



Trabajos Prácticos Catedra Química III

Ítems a tratar en la clase

- Seguridad en el laboratorio
- Material de laboratorio
- Curva de calibrado

Seguridad en el Laboratorio

- Se establecen normas de cumplimiento obligatorio para garantizar la seguridad dentro del laboratorio (disminución del riesgo)
- Diferencia entre riesgo y peligro



Protección personal

- Guardapolvos/chaqueta
- Guantes (tamaño- correcto uso)
- Gafas
- No comer/beber/fumar
- Contacto con las mucosas



Procedimientos

- El material a utilizar debe estar en condiciones optimas
- Instrucción del uso del material/instruirse
- Todo compuesto debe saberse manipular
- Todo compuesto debe tener fecha de vencimiento visible y señales de advertencia
- No devolver alícuotas a solución madre (retirar lo que se va a utilizar)

- Si se derrama una solución acida o básico siempre primero se debe neutralizar
- Cuando se descarten las soluciones ya neutralizadas por la cañería dejar correr abundante agua
- “No hay que darle de beber a un ácido”
- No pipetear con la boca, usar Pro-pipeta



- No oler directamente los frascos

- Las sustancias inflamables deben permanecer lejos de fuentes de calor
- Todo reactivo volátil debe manipularse bajo campana extractora



- Todo material que contenga alguna solución debe rotularse debidamente

Información que debe tener una etiqueta

- Legible e indeleble
- Pictograma de peligrosidad
- Nombre y calidad del producto
- Riqueza(%)
- Formula y peso molecular
- Frases R (riesgo)
- Frases S (seguridad)





C Corrosivo

Clasificación: Estos productos químicos causan destrucción de tejidos vivos y/o materiales inertes.

Precaución: No inhalar y evitar el contacto con la piel, ojos y ropas.

- Ácido clorhídrico
- Ácido fluorhídrico



E Explosivo

Clasificación: Sustancias y preparaciones que pueden explotar bajo efecto de una llama o que son más sensibles a los choques o fricciones que el dinitrobenceno.

Precaución: evitar golpes, sacudidas, fricción, flamas o fuentes de calor.

- Nitroglicerina



O Comburente

Clasificación: Sustancias que tienen la capacidad de incendiar otras sustancias, facilitando la combustión e impidiendo el combate del fuego.

Precaución: evitar su contacto con materiales combustibles.

- Oxígeno
- Nitrato de potasio
- Peróxido de hidrógeno



F Inflamable

Clasificación: Sustancias y preparaciones:

- que pueden calentarse y finalmente inflamarse en contacto con el aire a una temperatura normal sin empleo de energía, o
- sólidas, que pueden inflamarse fácilmente por una breve acción de una fuente de inflamación y que continúan ardiendo o consumiéndose después de haber apartado la fuente de inflamación, o
- líquidas que tienen un punto de inflamación inferior a 21 °C, o
- gaseosas, inflamables en contacto con el aire a presión normal, o
- que, en contacto con el agua o el aire húmedo, desprenden gases fácilmente inflamables en cantidades peligrosas;

Precaución: mantener lejos de llamas abiertas, chispas y fuentes de calor.

- Benceno
- Etanol
- Acetona



F+
Extremadamente inflamable

Clasificación: Sustancias y preparaciones líquidas, cuyo punto de inflamación se sitúa entre los 21 °C y los 55 °C;

Precaución: mantener lejos de llamas abiertas, chispas y fuentes de calor.

- Hidrógeno
- Acetileno
- Éter etílico



T Tóxico

Clasificación: Sustancias y preparaciones que, por inhalación, ingestión o penetración cutánea, pueden implicar riesgos graves, agudos o crónicos a la salud.

Precaución: todo el contacto con el cuerpo humano debe ser evitado.

- Cloruro de bario
- Monóxido de carbono
- Metanol



T+ Muy tóxico

Clasificación: Por inhalación, ingesta o absorción a través de la piel, provoca graves problemas de salud e inclusive la muerte.

Precaución: todo el contacto con el cuerpo humano debe ser evitado.

- Cianuro
- Trióxido de arsénico
- Nicotina



Xi Irritante

Clasificación: Sustancias y preparaciones no corrosivas que, por contacto inmediato, prolongado o repetido con la piel o las mucosas, pueden provocar una reacción inflamatoria.

Precaución: los gases no deben ser inhalados y el contacto con la piel y ojos debe ser evitado.

- Cloruro de calcio
- Carbonato de sodio



Xn Nocivo

Clasificación: Sustancias y preparaciones que, por inhalación, ingestión o penetración cutánea, pueden implicar riesgos a la salud de forma temporal o alérgica;

Precaución: debe ser evitado el contacto con el cuerpo humano, así como la inhalación de los vapores.

- Etanol
- Diclorometano
- Cloruro de potasio
- Lejía



Riesgo Biológico

Definición: La presencia de un organismo o sustancia derivada de un organismo que se traduce como amenaza a la salud humana.

Manipulación: debido a su riesgo potencial, no debe ser liberado en ningún sitio.

- Residuos sanitarios, muestras de microorganismos, toxinas, virus de fuentes biológicas.



N Peligroso para el medio ambiente

Definición: El contacto de esa sustancia con el medio ambiente puede provocar daños al ecosistema a corto o largo plazo

Manipulación: debido a su riesgo potencial, no debe ser liberado en las cañerías, en el suelo o el medio ambiente.

- Benceno
- Cianuro de potasio
- Lindano



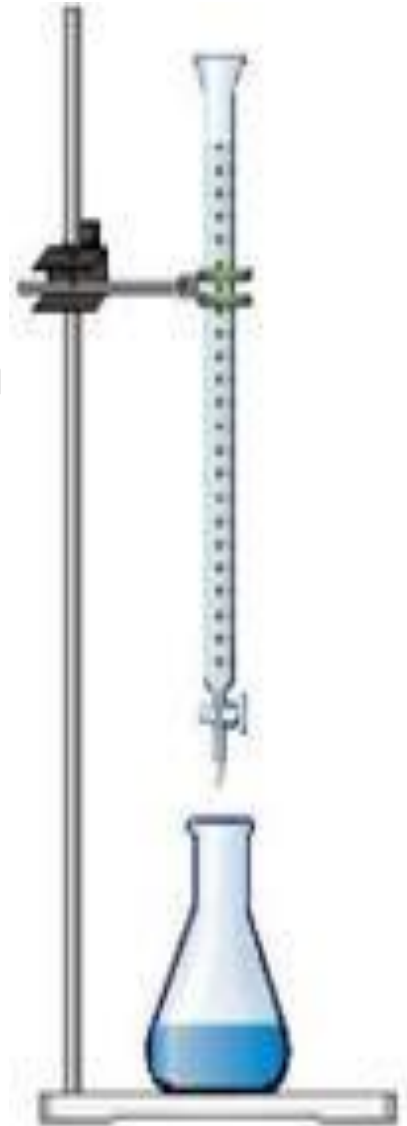
Material de laboratorio

- Según su composición
 - Material de vidrio refractario (hasta 490°C)
 - Material de vidrio no refractario
 - Material de porcelana (resistentes a temperaturas elevadas, impermeables y resistentes a químicos)
 - Material metálico (generalmente de montaje y acoplamiento)
 - Material de madera, plástico y caucho (diferentes funciones)





Material volumétrico

- Permiten medir volúmenes de sustancias líquidas
 - Bureta →
 - Matraz volumétrico ⇒
 - Pipetas ⇒
 - Probetas ⇒

Útil para
neutralización/titulación







Material volumétrico

- Permiten medir volúmenes de sustancias líquidas
 - Bureta 
 - Matraz volumétrico 
 - Pipetas 
 - Probetas 

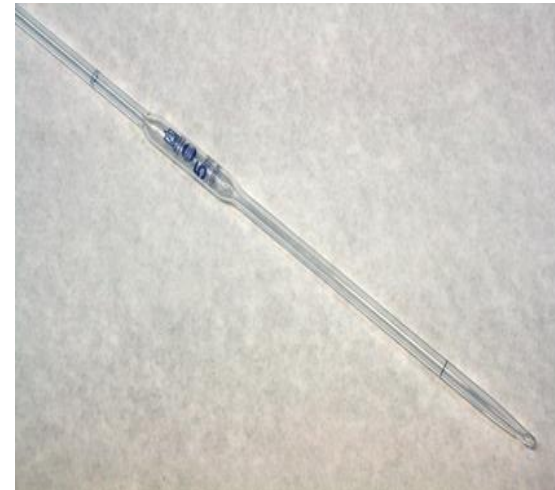
Un solo volumen-
medición de
precisión



Material volumétrico

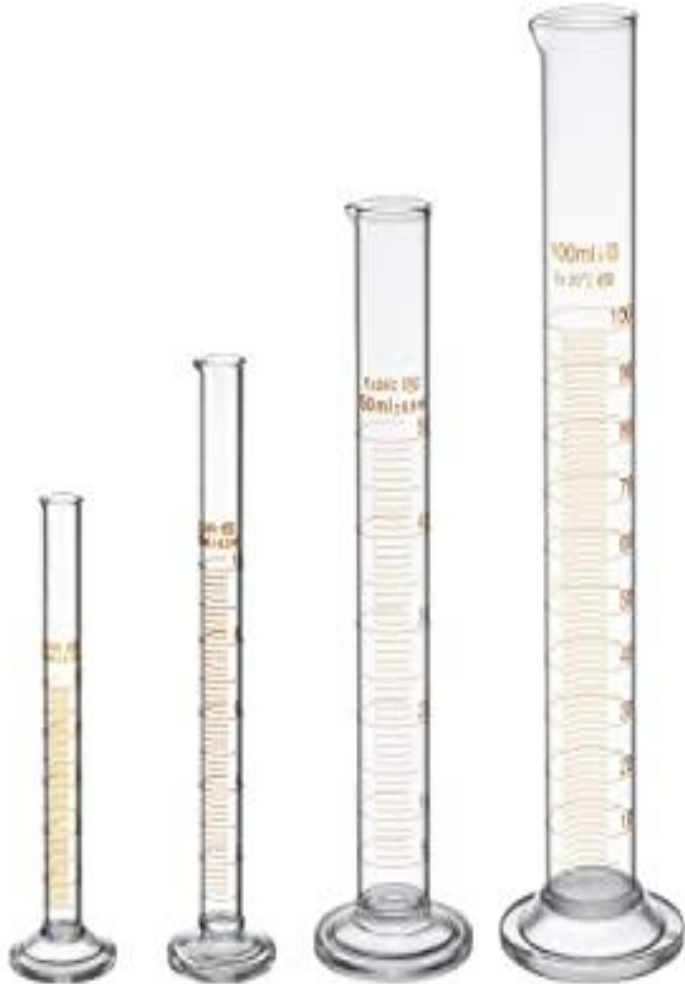
- Permiten medir volúmenes de sustancias líquidas
 - Bureta 
 - Matraz volumétrico 
 - Pipetas 
 - Probetas 

Pipetas volumétricas y aforadas



Material volumétrico

- Permiten medir volúmenes de sustancias líquidas
 - Bureta →
 - Matraz volumétrico →
 - Pipetas →
 - Probetas →



Vidrio / plástico
Cual es
mejor???

Material para realizar mezclas

- Permiten contener líquidos. Y si bien todas pueden contener un volumen determinado no son volumétricos es decir no son materiales de medición
 - Matraz balón / Matraz balón de fondo plano →
 - Matraz Erlenmeyer ⇨
 - Piseta ⇨
 - Tubos de ensayo ⇨

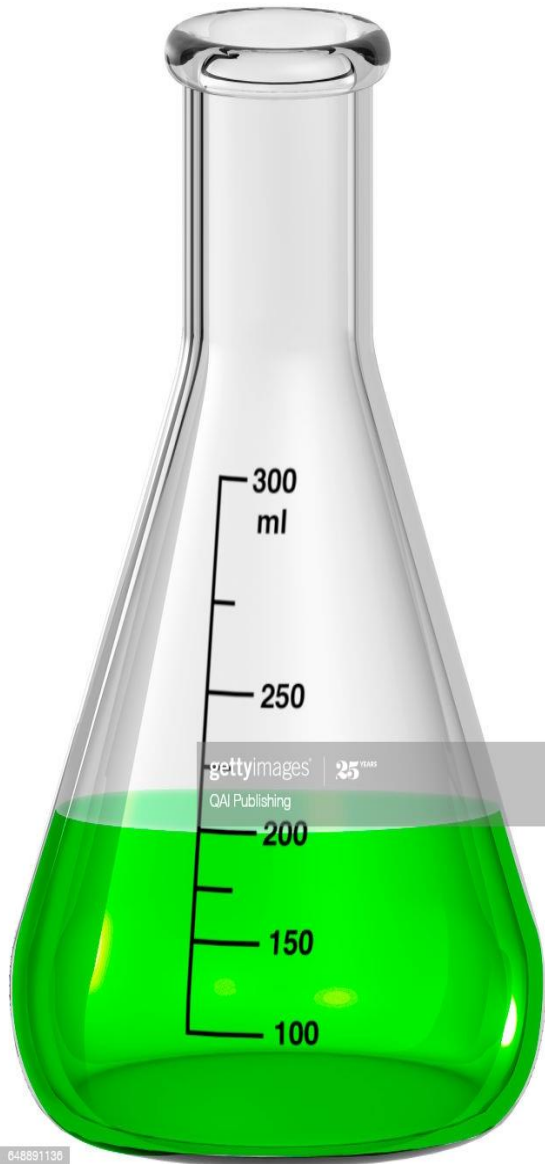
Diferencia con matraz
aforado???



Material para realizar mezclas

- Permiten contener líquidos. Y si bien todas pueden contener un volumen determinado no son volumétricos es decir no son materiales de medición
 - Matraz balón / Matraz balón de fondo plano ⇒
 - Matraz Erlenmeyer ⇒
 - Piseta ⇒
 - Tubos de ensayo ⇒

Diferentes volúmenes
Porque la forma ????



Material para realizar mezclas

- Permiten contener líquidos. Y si bien todas pueden contener un volumen determinado no son volumétricos es decir no son materiales de medición
 - Matraz balón / Matraz balón de fondo plano →
 - Matraz Erlenmeyer →
 - Piseta →
 - Tubos de ensayo →

Usos???



Material para realizar mezclas

- Permiten contener líquidos. Y si bien todas pueden contener un volumen determinado no son volumétricos es decir no son materiales de medición
 - Matraz balón / Matraz balón de fondo plano →
 - Matraz Erlenmeyer →
 - Piseta →
 - Tubos de ensayo →

Distintos materiales y tamaños






Material de medición

- Termómetro: determina temperaturas en grados Celsius o Fahrenheit. Los hay de diferentes escalas y materiales dependiendo el uso →
- Balanza: mide la masa de una sustancia química ⇒
- Cinta de pH: mide pH de soluciones en escala de 1 a 14, mediante un indicador ⇒

Diferentes usos






Material de medición

- Termómetro: determina temperaturas en grados Celsius o Fahrenheit. Los hay de diferentes escalas y materiales dependiendo el uso 
- Balanza: mide la masa de una sustancia química 
- Cinta de pH: mide pH de soluciones en escala de 1 a 14, mediante un indicador 

Diferencias de Precisión y de formato



Material de medición

- Termómetro: determina temperaturas en grados Celsius o Fahrenheit. Los hay de diferentes escalas y materiales dependiendo el uso 
- Balanza: mide la masa de una sustancia química 
- Cinta de pH: : mide pH de soluciones en escala de 1 a 14, mediante un indicador 

No son muy exactas ya que dependen del observador.

Si se requiere mayor precisión usar pHmetro



Material de sostén



Anillo/aro de hierro



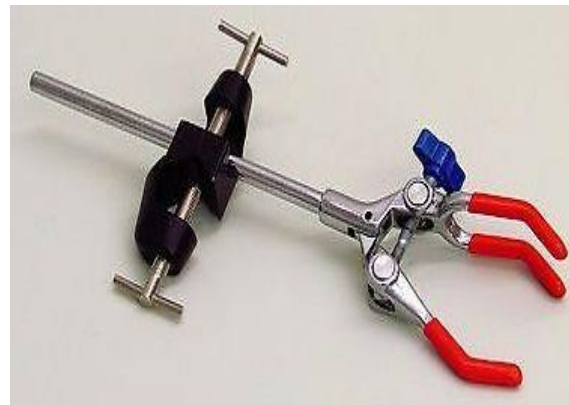
Nuez para sujetas pinzas o aros al soporte



Gradilla de plástico



Pinzas



Pinzas de sujeción



Soporte universal

Material de sostén

Trípode



Triángulo de porcelana

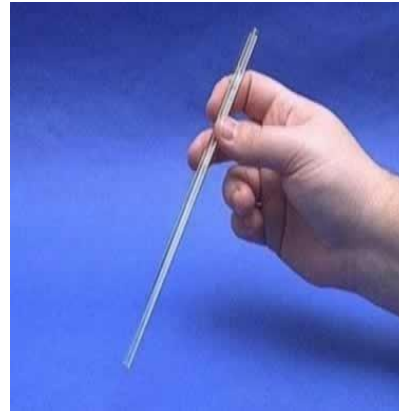


Tela de
amianto

Material de uso específico



Placa de Petri



Varilla/ agitador de vidrio



Embudo
(tallo corto y largo)



Capsula de
porcelana



Crisol

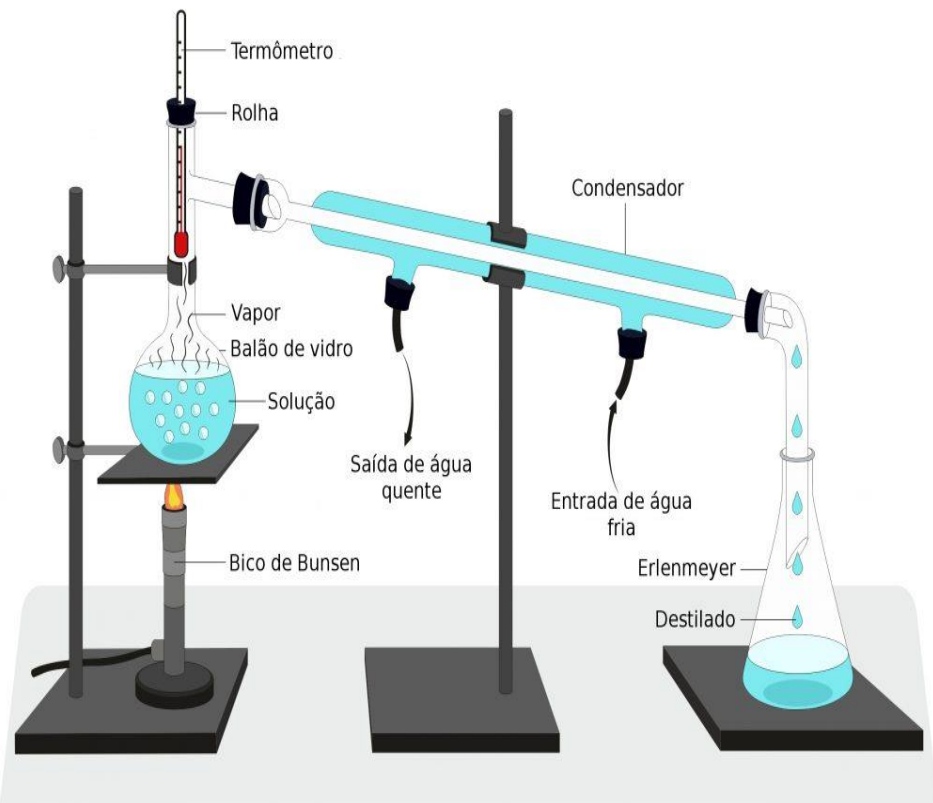


Escobillas



Mortero

Material de uso específico



- 1 – refrigerante de rosario
- 2 – refrigerante recto
- 3 – refrigerante de serpentín

Material de uso específico

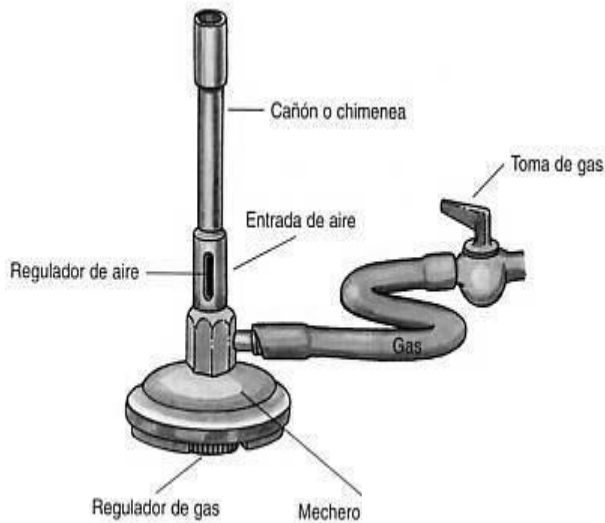


Ampolla de
decantación



Vaso de precipitado

Material de uso específico



Quemador a gas



Mechero de alcohol



Métodos Analíticos

Clasificación

- *Métodos clásicos* ⇒
- *Métodos instrumentales.* ⇒

Métodos clásicos

- Separación y determinación del componente de interés mediante precipitación, extracción o destilación.
- En el caso de los análisis *cualitativos*, los componentes separados se trataban después con reactivos que originaban productos que se podían identificar por su color, sus olores, sus actividades ópticas o por sus índices de refracción. En el caso de los análisis *cuantitativos*, la cantidad de analito se determinaba mediante mediciones *gravimétricas* o *volumétricas (titulométricos)*.
- Estos métodos clásicos para separar y determinar analitos se usan todavía en muchos laboratorios. Sin embargo, el grado de su aplicación general está disminuyendo con el paso del tiempo y con el surgimiento de métodos instrumentales para reemplazarlos.

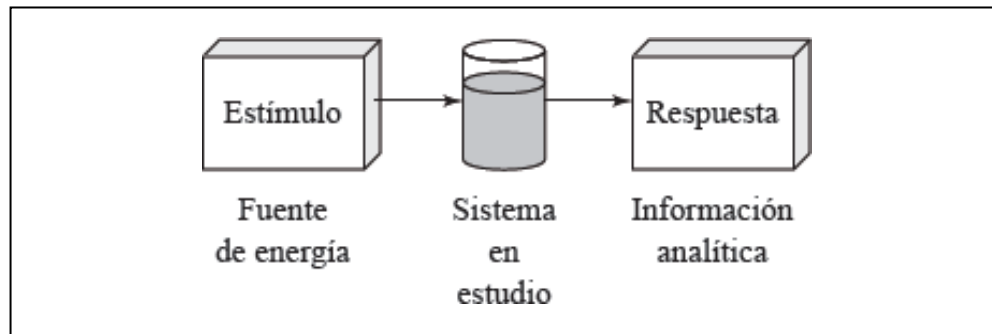
Métodos instrumentales

- Se basan en la medición de propiedades físicas del analito, tales como conductividad, potencial de electrodo, absorción de la luz o emisión de la luz, relación masa/carga y fluorescencia. Las técnicas cromatográficas y electroforéticas empezaron a reemplazar la destilación, la extracción y la precipitación para la separación de componentes de mezclas complejas antes de su determinación cualitativa o cuantitativa.

Métodos instrumentales

- Un instrumento para análisis químico convierte la información acerca de las propiedades físicas o químicas de un analito en datos, que luego puede manipular e interpretar el operador.

Para obtener la información deseada del analito, es necesario proporcionar un estímulo, generalmente energía electromagnética, eléctrica o térmica.



Proceso global de una medición con instrumentos

Calibración

La palabra calibración puede implicar dos facetas diferentes:

calibración instrumental

calibración metodológica

En la práctica estos dos tipos de procesos muchas veces se confunden, aunque representan dos aspectos diferentes y complementarios que son claves de la trazabilidad química.



Calibración instrumental

La **calibración instrumental** o de equipos se refiere al aseguramiento de que un instrumento y/o aparato funcione correctamente. Su objetivo es corregir la respuesta instrumental hasta alcanzar el valor considerado como verdadero que lleva implícito el estándar utilizado

Calibración metodológica

- Es la caracterización de la respuesta de un instrumento en función de las propiedades de un analito o de un grupo de ellos. Se basa en el establecimiento de una relación inequívoca entre la señal instrumental y la concentración del analito.
- En fotometría se calibra el fotómetro y se establece la relación absorbancia concentración para cada proceso de medida químico.

Calibración metodológica

Pueden considerarse dos tipos de métodos para la cuantificación de analitos, métodos relativos o absolutos. De acuerdo al tipo de método se consideran diferentes procedimientos de calibración:

a) Procedimientos absolutos; Relacionar la señal del instrumento con una magnitud física y coloca la marca o escala del aparato en la posición correcta respecto al resultado de la calibración. Ejemplos de ajuste de equipos: Calibrar una balanza o calibrar una pipeta.

b) Procedimientos relativos: Se establece una función de calibración aplicando el mismo procedimiento de medida a *patrones* y a *muestras*. La relación es una *función matemática* que permite establecer la **relación entre señal y concentración**. Ejemplo: Relación de regresión entre la **señal instrumental (y)** y la **concentración (x)**, mediante un modelo lineal polinómico de grado 1.

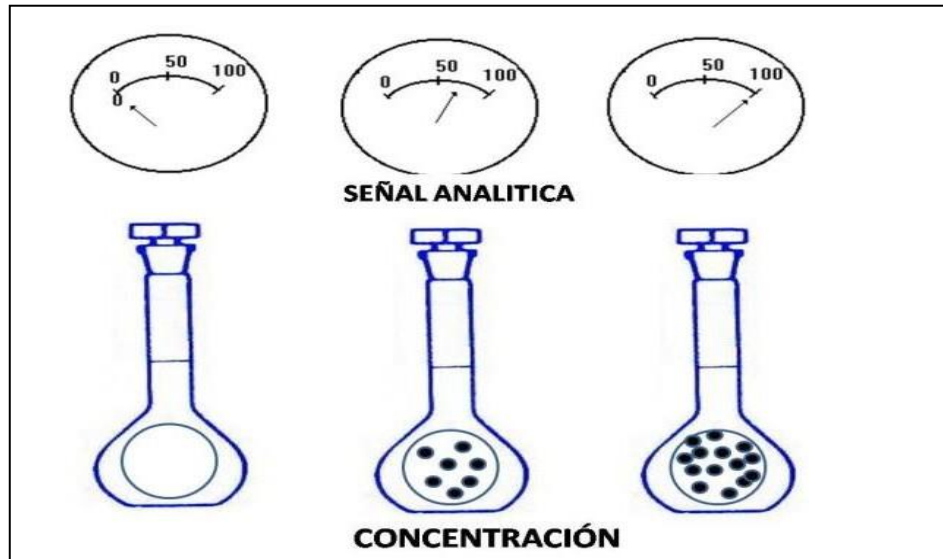
Señal Analítica o Respuesta Instrumental

MEDICIÓN DE LA RESPUESTA

- **Preparación de la curva de calibrado.**
- Se preparan soluciones patrón (estándares) del analito de interés (cinco niveles de concentración como mínimo), a partir de drogas patrón primario o secundario, y un blanco (concentración = 0).
- Estas soluciones tendrán concentraciones crecientes, equiespaciadas entre cero y el extremo superior del rango de concentraciones de trabajo. Cada patrón se procesa usualmente por triplicado (y también el blanco).
- Debe usarse material calibrado. Este requisito se relaciona con el hecho de que las señales analíticas que se grafican sobre el eje y (variable dependiente) asumen todos los errores del procedimiento y las concentraciones que se grafican sobre el eje x (variable independiente), no asumen error.

Medición de las señales analíticas

- A cada patrón le corresponde un valor en el aparato de lectura.



Ordenamiento de los datos

Concentración	Señal analítica
0	0,030
0	0,080
0	0,020
1	0,233
1	0,298
1	0,275
..	...

Estudio de la respuesta

- a)-Construcción de un gráfico: señal analítica vs concentración.
- Se grafican los puntos, y si es posible se los une con una línea (recta o curva),

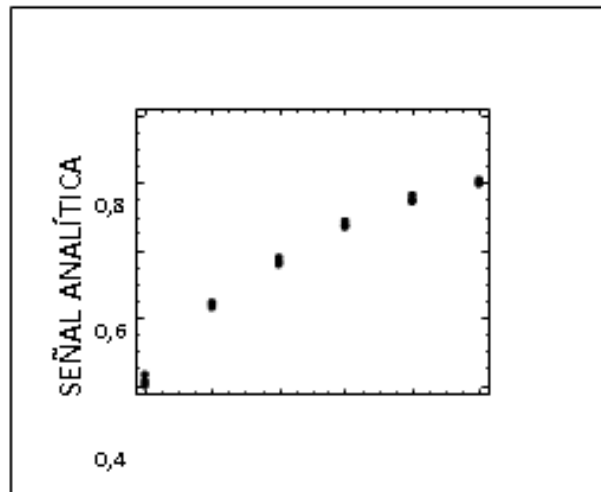


Figura 4. Relación gráfica entre los datos de concentración de un analito y su señal instrumental.

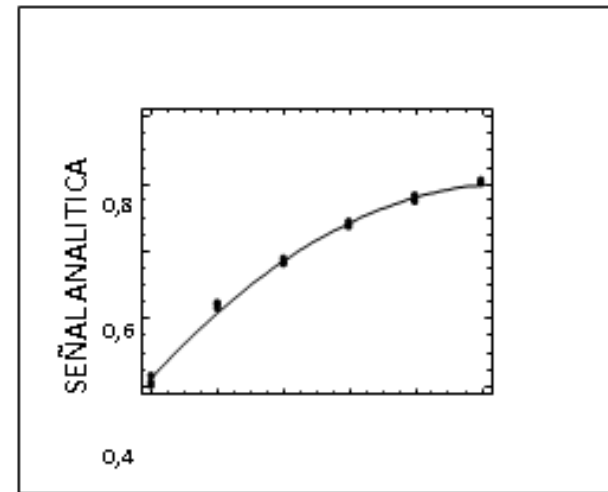
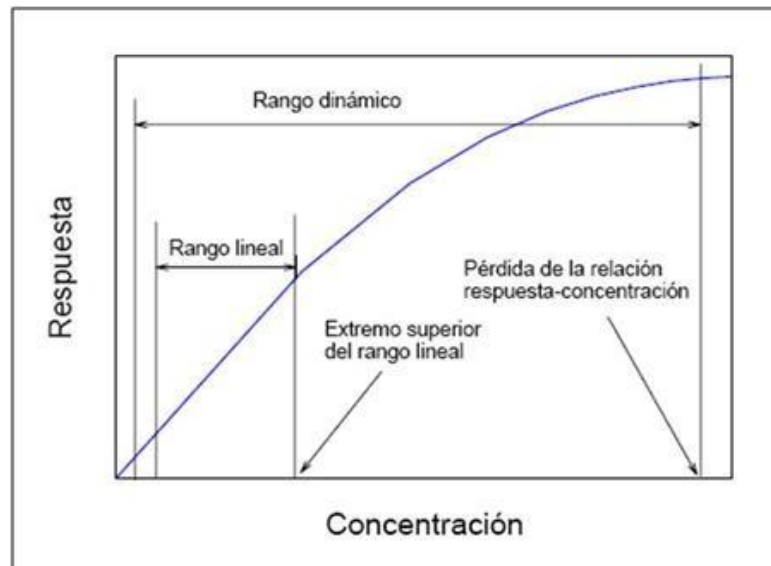


Figura 5. Estimación de una línea que se ajuste a los datos experimentales.

- **b)-Estudio de los rangos de la curva.**

En la mayoría de los casos las curvas de calibrado se dividen en tres regiones :

- Rango Lineal: zona lineal de la curva, presente a bajas concentraciones. Su límite inferior se corresponde con el Límite de Cuantificación (LOQ).
- Rango dinámico: Se considera que va desde la menor concentración detectable hasta la pérdida de relación entre respuesta y concentración, es decir, abarca el rango lineal y la región donde la recta se transforman en una curva. Su límite inferior se corresponde con el Límite de Detección (LOD).
- Pérdida de la relación entre respuesta instrumental y concentración: Región donde la concentración es demasiado elevada y se pierde la relación con la respuesta instrumental, es decir que por más que se siga aumentando la concentración, la señal analítica permanece constante.



La región de pérdida de la relación “respuesta instrumental-concentración” no puede utilizarse para cuantificar, no aporta información. Dicha zona se descarta.

El rango lineal es el de elección para la cuantificación.

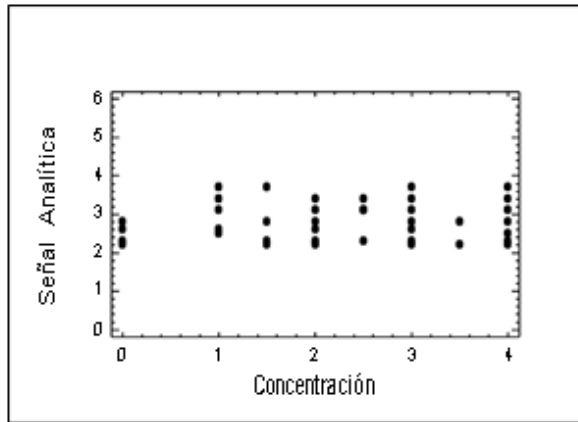
Estudio de la linealidad

Existen diferentes maneras para evaluar la linealidad de una de curva de calibrado, algunas de ellas:

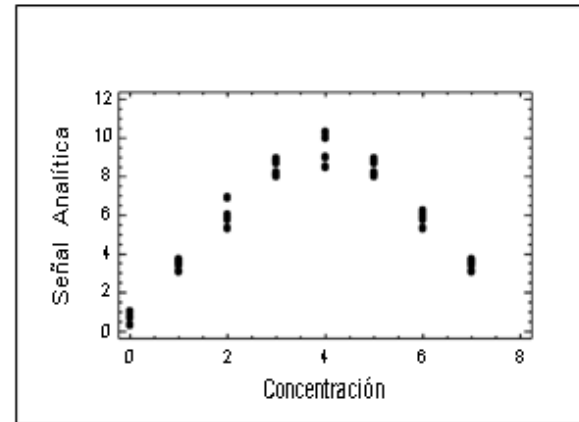
1. Gráficamente:
 - a. Curva de calibrado: señal analítica vs concentración
 - b. Gráfico de los residuos (e)
2. Pruebas estadísticas F:
 - a. $F = (S_{fit})^2 / (S_y)^2$
 - b. $F = S_{fit}^2 / s^2$
 - c. Análisis de la varianza residual $F = MS_{lof} / MSe$

Correlación

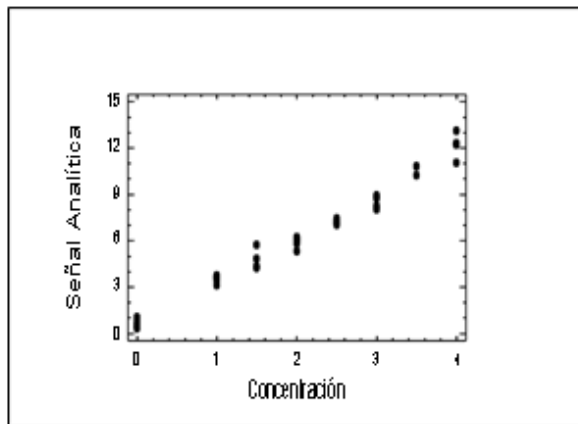
- La correlación es una medida de la asociación entre dos variables. Cuando existe correlación, los valores a lo largo de las dos variables están ligados entre sí de algún modo, de forma que una variable proporciona información sobre la otra.
- La asociación entre variables se estima mediante la covarianza y el coeficiente de correlación de Pearson (r).



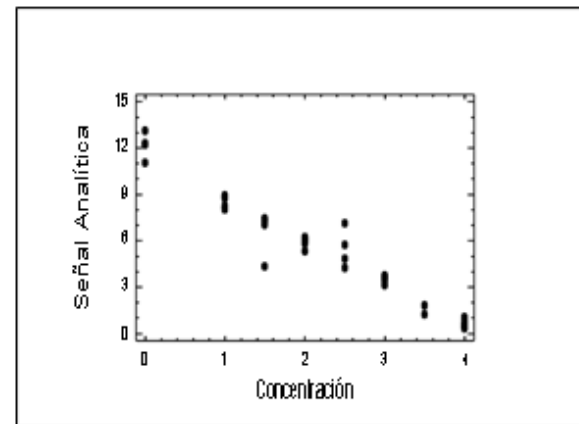
(A)



(B)



(C)



(D)

No existe relación entre Concentración y Señal Analítica, $r \rightarrow 0$.

Existe relación parabólica entre Concentración y Señal Analítica, a pesar de esta relación $r \rightarrow 0$.

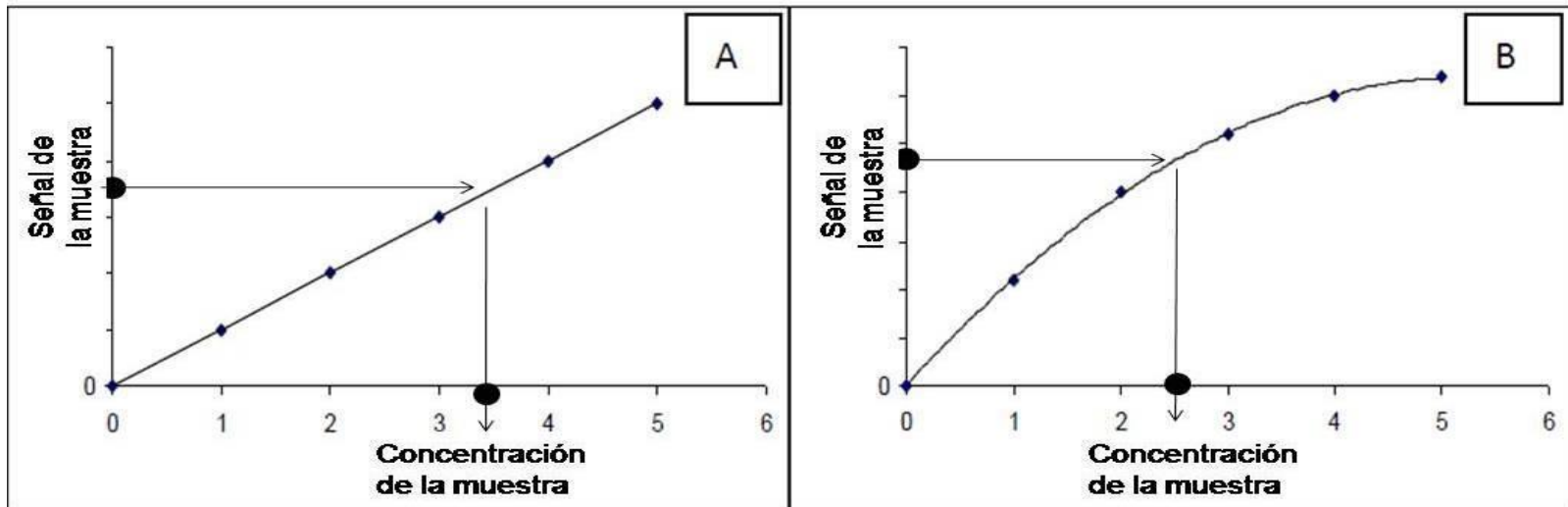
Existe relación creciente entre Concentración y Señal Analítica, $r \rightarrow 1$.

Existe relación decreciente entre Concentración y Señal Analítica, $r \rightarrow -1$.

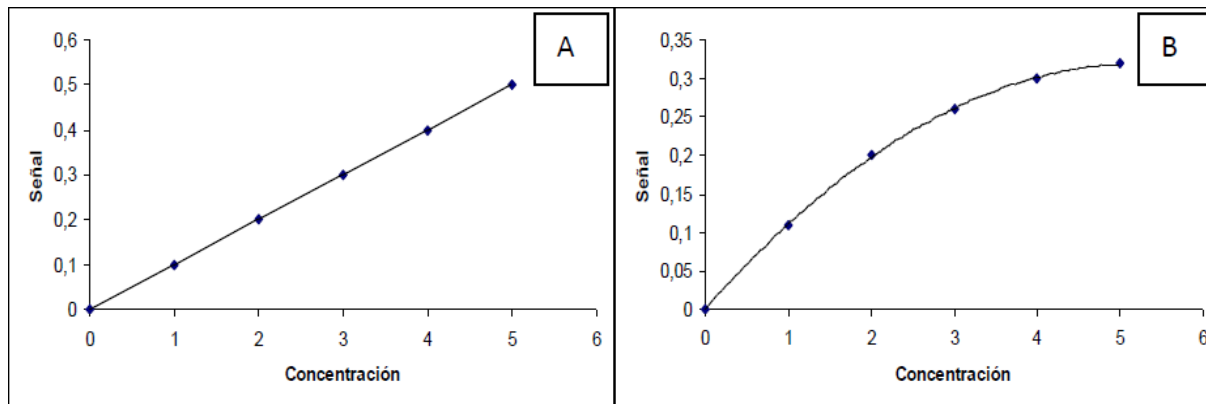
Cuantificación

Consiste en la predicción de la concentración del analito en la muestra incógnita y puede efectuarse de dos maneras:

- **Cuantificación gráfica.** Obtener la concentración del analito en la muestra ingresando en la curva de calibrado, sea esta una recta o no, con el valor de “Señal de la muestra” e interpolando.



- **Cuantificación matemática.** Luego de realizar la gráfica de la curva de calibrado, se observa que tipo de función matemática ajusta mejor la distribución de los datos



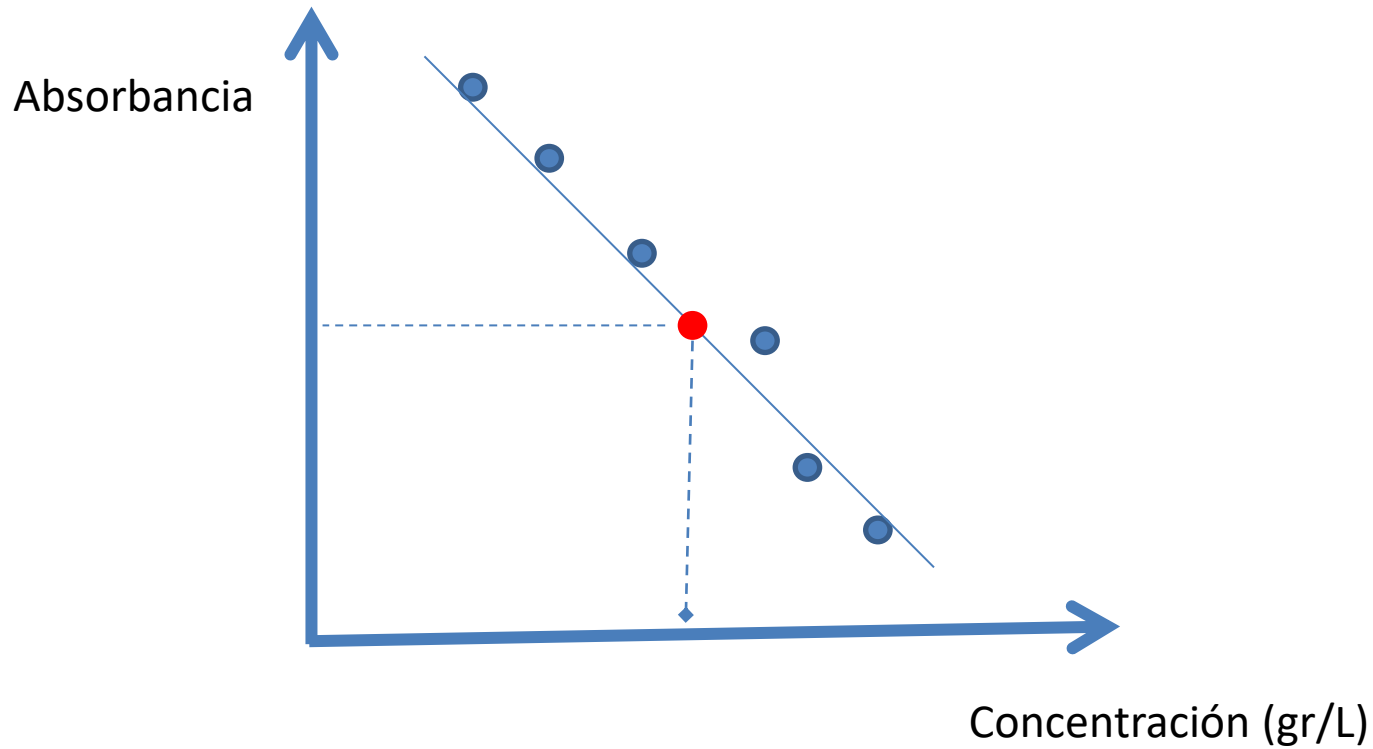
- Los datos pueden estar distribuidos de tal manera que formen una recta, pudiéndose obtener por regresión lineal una relación entre la señal analítica y la concentración.

$$y = Ax + B \quad \text{Señal Analítica} = k \cdot \text{Concentración}$$

Dónde:

- B: Ordenada al Origen
- A: Pendiente
- Se remplaza el valor de **y** por el valor de la señal de la muestra (si esta se procesó por duplicado o triplicado: su promedio) mediante el cálculo se obtiene el valor de **x** (concentración del analito en la muestra).

Curva de calibrado



MUCHAS GRACIAS
POR SU ATENCION



Si la pusieron

