la mezcla
4. Construcción de las gráficas de calibración para cada uno de los estándares a las longitudes de onda encontradas (linealice el gráfico por el método de mínimos cuadrados)
5. Revise de nuevo los objetivos y evalúe si se cumplieron total o parcialmente, y redacte unas conclusiones en donde exprese en forma clara lo aprendido en esta práctica.

### ANEXO INSTRUMENTO DE EVALUACION (RUBRICA, LISTA DE COTEJO)

### BIBLIOGRAFIA

Schenk, G. Hahn, r. y Hatkoff, A., 1984 Química analítica cuantitativa CECSA  
Skoog, D. y West, D. Química Analítica McGraw-Hill



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales

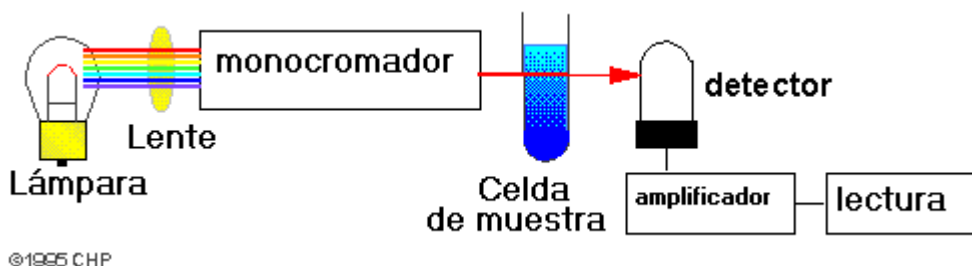


|   |   |                         |         |
|---|---|-------------------------|---------|
| <b>CARRERA (S):</b>                                 | Ingeniería Química y Bioquímica   |                         |         |
| <b>NOMBRE DE LA ASIGNATURA</b>                      | Análisis Instrumental   |                         |         |
| <b>NO. CRÉDITOS SATCA DE PRÁCTICA</b>               | 3-2-5   |                         |         |
| <b>NOMBRE(S) DE LA(S) UNIDAD(ES) DE APRENDIZAJE</b> | Espectroscopía.   |                         |         |
| <b>TEMA(S)</b>                                      | <b>DETERMINACIÓN DE SULFATOS EN AGUA POR TURBIDEIMETRÍA</b>   |                         |         |
| <b>COMPETENCIA A DESARROLLAR</b>                    | <p><b>Competencias genéricas:</b><br/> <u>Competencias instrumentales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de análisis y síntesis</li> <li>• Capacidad de organizar y planificar</li> <li>• Conocimientos básicos de la carrera</li> <li>• Comunicación oral y escrita</li> <li>• Habilidades básicas de manejo de la computadora</li> <li>• Habilidad para buscar y analizar información proveniente de fuentes diversas</li> <li>• Solución de problemas</li> <li>• Toma de decisiones</li> </ul> <p><u>Competencias interpersonales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad crítica y autocrítica</li> <li>• Trabajo en equipo</li> <li>• Habilidades interpersonales</li> </ul> <p><u>Competencias sistémicas</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de aplicar los conocimientos en la práctica</li> <li>• Habilidades de investigación</li> <li>• Capacidad de aprender</li> <li>• Capacidad de generar nuevas ideas (creatividad)</li> <li>• Habilidad para trabajar en forma autónoma</li> <li>• Búsqueda del logro</li> </ul> |                         |         |
| <b>COMPETENCIAS ESPECÍFICAS:</b>                    | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar los fundamentos de la Química analítica e instrumental</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la refractometría y nefelometría</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia atómica la espectroscopia por absorción molecular ultravioleta y visible</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia en el rango del infrarrojo</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (rmn)</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectrometría de masas moleculares</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar las técnicas de separaciones</li> </ul>   |                         |         |
| <b>NO. DE PRACTICA</b>                              | 6   | <b>DURACION (HORAS)</b> | 2 Horas |



### ANTECEDENTES:

- La turbidimetría y la nefelometría, son dos métodos analíticos cuantitativos complementarios para el análisis de disoluciones coloidales, emulsiones, humos y nieblas, basadas en la dispersión de partículas suspendidas en líquidos.
- Son técnicas que empiezan a utilizarse en el siglo XX, en la década de los sesentas y no fue sino hasta la década de los ochentas, cuando se tiene un avance significativo en los equipos como en las técnicas desarrolladas. Inicialmente comenzó a utilizarse para proporcionar una evaluación básica de la calidad del agua, para procesos industriales y la transparencia del agua para la alimentación en calderas
- La turbidimetría se considera un fenómeno de dispersión y se mide la disminución de la luz transmitida (T) a través de la suspensión de partículas, en soluciones concentradas, utilizando un espectrofotómetro visible o ultravioleta-visible.
- Laboratorios analíticos, clínicos y de procesos utilizan el método para el análisis de muestras que pueden ser gases, líquidos y sólidos transparente.
- Son recomendables las técnicas donde la turbidez de la muestra se desarrolla de manera controlada. La reacción de precipitación debe efectuarse con rapidez y las partículas formadas deben ser de baja solubilidad y de tamaño pequeño



La absorbancia y la transmitancia pueden expresarse matemáticamente como:

$$A = \log P_0 - \log P$$

y

$$T = P/P_0$$



De manera que  $A = -\log T$

La relación entre la concentración de la especie absorbente y la cantidad de radiación absorbida, a la longitud de onda a la cual debe pasar la radiación por la solución, está dada por la Ley de Beer-Lambert. Esta ley establece una relación lineal entre la concentración y la absorbancia, que es expresada por:

$$A = (\epsilon) \times (b) \times (c)$$

O

$$A = (a) \times (b) \times (c)$$

| Material y Equipo                  | Reactivos  |
|------------------------------------|--|
| Espectrofotómetro Spectronic       | Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> Sulfato de sodio anhidro |
| 2 celdas para el espectrofotometro | NaCl Cloruro de sodio                                    |
| Matraz aforado de 500 ml           | HCl 2M   |
| Matraz aforado de 200 ml           | BaCl <sub>2</sub> Cloruro de Bario                       |
| 4 Matraz aforado de 250 ml         |  |
| 4 matraces Erlenmeyer de 500 ml    |  |
| 2 vasos de precipitados de 100 ml  |  |
| 2 pipetas graduadas de 5 ml        |  |
| Vidrio de reloj                    |  |
| Agitador de vidrio                 |  |
| Balanza analítica                  |  |
| Espátula                           |  |
| Piseta de agua destilada           |  |



**Recuerde cumplir con las normas de seguridad y prevención de accidentes en el trabajo con sustancias químicas. Se recomienda la utilización de la campana de extracción para cuando prepare la solución de ácido clorhídrico HCl 2 Molar.**

#### **PREGUNTA GENERADORA.**

Podrá demostrar y utilizar una técnica turbidimétrica para la cuantificación de una muestra problema de sulfatos aplicando la Ley de Lambert y Beer.

#### **PROCEDIMIENTO.**

- 1.- Preparar una disolución estándar de sulfatos ( $\text{SO}_4^{2-}$ ). Utilice el sulfato de sodio anhidro reactivo químico y pese con exactitud la cantidad necesaria para preparar 500 ml de disolución que sea aproximadamente 200 ppm del ion sulfato.
- 2.- Preparar 200 ml de una la disolución de NaCl al 20% (p/p)
- 3.- Preparar 200 ml de una la disolución de HCl 2 Molar
- 4.- Preparar una curva estándar o patrón a partir de la solución que contiene 200 ppm de sulfatos, Con concentración de 25, 50 100 y 150 ppm colocadas en un matraz volumétrico de 250 ml, a estas cuatro diluciones se le agregan 25 ml de NaCl al 20%(p/p) y 25 ml de HCl 2 M y aforar hasta la marca con agua hasta el volumen exacto.
- 5.- Trasvase cada una de las disoluciones a un matraz Erlenmeyer de 500 ml y adicione 1.0 g de  $\text{BaCl}_2$  Cloruro de Bario a cada sistema. Agite muy bien (con el agitador de vidrio).
- 6.- Utilice el equipo de espectrofotómetro, y con las cubetas limpias, mida la transmitancia utilizando como blanco la disolución patrón, seleccionando su longitud de onda a 355 nm.
- 7.- Solicite a su profesor del laboratorio, una muestra problema de sulfatos, y mida su transmitancia.

#### **EVIDENCIAS A GENERAR EN EL DESARROLLO DE LA PRACTICA.**

1. Obtención de las lecturas de transmitancia para la muestra y estándares conocidos a una longitud de onda recomendada
2. Calculo de la concentración desconocida en la muestra
3. Construcción de las gráficas de calibración (transmitancia en función de la concentración en mg/ l ) para cada uno de los estándares a las longitudes de onda encontradas.
4. Obtenga las absorbancias a partir de la transmitancia y obtenga un gráfico lineal, utilice el método de mínimos cuadrados y linealice su gráfico para interpolar el valor de la muestra y utilice la ecuación de la ley de Lamber-Beer para obtener la concentración.
5. Revise de nuevo los objetivos y evalúe si se cumplieron total o parcialmente, y redacte unas conclusiones en donde exprese en forma clara lo aprendido en esta práctica.





GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



### **BIBLIOGRAFIA**

- Daniel C. Harris (2001) Análisis químico Cuantitativo Reverte S. A  
R.A.Day, A. L Underwood Química Analítica Cuantitativa 5ª Edición.  
Editorial Prentice -Hall Hispanoamericana, S.A.  
Schenk, G. Hahn, r. y Hatkoff, A., 1984 Química analítica cuantitativa CECSA  
Skoog, D. y West, D. Química Analítica McGraw-Hill  
Rouessac, F.; Rouessac, A. ANÁLISIS QUÍMICO. MÉTODOS Y TÉCNICAS  
INSTRUMENTALES MODERNAS. McGraw-Hill, 2003.  
Valcárcel, M. PRINCIPIOS DE QUÍMICA ANALÍTICA. Springer, 1999



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



|   |   |                         |         |
|---|---|-------------------------|---------|
| <b>CARRERA (S):</b>                                 | Ingeniería Química y Bioquímica   |                         |         |
| <b>NOMBRE DE LA ASIGNATURA</b>                      | Análisis Instrumental   |                         |         |
| <b>NO. CRÉDITOS SATCA DE PRÁCTICA</b>               | 3-2-5   |                         |         |
| <b>NOMBRE(S) DE LA(S) UNIDAD(ES) DE APRENDIZAJE</b> | Cromatografía   |                         |         |
| <b>TEMA(S)</b>                                      | <b>SEPARACION DE PIGMENTOS MEDIANTE CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA</b>  |                         |         |
| <b>COMPETENCIA A DESARROLLAR</b>                    | <p><b>Competencias genéricas:</b></p> <p><u>Competencias instrumentales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de análisis y síntesis</li> <li>• Capacidad de organizar y planificar</li> <li>• Conocimientos básicos de la carrera</li> <li>• Comunicación oral y escrita</li> <li>• Habilidades básicas de manejo de la computadora</li> <li>• Habilidad para buscar y analizar información proveniente de fuentes diversas</li> <li>• Solución de problemas</li> <li>• Toma de decisiones</li> </ul> <p><u>Competencias interpersonales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad crítica y autocrítica</li> <li>• Trabajo en equipo</li> <li>• Habilidades interpersonales</li> </ul> <p><u>Competencias sistémicas</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de aplicar los conocimientos en la práctica</li> <li>• Habilidades de investigación</li> <li>• Capacidad de aprender</li> <li>• Capacidad de generar nuevas ideas (creatividad)</li> <li>• Habilidad para trabajar en forma autónoma</li> <li>• Búsqueda del logro</li> </ul> |                         |         |
| <b>COMPETENCIAS ESPECÍFICAS:</b>                    | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar los fundamentos de la Química analítica e instrumental</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la refractometría y nefelometría</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia atómica la espectroscopia por absorción molecular ultravioleta y visible</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia en el rango del infrarrojo</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (rmn)</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectrometría de masas moleculares</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar las técnicas de separaciones</li> </ul>   |                         |         |
| <b>NO. DE PRACTICA</b>                              | 7   | <b>DURACION (HORAS)</b> | 2 Horas |



### ANTECEDENTES:

La cromatografía es un método físico de separación para la caracterización de mezclas complejas, la cual tiene aplicación en todas las ramas de la ciencia. Los métodos cromatográficos, son un conjunto de métodos utilizados en la purificación e identificación y cuantificación de compuestos, que se basan en la interacción de los componentes de la mezcla con dos fases inmiscibles entre sí, llamadas fases, una móvil y la otra estacionaria.

La cromatografía es un conjunto de técnicas o procesos basados en la diferencia de velocidades, donde los componentes individuales de una mezcla emigran por un medio estacionario bajo la influencia de una fase móvil. Las separaciones en general se basan en un proceso de equilibrio donde la constante o coeficiente de reparto  $K_r$ , o partición  $K_p$ , o distribución  $K_d$ , se define en una expresión como:

$$K_p = C_s / C_m$$

Donde  $K_p$  = constante de partición

$C_s$  = Concentración del soluto en la fase estacionaria.

$C_m$  = Concentración del soluto en la fase móvil.

La clasificación de los métodos cromatográficos, puede hacerse de forma sencilla, A) La cromatografía realizada en columna, donde la fase estacionaria se mantiene dentro de un tubo angosto y la fase móvil es forzada a pasar a través del tubo bajo presión o gravedad, y B) La cromatografía plana, donde la fase estacionaria está sostenida por una placa plana o en los poros de un papel. En este caso la fase móvil se desplaza por la acción capilar o bajo la influencia de la gravedad.

La cromatografía plana (o TLC, por sus siglas en el idioma inglés Thin Layer Chromatography), en donde la fase estacionaria se encuentra adherida a un soporte que puede ser una placa delgada de vidrio, aluminio o plástico, siendo las más utilizadas de sílica gel, alúmina o celulosa. La fase móvil puede ser un disolvente o una mezcla de disolventes y se mantiene su composición durante toda la cromatografía. Esta fase móvil asciende por capilaridad a lo largo de la fase estacionaria.

Para la cromatografía en capa fina y papel se emplea el  $R_f$ , que es una relación que existe entre la distancia recorrida de un compuesto, medida en centímetros donde se colocó la muestra, origen, hasta el centro de la mancha. Es importante para el cálculo medir también la distancia en cm, recorrida por el disolvente desde su origen hasta el final.

$$R_f = \frac{\text{Distancia del compuesto A en cm}}{\text{Distancia recorrida por el disolvente en cm}}$$



Hay una clasificación de los disolventes en relación a su polaridad:

No polares como: El disulfuro de carbono CS<sub>2</sub>, hidrocarburos alifáticos, olefínicos y aromáticos

Polaridad intermedia débil como: Éteres, cetonas, aldehídos, aminas terciarias

Polaridad intermedia fuerte como: Alcoholes, ácidos carboxílicos, fenoles, aminas primarias y secundarias

Polaridad fuerte como: Polihidroxialcoholes, aminoalcoholes, hidroxiaácidos

| <b>Material y Equipo</b>  | <b>Reactivos</b>                           |
|---|--|
| 3 placas para cromatografía de 3.0 cm de ancho por 8.0 cm de alto (pueden ser portaobjetos como la base para ser cubiertos de sílica gel que es la fase estacionaria) | Etol al 96%                                |
| cubeta de vidrio con tapa o un vaso de Koplín   | Acetona                                    |
| 3 pipetas graduadas de 5.0 ml   | Disolución de anaranjado de metilo al 1.0% |
| 4 capilares de vidrio o pipetas Pasteur   | Disolución de azul de metileno al 1.0%     |
| 1 mechero   | Disolución de rojo neutro al 1.0%          |
| 4 vasos de precipitado de 50 ml   | Sílica gel                                 |
| 1 matraz volumétrico de 10 ml   |  |
| Desecador   |  |
| Cronometro  |  |
| Encendedor  |  |
| Estufa  |  |

**Recuerde cumplir con las normas de seguridad y prevención de accidentes en el trabajo**



### PREGUNTA GENERADORA

Demostrar mediante un dispositivo de laboratorio la separación de compuestos por cromatografía de capa fina.

### ACTIVIDADES A DESARROLLAR

#### I. Montaje del dispositivo.

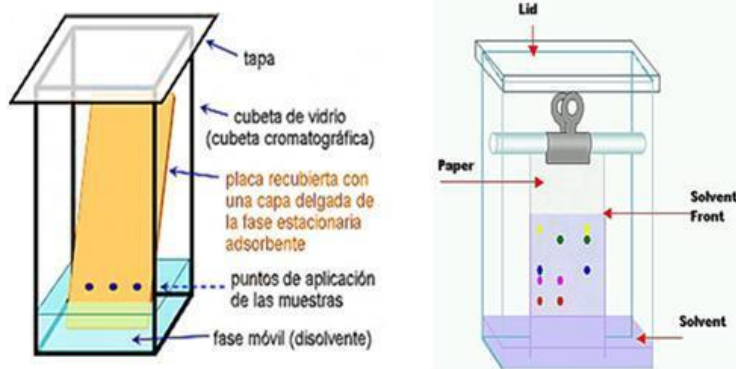
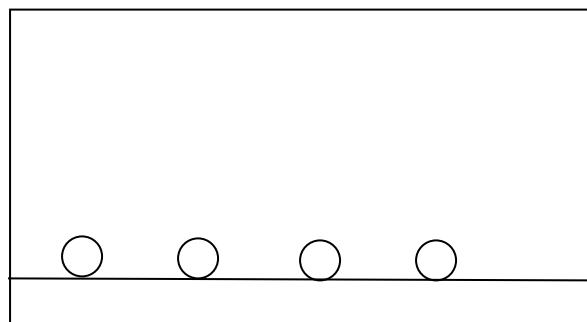


Fig. 31 Realización de cromatografía en capa fina



Muestras            1            2            3            4

#### II. Demostración

1. Las placas cromatográficas pueden ser elaboradas por los alumnos, o bien pueden ser compradas.
2. Activar las placas cromatográficas en una estufa a 110 °C por 30 minutos
3. Colocarlas en el desecador, hasta el momento de su uso.
4. En la cubeta cromatográfica (o vaso de Koplín) se colocará el disolvente inicialmente alcohol y se deja el tiempo necesario para saturar la cubeta y dos mezclas de disolvente alcohol-acetona (2:1) y alcohol – acetona (1:2), en suficiente cantidad para ser colocada en la cubeta cromatográfica (realizándose tres corridas de las muestras que se han preparado con



anterioridad de los colorantes, A) Disolución de anaranjado de metilo al 1.0%, B) Disolución de azul de metileno al 1.0%. C) Disolución de rojo neutro al 1.0% y D) una mezcla de los tres colorantes en una misma proporción 1:1:1)

5. Con ayuda de los capilares o pipetas Pasteur aplicar las muestras en cada placa, según se muestra en el diagrama, dejando aproximadamente 0.5 cm de separación entre una muestra y la otra, siendo la muestra No 1 la solución de anaranjado de metilo, la No. 2 es la mezcla de los tres colorantes, No 3 coloque la solución de azul de metileno y por último la No 4 es la solución del rojo neutro, y recuerde aplicar la muestra una por una poniendo tres gotas en el mismo punto, se deja secar y se pondrá la siguiente muestra de la misma forma, hasta el término de la muestra No 4.
6. Se realizarán tres ensayos con las mismas muestras para que el alumno determine cuál es el mejor sistema de disolventes para la separación de una mezcla de colorantes
7. Para cada ensayo se determinan los  $R_f$  correspondientes.

#### **EVIDENCIAS A GENERAR EN EL DESARROLLO DE LA PRACTICA**

1. Para cada ensayo determinar los  $R_f$  correspondientes, para cada indicador en cada fase móvil (un total de 9)
2. Coloque sus resultados en una tabla o matriz para la identificación de cada placa y cada indicador por placa, analizando que tan buena fue la separación con los tres disolventes, alcohol y las mezclas alcohol-cetona.
3. Con base a los datos obtenidos y la literatura consultada elaborar conclusiones de forma robusta de su experimento.

#### **ANEXO** **INSTRUMENTO DE EVALUACION** **(RUBRICA, LISTA DE COTEJO)**

#### **BIBLIOGRAFIA**

Daniel C. Harris (2001) Análisis químico Cuantitativo Reverte S. A  
R.A.Day, A. L Underwood Química Analítica Cuantitativa 5ª Edición.  
Editorial Prentice -Hall Hispanoamericana, S.A.  
Schenk, G. Hahn, r. y Hatkoff, A., 1984 Química analítica cuantitativa CECSA  
Skoog, D. y West, D. Química Analítica McGraw-Hill  
Rouessac, F.; Rouessac, A. ANÁLISIS QUÍMICO. MÉTODOS Y TÉCNICAS INSTRUMENTALES MODERNAS. McGraw-Hill, 2003.  
Valcárcel, M. PRINCIPIOS DE QUÍMICA ANALÍTICA. Springer, 1999



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



|   |   |                         |         |
|---|---|-------------------------|---------|
| <b>CARRERA (S):</b>                                 | Ingeniería Química y Bioquímica   |                         |         |
| <b>NOMBRE DE LA ASIGNATURA</b>                      | Análisis Instrumental   |                         |         |
| <b>NO. CRÉDITOS SATCA DE PRÁCTICA</b>               | 3-2-5   |                         |         |
| <b>NOMBRE(S) DE LA(S) UNIDAD(ES) DE APRENDIZAJE</b> | Cromatografía   |                         |         |
| <b>TEMA(S)</b>                                      | <b>CROMATOGRAFÍA DE GASES EN COLUMNA</b>  |                         |         |
| <b>COMPETENCIA A DESARROLLAR</b>                    | <p><b>Competencias genéricas:</b></p> <p><u>Competencias instrumentales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de análisis y síntesis</li> <li>• Capacidad de organizar y planificar</li> <li>• Conocimientos básicos de la carrera</li> <li>• Comunicación oral y escrita</li> <li>• Habilidades básicas de manejo de la computadora</li> <li>• Habilidad para buscar y analizar información proveniente de fuentes diversas</li> <li>• Solución de problemas</li> <li>• Toma de decisiones</li> </ul> <p><u>Competencias interpersonales</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad crítica y autocrítica</li> <li>• Trabajo en equipo</li> <li>• Habilidades interpersonales</li> </ul> <p><u>Competencias sistémicas</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Capacidad de aplicar los conocimientos en la práctica</li> <li>• Habilidades de investigación</li> <li>• Capacidad de aprender</li> <li>• Capacidad de generar nuevas ideas (creatividad)</li> <li>• Habilidad para trabajar en forma autónoma</li> <li>• Búsqueda del logro</li> </ul> |                         |         |
| <b>COMPETENCIAS ESPECÍFICAS:</b>                    | <ul style="list-style-type: none"> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar los fundamentos de la Química analítica e instrumental</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la refractometría y nefelometría</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia atómica</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia por absorción molecular ultravioleta y visible</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia en el rango del infrarrojo</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (rmn)</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar la espectrometría de masas moleculares</li> <li>• Identificar, comprender, aplicar y relacionar las técnicas de separaciones</li> </ul>  |                         |         |
| <b>NO. DE PRACTICA</b>                              | 8   | <b>DURACION (HORAS)</b> | 2 Horas |



### ANTECEDENTES

La cromatografía de gases es una técnica de separación que se basa en el reparto de un compuesto entre una fase móvil en estado gaseoso y una fase estacionaria líquida sujeta a un soporte sólido. El gas fluye a través del soporte (recubierto con una fase estacionaria) en una columna precalentada y por último a través de un detector.

Mediante la selección de la fase estacionaria líquida adecuada pueden separarse casi todos los compuestos que posean una volatilidad significativa, salvo los compuestos que sean sensibles a la temperatura y la mayor parte de los polímeros.

En la presente práctica se propone el uso de un dispositivo de laboratorio que permitirá entender y visualizar el funcionamiento de un cromatógrafo de gases. Se usarán hidrocarburos volátiles dentro de una columna que contenga una fase sólida que permita la absorción de los hidrocarburos y como gas portador, gas natural o butano. La salida de los hidrocarburos se detecta por los cambios de color y tamaño de la flama de un encendedor.

| Material y Equipo   | Reactivos           |
|---|---------------------|
| tubo de vidrio en forma de "U" de 12 cm. de longitud              | Pentano             |
| tubo de vidrio de 0.5 cm. de diámetro                             | Hexano              |
| taponés de caucho para encajar en la boca del tubo                | Detergente en polvo |
| jeringas de plástico con agujas hipodérmicas de 1 cm <sup>3</sup> |                     |
| vaso de precipitados de 1000 ml                                   |                     |
| Manguera  |                     |
| embudo de vidrio  |                     |
| Desecador   |                     |
| Cronometro  |                     |
| Encendedor  |                     |
| Estufa  |                     |

**Recuerde cumplir con las normas de seguridad y prevención de accidentes en el trabajo**





### PREGUNTA GENERADORA

Demostrar mediante un dispositivo de laboratorio la separación de compuestos por cromatografía de gases.

### ACTIVIDADES A DESARROLLAR

#### I. Montaje del dispositivo.

1. Seque el detergente en una estufa a 100°C durante toda la noche
2. Deje enfriar el detergente en un desecador. Empaque el tubo "U", dejando el nivel del detergente un centímetro debajo de las salidas del tubo.
3. Perfore los tapones para insertar un trozo de tubo de vidrio de 0.5 cm de diámetro, para alimentación del gas acarreador.
4. Coloque el tapón en uno de los extremos del tubo "U" (*septum*) y adapte el tubo a la llave de gas con una manguera.
5. Coloque el otro tapón en el otro extremo del tubo "U" y adapte al tubo de vidrio una manguera para conectar una jeringa (sin embolo). Adapte un encendedor para mantener una llama continua.
6. Para el gas de referencia, conecte una jeringa (sin embolo) mediante una manguera a la llave del gas. Adapte un encendedor para mantener una llama continua.
7. Sumerja el tubo en un baño de agua recién hervida.

#### II. Demostración

8. Encienda los encendedores y abra las llaves de gas, de referencia y de la columna. Se llevará un poco de tiempo desplazar el aire de la columna para que salga el gas acarreador.
9. Ajuste las llamas de los encendedores para que sean idénticas. Deberán ser poco luminosas, de aproximadamente 2 mm. de altura. Se recomienda un fondo negro para la mejor identificación de las llamas.
10. Tome, 1 ml de pentano en una jeringa hipodérmica. Inserte la aguja a través del *tapón-septum* hasta el detergente e inyecte el pentano hacia a la columna. Empiece a cronometrar.
11. Observe la llama cuidadosamente y anote cuando empieza a ser significativamente más alta y más luminosa que la llama de referencia. Esto llevará 40 segundos aproximadamente (tiempo de retención). También anote cuando la llama vuelve a ser normal (aproximadamente en 50 segundos). Repita este proceso con hexano en lugar de pentano. Este saldrá después de aproximadamente 80 segundos y afectará a la llama unos 70 segundos.
12. Inyecte una muestra de cualquiera de los dos solventes, proporcionada por el profesor, para identificarla en función del tiempo de retención.



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



### EVIDENCIAS A GENERAR EN EL DESARROLLO DE LA PRACTICA

4. Lista de los resultados observados para los tiempos de retención de los compuestos
5. Redacción de la investigación sobre los efectos de las variables siguientes: temperatura, longitud de la columna, material de empaque de la columna y flujo del gas acarreador.
6. Elaboración de un cuadro sinóptico indicando la fase estacionaria recomendada para diferentes tipos de compuestos
7. Elaboración de un cuadro sinóptico de los detectores usados en cromatografía de gases y su aplicación.

### ANEXO INSTRUMENTO DE EVALUACION (RUBRICA, LISTA DE COTEJO)

### BIBLIOGRAFIA

Daniel C. Harris (2001) Análisis químico Cuantitativo Reverte S. A  
Schenk, G. Hahn, r. y Hatkoff, A., 1984 Química analítica cuantitativa CECSA  
Skoog, D. y West, D. Química Analítica McGraw-Hill  
Rouessac, F.; Rouessac, A. ANÁLISIS QUÍMICO. MÉTODOS Y TÉCNICAS INSTRUMENTALES MODERNAS. McGraw-Hill, 2003.  
Valcárcel, M. PRINCIPIOS DE QUÍMICA ANALÍTICA. Springer, 1999



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

**MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO**  
**Modelo por Competencias Profesionales**



# ANEXO



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



### INSTRUMENTO DE EVALUACION (RUBRICA, LISTA DE COTEJO, ETC.)

| Asignatura   |  |   |   |   |  |
|--|--|---|---|---|--|
| Nombre del alumno  |  |   |   |   |  |
| 1.-<br>Puntualidad                                       | Llegó Puntualmente.<br><br><b>10</b>   | Llegó dentro de la tolerancia establecida.<br><br><b>8</b>  | Llegó 5 minutos después de la tolerancia establecida.<br><br><b>7</b>                                     | Llegó dentro de los 10 minutos de la tolerancia establecida.<br><br><b>5</b>  | No asistió.<br><br><b>0</b>                                      |
| 2.-<br>Conocimientos previos, bitácora.                  | Cumplió con la investigación de toda la información solicitada.<br><br><b>10</b>   | Faltaron algunos temas /conceptos de la investigación solicitada.<br><br><b>8</b>   | Cumplió solo de manera parcial con la investigación solicitada.<br><br><b>7</b>                           | La investigación fue deficiente.<br><br><b>5</b>  | No cumplió/no presentó bitácora.<br><br><b>0</b>                 |
| 3.- Capacidad de organización en su trabajo experimental | Su organización en equipo es óptima, lo que le permite terminar con todas las actividades en el tiempo establecido.<br><br><b>10</b> | Se organiza regularmente, le falta muy poco para terminar todas las actividades en el tiempo establecido.<br><br><b>8</b> | Su organización es suficiente, no termina todas las actividades en el tiempo establecido.<br><br><b>7</b> | Su organización es deficiente, le faltaron varias actividades de realizar en el tiempo establecido.<br><br><b>5</b> | No ha desarrollado su capacidad de organización.<br><br><b>0</b> |



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



|  |  |   |  |  |   |
|--|--|---|--|--|---|
| 4.-Habilidad en el manejo de material, reactivos y equipo.       | Sus habilidades son óptimas.<br><br><b>10</b>                              | Sus habilidades son buenas.<br><br><b>8</b> | Sus habilidades son suficientes.<br><br><b>7</b> | Sus habilidades son deficientes.<br><br><b>5</b> | No ha adquirido las habilidades requeridas.<br><br><b>0</b> |
| 5.- Capacidad de aplicar y relacionar la teoría con la práctica. | Su capacidad es excelente, se observa una buena relación.<br><br><b>10</b> | Su capacidad es buena.<br><br><b>8</b>      | Su capacidad es suficiente.<br><br><b>7</b>      | Su capacidad es deficiente.<br><br><b>5</b>      | No se observa ninguna capacidad.<br><br><b>0</b>            |



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



### INSTRUMENTO DE EVALUACIÓN: LISTA DE COTEJO PARA EL LABORATORIO

VALOR DEL INDICADOR 30%

| COMPETENCIA      | ASPECTO A EVALUAR                                | SI / NO CUMPLE |
|------------------|--|----------------|
| Conocimientos    | Estudio anticipado de la práctica                |                |
| Participación    | Colaboración y permanencia en el laboratorio.    |                |
| Dedicación       | Investigación a la bitácora sobre la práctica    |                |
| Disertación oral | Propuesta por el alumno y aprobada por profesor. |                |

VALOR DEL INDICADOR 30% LISTA DE COTEJO

|           | ACCIONES A EVALUAR  | SI / NO CUMPLE |
|-----------|---|----------------|
| DESEMPEÑO | Conocimiento de sesión y bitácora previa                                |                |
| DESEMPEÑO | Integración del equipo y trabajo colaborativo                           |                |
| DESEMPEÑO | Desarrollo adecuado de la experimentación, y obtención y toma de datos. |                |



GOBIERNO DEL  
ESTADO DE MÉXICO

## MANUAL DE PRACTICAS DE LABORATORIO Modelo por Competencias Profesionales



VALOR DEL INDICADOR: REPORTE POR ESCRITO. 40%

| INDICADOR                  | DESCRIPCIÓN   | EXCELENTE | MUY BIEN | BIEN | REGULAR | MAL |
|----------------------------|---|-----------|----------|------|---------|-----|
|                            |   | 10        | 9        | 8    | 7       | 5   |
| Presentación               | Limpieza orden y ortografía                                       |           |          |      |         |     |
| Contenido                  | Caratula índice introducción marco teórico metodología            |           |          |      |         |     |
| Fundamentos Teórico        | Muestra adquisición del conocimiento                              |           |          |      |         |     |
| Presentación de resultados | Usa tablas y graficas   |           |          |      |         |     |
| Conclusiones               | Se tiene capacidad de síntesis análisis y argumenta su conclusión |           |          |      |         |     |