



**Universidad Autónoma del Estado de México  
Facultad de Química  
Licenciatura en Química**

***MANUAL DE LABORATORIO***

**LABORATORIO DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL**

**M. en C. A. María Magdalena García Fabila**  
con la colaboración de:  
**M. en C. Q. María Guadalupe Miranda Rivera**

**2016**

## I.- INTRODUCCIÓN.

La Química Analítica es una parte imprescindible del análisis de químico. Es una disciplina extremadamente amplia esencial para muchas industrias, particularmente aquellas como el procesamiento y manufactura del petróleo, químicos, semiconductores, metales, plásticos, farmacéuticos, cerámicos, papel, textiles, alimentos y productos del vidrio, es fundamental también en el área de ambiental sobre todo en el monitoreo, calificación y cuantificación de contaminantes a gran concentración y en el análisis de trazas. El químico analítico profesional tiene la responsabilidad de determinar que procedimientos deben ser usados para un problema dado, o si se requiere, desarrollar uno nuevo.

El nivel al cual los profesionistas entrenados se involucran en el análisis químico, depende de diversos factores que incluyen la naturaleza del problema, los recursos económicos, de infraestructura, sensibilidad, el tiempo de respuesta y objetivos personales.

A menudo se formulan en los diferentes campos preguntas como “necesito saber cuanto níquel, cromo y hierro hay en esta muestra”, ¿Cuándo podrías darme los resultados?. Este tipo de situaciones pueden verse de dos formas:

- 1) como un caso de rutina general o
- 2) como un problema específico en el cual existe un desconocimiento de las características del comportamiento del material al ser sometido a diferentes técnicas.

En el primer caso, la responsabilidad del Químico Analista es la de manejar las técnicas prevalecientes e instrumentos con los que se cuenta, así como una apreciación de su sensibilidad, requerimientos de muestra y otras cosas.

En el segundo caso, la resolución de este tipo de problemas es a menudo el resultado de la interacción entre el Químico Analista y los Investigadores o Ingenieros que poseen el conocimiento sobre las muestras a tratar y que a menudo se enfrentan con una estructuración de la técnica a seguir para resolver éste. El rol del químico analista en este contexto es entonces el de postular un mecanismo para explicar los cambios producidos en una muestra en particular cuando ésta es analizada y entonces examinar la validez del análisis.

El presente manual de laboratorio esta elaborado como apoyo para la licenciatura en química y busca dar una revisión a varias técnicas analíticas las cuales son empleadas tanto como rutina general como en investigación, y que difieren en el equipo instrumental empleado según su aplicación.

## Medidas de Seguridad

---

---

- Emplear bata dentro del laboratorio.
- Todo el material de vidrio debe estar limpio y seco.
- Usar siempre el material adecuado para cada fin por ejemplo, pipetear con una perilla, no con la boca.
- Los residuos que se generen de la práctica deberán deponerse en el envase destinado para ello.
- Cuando tenga una duda sobre el funcionamiento del equipo, pregunte a su profesor, el improvisar puede dañar el equipo.

## Indice

	Página
Práctica	
Introducción	2
Medidas de Seguridad	3
Indice	4
1    Uso de la ley de Lamber & Beer	5
2    Determinación de fósforo en bebidas	8
3    Determinación de calcio por absorción atómica	10
4    Determinación de Plomo en un objeto de alfarería	12
5    Determinación del contenido de Na y K empleando la técnica de flamometría	14
6    Determinación de dextrosa por polarimetría.	16
7    Determinación de alcohol en bebidas por refractometría.	18
8    Determinación del tamaño de partícula de una muestra de pegamento base agua.	20
9    Manejo De Muestras Para Ser Leídas En Espectrofotometría De Luz Infrarroja.	24
10   Identificación de materiales de empaques poliméricos	30
11   Determinación de un perfil de aroma en un perfume comercial	35
12   Determinación de Ácido Acetil Salicílico en un producto farmacéutico comercial empleando HPLC	37
13   Comparación de Azúcar y Aspartame por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	40
14   Determinación del espectro de RMN de una muestra alcohólica.	44
Bibliografía	44
Cuestionarios	45

## MÉTODOS ESPECTROMÉTRICOS

### I. Espectrometría de Absorción Ultravioleta Visible.

#### Practica 1 Uso de la ley de Lamber & Beer

##### Objetivo.

Determinar la concentración de una muestra problema empleando el coeficiente de absorptividad.

##### Fundamento

La ecuación (1) se conoce como la ley de Beer o ley de Lambert & Beer; el valor de la absorptividad es característico de cada sustancia y se emplea cuando la concentración de la solución es estudio está dada en partes por millón o por miligramos; pero si la concentración es molar, la  $a$  se constituye por  $\epsilon$  y la constante se denomina absorptividad molar.

$$A = \epsilon bc \quad \dots\dots\dots(1)$$

donde:

- A absorbancia
- $\epsilon$  epsilon. Coeficiente de absorptividad molar
- b longitud de la celda
- c concentración molar de la muestra

ó bien

$$A = abc \quad \dots\dots\dots(1 a)$$

donde:

- A absorbancia
- a coeficiente de absorptividad
- b longitud de la celda
- c concentración de la muestra

La ley de Lamber & Beer considerada originalmente como un postulado ha sido objeto de numerosas interpretaciones y demostraciones considerando hipótesis estadísticas, cinéticas o simplemente lógicas, esta ley se refiere a la fracción de la luz absorbida, se cumple en las siguientes condiciones:

- ✓ La luz empleada debe ser monocromática.
- ✓ La concentración debe ser baja.
- ✓ La disolución debe ser homogénea.
- ✓ La disolución no debe ser fluorescente.
- ✓ El soluto debe ser estable, no debe sufrir transformaciones fotoquímicas.
- ✓ El soluto no debe originar asociaciones variables con el disolvente.

**Características del Analito:**

Se requiere de un compuesto que absorba en la región UV/Visible, por lo que debe contener grupos cromóforos. Para esta práctica se recomienda que el compuesto sea soluble en agua a temperatura ambiente.

Analito \_\_\_\_\_

**Materiales y equipo:**

Bitácora

Espectrofotómetro con un rango de trabajo de 200 a 700 nm

Material común de laboratorio. (espátula, matraces volumétricos de 100 y 10 ml, vasos de pp de 10 ml, piseta)

Balanza analítica

*Nota: Todo el material de vidrio empleado en esta determinación debe ser lavado preferentemente con etanol, enjuagado con agua corriente y enjuagando con agua destilada o deionizada según sea el caso.*

**Procedimiento:**

- 1) Preparar 10 ml de una solución del analito de concentración 100 mg/L
- 2) A partir de esta solución preparar 3 diluciones de concentración conocida

Concentraciones:

A \_\_\_\_\_  
B \_\_\_\_\_  
C \_\_\_\_\_

- 3) Leer el espectro de cada una de las diluciones preparadas.
- 4) Observando el espectro, elegir la longitud de onda a la cual el compuesto analizado tiene mayor absorbancia.

Longitud elegida \_\_\_\_\_

- 5) Obtener matemáticamente con la ayuda de la ley de Lambert & Beer el coeficiente de absorptividad del analito.
- 6) Con ayuda de los datos generados graficar la concentración contra la absorbancia obtenida

Concentración		Absorbancia
inicial	100 mg/L	
A		
B		
C		

- 7) Cuantificar la muestra problema empleando el método de la ley de Lamber & Beer y el método de la curva de calibración.
- 8) Discuta los resultados Obtenidos
- 9) Concluya.

## Practica 2

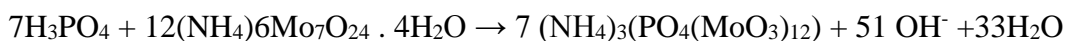
### Determinación de fósforo en bebidas.

#### Objetivo.

Determinar la cantidad de fósforo por un método espectrofotométrico (en forma de ortofosfatos) presente en las bebidas, aplicable cuando la concentración de ortofosfatos es de 1 a 20 mg/dm<sup>3</sup>.

#### Fundamento

Los métodos se basan en transformar los compuestos fosforados a ortofosfatos, los cuales se hacen reaccionar con molibdato de amonio para formar el ácido molibdo-fosfórico. En el método del azul de molibdeno o del cloruro estanoso, el ácido molibdo-fosfórico se reduce para producir el complejo colorido conocido como azul de molibdeno. La intensidad de la coloración se determina por espectrofotometría.



El complejo de fosfo-molibdato tiene una mezcla de Mo<sup>+5</sup> y Mo<sup>+6</sup>, su composición es indefinida. Este complejo es reducido a un compuesto azul soluble.

#### Características de la muestra:

Se requiere de una bebida que en teoría contenga fósforo, si se elige un refresco colorido se recomienda digerir, para eliminar interferencias.

Muestra \_\_\_\_\_

#### Materiales y equipo:

Bitácora

Espectrofotómetro con un rango de trabajo de 200 a 900 nm

Material común de laboratorio. (espátula, matraces volumétricos de 100 y 10 ml, vasos de pp de 10 ml, piseta)

Balanza analítica

#### Reactivos:

Las sustancias que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se especifique otra cosa. Cuando se mencione el uso de agua, debe entenderse deionizada.

Ácido Sulfúrico concentrado (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

Molibdato de amonio tetrahidratado (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub> Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O).

ac. Ascórbico

Hidróxido de sodio (NaOH).

Fosfato de potasio monobásico anhidro (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)

Sal disódica de fenolftaleína (C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>)

Alcohol etílico (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O)

Metanol (CH<sub>4</sub>O)



## Preparación de soluciones:

### 1. Solución stock de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Pesar 0.01915g de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> seco y disolver en 100mL de agua

Elaborar con esta solución una que contenga 4 ppm de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (requiere al menos 25ml)

### 2. Solución reductora

2.1 0.78 g de molibdato de amonio en 39 mL de agua

2.2 1.056 g de ac. Ascórbico en 60 ml de agua

2.3 11ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc en 125 ml de agua

Mezclar 2.1, 2.2 y 2.3 aforar a 250ml y etiquetar

### 3. Preparar la curva de calibración

Estándar	Conc (ppm)	ml de solución de trabajo	ml de soln reductora	Volumen de aforo (ml)
1	0.4	1	4	10
2	0.8	2	4	10
3	1.2	3	4	10
4	1.6	4	4	10
5	2.0	5	4	10
blanco	0	0	4	10

La curva será incubada durante 45 minutos a 50 °C

Posteriormente se enfrió a temperatura ambiente y se leyó a \_\_\_\_\_ nm

### 4. Preparar la muestra

Des-gasificación del refresco mediante agitación

Se toma 1 ml del refresco y se diluyó a 50ml

De esta dilución se tomó 1 ml y se le adicionaron 4 ml de solución reductora y se aforó a 10 ml con agua deionizada.

Para mayor seguridad realizar las determinaciones por triplicado.

Calcular el coeficiente de variación para evaluar la reproducibilidad del método.

### 5. Leer en el espectrofotómetro seleccionando la longitud de onda máxima del espectro del complejo azul.

Reportar la concentración de fósforo encontrada en las muestras y compararlas con lo que reportan las etiquetas y la bibliografía.

## II. Espectrofotometría de Absorción Atómica

### Practica 3.

#### Determinación de calcio por absorción atómica.

##### Objetivo.

Determinar la cantidad de calcio de un producto, empleando la técnica de absorción atómica.

##### Fundamento

Cuando se suministra una determinada cantidad de energía (calorífica) a un átomo cualquiera que se encuentre en estado fundamental  $E_0$ , esta energía será absorbida por el átomo, de tal forma que se incrementa el radio de giro de sus electrones de la capa externa llevando al átomo a un nuevo estado energético. Cuando un átomo vuelve nuevamente a su estado fundamental, este cede una determinada cantidad de energía de excitación, emitiendo radiaciones a longitudes de onda específicas.

Cuando los átomos se encuentran con las mismas radiaciones que ellos mismos son capaces de emitir, se producirá una absorción de las radiaciones las cuales pueden ser medidas y cuantificadas.

##### Características de la muestra:

Se requiere de una muestra que contenga calcio, puede elegirse una muestra de leche, o un producto lácteo, o bien un producto en polvo.

Muestra \_\_\_\_\_

##### Equipo

Espectrofotómetro de absorción atómica.  
Lámpara de cátodo hueco de calcio  
Parrilla eléctrica  
Balanza analítica

##### Materiales y reactivos

Tanque de acetileno de alta pureza	Ácido Clorhídrico concentrado
Tanque de aire o compresor de aire	Agua destilada
Matraces volumétricos de 100 ml	
Papel whatman No. 40	
Pipetas de 1.5 y 10 ml	
Embudo	
Vaso de precipitado de 150 ml	
Matríz Kitazato	
Vidrio de reloj	
Ácido Clorhídrico 1 N.	
Solución patrón de Calcio de 500 ppm	
Oxido de Lantano	

## **Procedimiento**

### **Preparación de la solución de óxido de lantano.**

Pesar 25 gr de óxido de lantano y suspenderlo en agua dentro de un matraz volumétrico de 500 ml, dejar reposar, acidular la solución con 50 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado (agregar lenta y cuidadosamente) agitar hasta la disolución total del soluto. Aforar a 500 ml con agua deionizada.

**a) Preparación de la solución patrón:** Colocar en tres matraces volumétricos de 100 ml, 10 ml de óxido de lantano al 5%. Añadir 1, 3 y 6 ml de la solución stock de calcio y 10 ml de ácido clorhídrico 1 N. Aforar con agua destilada. Las soluciones son de 5, 15 y 30 mg / l de calcio.

### **b) Preparación de la muestra**

**A 100 ml o 10 g de polvo de muestra.** Añadir 15 ml de HCl 1 N y calentar hasta ebullición, ebullición hasta concentrar a la mitad del volumen. Enfriar y filtrar a través de papel whatman No 41. Recoger el filtrado en un matraz volumétrico de 100 ml que contenga 10 ml de óxido de lantano al 5%. Aforar con agua destilada. Preparar un blanco.

### **c) Preparación del blanco:**

Colocar en un matraz volumétrico de 100 ml, 5 ml de HCl 1N y agregarle 10 ml de óxido de lantano al 5% y aforar con agua destilada.

### **d) Preparación del equipo:**

Colocar la lámpara de calcio y proceder a la calibración del equipo obteniendo la máxima ganancia de la lámpara ajustar óptimamente el quemador, colocar las presiones de salida del acetileno y optimizar la flama.

### **e) Análisis:**

Aspirar las soluciones estándar de 5, 15 y 30  $\mu\text{g}$  /ml de calcio, aspirar las muestras y medir la absorbancia.

## **Cálculos**

Determinar la cantidad de calcio en la muestra empleando para ello la siguiente fórmula.

$$\text{Ca ppm} = \frac{\mu\text{g} / \text{ml leídos en la muestra} \times \text{Vol. de solución de la muestra}}{\text{peso de la muestra en g}}$$

Reporte el contenido de calcio encontrado en la muestra y discuta el resultado con lo reportado en la bibliografía. Concluya.

**Practica 4**  
**Determinación de Plomo en un objeto de alfarería**

**Objetivo.**

Determinar la cantidad de plomo que libera un objeto de alfarería empleado para el uso humano, empleando la técnica de absorción atómica.

**Fundamento**

**Características de la muestra:**

Se requiere de una muestra de alfarería barnizada presumiblemente con contenido de plomo.

Muestra \_\_\_\_\_

**Equipo**

Espectrofotómetro de absorción atómica.

Lámpara de cátodo hueco de plomo

Parrilla eléctrica

Balanza analítica

**Materiales y reactivos**

Tanque de acetileno de alta pureza

Tanque de aire o compresor de aire

Matraces volumétricos de 100 ml

Papel waltman No. 40

Pipetas de 1.5 y 10 ml

Embudo

Vaso de precipitado de 150 ml

Matríz Kitazato

Vidrio de reloj

Ácido Clorhídrico 1 N.

Solución patrón de Plomo de 50 ppm

Ácido Clorhídrico concentrado

Agua destilada

## **Procedimiento**

**a)Preparación de la solución patrón:** preparar una curva de calibración de 1 a 50 ppm de Pb en una solución de HNO<sub>3</sub> al 10%

### **b)Preparación de la muestra**

Colocar la pieza (puede ser un jarrito) en la campana de extracción, adicionar 100 mL de una solución de ácido nítrico al 10%, dejar remojar agitando por espacio de una hora. Recolectar la solución en un matraz volumétrico evitando sólidos en suspensión, si es necesario filtrar.

### **c)Preparación del blanco:**

Solución de ácido nítrico al 10%.

### **d)Preparación del equipo:**

Colocar la lámpara de plomo y proceder a la calibración del equipo obteniendo la máxima ganancia de la lámpara ajustar óptimamente el quemador, colocar las presiones de salida del acetileno y optimizar la flama.

### **e)Análisis:**

Leer la curva y la muestra ajustando cero con el blanco.

## **Cálculos**

Determinar la cantidad de plomo en la muestra.

Reporte el contenido de plomo encontrado en la muestra y discuta el resultado con lo reportado en la bibliografía.

Concluya.

### III. Espectrometría de Emisión. Flamometría

#### Practica 5.

#### Determinación del contenido de Na y K empleando la técnica de flamometría.

**Objetivo:**

Determinar la concentración de Na y de K en una solución isotónica, empleando la técnica de flamometría.

**Fundamento****Características de la muestra:**

Se requiere de una solución isotónica con un conocido contenido de sales de sodio y potasio.

Muestra \_\_\_\_\_

**Equipo**

Flamómetro  
Compresora

**Materiales y reactivos**

Vasos de pp.  
Matraces volumétricos de 100 y 50 ml  
Pipetas volumétricas de 1, 2, 3,5 y 10ml  
Estándar de K  
Estándar de Na  
Agua deionizada

**Procedimiento***1. Preparación de la curva estándar*

1.1 Elaborar a partir del estándar de sodio y del estándar de potasio diluciones de forma que se tengan concentraciones de 20, 40, 60, 80 y 100 mg/L de cada uno de los elementos por separado. Tomar en cuenta el porcentaje de sodio o de potasio en la molécula de NaCl o KCl empleados.

*2. Preparación del problema*

2.1 Pesar un equivalente a 20 mg de K o bien medir un volumen de la muestra.  
2.2 transferir a un matríz de 100 ml y aforar con agua deionizada.

3. Leer en el flamómetro.

Para leer potasio emplear una longitud de 760 nm

Para leer Sodio emplear una longitud de 596 nm  
Medir en el flamómetro la emisión de cada curva y leer la muestra problema al final

Nota: Checar que el tubo de desagüe esté lleno, durante toda la operación.

### *Cálculos*

Elaborar la curva de calibración con los datos de concentración contra los datos de emisión obtenidos.

Interpolar en la curva estándar y reportar en mg/L de Na y mg/L de K.

Concluir sobre la base de los resultados obtenidos.

**Práctica 6**  
**Determinación de dextrosa por polarimetría.**

**Objetivo**

El alumno efectuará la determinación de glucosa anhidra en una solución inyectable mediante el uso del polarímetro.

**Fundamento**

Aquellas sustancias que contienen carbonos *quirales*, tienen la capacidad de rotar la luz polarizada, a esta propiedad se le conoce como actividad óptica, existen sustancias *Dextro rotatorias* y sustancias *Levorrotatorias* que desvían la luz hacia la derecha (+) o hacia la izquierda (-) respectivamente.

La polarimetría es la técnica de la medición del cambio de dirección de la vibración de la luz polarizada cuando esta interactúa con materiales ópticamente activos. La luz no reflejada se comporta como si consistiera de un gran número de ondas electromagnéticas vibrando en todas direcciones alrededor de la dirección de propagación. Si se logra separar de la conglomeración natural solo aquellos rangos vibrando en un plano particular se obtiene entonces la luz polarizada.

La intensidad de la rotación óptica se expresa mediante la rotación específica  $\alpha$ , dada por

$$[\alpha]_{\lambda} = (100 \alpha / lc)$$

donde

$\alpha$  es la rotación observada en grados

$c$  es la concentración del soluto en g/ 100ml

$l$  es la longitud del paso de luz en dm

Si se mide la rotación de un líquido puro, se calcula la rotación específica mediante la fórmula  $[\alpha] = \alpha / d$  donde  $d$  es la densidad.

**Características de la muestra:**

Se requiere de una solución de glucosa para uso médico.

Muestra \_\_\_\_\_

**Equipo**

Polarímetro



***Materiales y Reactivos***

Pipeta graduada de 1ml  
Pipetas volumétricas  
Matraces volumétricos de 50 ml  
Termómetro  
Espátula  
Agitador  
Solución de dextrosa al 5% comercial  
Dextrosa anhidra  
Hidróxido de amonio 6N  
Agua destilada

***Procedimiento***

***Preparación del Estándar***

Pesar exactamente muestras de 0.5, 1, 2.5, 3, 3.5 y 4 g. De glucosa anhidra y disolver con agua destilada, transferir a matraces de 50 ml, adicionar 0.2 ml de una solución de amoniaco al 1%, aforar con agua destilada y mezclar.

Deje reposar los matraces preparados a temperatura ambiente durante 30 minutos.

Mida la rotación óptica de cada dilución considerando la longitud del tubo dm (10 ó 20).

***Preparación de la muestra***

Transferir a un matríz volumétrico de 100ml una muestra que contenga de 5 g de dextrosa, agregar 0.2 ml de hidróxido de amoniaco y diluir hasta la marca con agua destilada, homogenizar.

Dejar reposar por 30 minutos en obscuridad y determinar la rotación específica a 25°C en un tubo de 1 ó 2 dm.

***Cálculos***

Construya una tabla con los datos obtenidos

g de glucosa	Concentración g/ml	$\alpha$
0.5		
1.0		
1.5		
2.5		
3.0		
3.5		
4.0		
problema		

Elabore una grafica de g/ml &  $\alpha$  con los resultados que obtuvo e interpole el valor del problema para obtener la concentración de glucosa en la muestra problema.

**Concluir sobre la base de los resultados obtenidos.**

**V. Refractometría.**

**Práctica 7**

**Determinación de alcohol en una bebida.**

**Objetivo**

Que el alumno aprenda el uso del refractómetro a través de la cuantificación de etanol en una bebida alcohólica.

Que el alumno aprenda el método tradicional de preparación de la muestra para la determinación de etanol y algunos métodos alternativos como la destilación en microescala y en rotavapor.

**Fundamento**

Cuando un rayo de luz pasa oblicuamente de un medio hacia otro de densidad diferente, su dirección cambia al atravesar la superficie que los separa. A esto se llama refracción. El ángulo entre el primer medio y la perpendicular de la superficie divisora se llama ángulo incidentel, mientras que el ángulo correspondiente al segundo medio se denomina ángulo de refracción. El índice de refracción varía con la temperatura y con la longitud de luz así como con la presión cuando se trata de gases.

El índice de refracción de una sustancia está basado en la relación que existe entre la velocidad de la luz en el aire y su velocidad en la sustancia que se analiza.

Una aplicación obvia del índice de refracción es identificar líquidos. El índice de refracción es una cantidad importante al establecer la identidad de compuestos orgánicos puros. La mejor manera de realizar una comparación es medir el índice de refracción de un estándar u la muestra problema con el mismo equipo y al mismo tiempo con lo que se eliminan algunas variaciones. También se pueden realizar análisis cuantitativos de soluciones por Refractometría si se trabaja en primer lugar una curva de calibración de  $n$  en función de la concentración, posteriormente se mide el índice de refracción de una muestra y se busca su concentración a partir de la curva; este método es particularmente estimable para el análisis de dos líquidos miscibles.

**Características de la muestra:**

Se requiere de una muestra comercial que contenga etanol.

Muestra \_\_\_\_\_

### **Equipo**

Refractómetro

### **Materiales y reactivos**

Equipo de destilación  
Matraces volumétricos de 100 y 10 ml  
Pipetas volumétricas de 1, 2, 5 y 10 ml  
Etanol grado reactivo  
Agua destilada  
Muestra problema  
Sistema de destilación en microescala  
Rotavapor

### **Procedimiento**

Preparación de curva de concentración 10, 20, 30, 40, 50 % de etanol en agua

Alícuota de etanol	% de etanol	Volumen final
1	10	10 ml
2	20	10 ml
3	30	10 ml
4	40	10 ml
5	50	10 ml

#### ***Tratamiento de la muestra problema.***

Medir con exactitud 100 ml de la muestra y destilar el alcohol que contiene en un sistema de destilación, recibiendo el líquido en una probeta descartando las primeras y las últimas gotas, medir el destilado y posteriormente aforar a 100ml con un matraz volumétrico.

#### **Tratamientos alternativos:**

- a) Medir con exactitud 10 ml de la muestra y destilar el alcohol que contiene descartando la primera y la última gota, medir el destilado y posteriormente aforar a 10ml con un matraz volumétrico.
- b) Medir con exactitud 100 ml de la muestra y destilar el alcohol que contiene en un rotavapor, medir el destilado y posteriormente aforar a 100ml con un matraz volumétrico.

Leer con el refractómetro.

### **Cálculos**

Elaborar la curva de calibración con los datos obtenidos graficando concentración vs índice de refracción.

Interpolar en la curva el valor del índice de refracción de la muestra problema.  
Reportar **% de etanol en la muestra.**

**Concluir sobre la base de los resultados obtenidos.**

## VI. Dispersión de Luz (LS)

### **Practica 8**

#### **Determinación del tamaño de partícula de una muestra de pegamento base agua.**

#### **Objetivo**

Que el alumno aprenda el funcionamiento del dispersor de Luz para realizar un análisis de tamaño de partícula.

#### **Introducción**

Un instrumento de dispersión de luz mide el tamaño de partícula en muestras sólidas o líquidas. El equipo consta de módulos los cuáles son acoplados de acuerdo al tipo de análisis a realizar, en este caso el módulo con que se cuenta es de micro volumen el cuál permite medir tamaño de partícula en líquidos, en suspensiones, o polvo seco.

La luz es una radiación electromagnética con un rango de frecuencia de aproximadamente  $10^{12}$  Hz (infrarrojo) a  $10^{17}$  Hz (ultravioleta). Cuando la luz se propaga esta se convierte en una onda transversal (una onda de luz) que incide en una partícula (fotón). Se espera que esta onda tenga propiedades como frecuencia, longitud, interferencia etc. Y que la partícula tenga propiedades como momento, velocidad, posición, etc.

Si una radiación electromagnética choca con una partícula pequeña con respecto a la longitud de onda de la radiación, esta sufre una perturbación debido a que la partícula esta sujeta al campo eléctrico oscilante. Si la partícula se puede polarizar \*, el campo eléctrico

de la radiación induce un dipolo en la partícula. Durante el paso de la onda, el polo inducido oscila a la misma frecuencia que la radiación y forma un campo propio que actúa como una fuente de radiación. Esta radiación es de la misma frecuencia que la original, pero se propaga en todas direcciones produciendo una dispersión. Todos los átomos y moléculas pueden causar esta dispersión, conocida como “dispersión Rayleigh”.

Cuando las partículas son grandes, comparadas con la longitud de onda del rayo incidente, la dispersión se denomina “dispersión Mie”, con las mismas frecuencias que el rayo incidente, pero la distribución angular de la luz dispersa no es uniforme como en la dispersión Rayleigh. Esta propiedad se aplica para la determinación del tamaño de partícula. La dispersión Mie es importante en nefelometría y turbidimetría, ya que están basadas en la medida de la dispersión de la radiación en partículas suspendidas.

Cuando la luz ilumina un material como la partícula, tiene una constante dieléctrica diferente a la unidad, dependiendo de la longitud de onda de la luz y las propiedades ópticas de la partícula, esta puede ser absorbida o dispersada o ambos.

En el caso de que la dimensión del haz de luz sea tan largo como la del material, existe una descripción de óptica geométrica simple semejante a la reflexión y refracción, las cuales nos son lo suficientemente largas para describir la conducta de la luz.

La energía de la luz que se absorbe, puede ser dispersada a través de la degradación térmica, por ejemplo: de la energía radiactiva decadente se puede producir la fluorescencia o fosforescencia, lo cuál depende de la estructura electrónica de la partícula.

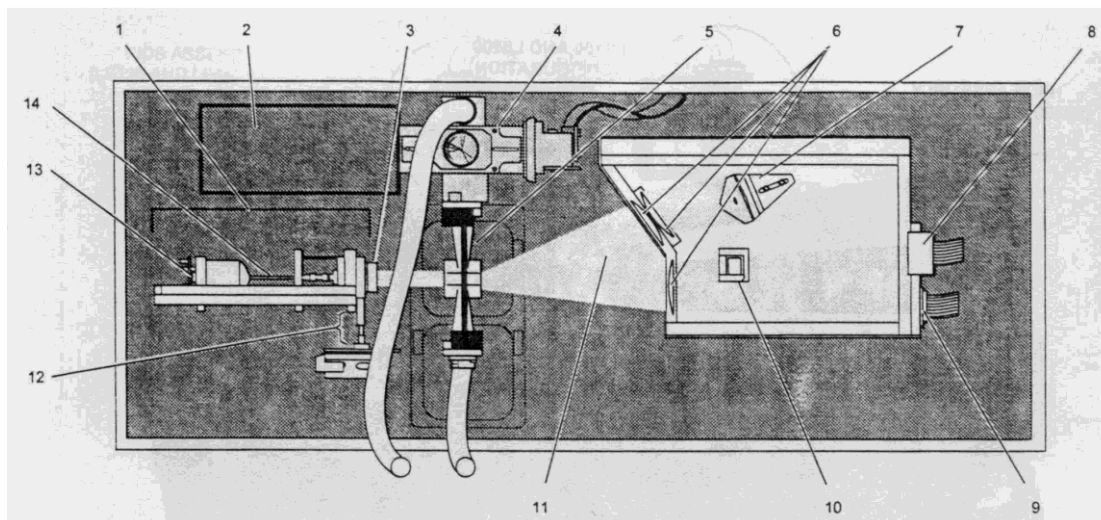
Cuando la luz interactúa con los electrones excitados del material que se está irradiando, la luz se observa es la dispersión.

Cuando algunos materiales tienen una fuerte absorción en las regiones de infrarrojo y ultravioleta los medidores de dispersión de luz deben ser acondicionados para funcionar en el rango de luz visible a longitudes de onda de 350 a 900 nm.

La intensidad de la dispersión de una unidad de volumen que es iluminada por una unidad de luz, indica el porcentaje entre el material del medio circundante esto lo dice la ley de Rayleigh, Una de las propiedades más importantes de la luz dispersa es que la intensidad de la radiación Rayleigh aumenta en proporción a la cuarta potencia de la frecuencia del rayo incidente.

De hecho la longitud de onda depende del poder de dispersión. El primer fenómeno de dispersión de luz natural consiste en que el cielo sea azul al amanecer y rojo al alba o a la puesta del sol y esto es porque se ve dispersada la luz del sol durante el día y se ve transmitida durante el atardecer y el anochecer.

El espléndido color azul del mar también se puede atribuir a la fuerte dispersión de la longitud de onda de una porción de la luz del sol.



- 1.- Filtro
- 2.- PIDS ensamblado
- 3.- Lente proyector ensamblado
- 4.- Celda para medición de PIDS
- 5.- Celda de difracción
- 6.- Lentes Fourier
- 7.- Detectores de ángulos altos
- 8.- Detectores de ángulos bajos
- 9.- Detectores de ángulos medios
- 10.- Descarga del haz de luz
- 11.- Rayo láser
- 12.- Alineación del láser
- 13.- Diodo del láser
- 14.- Cable de fibra óptica

**Características de la muestra:**

Se requiere de una muestra comercial de pegamento blanco base agua que contenga una resina.

Muestra \_\_\_\_\_

**Equipo**

Dispensor de Luz.

**Materiales y reactivos**

Agua destilada  
Muestra problema  
Pipeta pasteur

### **Procedimiento**

Preparación de la muestra: Colocar unas gotas de muestra en 2 mL de agua destilada y homogenizarla perfectamente.

Leer la muestra mediante las indicaciones del profesor y el procedimiento FQ-POSG-INOP-413. 0

Empleando los resultados obtenidos, fabricar con ayuda del software una grafica de tamaño de partícula & volumen.

Discutir los resultados obtenidos y concluir.

## VII. Espectroscopia de Radiación infrarroja

### Practica 9

#### Manejo de muestras para ser leídas en espectrofotometría de Radiación Infrarroja.

##### Objetivo

Que el estudiante aprenda a hacer un análisis cualitativo empleando el espectrofotómetro de radiación infrarroja y además:

1. Que el estudiante conozca las diferentes partes de un Espectrofotómetro de Luz Infrarroja.
2. Que el estudiante aprenda a manejar una muestra para ser tratada en IR
3. Qué el estudiante compare los resultados obtenidos entre los métodos de manejo de muestra para IR.

##### Introducción

La espectroscopia de luz infrarroja tiene una gran aplicación en el análisis cualitativo y cuantitativo. Su principal utilización ha sido la identificación de compuestos orgánicos, que por lo general presentan espectros complejos en el infrarrojo medio con gran número de máximos y mínimos que resultan útiles al efectuar comparaciones.

En muchos casos el espectro de infrarrojo medio proporciona una huella única con unas características que se distinguen fácilmente de los modelos de absorción del resto de compuestos; solo los isómeros ópticos absorben exactamente de la misma forma.

La **ordenada** de la gráfica corresponde a una escala lineal de **transmitancia** y la **abscisa** mide linealmente los **números de onda** en unidades de  $\text{cm}^{-1}$ .

La región infrarroja del espectro electromagnético incluye la radiación con números de onda entre los  $12\ 800$  y los  $10\ \text{cm}^{-1}$ , lo que corresponde a longitudes de onda de  $0.78$  a  $1000\ \mu\text{m}^1$ .

La gran mayoría de las aplicaciones analíticas del espectro infrarrojo se han restringido al uso de una parte de la región comprendida entre los  **$4000$  y los  $400\ \text{cm}^{-1}$**  ( de  $2,5$  a  $25\ \mu\text{m}$ ). Sin embargo en la analítica actual se van encontrando un número creciente de aplicaciones de la espectroscopía infrarroja cercana y lejana.

Además de su aplicación como herramienta en análisis cualitativo, las medidas en el infrarrojo también están encontrando un uso cada vez mayor en el análisis cuantitativo. En este caso, su elevada selectividad a menudo hace posible la cuantificación de una sustancia en una mezcla compleja, no siendo necesaria una separación previa. El principal campo de aplicación de este tipo de análisis se halla en la cuantificación de contaminantes atmosféricos que provienen de procesos industriales.

#### Cambios dipolares durante las vibraciones y las rotaciones.



Por lo general, la radiación infrarroja no es suficientemente energética como para producir las transiciones electrónicas que se dan cuando se trata de las radiaciones ultravioleta y visible.

La absorción de radiación infrarroja se limita así en gran parte a especies moleculares para las cuales existen pequeñas diferencias de energía entre los distintos estados vibracionales y rotacionales.

Para absorber radiación infrarroja, una molécula debe experimentar un cambio neto en el momento dipolar como consecuencia de un movimiento de vibración o de rotación. Sólo en estas circunstancias, el campo eléctrico alternante de la radiación puede interactuar con la molécula, y causar así cambios en la amplitud de algunos de sus movimientos. Por ejemplo, la distribución de carga alrededor de una molécula tal como el cloruro de hidrógeno no es simétrica, ya que el cloro posee una mayor densidad electrónica que el hidrógeno. Por tanto, el cloruro de hidrógeno posee un momento dipolar significativo, y por ello se dice que es una molécula polar. El momento dipolar está determinado por la magnitud de la diferencia de carga y por la distancia entre ambos centros de carga.

Dado que la molécula de cloruro de hidrógeno vibra, se produce una fluctuación regular del momento dipolar lo que origina un campo que puede interactuar con el campo eléctrico asociado a la radiación. Si la frecuencia de la radiación iguala exactamente a la frecuencia de vibración natural de la molécula, ocurre una transferencia neta de energía que da lugar a un cambio en la amplitud de la vibración molecular; como consecuencia se absorbe la radiación. De manera análoga, la rotación de moléculas asimétricas alrededor de sus centros de masa produce una fluctuación dipolar periódica que puede interactuar con la radiación.

Cuando se trata de especies homonucleares como el  $O_2$ ,  $N_2$  o  $Cl_2$ , el momento dipolar no se altera durante la vibración o la rotación y, este tipo de compuestos no absorben en el infrarrojo.

## **Técnicas para la manipulación de las muestras.**

### **1-. Muestra de gases.**

El espectro de un líquido de bajo punto de ebullición o de un gas se puede obtener permitiendo a la muestra que se expanda en una cubeta a la que se le ha hecho el vacío. Existe una variedad de cubetas para este objeto, con longitudes de camino óptico que varían desde unos pocos centímetros a varios metros. Las mayores longitudes de camino óptico se obtienen en cubetas compactas que poseen superficies reflectantes interna, de modo que el haz pasa numerosas veces por la muestra antes de salir de la cubeta.

### **2-. Disolventes.**

No existe un solo disolvente que sea transparente en toda la región del infrarrojo medio. El agua y los alcoholes se utilizan rara vez, no sólo porque absorben intensamente, sino porque también atacan a los haluros de metal alcalino, que son los materiales más comunes que se utilizan en las ventanas de las cubetas. Por estas razones, es necesario secar los disolventes indicados en la figura anterior antes de ser utilizados.

Debido a la tendencia de los disolventes a absorber, las cubetas para el infrarrojo suelen ser mucho más estrechas (0,1 a 1 mm) que las empleadas en las regiones ultravioletas y visible. Los caminos ópticos en el infrarrojo requieren por lo común, concentraciones de muestra de 0,1 a un 10 %. Con frecuencia, las celdas son desmontables, con espaciadores de Teflón que permiten variar la longitud del camino óptico. Las celdas de camino óptico fijo se pueden llenar o vaciar con una jeringa hipodérmica.

Las ventanas de cloruro de sodio son las más utilizadas y aun teniendo cuidado, éstas finalmente se velan debido a la absorción de humedad. Si se pulen con un polvo amortiguador vuelven a su condición original.

### **3-. Líquidos puros.**

Cuando la cantidad de muestra es pequeña o cuando no se dispone del disolvente apropiado, es habitual obtener los espectros del líquido puro. En este caso, sólo una película muy delgada tiene un camino óptico suficientemente corto como para producir espectros satisfactorios. Por lo común, una gota del líquido puro se comprime entre dos placas de sal de roca para obtener una placa con un grosor de 0.01 mm o menos. Las dos placas se mantienen unidas por capilaridad y se colocan entonces en la trayectoria del haz. Sin duda, con esta técnica no se obtienen datos de transmitancia muy reproducibles, pero resulta satisfactoria para muchas investigaciones cualitativas.

### **4-. Sólidos.**

Los espectros de sólidos que no pueden disolverse en un disolvente transparente al infrarrojo, se obtienen con frecuencia dispersando el analito en una matriz líquida o sólida, y analizando la mezcla resultante. Estas técnicas requieren que el tamaño de la partícula del sólido suspendido sea menor que la longitud de onda del haz infrarrojo; si no se cumple esta condición, se pierde una parte de la radiación por dispersión.

Uno de los métodos utilizados para preparar la mezcla a analizar consiste en triturar de 2 a 5 mg de una muestra finamente pulverizada (tamaño de partícula < 2  $\mu\text{m}$ ) en presencia de una o dos gotas de un aceite pesado de un hidrocarburo (Nujol). Si es probable que interfieran las bandas del hidrocarburo, se puede utilizar Fluorolube, un polímero halogenado. En cualquier caso, la mezcla resultante se examina luego como una delgada película entre planas de sal.

En una segunda técnica, se parte de un miligramo o menos de una muestra finamente triturada que se mezcla íntimamente con unos 100 mg de polvo de bromuro de potasio desecado. La mezcla se puede efectuar con un mortero, y mejor aún en un pequeño molino de bolas. La mezcla se comprime luego en un troquel especial a una presión de 700 a 1000  $\text{kg}/\text{cm}^2$ , para obtener un disco transparente. Se obtienen mejores resultados si se forma el disco en el vacío para eliminar el aire ocluido. A continuación, el disco se coloca en el haz del instrumento para su análisis espectroscópico. Los espectros resultantes a menudo presentan bandas a 345 y 1640  $\text{cm}^{-1}$  (2,9 y 6,1  $\mu\text{m}$ ) debidas a la humedad absorbida.

### **5-. Reflectancia difusa.**

La espectroscopia de reflectancia difusa en el infrarrojo se ha convertido en una técnica importante para la determinación rutinaria de los constituyentes en sólidos finamente divididos. De hecho es ampliamente utilizada en la determinación de proteínas, humedad, almidón, aceites, lípidos y celulosa en productos agrícolas tales como granos y aceites de semillas, etc.

En la espectroscopía de reflectancia en el infrarrojo cercano, la muestra finamente pulverizada se irradia con una o más bandas de radiación de longitud de onda comprendida entre 1 y 2,5  $\mu\text{m}$ , o 10 000 y 4000 $\text{cm}^{-1}$ . Se produce una reflectancia difusa, en la que la radiación penetra a través de la superficie de la capa de partículas, excita los modos de vibración de las moléculas del analito, y luego se dispersa en todas direcciones. De este modo, se produce un espectro de reflectancia que depende de la composición de la muestra. En el gráfico se escribe en el eje de la ordenada el logaritmo de la inversa de la reflectancia R, donde R es el cociente entre la intensidad de radiación reflejada por la muestra y la reflectancia de un patrón, como puede ser el sulfato de bario u óxido de magnesio finamente pulverizados. Para las mediciones de la reflectancia, las muestras se pulverizan hasta un tamaño de partícula controlado y homogéneo y se mide su reflectancia a dos o más longitudes de onda. Para establecer las longitudes de onda óptimas se ha de emplear un tiempo y un esfuerzo considerables.

La gran ventaja de los métodos de reflectancia en el infrarrojo cercano es su rapidez y su simplicidad en la preparación de la muestra.

### **Aplicaciones cualitativas de la absorción en el infrarrojo medio.**

La identificación de un compuesto orgánico a partir de los espectros de infrarrojo es un proceso en dos etapas. La primera etapa implica la determinación de los grupos funcionales que parece más probable que estén presentes, examinando la región de frecuencias de grupo, que abarca la radiación comprendida desde los 3600  $\text{cm}^{-1}$  a los 1200  $\text{cm}^{-1}$  aproximadamente. La segunda etapa consiste en una comparación detallada del espectro desconocido con los espectros de compuestos puros que contienen los grupos funcionales encontrados en la primera etapa. En este caso, la región de la "huella digital", de 1200  $\text{cm}^{-1}$  a 600 $\text{cm}^{-1}$ , es muy útil, debido a que pequeñas diferencias en la estructura y la constitución de una molécula provocan cambios significativos en el aspecto y la distribución de los picos en esta región. En consecuencia, una gran coincidencia de la región de "huella digital" (así como en otras) entre los espectros de dos compuestos constituye casi una evidencia de su identidad.

La frecuencia aproximada ( o número de onda) en la que un grupo funcional, como C=O, C=C, C-H, C $\equiv$ C, o O-H, absorbe radiación infrarroja, se puede encontrar en tablas especializadas.

Debido a las interacciones con otras vibraciones asociadas con uno o ambos átomos que forman el grupo, estas frecuencias denominadas **frecuencias de grupo** rara vez permanecen invariables. Por otra parte, los efectos de las interacciones suelen ser pequeños; como consecuencia de ello, se puede asignar un intervalo de frecuencias dentro del cual es muy probable encontrar el pico de absorción para un grupo funcional determinado.

**Nota:**

Dependiendo de la forma de manejar una muestra para ser leída por IR será el resultado del espectro o interferograma obtenido, ya que una muestra puede ser disuelta, pulverizada o leída de manera directa; de la forma como sea tratada dependerá la cantidad de interferencias o picos de fondo que deban tomarse en cuenta, para interpretar un espectro de IR.

**Características de la muestra:**

Se requiere de una muestra de grupos funcionales conocidos.

Muestra \_\_\_\_\_

### **MATERIALES Y METODOS**

- 1.-Espectrofotómetro de Luz Infrarroja Nicolet
- 2.-Espátula
- 3.- Mortero de ágata con pistilo de ágata
- 4.- Ventanas par IR de NaCl
- 5.- Prensa
- 6.- Dado para pastillas de IR
- 7.- Soporte para pastillas

**REACTIVOS:**

Las sustancias que a continuación se mencionan deben ser grado espectro, a menos que se indique lo contrario.

- KBr
- Cloroformo
- Progesterona
- Argón HUP

### **PROCEDIMIENTO**

**a) Pastilla**

1. Coloque una pequeña cantidad de KBr (20mg aprox.) en el mortero de ágata y muélalo un poco.
2. Arme el dado para hacer pastillas como le indique el profesor (a) y coloque el KBr dentro del dado.
3. Elabore una pastilla con ayuda de la prensa y retírela con las pinzas, no la toque con las manos.
4. Coloque la pastilla en el soporte para pastillas.
5. Léala como background en el equipo de FT-IR.

6. Retire el soporte y la pastilla del equipo, retire la pastilla del soporte y regrésela al mortero completa, adicione la punta de la espátula de progesterona y muele todo junto un poco.
7. Elabore nuevamente una pastilla con esta mezcla.
8. Colóquela en el soporte para pastillas y léala como sample en el equipo FT-IR.
9. Imprima el espectro resultante.

***b) Líquida***

10. Coloque en un vial una pequeña cantidad de progesterona y adicione lo menos posible de cloroformo para disolverla.
11. Coloque dentro de la celda para líquidos de NaCl, cloroformo. Tape perfectamente y lea como background en el equipo de FT-IR
12. Limpie la celda con flujo de argón.
13. Adicione la progesterona disuelta en cloroformo a la celda de líquidos.
14. Colóquela en el porta celdas y léala como sample en el equipo de FT-IR.
15. Imprima el espectro resultante

***c) Film o película***

16. Coloque una gota de cloroformo entre dos ventanas de NaCl.
17. Coloque las ventanas en el porta ventanas y lea como background.
18. Retire las ventanas y coloque un poco de progesterona disuelta en cloroformo entre dos celdas de NaCl.
19. Lea como sample en el equipo de FT-IR.
20. Imprima el espectro resultante.

**REPORTE**

1. Interprete cada uno de los espectros basándose en las tablas de la introducción.
2. Compare los espectros resultantes
3. Reporte lo que observa en cada uno de los espectros que imprimió.

Concluya sobre los resultados obtenidos.

## Practica 10

### Identificación de materiales de empaques poliméricos

#### Objetivo:

Que el estudiante aprenda a hacer un análisis cualitativo de películas plásticas empleadas como empaques de alimentos, fármacos, productos comerciales etc.

#### Introducción

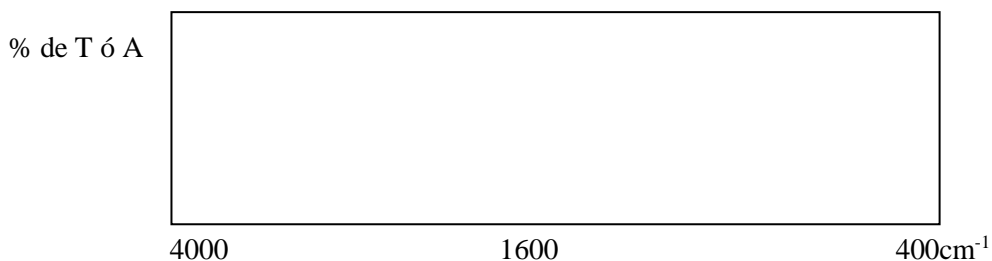
Es conocido que la radiación absorbida por una molécula puede ser utilizada en tres formas diferentes:

- Para efectuar una excitación electrónica.
- Para causar cambios en el movimiento vibracional
- Para causar cambios en el movimiento rotacional.

Se ha demostrado de manera tanto teórica como práctica que la radiación UV-VIS tiene la suficiente energía para producir cambios electrónicos en los compuestos, en cambio la radiación infrarroja solo es capaz de producir cambios en los estados vibracionales y rotacionales de los compuestos, ya que estos están asociados a la absorción de pequeñas cantidades de energía, por esto en la región infrarroja de  $4\ 000 - 400\ \text{cm}^{-1}$  existen estos cambios y por lo tanto nos interesa el estudio de las vibraciones y rotaciones en el IR - normal.

#### INTERPRETACION

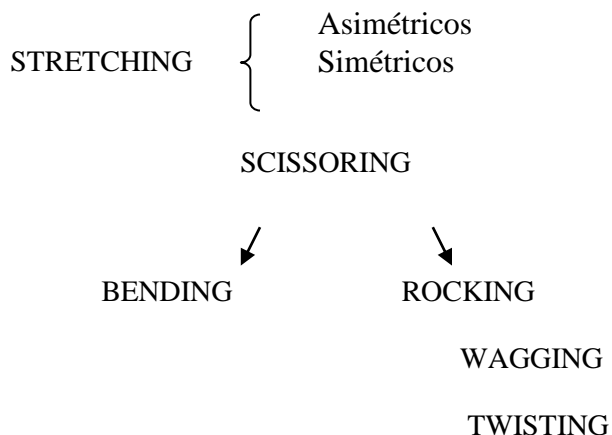
Para la interpretación del espectro de IR, primero debemos conocer el espectro, sus ordenadas y sus abscisas como se muestra a continuación.



*Gráfica de un espectro de infrarrojo*

En un espectro de IR tenemos dos zonas principalmente, la de 4000 a 1600 que es la zona de mayor información de grupos funcionales y la 1600 a 400 que es la zona de huellas donde podemos verificar o comprobar los grupos funcionales de la primera zona.

Los principales movimientos son:



Los movimientos en el IR pueden aumentar por TONOS DE COMBINACION Y SOBRETONOS y puede disminuir por movimientos prohibidos, por alta simetría en la molécula.

En la elucidación de estructuras de compuestos orgánicos por espectroscopia IR se dará un resumen de los números de onda en  $\text{cm}^{-1}$  en los cuales aparece n los grupos funcionales:

**Alcanos.-** son compuestos que contienen metilos y metilenos los cuales presentan los siguientes números de onda 2960, 2925, 2870, 2850, 1460, 1385, y 720  $\text{cm}^{-1}$ .

**Alcanos ramificados.-** presentan un par de bandas 1385 y su comprobación en 1140, 1170, 1210, y 1155  $\text{cm}^{-1}$

**Alcanos cíclicos.-** presentan bandas en la mismo región que los alcanos pero la banda en 1460 $\text{cm}^{-1}$  aumenta en intensidad.

**Alquenos.-** son compuestos que presentan dobles enlaces y sus bandas están entre 3000 - 3080, 1601 - 1670, 1000 - 800  $\text{cm}^{-1}$ .

**Alquinos.-** compuestos que presentan una triple ligadura y sus bandas aparecen en 3300, 2260 - 2100, 1300 - 1200  $\text{cm}^{-1}$ .

**Nitrilos.-** presentan sus bandas en 2260- 2100  $\text{cm}^{-1}$ .

**Aromáticos** dan bandas entre 3001 - 3070, 2000- 1650, 1640-1300, 1250- 1100,1100 - 690  $\text{cm}^{-1}$ .

**Alcoholes.-** dan bandas 3500, deforman la región 1500, 1200 - 1000  $\text{cm}^{-1}$ .

**Ácidos.-** presenta bandas en 3500, 1700 $\text{cm}^{-1}$  y deforma las regiones de 1400, 1200  $\text{cm}^{-1}$ .

**Éteres.**- dan bandas en  $1275 - 1075 \text{ cm}^{-1}$  que es la banda principal.

**Aldehídos.**- presentan bandas en  $2700 - 2800, 1700 \text{ cm}^{-1}$ .

**Cetonas.**- su banda principal es de  $1700 \text{ cm}^{-1}$ .

**Anhídridos.**- sus bandas principales son las que se localizan en  $1800$  y deforma las regiones  $1400, 1200 \text{ cm}^{-1}$ .

**Aminas.**- sus bandas son  $3500 - 3300, 1350 - 1500, 1000 - 750 \text{ cm}^{-1}$

**Nitros.**- presentan dos bandas casi gemelas en  $1550, 1350 \text{ cm}^{-1}$ .

También se pueden obtener espectros de IR de compuestos inorgánicos, aunque su interpretación es complicada.

## FUNDAMENTO TEORICO

Para aprovechar al máximo los interferogramas, sea cual sea el campo en el cual se trabaja, se recomienda analizarlos, de cualquiera de las siguientes formas:

1° A PARTIR DE LAS VIBRACIONES FUNDAMENTALES, para realizar este tipo de interpretación se necesita la suficiente experiencia, ya que la asignación y clasificación de las bandas o picos, puede resultar complicada por la presencia de sobre tonos y bandas de combinación.

2° LA INTERPRETACION POR COMPARACION es una de las más usuales en ésta técnica lo que se hace es cotejar el interferograma de muestra con el interferograma de un estándar, de otras muestras que se tengan como referencia.

Es importante mencionar algunos de los campos de aplicación de esta técnica y la utilidad de los mismos.

### ADHESIVOS

Se utiliza para la identificación de los componentes individuales de la formulación de éstos; como puede ser un polímero del tipo de Neopreno, resinas fenólicas, antioxidantes (N-FENIL -B- NAFTIL AMINA), plastificantes, estabilizadores, etc.

### BIOQUIMICA

Análisis de:

Piedras renales, piedras biliares, piedras de la glándula próstata, identificación de esteroides.

### COSMETICOS



Análisis de:

Lápiz labial, aceites esenciales, talcos, fragancias, antitranspirantes.

#### DROGAS

Identificación de narcóticos y drogas peligrosas, detección de compuestos tóxicos en plantas y animales.

#### CONTAMINACION

Determinación de aceite en compuestos orgánicos y en agua, identificación de gases en el aire (calibración cuantitativa de bajos niveles en ppm de gases en aire), análisis de muestras de aire de polvo de cuarzo y asbestos, identificación de pesticidas en suelos y aguas de riego.

#### ACEITES ESENCIALES Y PRODUCTOS ALIMENTICIOS

Identificación de aceites esenciales, monitoreo de la calidad de productos alimenticios, detección de insecticidas en plantas alimenticias.

#### GEOQUIMICA

Caracterización de minerales (especialmente carbonatos) composición química, medida del espesor de películas.

#### PETROLEO Y LUBRICANTES

Análisis de:

Aceite, gasolina, lubricantes, grasas, determinación de aditivos, calidad de nuevos aceites.

#### POLIMEROS

Identificación de polímeros, aditivos y plastificantes relación de Me/PH<sub>n</sub> resinas, siliconas, determinación de isocianatos en poliuretanos, dioctilftalatos en resinas de PUG, orgánicos complejos como el Hule, Resinas, Estéreo isómeros, en Polímeros etc.

#### FARMACEUTICOS

Determinación de compuestos farmacéuticos comunes, determinación de estructuras y componentes sintéticos, análisis de ungüentos y cremas.

#### TEXTILES

Identificación de fibras, aditivos textiles, fibras microscópicas, lubricantes en fibra, composición del porcentaje de poliéster y lana, identificación de retardadores de flama.

#### **Características de la muestra:**

Se requiere de una muestra polimérica en película, que sea empleada para empacar o almacenar.

Muestra \_\_\_\_\_

## **MATERIALES Y METODOS**

1. Espectrofotómetro de Luz Infrarroja Nicolet
2. Soporte para pastillas

## **PROCEDIMIENTO**

1. Corra un background con solo aire en el equipo.
2. Recorte un trozo de 2 cm<sup>2</sup> de película plástica y colóquela en un soporte.
3. Instale el soporte en el equipo y léalo como sample.
4. Imprima el espectro obtenido.
5. Vaya a la pantalla de búsqueda bibliográfica del equipo (search) y busque en la biblioteca de polímeros por comparación, a que material se parece el empaque que se leyó.
6. Repita la misma operación con cada uno de los empaques que obtenga como problema.

## **REPORTE**

1. Analice los espectros de infrarrojo que obtuvo por medio de las tablas que se han proporcionado.
2. Compare su análisis con las búsquedas realizadas por el equipo.
3. Concluya con los resultados que obtuvo.

Concluya sobre la base de los resultados obtenidos.

## MÉTODOS CROMATOGRÁFICOS

### VIII . Cromatografía de Gases.

#### Practica 11

#### Determinación de un perfil de aroma en un perfume comercial

##### **Objetivo**

Que el estudiante aprenda a hacer un análisis cualitativo de mezclas de sustancias orgánicas, además:

1. Que el estudiante conozca las diferentes partes de un Cromatógrafo de Gases.
2. Que el estudiante aprenda a hacer un análisis cualitativo de una mezcla de sustancias orgánicas.

##### **Introducción**

La cromatografía es una técnica en donde se lleva a cabo la separación de compuestos con el propósito de identificar, cuantificar o purificar cada uno de los componentes de una mezcla de solutos, basándose en las velocidades con las que se mueve cada soluto a través de un medio poroso arrastrado por un solvente, una mezcla de solventes o por gas.

Existen diferentes divisiones en la práctica para la cromatografía como la de adsorción, reparto, intercambio iónico, exclusión molecular, y por afinidad. En esta cromatografía un soluto gaseoso (vapor de un líquido volátil) es transportado por una fase móvil gaseosa.

De acuerdo al tipo de fases estacionaria se clasifica en dos:

La fase estacionaria suele ser un *líquido no volátil* que recubre el interior de la columna o un *soporte sólido de grano fino*. Esta forma más común de cromatografía de gases se llama ***cromatografía de reparto o de partición gas – líquido***.

En ocasiones se utilizan como fase estacionaria partículas sólidas sobre las que el soluto puede adsorberse.

En este caso la técnica se denomina ***cromatografía de adsorción gas – sólido***.

#### **FUNDAMENTO TEÓRICO**

La cromatografía de gases se utiliza para separar, identificar y cuantificar cualquier material que contenga una presión de vapor apreciable (1 a 1000 mm Hg) a una temperatura de operación de la columna (medio de separación) desde  $-70^{\circ}\text{C}$  a  $400^{\circ}\text{C}$ .

##### ***Análisis cualitativo***

Se basa en la diferencia de velocidades de migración de los componentes de una mezcla entre dos fases; una estacionaria y una móvil (gas), de tal manera que cada componente es selectivamente retenido por la fase estacionaria y eluye a un cierto tiempo (tiempo de retención), dependiendo del programa empleado para su análisis.

**Características de la muestra:**

Se requiere de un perfume comercial.

Muestra \_\_\_\_\_

**MATERIALES Y MÉTODOS.**

Agua Destilada

Etanol R.A.

Matraces volumétricos de 10ml

Cromatógrafo de Gases

Columna megaboro de polaridad media.

**PROCEDIMIENTO.**

Preparación de la muestra:

Colocar 2 gotas de perfume en un vial con tapa perforable de 2 ml. Calentar brevemente a 45 °C con el fin de evaporar las sustancias volátiles.

Preparar al mismo tiempo una muestra de etanol en un vial de igual tamaño y forma.

inyectar la muestra al cromatógrafo de fases con detector FID por medio de la técnica de head space.

Leer las muestras en el Cromatógrafo de Gases, ajustando la sensibilidad y rango.

Columna:

Programa de columna: 40°C /5 min. a 200°C/min, 10°/min.

Temperatura del inyector: 200°C

Temperatura del detector: 250°C

Flujo de gas acarreador: 5ml/min.

Los datos obtenidos para la curva de calibración graficarlos concentración en % contra el área.

Leer la muestra problema y la referencia de etanol, identificando mediante el tiempo de retención su presencia.

## IX . Cromatografía de Líquidos

### Práctica 12

#### Determinación de Ácido Acetil Salicílico en un producto farmacéutico comercial

##### Objetivo

Demostrar cuantitativamente el contenido ácido acetilsalicílico en un analgésico mediante cromatografía líquida de alta eficiencia. Además de demostrar las ventajas de la técnica para control de calidad.

##### INTRODUCCIÓN

La cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC), fue introducida como técnica analítica en los años 60. La cromatografía es un método de análisis inmediato que permite la separación de uno o varios componentes de una mezcla para lograr su identificación o cuantificación utilizando las diferencias entre sus constantes de equilibrio, con la participación de **la fase móvil** en la que los componentes de la mezcla son solubles y **la fase estacionaria** o fija que va a ejercer sobre ellos un efecto retardador. A este sistema que permite efectuar la separación se denomina sistema de fases.

Después de la inyección, la mezcla disuelta en la fase móvil es transportada a través de la columna y las moléculas entran en contacto con la fase estacionaria provocando los fenómenos de intercambio que darán origen a la separación.

##### El proceso de separación

La separación de sustancias presentes en una mezcla depende del hecho de que un compuesto sea retenido mas tiempo en la fase estacionaria que otro. En la superficie de la fase estacionaria, se ejercen fuerzas de atracción que retienen o adsorben durante un corto instante los compuestos a separar.

Después de un cierto tiempo, dichos compuestos regresan a la fase móvil (eluyente) y son transportados a otro sitio de la columna, volviendo a iniciarse el proceso de separación un repetido número de veces.

La retención de un compuesto depende mucho del eluyente. Así una sustancia puede ser más o menos retenida según la fase móvil utilizada.

El tiempo que tarda una sustancia desde que es inyectada en él aparato hasta que sale de la columna se denomina **tiempo de retención** ( $t_r$ ).

La retención de una sustancia depende tanto de la naturaleza de la fase estacionaria como de la fase móvil con que se trabaje.

La separación de una mezcla en sus diferentes componentes se debe principalmente a la estructura porosa del soporte en la fase estacionaria. La ventaja de este tipo de estructuras reside en la enorme área superficial que se genera.

La fase móvil fluye a través de las partículas del soporte quedando retenidas en los poros. De esta manera, la muestra en estudio pasa a través de toda la superficie de la fase estacionaria y sus componentes son separados según su tiempo de retención.

**Características de la muestra:**

Se requiere de una muestra farmacéutica que contenga ácido acetil salicílico, preferentemente en pastilla.

Muestra\_\_\_\_\_

**MATERIAL Y EQUIPO.**

- Columna ODS (Octadecilsilano) de 150 mm de largo por 4.5 mm de diámetro interno, partículas de 5µm.
- Cromatógrafo de líquidos de alta eficiencia con detector UV (254 nm)
- Microjeringa de 10 µl
- Centrífuga
- Tubos para centrífuga
- Mortero con pistilo.

**REACTIVOS**

- Fase móvil: metanol – agua (contenido 1% de ácido acético) 45:55 v/v
- Solución de cafeína 1.0 mg/ml (usando la fase móvil como disolvente)
- Solución de ácido acetilsalicílico 10.0 mg/ml (fase móvil como disolvente)
- Cafiaspirina o producto similar.
- Metanol.

**PROCEDIMIENTO**

Se fija el flujo de la columna en 1 ml/min

*1.- Determinación del orden de elusión:*

Inyecte 10 µl de cada uno de los estándares por separado.

*2.- Calibración de la detección*

Prepare varias mezclas de cafeína y de aspirina a partir de las soluciones anteriores e inyecte 10 µl de cada mezcla por triplicado. Calcular el área de los picos obtenidos y trazar la curva de calibración de cada componente.

*3.- Cuantificación del problema*

a) Preparación de la muestra:

Muela una tableta de Cafiaspirina y mezcle el polvo con 25 ml de metanol, centrifugue y afore a 50 ml

b) Análisis

Inyecte por triplicado 10 µl de la solución anterior.

c) Efecto de la longitud de onda:

Repita la inyección de 10 µl a otras dos longitudes de onda diferentes ( por ejemplo 245 y 265). Establezca sus conclusiones.

## CÁLCULOS

El cálculo se realizará por medio del Software, tomando en cuenta las concentraciones de las soluciones de referencia y muestra, así como los tiempos de retención.

A partir del Cromatograma que presente los mejores resultados, calcular el número de platos teóricos con la siguiente ecuación:

$$N = 16 \left( \frac{tr}{W} \right)^2 = 5.54 \left( \frac{tr}{\delta} \right)^2$$

tr = tiempo de retención del pico.

W = longitud del pico en la base definido como la distancia entre los puntos de intersección de las tangentes de inflexión con la línea base.

$\delta$  = Longitud o ancho del pico a media altura

## REPORTE

El alumno entregará anexo a su reporte una copia de la información proporcionada por el equipo con respecto a las soluciones que inyectó.

## MÉTODOS TÉRMICOS

### X. Calorimetría Diferencial de Barrido

#### Practica 13

#### Comparación de Azúcar y Aspartame por Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

##### **Objetivo:**

Que el estudiante aprenda a hacer un análisis térmico de compuestos de interés.

1. Que el estudiante conozca las diferentes partes de un Calorímetro Diferencial de Barrido.
2. Que el estudiante aprenda interpretar un termograma.
3. Qué el estudiante compare los resultados obtenidos entre los 2 termogramas y los discuta.

##### **INTRODUCCIÓN**

El procesado de los azúcares amorfos no cristalinos es la base de la tecnología utilizada en la producción de muchos alimentos, por ejemplo el empleo de la lactosa amorfa en los productos lácteos en polvo. Existen procesos industriales de fabricación de productos con azúcares en su composición en los que se persigue la formación de estructuras amorfas, por ejemplo la concentración de disoluciones a altas temperaturas y el posterior enfriamiento rápido, la liofilización, el enfriamiento rápido de diluciones o la fusión de cristales y su enfriamiento rápido. El criterio seguido para la estabilidad de los productos amorfos es almacenarlos a temperaturas por debajo de la  $T_g$ . En este caso, el principal interés radica pues en el estudio de transición vítrea.

##### **FUNDAMENTO TEÓRICO.**

El estudio de compuestos orgánicos, inorgánicos y matrices complejas como los alimentos y compositos, se ha realizado en los últimos años por medio de la calorimetría diferencial de barrido, ya que esta técnica resulta de gran utilidad al ser empleada para monitorear las condiciones de pureza, estabilidad, transición vítrea,  $T_g$  de polímeros, capacidad calorífica, etc..

La técnica de la Calorimetría Diferencial de Barrido mejor conocida por sus siglas en inglés DSC (Differential Scanning Calorimetry), consiste en analizar los cambios de fase, estudiando los cambios observados, por la medida del flujo calorífico dentro o fuera de la muestra, (relativo a un material de referencia) como una función de la temperatura durante el propio proceso.

Por ejemplo, el punto de fusión es un proceso endotérmico, durante el cual la muestra toma en red cantidades de calor (determinadas por el calor de fusión molar de la muestra), y se determina como un pico en la curva DSC. La posición del pico en el eje de temperatura, está determinada por el punto de fusión y la forma del pico está determinado por la pureza de la muestra (entre otros parámetros).



En DSC la muestra y la referencia se mantienen a la misma temperatura ( $\Delta T = T_s - T_r = 0$ ) a través de un programa controlador de la temperatura, cualquier diferencia de energía en la fuente de la muestra y la referencia será grabada en el programa de temperatura.

#### **FUNCIONAMIENTO.**

Antes de realizar medida alguna debe de calibrarse el calorímetro para obtener en unidades de mcal la constante de calibración y la escala de calorías debe determinarse con exactitud.

El rango de las temperaturas de operación del DSC-7 Perkin Elmer es de -68°C a 500°C.

#### **TECNICAS DE MUESTREO.**

Sobre un crisol limpio de  $Al_3$  se coloca la muestra, se tapa y se sella, el aspecto cualitativo del termograma se verá afectado por la disposición de la muestra aunque el área del pico no variará. Para obtener picos estrechos y finos debe asegurarse el contacto total de la muestra con la superficie del crisol.

Existen crisoles que son capaces de soportar hasta 2 a 3 atm. dependiendo de su forma y de la forma en que son prensados. Si la muestra se oxidara en el intervalo del tiempo de trabajo deben usarse este tipo de crisoles mencionados y encapsulados en una atmósfera inerte. Se ha observado también una célula pero su elevada masa da lugar a una menor precisión en los datos de entalpia obtenidos.

#### **Antes de comenzar debes:**

- Tener mucho cuidado al introducir las muestras a la celda del equipo, ya que no deben presionarse, pues se corre el riesgo de dañar los filamentos que se encuentran debajo de estas.
- Asegurarse de que los pans que contengan las muestras estén bien sellados, para evitar fugas y derrames que pueden dañar el equipo.
- Todo el material debe estar limpio, los crisoles o pans de aluminio se lavan con acetona y se secan en la estufa, no se tocan con las manos.
- Usar siempre el material adecuado para cada fin por ejemplo, ( usar pinzas, para transportar los pans, no con la mano)
- Los residuos que se generen de la práctica deberán deponerse en el envase destinado para ello.

#### **Características de la muestra:**

Se requiere de una muestra de azúcar comercial y una de aspartame.

Muestra \_\_\_\_\_

### **MATERIALES Y MÉTODOS.**

1. Azúcar
2. Aspartame
3. Gas Nitrógeno.
4. Paneles de aluminio para líquidos.
5. Espátula
6. Pinzas.
7. Calorímetro Diferencial de Barrido DSC7 marca Perkin Elmer
8. Intra-cooler II marca Perkin Elmer.
9. Balanza analítica Mettler
10. Prensa para celdas de líquidos.

### **PROCEDIMIENTO.**

1. Pesar 2.5 mg +/- 0.2mg de la muestra de azúcar y aspartame por separado en paneles limpios de aluminio previamente tarado
2. Sellarlo herméticamente con la prensa para líquidos
3. Colocar el panel que contiene el azúcar en la celda de DSC con una referencia que consiste en un panel vacío, exactamente igual al de la muestra.
4. Equilibrar la temperatura de la muestra e iniciar el calentamiento a partir de la temperatura ambiente, a una velocidad de 20°C/min hasta 240°C.
5. Retirar el panel usado y colocar el que contiene la muestra de aspartame.
6. Analizar los resultados.

Temperatura inicial    30°C

Temperatura final    240°C

Velocidad de barrido 20 °C/min

Peso de la muestra    2.5 mg

Condiciones de encapsulamiento en paneles para líquidos

Atmósfera de trabajo    Nitrógeno

7. Comparar los termogramas que se obtuvieron y discutirlos.
8. Opcional. Ingresar una muestra de un polvo para preparar agua y tratar de identificar si lo que contiene es azúcar o aspartame o bien otro edulcorante.

Concluir sobre los resultados obtenidos.

**OTROS MÉTODOS**

**XI. Resonancia Magnética Nuclear**

**Practica 14**

**Determinación del espectro de RMN de una muestra alcohólica.**

**Objetivo:**

1. Que el estudiante aprenda las bases para realizar un análisis de RMN.
2. Que el estudiante conozca las diferentes partes de una resonancia magnética nuclear.
3. Que el estudiante conozca las bases para la interpretación de un espectro de RMN

**INTRODUCCIÓN**

La **resonancia magnética nuclear** es un fenómeno físico basado en las propiedades magnéticas que poseen los núcleos atómicos. La RMN permite alinear los campos magnéticos de diferentes átomos en la dirección de un campo magnético externo. La respuesta a este campo externo depende del tipo de núcleos atómicos por lo que esta técnica puede utilizarse para obtener información sobre una muestra.

La resonancia magnética nuclear hace uso de las propiedades de resonancia aplicando radiofrecuencias a los átomos o dipolos entre los campos alineados de la muestra y permite estudiar la información estructural o química de una muestra. La RMN se utiliza también en el campo de la investigación de ordenadores cuánticos. Sus aplicaciones más frecuentes se encuentran ligadas al campo de la medicina.

**FUNDAMENTO TEÓRICO.**

La **espectroscopia de resonancia magnética nuclear** (RMN) es una técnica empleada principalmente en la elucidación de estructuras moleculares, aunque también se puede emplear con fines cuantitativos.

Algunos núcleos atómicos sometidos a un campo magnético externo absorben radiación electromagnética en la región de las frecuencias de radio o radiofrecuencias. Como la frecuencia exacta de esta absorción depende del entorno de estos núcleos, se puede emplear para determinar la estructura de la molécula en donde se encuentran éstos.

Para que se pueda emplear la técnica los núcleos deben tener un momento magnético distinto de cero. Esta condición no la cumplen los núcleos con número másico y número atómico par. Los núcleos más importantes en química orgánica son:  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{31}\text{P}$ ,  $^{19}\text{F}$  y  $^{15}\text{N}$ . Otros núcleos importantes:  $^{29}\text{Si}$ ,  $^{77}\text{Se}$ ,  $^{117}\text{Sn}$ ,  $^{195}\text{Pt}$ ,  $^{199}\text{Hg}$ ,  $^{203}\text{Tl}$ ,  $^{205}\text{Tl}$ ,  $^{207}\text{Pb}$

Se prefieren los núcleos de número cuántico de espín nuclear igual a  $1/2$ , pues si no dan señales muy anchas. También es mejor que el isótopo sea abundante en la naturaleza, pues si no dan señales débiles. Por eso, uno de los más útiles en la elucidación de estructuras es

el  $^1\text{H}$ , dando lugar a la espectroscopía de resonancia magnética nuclear de protón. También es importante en química orgánica el  $^{13}\text{C}$ , pero se trata de un isótopo poco abundante y presenta dificultades.

La técnica se ha empleado en química orgánica, química inorgánica y bioquímica. La misma tecnología también ha terminado por extenderse a otros campos, por ejemplo en medicina, en donde se obtienen imágenes por resonancia magnética.

#### **Antes de comenzar debes:**

- Tener mucho cuidado al introducir las muestras a la celda del equipo, ya que no deben presionarse, pues se corre el riesgo de dañarlas
- Todo el material debe estar limpio.
- Los residuos que se generen de la práctica deberán deponerse en el envase destinado para ello.

#### **Características de la muestra:**

Se requiere de una muestra de etanol grado reactivo.

Muestra \_\_\_\_\_

#### **MATERIALES Y MÉTODOS.**

Etanol grado reactivo  
Equipo de RMN  
Celda para líquidos  
Pipetas pasteur

#### **PROCEDIMIENTO**

Establecer las condiciones adecuadas para leer la muestra  
Leer una muestra de etanol grado reactivo  
Obtener el espectro correspondiente.  
Interpretar el espectro obtenido.

Concluir sobre los resultados obtenidos.

## **Bibliografía**

*Brown.* Introduction to Thermal Analysis Ed. Chapman

Harvey David. Química Analítica Moderna. Ed. Mc Graw Hill. España 2002. 573 pp.

*Martínez, Andrés, Chiralt, Fito.* Termodinámica y Cinética de Sistemas Alimento Entorno. 1ª ed. en México Ed. IPN México. 1999.

Skoog and Leary Análisis Instrumental 4ª. Edición. Ed. Mc. Graw Hill. Madrid.1994.

"Standard Test Method for Mol Percent Impurity by Differential Scanning Calorimetry". ASTM. Designation: E 928-85 (reapproved 1989). (pags. 648-651)

Rouessac Francis, Rouessac Annick. Métodos y Técnicas Analíticas Instrumentales Modernas Ed. Mc. Graw Hill. Madrid. 2003. 441pp.

Rubinson Kenneth A., Rubinson Judith F. Analisis Instrumental. Ed. Prentice may España 2000. 847 pp.

## CUESTIONARIOS

### Espectroscopia

1. Explica los modos de operación del espectrofotómetro de ultravioleta-visible.
2. ¿Qué tipo de compuestos o sustancias se podrían cuantificar por espectrofotometría UV / Visible?
3. ¿- Por qué es importante trabajar en el rango lineal de la ley de Beer?
4. ¿- Para qué sirve la absorptividad molar en ultravioleta?
5. ¿Cuales son las reacciones que se realizan en la determinación de fósforo?.
6. ¿Cuáles son los puntos de control de calidad para esta determinación?
7. ¿Cómo está constituido un equipo de espectrometría UV/VIS?
8. ¿Cuál es la ecuación que presentó Planck para explicar el fenómeno de absorción?
9. ¿Cuál es la diferencia entre energía de absorción y energía de emisión?
10. ¿Cuáles son las partes fundamentales de un espectrofotómetro de absorción atómica?
11. ¿Cómo está constituida una lámpara?
12. ¿Qué es el límite de detección?
13. ¿Cuál es la principal diferencia entre los espectros de IR obtenidos?
14. ¿A qué crees que se deban estas diferencias?
15. ¿Para que es necesario correr un background antes de cada corrida de IR?
16. Investiga de que materiales pueden ser las celdas de IR y ¿por qué se usan más comúnmente, las elaboradas con NaCl?
17. ¿Por qué es posible comparar dos espectros de IR para identificar un material?
18. ¿Por qué debo realizar un background antes de leer la muestra si esta no esta disuelta en una matriz?
19. Realiza una búsqueda bibliográfica y menciona cuales son los empaques más comunes para alimentos.

### Cromatografía

20. ¿Cuál es el fundamento de la Técnica de Cromatografía de Gases?
21. ¿Qué características debe tener una muestra para poder ser analizada por Cromatografía de Gases?
22. Si la muestra que voy a analizar es polar, ¿Qué tipo de columna debo emplear para el análisis?
23. ¿Cuales son las partes de un Cromatógrafo de Gases?
24. ¿Qué características deben tener los gases que se emplean para el detector FID?
25. ¿Qué es el tiempo de retención relativo?
26. Dibuja un diagrama de un Cromatógrafo de Gases y menciona ¿cuál es el trayecto de un analito dentro del equipo?

27. ¿Cuál es el principio de la Cromatografía?
28. ¿Diferencia entre Cromatografía de Gases y Líquidos?
29. ¿Cuáles son los criterios para la elección de la fase móvil?
30. ¿Cuántos tipos de detectores existen?
31. ¿Que función lleva a cabo la bomba en un cromatógrafo de líquidos?
32. ¿Que es el tiempo de retención?

### **Análisis Térmicos**

33. ¿Cuál es el principio de la técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido?
34. ¿Para qué se emplea básicamente la técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido?
35. ¿Cuáles son los cambios Físicos o químicos que pueden detectarse en un material y como se representan estos en el termograma?
36. ¿Si mantengo un material a cierta temperatura por un tiempo conocido que técnica estoy empleando?
37. ¿ Si tú deseas analizar un alimento (por ejemplo queso) para conocer su composición de grasas y cuentas con un DSC, que experiencias propondrías y por que?
38. ¿ Para analizar un compuesto desconocido, que precauciones debes tener para realizarle un análisis?
39. Elabora un diagrama de bloques del DSC.
40. ¿Cuál es el principio de la técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido para la determinación de Pureza?
41. ¿Cómo se representa una fusión en un termograma?
42. ¿Cuáles serían las razones para no confiar en una determinación de pureza por DSC?
43. ¿ Para analizar un compuesto desconocido, que precauciones se deben tener para realizarle un análisis de pureza?