



**DIRECCIÓN DE PLANEACIÓN ACADÉMICA
SUBDIRECCIÓN DE CAPACITACIÓN PARA
EL TRABAJO**

**MANUAL DE PRÁCTICAS DE ANÁLISIS
INSTRUMENTAL**



**SALIDA OCUPACIONAL: AUXILIAR
LABORATORISTA**

**5to semestre
Agosto de 2020**

Contenido

PRESENTACIÓN	3
CORTE I.....	4
MÉTODOS TERMOMÉTRICOS DE ANÁLISIS	4
Práctica No. 1. Uso del Psicrómetro de Onda.....	5
Práctica No. 2. Uso de la Termobalanza.....	7
CORTE II.....	11
MÉTODOS ÓPTICOS DE ANÁLISIS	11
Práctica No. 3. Determinación de la longitud de onda máxima	12
Disolución de acetato de sodio	14
Práctica No. 4. Determinación espectrofotométrica Fe III y Mn.....	20
Práctica No. 5. Polarimetría	27
Práctica No. 6 Refractometría	31
CORTE III.....	36
MÉTODOS ELECTROMÉTRICOS DE ANÁLISIS.....	36
Práctica No. 7. Potenciometría Directa: Determinación de pH.....	37
Práctica No. 8. Potenciometría Indirecta. Valoración de Hidróxido de sodio con un estándar primario	41

PRESENTACIÓN

En el marco de la Reforma y el Modelo Educativo para la Educación Obligatoria, el Colegio de Bachilleres ha realizado los ajustes pertinentes a sus programas de estudio que operarán en el semestre 2018-B, en los cuales se favorece el desarrollo de los aprendizajes clave que los estudiantes deben alcanzar al cursar su formación básica, específica y laboral, para lograr el perfil de egreso.

Congruente con lo anterior, el Área de Formación Laboral, específicamente en la salida ocupacional de Auxiliar Laboratorista, perteneciente al grupo ocupacional de “Química”, presenta el siguiente material con las actividades experimentales que coadyuvarán al logro de los aprendizajes establecidos en el programa de estudio de la asignatura de “**Análisis Instrumental**”¹, impartido en tercer semestre, congruente con las competencias profesionales básicas señaladas en el mismo, que facilitarán el trabajo en el laboratorio y permitirán consolidar el proceso de enseñanza y aprendizaje.

El presente está constituido por tres cortes:

1. **Corte I: Métodos Termométricos de Análisis.** Se presentan 2 actividades experimentales introductorias al manejo de instrumentos termométricos en el laboratorio; lo que le permitirán irse familiarizando con los usos y cuidados que deben dársele a los diferentes instrumentos de laboratorio utilizados para determinar las propiedades de la materia.
2. **Corte II: Métodos Ópticos de Análisis.** En este espacio, a través del desarrollo de 4 actividades experimentales, con el uso de instrumentos de naturaleza óptica, se familiarizará con la determinación de propiedades específicas de la materia.
3. **Corte III. Métodos Termométricos de Análisis.** Finalmente, se presentan 2 actividades experimentales, a través del uso de instrumentos electrométricos de análisis, con ello se refuerzan las habilidades y se integran los aprendizajes señalados en el programa de estudio para el logro de las competencias profesionales básicas.

Agradecemos de antemano su interés y empeño en el desarrollo de su labor docente, en beneficio del incremento académico de nuestros estudiantes.

¹ Si el docente propone más actividades, pueden incorporarse a este manual.

CORTE I

MÉTODOS TERMOMÉTRICOS DE ANÁLISIS



Práctica No. 1. Uso del Psicrómetro de Onda

OBJETIVO

Determinar la humedad relativa de un espacio determinado, utilizando el psicrómetro de onda, identificando su uso en las aplicaciones industriales.

CONCEPTOS ANTECEDENTES

Para la realización de esta práctica es necesario que conozcas los conceptos siguientes:

- Humedad relativa.
- Temperatura de bulbo húmedo.
- Temperatura de bulbo seco.
- Psicrómetro de honda.
- Temperatura de rocío.

MATERIALES Y REACTIVOS

Para el desarrollo de la práctica deberás contar con los siguientes materiales:

1 psicrómetro de onda

PREVENCION Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Además de las medidas generales de prevención que implica trabajar en el laboratorio, esta práctica requiere que consideres lo siguiente:

Al girar el psicrómetro de honda ten cuidado de no chocar con otros objetos, ya que los termómetros son muy frágiles y se rompen fácilmente, pudiendo ocasionar un accidente.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

A). Uso del Psicrómetro de honda.

- Humedece la gasa que trae el bulbo de uno de los termómetros.
- Gíralo en tres diferentes lugares.
- Realiza tus observaciones y anota tus lecturas.
- Calcula el % de humedad relativa (H_r) de cada área, utilizando las tablas II y III, así como la carta psicrométrica.

INTEGRACION DE RESULTADOS.

Con los resultados obtenidos llena el siguiente cuadro:

Área	Temperatura de bulbo seco		Temperatura de bulbo húmedo		% H _r Psicrómetro
	° F	° C	° F	° C	
1					
2					
3					

ACTIVIDAD DE CONSOLIDACIÓN

1. ¿Cuál es la finalidad de determinar la humedad relativa del ambiente?

2. ¿Dónde se puede aplicar este instrumento?

Práctica No. 2. Uso de la Termobalanza

OBJETIVO

Determinar el % de humedad de una muestra sólida pulverizada, utilizando la termobalanza, con la finalidad de elaborar una curva de secado e identificar las aplicaciones de ésta a nivel industrial.

CONCEPTOS ANTECEDENTES

Para realizar esta práctica es conveniente que conozcas los conceptos siguientes:

- Humedad
- Termobalanza
- Tiempo de secado
- Material termo-resistente

MATERIALES Y REACTIVOS

Para el desarrollo de la práctica es necesario que cuentes con los siguientes materiales y reactivos:

2 platillos de aluminio adecuados a tu balanza.	30 gr de almidón *
1 termobalanza	30 gr de leche en polvo *
1 espátula/cuchara de porcelana	30 gr de cemento *
1 mortero con pistilo	30 gr de talco *
	30 gr de arena húmeda *

*** Estas muestras las proporciona el alumno**

PREVENCIÓN Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Además de las medidas generales de prevención que implica trabajar en el laboratorio, esta práctica requiere que consideres lo siguiente:

- Evita encender la lámpara cuando estés colocando tu muestra, se debe encender cuando se tiene todo colocado.
- No toques la lámpara después de realizar el experimento, te puedes quemar.
- Si la balanza que estás utilizando es marca cenco, infórmate para qué cantidad de muestra es el tensor que tiene montado, si se excede en el peso se puede romper.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Una vez que cuentes con tu equipo y reactivos procede a hacer las siguientes determinaciones:

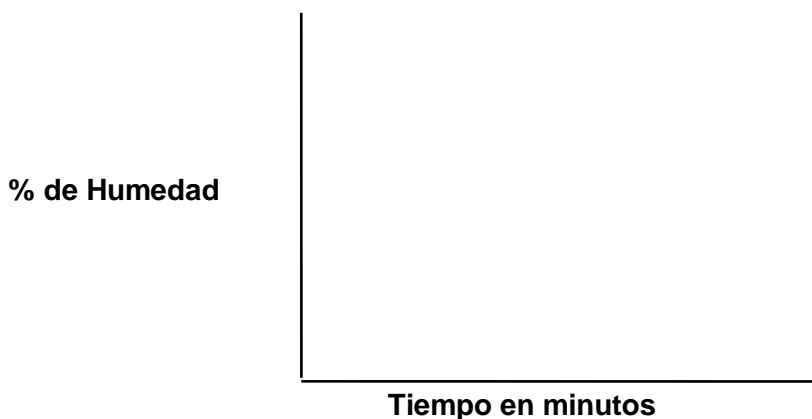
- Selecciona la muestra y revisa que esté pulverizada, de no ser así pulverízala en el mortero.
- Coloca en el plato de aluminio la muestra y extiéndela uniformemente.
- Coloca el plato bajo la lámpara, prende la termobalanza y realiza la determinación de humedad.
- Anota la pérdida de humedad cada minuto.
- Este procedimiento realízalo para cada muestra

INTEGRACION DE RESULTADOS

Con los datos de humedad obtenidos complementa la siguiente tabla:

Porcentaje de humedad					
Tiempo (minutos)	Arena	Leche en polvo	Talco	Cemento	Arena humedad
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					
13					
14					
15					
16					

Con los datos de humedad con respecto al tiempo, elabora una gráfica de secado en papel milimétrico para cada una de las muestras.



Con los datos obtenidos llena la siguiente tabla:

Sustancia	% DE Humedad
Almidón	
Leche en polvo	
Talco	
Cemento	
Arena húmeda	

ACTIVIDAD DE CONSOLIDACIÓN

Contesta lo que se te pide a continuación:

- ¿Para qué nos sirve conocer la humedad de algunos productos?

- ¿Qué otros métodos existen para determinar la humedad en nuestros sólidos?

3. ¿Qué tan confiables son los resultados que se obtienen con la termobalanza?
(Justifica tu respuesta)

CORTE II

METODOS ÓPTICOS DE ANÁLISIS



Práctica No. 3. Determinación de la longitud de onda máxima

OBJETIVO

Construir una gráfica de Absorbancia (A) vs Longitud de onda (λ) (barrido), mediante la utilización del espectrofotómetro, con la finalidad de determinar la Longitud de onda máxima ($\lambda_{\text{máx}}$) de trabajo.

CONCEPTOS ANTECEDENTES

Para la realización de esta práctica, es importante que conozcas los siguientes conceptos:

- Luz monocromática
- Transmitancia
- Absorbancia
- Longitud de onda
- Ley de Lambert-Beer
- Preparación de disoluciones
- Diluciones
- Construcción de gráficos

MATERIALES Y REACTIVOS²

Para la realización de esta actividad, deberás contar con los siguientes materiales y reactivos:

1 espectrofotómetro	0.5 g de KMnO_4 Q.P.
1 agitador de vidrio	20 mL de H_2SO_4 conc. Q.P.
1 matraz aforado de 100 mL	1 g de 1,10-fenantrolina
3 matraz aforado de 500 mL	15 mL de HCl 1:1
2 matraz aforado de 1000 mL	10 mL HNO_3 conc. Q.P.
1 probeta de 100 mL	1 g de limadura de hierro
2 pipeta graduada de 5 mL	85 g de acetato de sodio Q.P.
4 pipeta graduada de 10 mL	500 mL de etanol Q.P.
1 pipeta graduada de 20 mL	50 g de clorhidrato de hidroxilamina
Q.P	
1 balanza analítica	
3 vaso de precipitados de 100 mL	
5 vaso de precipitados de 250 mL	
4 vidrio de reloj de 100 mm de diám.	

² NOTA: : Estos materiales y reactivos son por grupo
QFB. Martín Mancilla Hernández

PREVENCIÓN Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Para evitar accidentes en el laboratorio, es conveniente que consideres las siguientes características de los reactivos:

- El KMnO_4 , es tóxico y muy oxidante. Destruye las células de la mucosa, evita el contacto con este reactivo.
- El H_2SO_4 , es extremadamente irritante y corrosivo, causa destrucción y quemaduras rápidamente. Al trasvasarlo, evita el contacto con los vapores y emplea la pipeta con la perilla, **no pipetees con la boca**, si cae en la piel, lava con abundante agua durante 15 minutos y solicita valoración médica.
- El HCl es un ácido que genera vapores que irritan las mucosas, es tóxico.
- El HNO_3 , es tóxico, irrita las mucosas y causa quemaduras al contacto con la piel.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Esta actividad se divide en dos momentos:

A. PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES

Disolución estándar de Fe III (100 ppm).

- Pesa en un vaso de precipitados de 250 mL, 0.1 gramos de limadura de hierro y agrégale 10 mL de HCl 1:1.
- Añade 5 mL de HNO_3 conc. para oxidar todo el hierro.
- Viértelo en un matraz aforado de 1000 mL y afóralo hasta la marca.
- Esta disolución contiene 100 ppm de hierro (III).

Disolución de 1,10-fenantrolína (0.1%)

- En un vaso de precipitados de 250 mL, pesa exactamente 0.5 g de 1,10-fenantrolína.
- Disuelve con 200 mL de etanol.
- Pasa la disolución a un matraz aforado de 500 mL y afora con etanol al 95%.

Disolución de clorhidrato de hidroxilamina.

- En un vaso de precipitados, pesa 50 g de hidroxilamina.
- Disuelve con agua destilada.
- Pasa la disolución a un matraz aforado de 500 mL y afora con agua destilada.

Disolución de acetato de sodio

- En un vaso de precipitados de 250 mL, pesa 85 g de acetato de sodio.
- Disuelve con agua destilada.
- Pasa la disolución a un matraz de 500 mL y afora con agua destilada.

Disolución estándar de KMnO_4 (100 ppm)

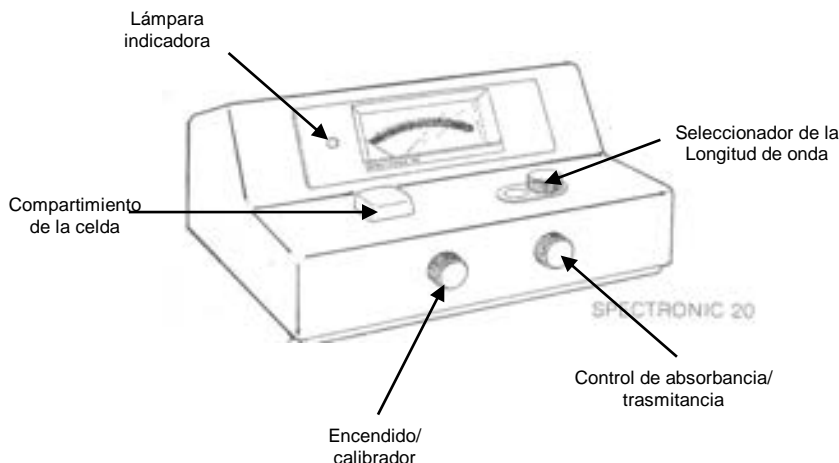
- Pesa en un vaso de precipitados de 250 mL pesa 0.05 g de KMnO_4 .
- Agrégale agua para que se disuelva.
- Viértelo en un matraz aforado de 1 L y agrégale más agua.
- Añade 14 mL de H_2SO_4 conc., homogeniza la disolución.
- Afora el matraz hasta la marca.
- Esta disolución contiene una concentración de 100 ppm.

B. DETERMINACIÓN DE LA LONGITUD DE ONDA Y CONSTRUCCIÓN DEL ESPECTRO DE ABSORCIÓN.

Fe III

- En un matraz aforado de 100 mL, coloca 5 mL de la disolución estándar de hierro (III).
- Añade 10 mL de la disolución de acetato de sodio para mantener el pH entre 3 y 6.
- Añade 10 mL de la disolución de hidroxilamina y deja reposar durante 5 minutos para que la reacción sea completa.
- Añade 10 mL de la disolución de 1,10- fenantrolina y afora hasta la marca con agua destilada.
- Deja en reposo hasta el desarrollo de un color rojo-anaranjado.
- Prepara un testigo blanco con los mismos reactivos y cantidades utilizadas en la disolución estándar de hierro (III).

Una vez que cuentes con los reactivos, realiza lo siguiente con el espectrofotómetro:
En el laboratorio cuentas con el siguiente espectrofotómetro:



Espectrofotómetro "SPECTRONIC 20"

- Conecta el enchufe del aparato a la toma corriente.
- Enciende al aparato.
- Observa si coincide el 0 de Absorbancia con 100% de Trasmisancia, si no es así, coloca en la celda agua destilada y calíbralo con el botón correspondiente a 0 A y 100% T.
- Una vez calibrado, coloca en la celda la disolución estándar de Fe III y selecciona con el botón correspondiente la longitud de onda entre 400 y 600 nm.
- Mide la absorbancia de 10 en 10 nm hasta abarcar el rango establecido.
- Realiza tus anotaciones de Absorbancia (A) y longitud de onda (λ).
- Realiza la misma operación con la disolución testigo.
- Resta los valores obtenidos de esta disolución a los obtenidos con la disolución estándar de Fe III.
- Elabora una gráfica de A en función de λ en hojas de papel milimétrico.³
- Selecciona la longitud de onda máxima que da la mejor absorción.

³ Esta gráfica también puede realizarse en Excel.

KMnO₄

- Coloca la disolución de KMnO₄ en la celda del espectrofotómetro y determina la Absorbancia (A) y longitud de onda (λ) entre 440 y 525 nm de 5 en 5 nm.
- Realiza tus anotaciones.
- Bajo las mismas condiciones, determina la Absorbancia (A) y longitud de onda (λ) del testigo (H₂SO₄).
- Resta los valores obtenidos de esta medición a los valores obtenidos con la disolución de KMnO₄ estándar.
- Elabora una gráfica de Absorbancia (A) en función de la longitud de onda (λ) en hojas de papel milimétrico.
- Selecciona la longitud de onda que da la mejor absorción

INTEGRACIÓN DE RESULTADOS

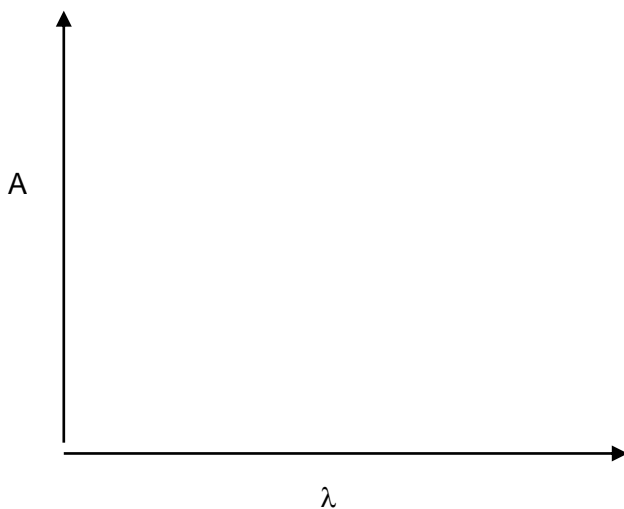
Con los valores obtenidos completa la siguiente tabla.

Determinación la $\lambda_{\text{máx}}$ para el Fe III				
Absorbancia Disolución estándar A_1	λ_1 (nm)	Absorbancia Disolución testigo A_2	λ (nm)	$A_{\text{corr.}} = A_1 - A_2$
	400		400	
	410		410	
	420		420	
	430		430	
	440		440	
	450		450	
	460		460	
	470		470	
	480		480	
	490		490	
	500		500	
	510		510	
	520		520	
	530		530	
	540		540	
	560		560	
	570		570	
	580		580	
	590		590	
	600		600	

Determinación la $\lambda_{\text{máx}}$ para el Mn				
Absorbancia disolución estándar A_1	λ (nm)	Absorbancia Disolución testigo A_2	λ (nm)	$A_{\text{corr.}} = A_1 - A_2$
	440		440	
	445		445	
	450		450	
	455		455	
	460		460	
	465		465	
	470		470	
	475		475	
	480		480	

	485		485	
	490		490	
	495		495	
	500		500	
	505		505	
	510		510	
	515		515	
	520		520	
	525		525	

Grafica la absorbancia corregida (A_{corr}) vs la λ y selecciona la longitud máxima.⁴



⁴ Esta $\lambda_{m\acute{a}x}$ la utilizarás para la siguiente práctica
QFB. Martín Mancilla Hernández

ACTIVIDAD DE CONSOLIDACIÓN

Contesta lo que se te pide a continuación:

1. ¿Cuál es la concentración molar de la disolución de Fe III y la de Mn?

2. ¿Qué función tiene la disolución blanco o testigo?

Práctica No. 4. Determinación espectrofotométrica Fe III y Mn

OBJETIVO

Determinar la cantidad de Fe III y Mn presente en una muestra problema, utilizando el espectrofotómetro con la finalidad de verificar el contenido de analitos presentes en los productos analizado.

CONCEPTOS ANTECEDENTES

Para la realización de esta práctica, es importante que conozcas los siguientes conceptos:

- Luz monocromática
- Transmitancia
- Absorbancia
- Longitud de onda
- Ley de Lambert-Beer
- Preparación de disoluciones
- Diluciones
- Construcción de gráficos

MATERIALES Y REACTIVOS

Para la realización de esta actividad, deberás contar con los siguientes materiales y reactivos:

1 espectrofotómetro	Disolución estándar de Fe III (100 ppm)
1 agitador de vidrio	Disolución de Mn estándar (100 ppm)
8 matraz aforado de 100 mL	Acetato de sodio
10 tubo de ensaye	Clorhidrato de hidroxilamina
1 gradilla	1,10-fenantrolína
1 pipeta volumétrica de 1 mL	H ₂ SO ₄ 0.05 M
1 pipeta volumétrica de 5 mL	
1 pipeta volumétrica de 10 mL	
2 pipeta graduada de 5 mL	
4 pipeta graduada de 10 mL	
1 pipeta graduada de 20 mL	
6 vaso de precipitados de 100 mL	

NOTA: Los reactivos son los preparados en la práctica anterior.

PREVENCIÓN Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Para evitar accidentes en el laboratorio, es conveniente que consideres las siguientes características de los reactivos:

- El KMnO_4 , es tóxico y muy oxidante. Destruye las células de la mucosa, evita el contacto con este reactivo.
- El H_2SO_4 , es extremadamente irritante y corrosivo, causa destrucción y quemaduras rápidamente. Al trasvasarlo, evita el contacto con los vapores y emplea la pipeta con la perilla, **no pipetees con la boca**, si cae en la piel, lava con abundante agua durante 15 minutos y solicita valoración médica.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Esta actividad se divide en dos momentos:

- C. Construcción de la curva patrón y determinación de la conc. de Fe III
- D. Construcción de la curva patrón y determinación de la conc. de Mn

A. Construcción de la curva patrón y determinación de la conc. de Fe III

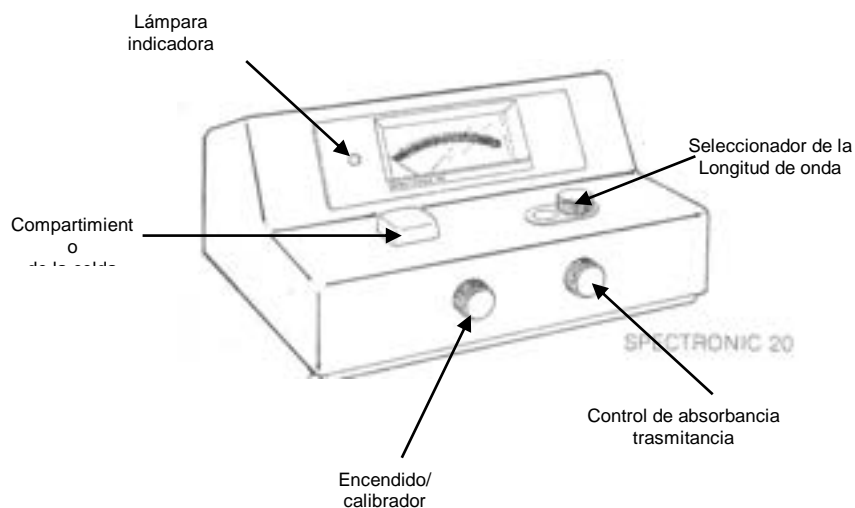
- Elabora una curva patrón, empleando los matraces aforados de 100 mL colocando en ellos las cantidades de reactivo que se indican en la siguiente tabla:

Sistema	Disolución Estándar Fe III (mL)	Acetato de sodio (mL)	Clorhidrato de hidroxilamina (mL)	1,10-fenantrolína (mL)
0	0	10	10	10
1	1	10	10	10
2	2	10	10	10
3	3	10	10	10
4	4	10	10	10
5	5	10	10	10
6 Problema	¿?	10	10	10 ⁵

- Rotula tus sistemas para evitar confusiones.

⁵ Este sistema te lo proporciona el profesor.

- Una vez que tengas listos tus sistemas, utiliza el espectrofotómetro para determinar la absorbancia en cada uno de ellos. Para esto, con el botón “seleccionador de la longitud de onda” coloca la $\lambda_{\text{máx}}$ determinada en la práctica anterior y posteriormente calibra a cero A y 100 T con el sistema 0.



- Coloca cada uno de tus sistemas en el compartimiento de la celda y determina la absorbancia de cada uno de ellos y realiza las anotaciones en tu bitácora.

B. Construcción de la curva patrón y determinación de la concentración de Mn

- Elabora una curva patrón, empleando tubos de ensaye y colocando en ellos las cantidades de reactivo que se indican en la siguiente tabla:

Sistema	Disolución Estándar Mn (mL)	H ₂ SO ₄ (mL)	Sistema	Disolución Estándar de Mn (mL)	H ₂ SO ₄ (mL)
0	0	10	7	7	3
1	1	9	8	8	2
2	2	8	9	9	1
3	3	7	10	10	0
4	4	6	11 Problema ⁶	¿?	¿?
5	5	5			
6	6	4			

- Coloca cada uno de tus sistemas en el compartimiento de la celda y determina la absorbancia, realiza tus anotaciones en tu bitácora.

⁶ Esta disolución te la proporcionará el profesor.
QFB. Martín Mancilla Hernández

INTEGRACIÓN DE RESULTADOS

1. Con los datos obtenidos, completa las siguientes tablas.

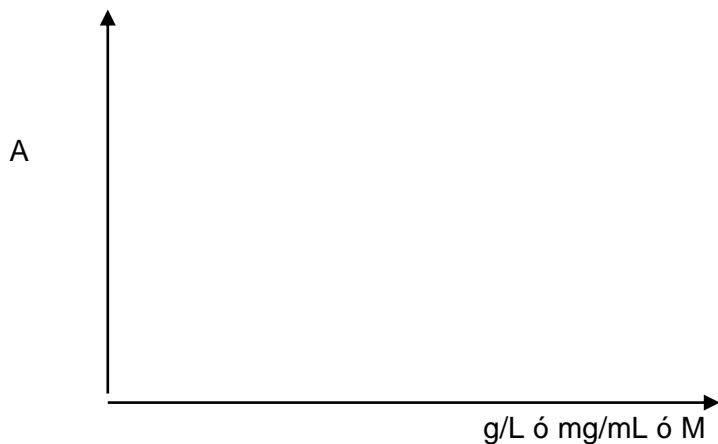
Fe III

Sistema	Disolución Estándar Fe III (mL)	Acetato de sodio (mL)	Clorhidrato de hidroxilamina (mL)	1,10-fenantrolina (mL)	Concentración de Fe III (g/L)	Absorbancia
0	0	10	10	10		
1	1	10	10	10		
2	2	10	10	10		
3	3	10	10	10		
4	4	10	10	10		
5	5	10	10	10		
6 Problema	¿?	10	10	10		

Mn

Sistema	Disolución Estándar Mn (mL)	H ₂ SO ₄ (mL)	Concentración de Mn (g/L)	Absorbancia (nm)
0	0	10	10	10
1	1	9	10	10
2	2	8	10	10
3	3	7	10	10
4	4	6	10	10
5	5	5	10	10
6	6	4	10	10
7	7	3		
8	8	2		
9	9	1		
10	10	0		
11 Problema	¿?	¿?		

2. Construye una gráfica que relacione la absorbancia y la concentración de cada uno de tus problemas.



3. ¿Cuál es el valor de la concentración de Fe III y Mn en mg/mL?

4. Una disolución de K_2CrO_4 2.3×10^{-4} M, tiene una transmitancia de 0.898 en una celda de 1 cm. ¿Qué absorbancia tiene esta disolución?

Práctica No. 5. Polarimetría

OBJETIVO

Determinar la rotación óptica de la sacarosa antes y después de realizar una hidrólisis ácida, utilizando el polarímetro, con la finalidad de verificar la calidad de la muestra.

CONCEPTOS ANTECEDENTES

Para el desarrollo de esta práctica, es importante que conozcas los siguientes conceptos:

- Índice de rotación
- Luz polarizada
- Rotación específica
- Sustancia ópticamente activa
- Inversión de la glucosa

MATERIALES Y REACTIVOS

Para realizar esta práctica necesitas el siguiente material, equipo y reactivos:

1 polarímetro con tubos porta muestra de 10 y 20 cm de longitud	10 mg de sacarosa Q.P.
4 matraces aforados de 100 mL	10 mg de glucosa Q.P.
1 baño maría	10 mg de fructuosa Q.P.
1 mechero Bunsen	50 mL HCl conc.
1 tripié	50 mL NaOH al 10%
1 anillo de hierro	Papel pH
1 tela de alambre con asbesto	
4 vasos de precipitado de 100 mL	
1 agitador de vidrio	
2 vidrios de reloj	
1 termómetro	
1 pipeta de 5 mL	
1 pipeta de 10 mL	
1 perilla	
1 piseta	
1 balanza analítica	

PREVENCIÓN Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Además de las medidas generales de prevención que implica el trabajar dentro de un laboratorio, esta práctica requiere que consideres lo siguiente:

- El NaOH es irritante y corrosivo al contacto con la piel. No lo toques con los dedos, usa la espátula, y en solución succiona con la perilla.
- El HCl, sus vapores producen corrosión en las membranas mucosas y en contacto con la piel causan quemaduras serias. No debes aspirarlo con la boca, usa la perilla.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Esta actividad se divide en tres momentos:

- A) Preparación de la muestra
- B) Inversión de la sacarosa
- C) Medición del ángulo de rotación

A) Preparación de la muestra

1. Disuelve la glucosa, la sacarosa y la fructuosa por separado, en agua destilada para obtener una concentración de 1 %.

B) Medición del ángulo de rotación

2. Enciende la fuente luminosa 5 min antes de su empleo.
3. Mueve el vernier hasta que el "0" coincida con el "0" de la escala circular.
4. Ajusta el ocular para que el campo de medida quede dividido por una línea entre dos mitades sombreadas quedando en foco. Las medias sombras deben tener la misma brillantez. El punto en la escala circular en el cual se igualen las sombras puede no coincidir exactamente con el "0" de la escala circular, en este caso deben hacerse las compensaciones a las lecturas tomadas.
5. Coloca el tubo porta muestra con la muestra sin burbujas de aire y sin apretar la rosca, con el extremo del tubo hacia adelante.
6. Afloja el tornillo vertical. Observa a través del ocular y gira el vernier hasta el ajuste de la pérdida de brillo en ambos medios círculos.
7. Aprieta el tornillo vertical y ajusta la luz usando el tornillo de ajuste fino, toma la lectura.
8. Vuelve a tomar la lectura dos veces más y calcula el valor promedio.
9. Este procedimiento realízalo para cada una de tus muestras

Inversión de la sacarosa

10. Disuelve 2 g de sacarosa en 50 mL de agua destilada, adiciónale 5 mL de HCl conc. y calienta en Baño María a ebullición durante 15 min; neutraliza éste hidrolizado con NaOH al 10 % y corrobora la neutralización con el papel pH, vierte la disolución en un matraz aforado y afora a 100 mL con agua destilada.
11. Determina el ángulo de rotación para la azúcar invertida.

INTEGRACION DE RESULTADOS

Con los resultados obtenidos completa la siguiente tabla:

MUESTRA	ANGULO DE	ROTACION	INDICE DE	ROTACION
	MEDIDO	CORREGIDO	CALCULADO	TEORICO
GLUCOSA				
FRUCTUOSA				
SACAROSA				
AZUCAR INVERTIDO				

ACTIVIDAD DE CONSOLIDACIÓN

Con las observaciones realizadas contesta lo siguiente:

1. Explica por qué la rotación específica del azúcar invertida no corresponde a la de la sacarosa pura.

2. ¿Qué cambios presenta la sacarosa al invertirla?

3. ¿Cuál es la finalidad de determinar el Índice de Rotación de materia prima y producto terminado?

Práctica No. 6 Refractometría

OBJETIVO

Determinar la concentración de glucosa en un suero comercial, utilizando el refractómetro de Abbe, verificando con ello la calidad del producto de acuerdo a lo especificado en la etiqueta.

CONCEPTOS ANTECEDENTES

Para la realización de esta práctica es importante que conozcas los conceptos siguientes:

- Índice de Refracción
- % de sólidos totales
- Leyes de la Refracción

MATERIALES Y REACTIVOS

Para el desarrollo de esta práctica es necesario que cuentes con los siguientes materiales y reactivos:

2 espátulas	72 g de glucosa
1 pipeta de 10 mL	agua destilada
1 perilla de hule	* suero glucosado al 5%
1 refractómetro de Abbe	
1 refractómetro Manual	
6 pipetas de 1 mL	
8 matraces aforados de 100 mL	
2 goteros	
6 vasos de precipitado de 50 mL	
2 vidrios de reloj	
1 termómetro	
2 agitadores con gendarme	
1 balanza granataria	

*** lo proporciona el alumno**

PREVENCION Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

En esta práctica no se manejan sustancias riesgosas, sin embargo, se recomienda que manejes el Refractómetro de Abbe con cuidado, trasladándolo con ambas manos colocando una de ellas abajo del aparato y la otra en el cuerpo del mismo, así también al limpiar o secar el prisma usa papel seda, si queda sucio usa un trapo húmedo; aplica la muestra con gotero sin tocar el prisma.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Esta actividad experimental se divide en cuatro momentos:

- A) Preparación de las muestras
- B) Preparación de la muestra problema (suero glucosado)
- C) Manejo del Refractómetro de Abbe
- D) Manejo del Refractómetro Manual

A) Preparación de las muestras

1. Disuelve 2 gr. de glucosa en agua destilada y afora a 100 mL para preparar una muestra de glucosa al 2%.
2. Prepara las disoluciones de glucosa al 4%, 6%, 8%, 10%, 12%, 14% y 16% de la misma forma que el paso anterior diluyendo con agua destilada.

B) Preparación de la muestra problema (suero glucosado)

3. Disuelve el suero en agua destilada, según las especificaciones incluidas en el sobre, sí no lo especifica, pesa 5 gr. de éste y afóralo a 100 mL.

C) Manejo del Refractómetro de Abbe

4. Limpia el prisma
5. Calíbralo tomando la lectura del índice de Refracción al agua, levanta la tapa y coloca la muestra directamente en el prisma utilizando un agitador con gendarme de hule.
6. Cierra la tapa cuidando de que no se formen burbujas de aire, ($n_D = 1.3325$ a T de 25°C).
7. Si es necesario, ajusta el iluminador para un mejor contraste del límite de reflexión, enfocando la línea límite en el cruce de la línea de intersección y acromatízala con la carátula del compensador.
8. Oprime el interruptor de contacto y lee el valor del índice de Refracción.
9. Repite este procedimiento para medir el índice de Refracción de tus muestras de glucosa.
10. Mide el índice de Refracción, de la muestra problema (suero glucosado)

D) Manejo del Refractómetro Manual

11. Levanta la tapa del prisma de medición.

12. Coloca varias gotas de la muestra sobre el prisma y espárcelas con la ayuda del agitador con gendarme sin que se formen burbujas de aire; baja la tapa.
13. El Refractómetro de Mano se dirige hacia la luz y sobre la escala se observa el límite del campo oscuro que indica el valor de la medición.

INTEGRACION DE RESULTADOS

Con los resultados obtenidos completa la siguiente tabla:

Muestra	Índice de refrac. Refrac. Abbe	Índice de refrac. Refrac. Manual	Índice de refrac. De la muestra Problema
Agua			
Glucosa 2%			
Glucosa 4%			
Glucosa 6 %			
Glucosa 8%			
Glucosa 10%			
Glucosa 12%			
Glucosa 14 %			
Glucosa 16 %			

Con los datos anteriores grafica

INDICE DE
REFRACCION



CONCENTRACION DE GLUCOSA

INTERPOLA EL INDICE DE REFRACCION DE TU PROBLEMA Y DETERMINA LA CONCENTRACION DE GLUCOSA.

ACTIVIDAD DE CONSOLIDACIÓN

Con base en los resultados obtenidos, contesta lo siguiente:

1. El índice de Refracción es una propiedad que depende de la densidad del medio y ésta disminuye si aumenta la temperatura. El índice será diferente a temperaturas distintas. ¿Explica por qué?

2. ¿Por qué es importante el índice de Refracción como criterio de pureza?

3. ¿Cómo llevarías un control durante la fabricación de un producto, con base en la medición de sus índices de Refracción?

CORTE III

MÉTODOS ELECTROMÉTRICOS DE ANÁLISIS



https://encrypted-tbn0.gstatic.com/images?q=tbn:ANd9GcSw98BRR7JwCqVysDyQs6G8oxE4Wk2J_ih8ryZ9igEbijHzTJ52NQ

Práctica No. 7. Potenciometría Directa: Determinación de pH

OBJETIVO

Determinar el pH de diferentes muestras comerciales, utilizando el potenciómetro, infiriendo la importancia de esta propiedad de la materia a nivel industrial.

CONCEPTOS ANTECEDENTES

Para la realización de esta práctica, es importante que conozcas los conceptos siguientes:

- Disolución Reguladora o Amortiguadora
- pH
- Electrodo
- Acido fuerte
- Base fuerte

MATERIALES Y REACTIVOS

Para el desarrollo de la práctica es necesario que cuentes con los siguientes reactivos:

5 vasos de precipitado de 250 mL	*100 mL de vinagre
1 piseta	100 mL de jugo de limón
1 termómetro 10- 200°C	100 mL de agua destilada
1 potenciómetro con electrodos de vidrio y de referencia (o bien electrodo combinado).	Soluciones reguladoras, pH 4, 7, 10.
1 espátula	

***Debe aportarlo el alumno**

PREVENCION Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Además de las medidas de prevención que implica el trabajar dentro de un laboratorio, esta práctica en particular requiere que consideres lo siguiente:

- El ácido acético (CH_3COOH) produce irritación en el sistema respiratorio y en los ojos, en contacto con la piel produce quemaduras.
- La solución reguladora en contacto con la piel puede causar irritación.
- En caso de que toque tu piel algún reactivo debes lavarte inmediatamente con abundante agua.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Esta actividad se divide en dos momentos:

- A) Operación y calibración del Potenciómetro
- B) Determinación del pH con el Potenciómetro

A) Operación y calibración del Potenciómetro

1. Inserta la clavija del electrodo de vidrio en la entrada (input). Si vas a utilizar electrodo de referencia inserta la clavija del electrodo en la entrada (Ref).
2. Coloca el interruptor de función en la posición de pH. Sumerje los electrodos en la solución amortiguadora de pH (pH=4). Mide la temperatura de la disolución amortiguadora y coloca el compensador de temperatura en este valor.
3. Ajusta el control de calibración hasta tener en la escala el valor de pH de la disolución.
4. Saca los electrodos de la disolución amortiguadora. Enjuágalos con agua destilada.
5. Ajusta el compensador manual de temperatura a la temperatura de la muestra a medir.

B) Determinación del pH con el Potenciómetro

6. Coloca los electrodos dentro de la disolución problema. Si el valor del pH de la muestra no está dentro de ± 3 unidades del valor de pH de la disolución amortiguadora, se tiene que realizar una nueva calibración con las soluciones amortiguadoras de pH 7 o 10.
7. Después de la medición enjuaga los electrodos empleando la piseta. No seques los electrodos, déjalos escurrir.
8. Realiza este procedimiento para cada una de las muestras.

INTEGRACION DE RESULTADOS

Llena la tabla siguiente con los datos obtenidos, y compáralos con los valores teóricos:

MUESTRA	pH teórico	pH experimental	Observaciones
HC I 0.1 M	1.0		
Jugo de limón	2.3		
NaOH 1 M	14.0		
Vinagre	2.8		
Agua destilada	7.0		

ACTIVIDAD DE CONSOLIDACIÓN

Con base en los resultados obtenidos, contesta lo siguiente:

1. ¿Los valores determinados en la práctica fueron igual a los teóricos?
Sí _____ No _____

¿Por qué?

2. ¿Qué diferencia existe entre un electrodo de referencia y uno de medida?

3. ¿Cuál es la función de las disoluciones amortiguadoras?

Práctica No. 8. Potenciometría Indirecta. Valoración de Hidróxido de sodio con un estándar primario

OBJETIVO

En esta práctica, realizarás la predicción de una reacción ácido-base y trazarás la curva teórica del cambio de pH en función del volumen agregado de reactivo valorante, mediante la titulación de una disolución de NaOH con un estándar primario recomendado por la Farmacopea Mexicana y por la ASTM (American Society for Testing and Materials).

CONCEPTOS ANTECEDENTES

Para la realización de esta práctica, es necesario que conozcas los conceptos siguientes:

- Teoría ácido-base
- Escala de pH
- pK_A
- Cálculo de pH y pK_A
- Fuerza de ácidos y bases
- Estándar primario
- Constituyentes del potenciómetro
- Electrodo
- Construcción de curvas de valoración

MATERIALES Y REACTIVOS

Para el desarrollo de la práctica, es necesario que cuentes con los siguientes materiales y reactivos:

1 bureta de 50 mL	0.300 g de ftalato ácido de potasio (FAP)
1 soporte para bureta	100 mL de hidróxido de sodio (NaOH)
0.1 N	
1 pinza para bureta	10 mL de agua fría y hervida
5 vasos de precipitado de 250 mL	Disolución reguladora de pH 4, 7 y 10
1 pipeta graduada de 10 mL	Papel milimétrico*
1 embudo de tallo corto	
1 matraz aforado de 100 mL	
1 agitador de vidrio	
1 probeta de 100 mL	
1 balanza analítica	
1 potenciómetro	
1 electrodo combinado	
1 agitador y barra magnética	
1 piseta	

- 1 mechero Bunsen
- 1 tripié
- 1 tela de alambre y asbesto
- 1 mica con una ranura recta central*
- * **Lo proporciona el alumno**

PREVENCIÓN Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Además de las medidas de prevención que implica trabajar en el laboratorio, esta práctica requiere que consideres lo siguiente:

- El NaOH es una base fuerte que al contacto con la piel produce irritación, por ingestión es tóxico; es higroscópico, por lo que su frasco debe permanecer cerrado.
- El FAP es una sal que por ingestión produce diarrea.
- El electrodo combinado es muy delicado y fácil de deteriorarse, motivo por el cual se debe manipular con mucha precaución.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Una vez que tengas tu material limpio y seco, procede a realizar lo siguiente:

1. Prepara una disolución de NaOH 0.1N y colócala dentro de la bureta (**utiliza el embudo**).
2. Pesa con exactitud una cantidad de FAP entre 0.200-0.250 g, anota la cantidad exacta.
3. Coloca el FAP en un vaso de precipitado con aproximadamente 100 mL de agua hervida y fría.
4. Agrégale al vaso la barra magnética y colócalo sobre el agitador con movimiento lento hasta que todo el FAP esté disuelto.
5. Prepara el potenciómetro con los electrodos.
6. Calíbralo con disolución reguladora a los pH que vas a trabajar.
7. Una vez calibrado el potenciómetro, enjuaga los electrodos y sumérgelos en la disolución de ftaláto.
8. Con la bureta agrega lentamente la disolución de NaOH mililitro a mililitro tomando la lectura de pH cada vez y anótalas en tu libreta.

INTEGRACION DE RESULTADOS

Con los valores obtenidos en la titulación, complementa la siguiente tabla:

mL de NaOH agregados	pH	mL de NaOH agregados	pH
0		9	
1		9.5	
2		10	
3		10.5	
4		11	
5		12	
6		15	
7		20	
8		21	
9		22	

Con los valores de la tabla anterior, realiza lo que se te pide a continuación:

1. Traza en el papel milimétrico la curva pH en función del volumen de NaOH agregados.
2. Una vez trazada la curva utiliza la mica para calcular el punto de equivalencia.
3. Teniendo el valor numérico del punto de equivalencia, calcula la concentración del NaOH.

4. Si el peso del FAP hubiera sido de 0.480 g y el volumen de NaOH empleado para llegar al punto de equivalencia de 30.5 mL. ¿Cuál sería la normalidad del NaOH?.

5. Imagina que tienes 50 mL de una disolución de NaOH diluida, por ejemplo 0.05 M y tu pesada de FAP es de 0.350 g. ¿Cuántos mL de NaOH necesitarás para alcanzar el punto de equivalencia?, ¿Serán suficientes los 50 mL que tienes en la bureta?.

