

Universidad Autónoma del Estado de México

Facultad de Química

Licenciatura en Química

LABORATORIO DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL

Cuaderno de Ejercicios

Elaborado por:

M. en C. A. María Magdalena García Fabila con la
colaboración de:

M. en C. Q. María Guadalupe Miranda Rivera

Agosto 2016.



PRESENTACIÓN

El presente documento tiene la función de orientar a los estudiantes de la licenciatura de química, en áreas teórico – prácticas de técnicas instrumentales de separación y dispersión de la luz, además de potenciometría y espectroscopia: Ultravioleta visible (UV- vis), Infrarrojo (IR), entre otras.

De esta manera, los alumnos que se encuentran cursando la unidad de aprendizaje “Laboratorio de Análisis Instrumental”, aplicarán y reconocerán las habilidades lógico – matemáticas requeridas en la evaluación de los resultados obtenidos en cada técnica objeto de estudio de esta unidad de aprendizaje.

Con la contribución al perfil de egreso del Químico, que se centra en la promoción de competencias, a nivel inicial y de entrenamiento. Las cuales incidirán en la capacidad de cada analista para operar y aplicar adecuadamente las metodologías instrumentales necesarias que reafirmen los principios y fundamentos fisicoquímicos de cada una de ellas.

Lo anterior le permitirá al aprendiz, formar un criterio de desempeño en cada uno de los equipos manipulados.



CONTENIDO

<i>Apartado</i>	<i>Página</i>
<i>I. El análisis instrumental</i>	<i>4</i>
<i>II. Potenciometría</i>	<i>6</i>
<i>III. Espectroscopia</i>	<i>7</i>
<i>a) Luz Ultravioleta – Visible</i>	<i>7</i>
<i>b) Absorción atómica</i>	<i>12</i>
<i>c) Luz infrarroja</i>	<i>14</i>
<i>d) Flamometría</i>	<i>18</i>
<i>IV. Métodos ópticos</i>	<i>20</i>
<i>a) Polarimetría</i>	<i>20</i>
<i>b) Refractometría</i>	<i>21</i>
<i>c) Dispersión de la luz</i>	<i>22</i>
<i>V. Cromatografía</i>	<i>24</i>
<i>a) Cromatografía de gases</i>	<i>25</i>
<i>b) Cromatografía de líquidos</i>	<i>26</i>
<i>VI. Análisis térmicos</i>	<i>28</i>
<i>a) Análisis térmicos</i>	<i>28</i>
<i>b) Calorimetría diferencial de barrido (DSC)</i>	<i>29</i>
<i>VII. Otros métodos instrumentales</i>	<i>30</i>



I. EL ANÁLISIS INSTRUMENTAL

Instrucciones: Contesta amplia y correctamente las siguientes preguntas.

- 1.- ¿Qué es la radiación electromagnética?
- 2.- De acuerdo al espectro electromagnético, ¿cómo se divide la radiación de energía?
- 3.- Describe en que consiste cada uno de los tipos de energía radiante.
- 4.-Elabora una tabla de las regiones del espectro electromagnético
- 5.- ¿Cómo se divide la región del Infrarrojo más específicamente y describe las regiones?
- 6.- Hablando de química analítica, ¿qué es un instrumento?
- 7.- ¿Cuál es la diferencia entre un fotómetro, un espectrómetro y un espectrofotómetro?
- 8.- ¿Cuáles son las ventajas de realizar un análisis por vía húmeda y las de un análisis instrumental?
- 9.- ¿Cómo se clasifican los métodos instrumentales?
- 10.- ¿Qué es un análisis cualitativo?
- 11.- ¿Qué es un análisis cuantitativo?
- 12.- ¿Cuáles son los métodos más empleados para cuantificar?
- 13.- ¿Cuándo me requieren un análisis de una muestra compleja, específicamente que resuelva un problema analítico que preguntas debo hacerme para escoger un tipo de análisis



que sea apropiado?

14.- Describe el término exactitud en química analítica

15.- Describe el término precisión en química analítica

16.-Identifica que tipo de instrumento es cada uno de los siguientes objetos (fíjate en los accesorios, si se observa el puerto de las muestras, si es muy complejo o muy simple):



17.- Define los siguientes términos brevemente

- a) *Absorción*
- b) *Emisión*
- c) *Luminiscencia*
- d) *Fluorescencia resonante.*
- e) *Fluorescencia normal.*
- f) *Fosforescencia.*
- g) *Dispersión de la luz*

18.- ¿A qué se le conoce como “dispersión de Rayleigh”?

19.-Define los siguientes sistemas brevemente: *multicomponente*, *multifásico*, *multicompartimentado*

20.- ¿Cuál es la diferencia entre un sistema abierto y un sistema cerrado?



21.- ¿Qué es un placebo?

II. POTENCIOMETRÍA

Instrucciones: Contesta amplia y correctamente las siguientes preguntas, en los problemas anexen los cálculos y procedimientos respectivos.

- 1.- ¿Qué es la potenciometría?
- 2.- Establezca en qué área del electrodo del potenciómetro, se encuentra el electrodo de referencia para pH.
- 3.- ¿Cuáles son las consideraciones para realizar un análisis cuantitativo por la técnica de potenciometría?
- 4.- Establezca de qué está constituido en bulbo del electrodo para la determinación de pH y cuál es su funcionamiento.
- 5.- Mencione los tipos de electrodos de referencia usados en potenciometría.
- 6.- Dibuje y rotule los componentes de la celda electroquímica completa.
- 7.- ¿Cuáles son los electrodos indicadores conocidos hasta el momento?
- 8.- Defina qué es el error ácido.
- 9.- En una laguna del Estado de México, se determinó el nivel de acidez por medio de una titulación potenciométrica, los resultados se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Nivel de acidez en agua

KOH (mL)	21.5	22.0	22.5	23.0	23.5	24.0	24.5	25.0
pH	6.63	6.7	6.89	7.24	8.2	9.31	9.76	9.92

- A) Determine el punto final por el método gráfico
 - B) Establezca el punto de equivalencia de la titulación por medio de la segunda derivada
10. Al titular una muestra de 4 mL de una mezcla de carbonato/bicarbonato con HCl 0.1455 M, se encontró que la concentración de bicarbonato fue 0.433 M y la de carbonato fue 0.528 M. Determine los mililitros de ácido agregados para los dos puntos de equivalencia (Rubinson, J.F., y Rubinson, K. A., 2000)



III. ESPECTROSCOPIA

Instrucciones: Contesta amplia y correctamente las siguientes preguntas, en los problemas anexen los cálculos y procedimientos respectivos.

a) LUZ ULTRAVIOLETA – VISIBLE

1. ¿Qué es un cromóforo y un auxócromo?
2. ¿Para qué sirve el monocromador en un equipo de UV?
3. ¿Con qué fin se calibra un equipo de UV-Visible?
4. ¿Con qué se calibra el equipo de luz UV y Visible?
5. ¿Qué tipo de muestras se pueden analizar por espectrofotometría de luz UV-Vis?
6. ¿Los equipos de espectroscopia UV-Vis emplean lámparas, estas tienen una vida útil, cada cuanto tiempo es recomendable cambiar la lámpara?
7. Los equipos de espectroscopia UV-Vis usualmente tienen un modo de barrido y un modo cinético. ¿Cuándo se emplea cada uno de ellos?
8. Describe la ley de Lamber y Beer.
9. La relación entre un rayo que sale y un rayo que incide se denomina T, ¿Qué nombre recibe este símbolo y como se expresa matemáticamente la relación mencionada?
10. A medida que T aumenta la concentración leída disminuye ¿Por qué?
11. Dibuja un diagrama de un espectrofotómetro de Luz UV y describe sus partes.



12. ¿Cuáles son algunas causas de las desviaciones de origen físico de la ley de Beer?
13. ¿Cuáles son algunas causas de las desviaciones de origen químico de la ley de Beer?

14. ¿Cómo se expresa matemáticamente el coeficiente de Absortividad molar?

15. ¿Para que sirve calcular el coeficiente de absorptividad molar de un compuesto?

16. ¿Cuál es la relación entre la transmitancia y la absorbancia?

17. ¿Cuándo un haz de luz incide sobre una solución que contiene moléculas y esa energía cae dentro del rango de la región ultravioleta, ¿qué le sucede a la molécula? Explica esto mediante un diagrama.

18. Al decir que hay una región de energía en el ultravioleta, ¿a qué nos referimos exactamente en cuanto a las longitudes de onda, que hay en la región?

19. Si tienes una muestra que presenta una absorción en 454 nm, esto quiere decir que:
 - a) La energía es de 454 nm
 - b) La λ es de 454 nm.
 - c) No sé.

20. Menciona algunas aplicaciones industriales para la espectrofotometría de luz UV/Vis.

21. Una determinación de contaminantes por medio de UV/vis, necesitó la formulación de una curva de calibración, cuyos resultados se observan en la tabla 2. Determine las concentraciones del analito, en las muestras denotadas como muestra 1, muestra 2.

Tabla 2. Curva de calibración para contaminantes por medio de UV/vis

Solución	Concentración (ppm)	Absorbancia
1	0	0.001
2	6	0.361
3	15	0.712
4	30	1.268
Muestra 1	—	0.563



Muestra 2	—	0.385
-----------	---	-------

22. A. J. Mukhedkar y N. V., en 1963 publicaron la cuantificación simultánea de cobalto y níquel, en base a la absorción de sus complejos con el 8-quinolinol. Las absorptividades molares correspondientes a los máximos de absorción son:

	Longitud de onda	
	365 nm	700 nm
ϵ_{Co}	3529	428.9
ϵ_{Ni}	3228	0.00

Calcule la concentración de níquel y cobalto en cada una de las siguientes soluciones: la celda es de un centímetro.

Solución	Absorbancia	
	365 nm	700 nm
1	0.816	0.074
2	0.516	0.033

23. Una mezcla de dos componentes, absorbe una radiación igual a 0.225, con una absorptividad molar ($\text{L/mol}\cdot\text{cm}$) de $\epsilon_{\text{A}}=250$ y $\epsilon_{\text{B}}=1500$, respectivamente. Mientras a una segunda longitud de onda sus valores de absorptividad molar ($\text{L/mol}\cdot\text{cm}$) se modifican a $\epsilon_{\text{A}}=1050$ y $\epsilon_{\text{B}}=80$ con una absorción de energía total igual a 0.282. Determine la concentración de cada analito, si el ancho del paso óptico es 1.00 cm. (Rubinson, J.F., y Rubinson, K. A., 2000.)

24. Para determinar la presencia de clorofenol en un insecticida se elaboró una curva de calibración, los datos generados son:

[ppm]	Absorbancia (A)
0	0.000
0.002	0.089
0.005	0.247
0.01	0.410

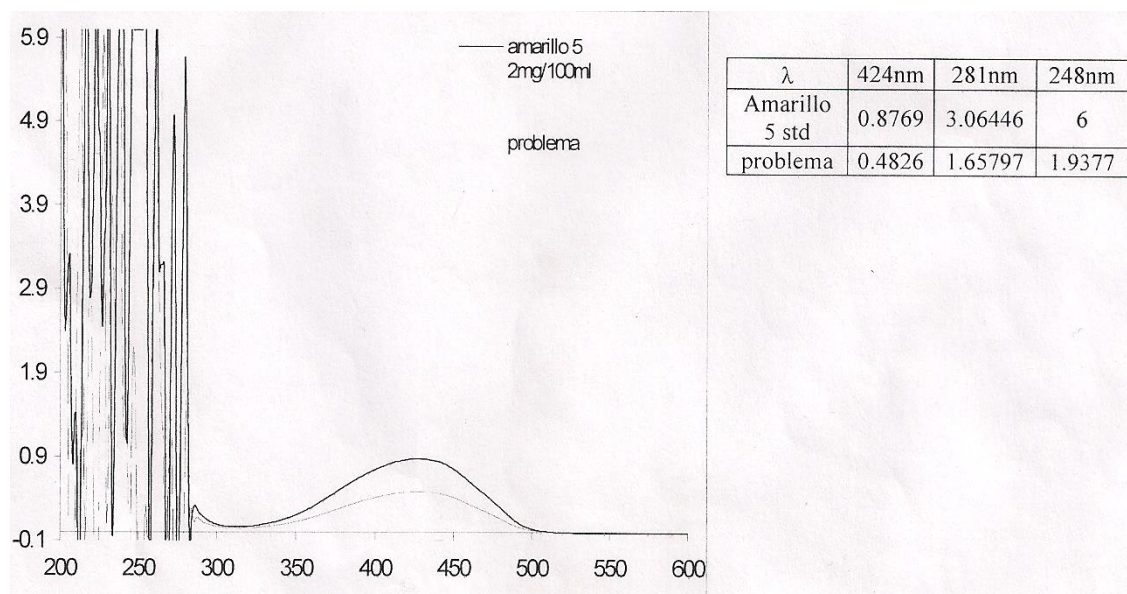
Por otra parte, una muestra de 2.6 g fue disuelta en 500 mL de metanol y al leerla se obtuvo una absorbancia de 0.169.

- Mencione si las condiciones de análisis son adecuadas y si la curva de calibración es aceptable.
- Reporte la concentración que presenta la muestra de clorofenol expresando los resultados en mg/mL.



25. Si se tiene una muestra “A” de concentración 1M y reporta una absorbancia de 1.02 y una muestra “B” de concentración 0.0001 M y la misma absorbancia. Determine ¿cuál tiene un coeficiente de absorptividad mayor?

26. En un laboratorio se elaboran soluciones constantemente y a veces se dejan almacenadas indeterminadamente. Se encontró un litro de una solución acuosa de un colorante amarillo y para conocer su concentración se leyó una solución estándar de colorante amarillo No. 5 con pureza de 88.54%. Del reactivo estándar se pesaron 2 mg y diluyeron en 100 mL de agua destilada. Datos obtenidos:



- a) La muestra corresponde a colorante amarillo. Sí ____ No _____. Justifique su respuesta.
- b) ¿Cuál es la longitud máxima de absorptividad para el colorante?
- c) Determine el coeficiente de absorptividad específico del colorante amarillo No.5, si la celda en la que se contuvo la muestra midió un centímetro de ancho se pesaron 2 mg del estándar y diluyeron en 100 mL de agua destilada.
- d) ¿Cuál es la concentración de la muestra problema en ppm?

27. Mencione cuáles son las reacciones que ocurren en el análisis de fósforo por espectroscopia visible.



28. Se tiene una solución patrón de KH_2PO_4 , que fue preparada con 0.1915 g del reactivo seco y un litro de agua (solución A). La solución "A" se usó para elaborar una dilución de 4 ppm de fósforo (solución B). La solución B, permitió preparar una curva de calibración y después de desarrollar color, debido a la reacción específica para el fósforo, se leyó en un espectrofotómetro obteniendo algunos datos. Complete la información en la siguiente tabla, realizando cálculos, gráficas y lo necesario para contestar correctamente.

mL solución patrón	Volumen final de la solución (aforo) mL	Absorbancia	Concentración
Blanco	10	0.0000	
1	10	0.2506	
2	10	0.7635	
3	10	0.4535	
4	10	0.5171	
5	10	0.8715	

La información anterior, ayudó a analizar muestras desgasificadas de refresco de cola y diluidas 1 a 100 en V/V de agua. Complete la siguiente tabla, realizando cálculos, gráficas y lo necesario para contestar correctamente.

Muestra	Absorbancia	Concentración de fósforo en refresco diluido	Contenido de fósforo en un refresco de 250 mL
Refresco 1	0.5289		
Refresco 2	0.0053		

29. Se tiene una muestra de ácido acetil salicílico que absorbe a 254 nm en espectrometría UV y se elabora una curva patrón con un estándar con lo que se obtienen los siguientes datos:

Concentración	Absorbancia
0.40	0.5
0.80	1.0
1.2	1.5
1.6	2.0
2.0	2.5

También se cuenta con 3 soluciones de concentración desconocida las cuales presentan las siguientes absorbancias a 254 nm

Muestra	Concentración	Absorbancia
B	X	2.38
C	X	0.98
D	X	1.8

Realiza los cálculos necesarios para determinar la concentración de cada solución de ácido acetil salicílico.



b) ABSORCIÓN ATÓMICA

1. ¿Para que sirve un equipo de absorción atómica?
2. ¿Cuáles son los componentes básicos de un instrumento de absorción atómica?
3. ¿Cuál es la diferencia entre un equipo de un haz y uno de doble haz?
4. ¿Describe como es una lámpara de cátodo hueco?
5. ¿Describe una lámpara de electrodo de descarga?
6. ¿Qué temperaturas alcanza una flama de aire acetileno, una de óxido nitroso- acetileno y una de argón- hidrógeno?
7. ¿Qué es un blanco?
8. ¿Qué tipo de materiales de vidrio debo emplear para elaborar curvas de calibración?
 - Cualquiera
 - Volumétricos
 - Graduados
 - Volumétricos clase A
9. ¿Cómo se prepara una muestra para hacer un análisis de absorción atómica?
- 10 ¿Para qué se emplea el óxido de lantano en la determinación de calcio?
11. Explique paso a paso cómo preparar una muestra de tortilla para determinarle:
 - a) Calcio
 - b) Sodio
12. La presencia de cobre en los mezcales es común, debido a que el agave a partir del que se extrae contiene este metal en forma de nutriente, sin embargo existen procesos de destilación en algunas ocasiones que utiliza tuberías de cobre, por lo cual la concentración de este analito aumenta. Por lo que es necesario analizar los lotes del licor, a fin de no exceder lo permitido por la norma. Se analizaron varias muestras de agave por espectroscopia de absorción atómica, elaborando una curva de calibración con sulfato de cobre R.A. obteniendo los siguientes datos:



(Cu) ppm	Abs
0	0
0.2	0.016
0.4	0.03
0.5	0.042
0.6	0.044
0.8	0.062
0.9	0.077
1.00	0.081

Para las muestras, calcule su concentración si se refirieron los siguientes datos:

Muestra	Absorbancia
1	0.046
2	1.4
2 dilución 50:100	0.077

13. Se tienen muestras de un suelo contaminado con cromo y se desea conocer la concentración de éste para poder tomar las medidas necesarias para su recuperación por lo que se propone realizar un análisis en absorción atómica, para esto se elabora una curva de calibración

Curva	
Concentración	Lectura
0.000	0.000
0.002	0.089
0.005	0.247
0.01	0.410

Datos de las muestras

Muestra	A	B	C	D
Lectura	0.44	0.38	0.96	0.56
Concentración	¿?	¿?	¿?	¿?
Peso de la muestra	10.0023g	10.0010g	10.0010	10.0011
Vol final (ml)	10	10	10	10

14. Para determinar la calidad de un queso, se realizó un muestreo por cuarteo, tras la molienda del producto y se adicionó ácido clorhídrico, digirió y concentró a 2 mL, posteriormente se ajustó a 25 mL. De esta manera, se verificó el análisis por medio de absorción atómica, partiendo de una solución patrón de 500 ppm de calcio usando su cloruro.

- A) Si la solución patrón se elaboró en 25 mL, determine la cantidad de cloruro cálcico agregado a la solución patrón.
- B) Si la ecuación de la curva de calibración es $Y = 0.0132X + 0.0149$ y las muestra 1 y 2, generaron una respuesta analítica de 0.60 y 0.68, respectivamente, determine la concentración en cada una de las muestras, si el peso de muestra inicial era 1.6361 g y 1.6366 g.



15. La concentración de plomo fue cuantificada en muestras de un gramo de chocolate, el proceso para la preparación de la muestra incluyó la adición de ácido nítrico 1 N, en presencia de calor y agitación continua en la campana de extracción, alrededor de una hora. Una vez reducido el volumen aproximadamente a la tercera parte del volumen inicial, se filtró recolectando la muestra líquida en un matraz volumétrico llevando al aforo de 100 mL de ácido. La solución patrón de plomo fue de 50 ppm.

A) Realice los cálculos necesarios para completar la siguiente tabla, usando la ecuación de la recta $Y = 0.0957X + 0.0004$ y el volumen de aforo es 10 mL.

Concentración teórica (ppm)	Volumen adicionado de la solución patrón (mL)	Respuesta analítica (A)
	0.1	0.002
5		0.013
10	1	
	2	0.057
30		0.087
40	4	
		0.148

B) Grafique la curva de calibración y determine el coeficiente de correlación (r^2)

C) Calcule la concentración de la concentración de plomo en las muestras originales, si las respuestas analíticas, son 0.002 y 0.003, correspondientemente.

D) Establezca si la norma es cumplida, si el límite permitido es 10 mg/Kg

c) *LUZ INFRARROJA*

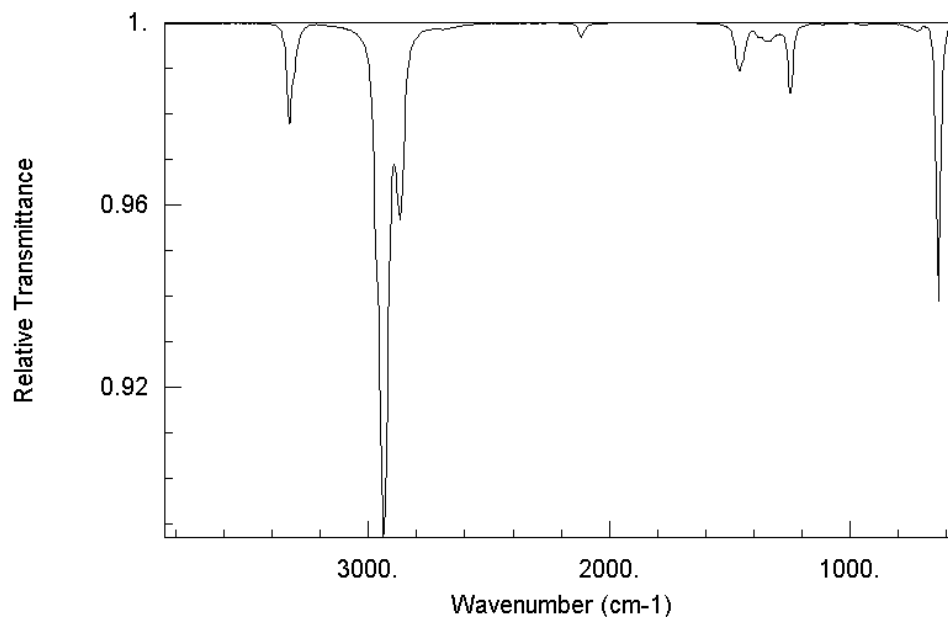
1. ¿De qué partes se compone un espectrómetro de Luz Infrarroja?
2. ¿De qué formas se puede introducir una muestra a un equipo de IR para ser leída?
3. ¿Cuál es el material de elaboración de las celdas o ventanas para IR? Y ¿por qué?
4. ¿En qué caso dos espectros de IR son idénticos?
5. ¿Por qué las bandas del espectro de IR son más estrechas que las de los espectros de UV?



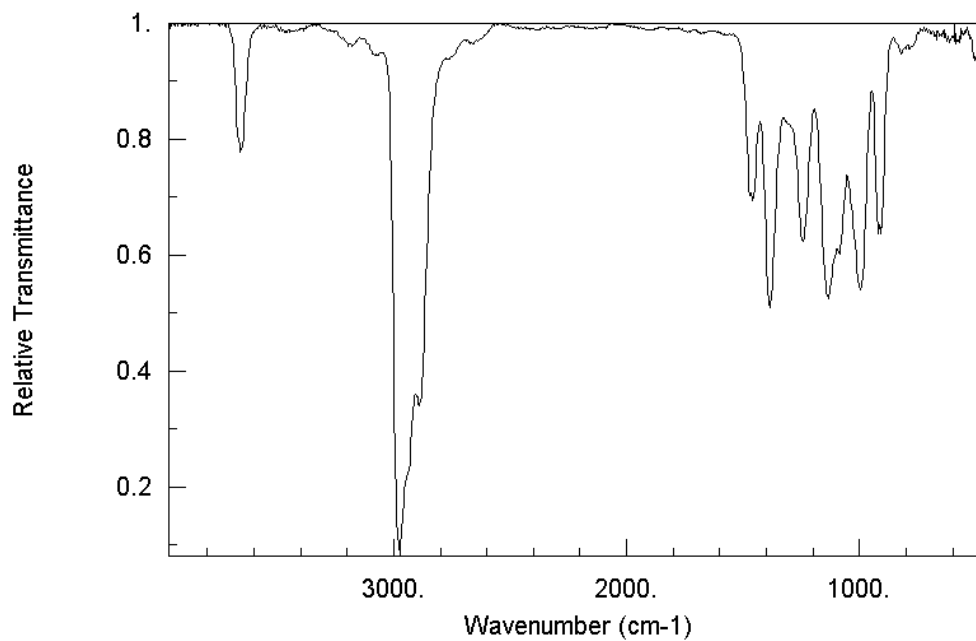
6. Da dos ejemplos de cómo se aplicaría la espectroscopia de luz infrarroja a análisis industrial, puedes consultar en la bibliografía.

7. Para los siguientes espectros de infrarrojo identifique los grupos funcionales de cada uno de los picos, realiza la interpretación respectiva para cada respuesta analítica.

A)

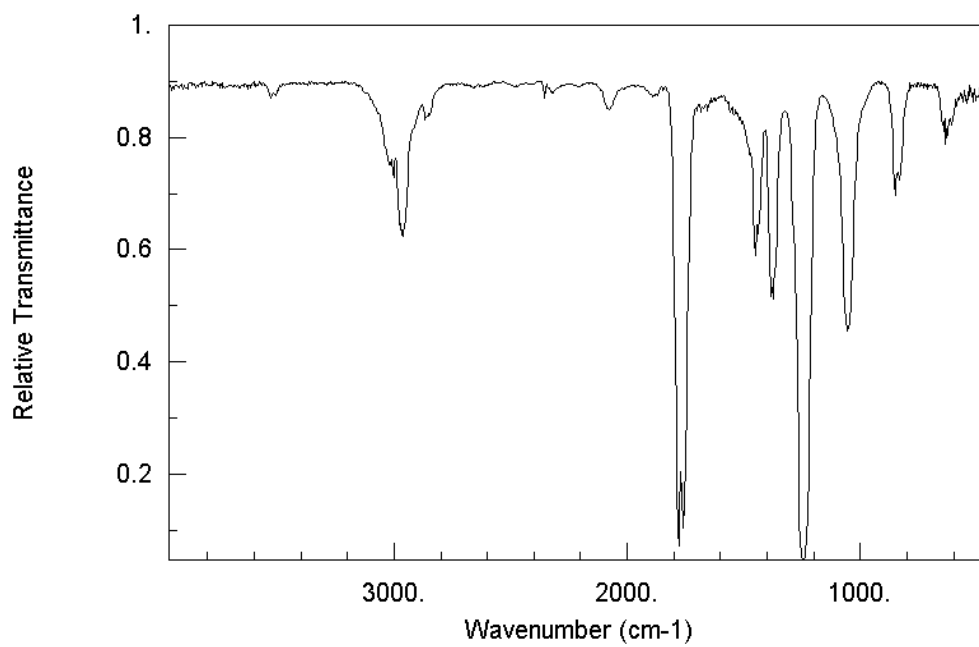


B)

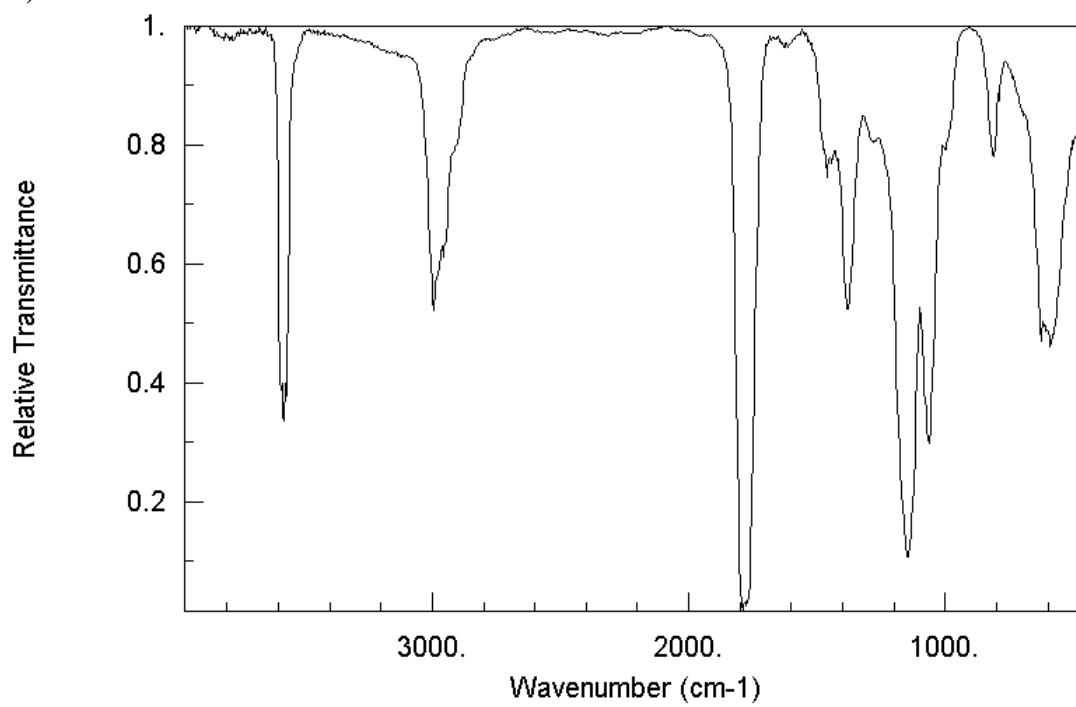




C)

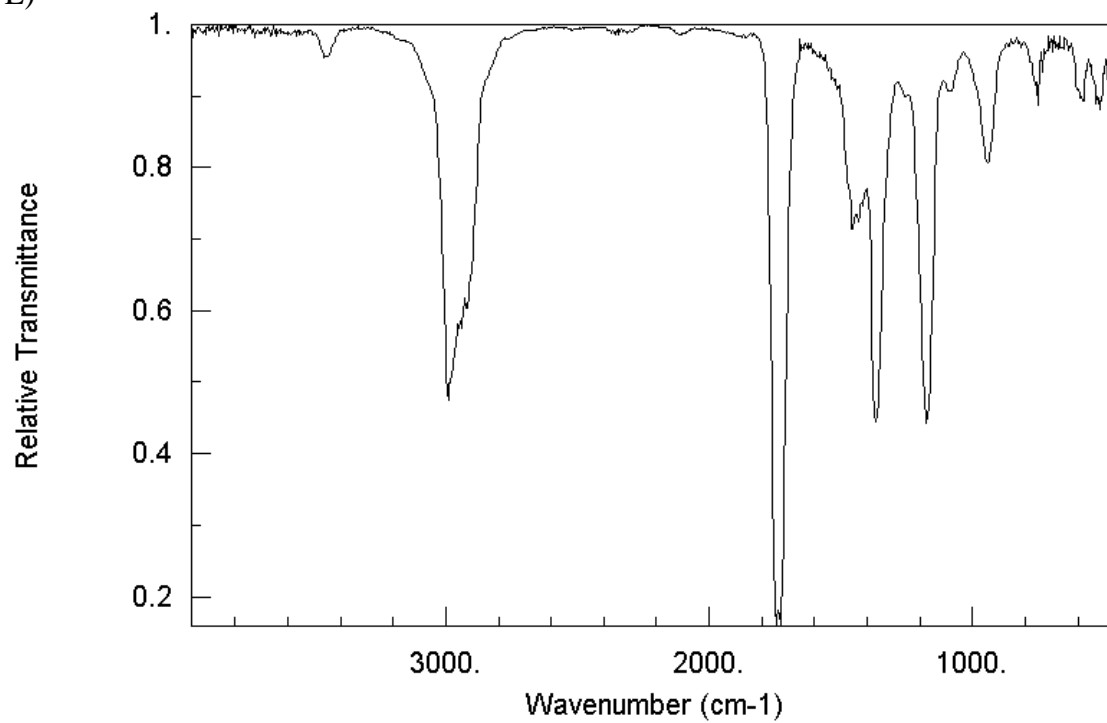


D)

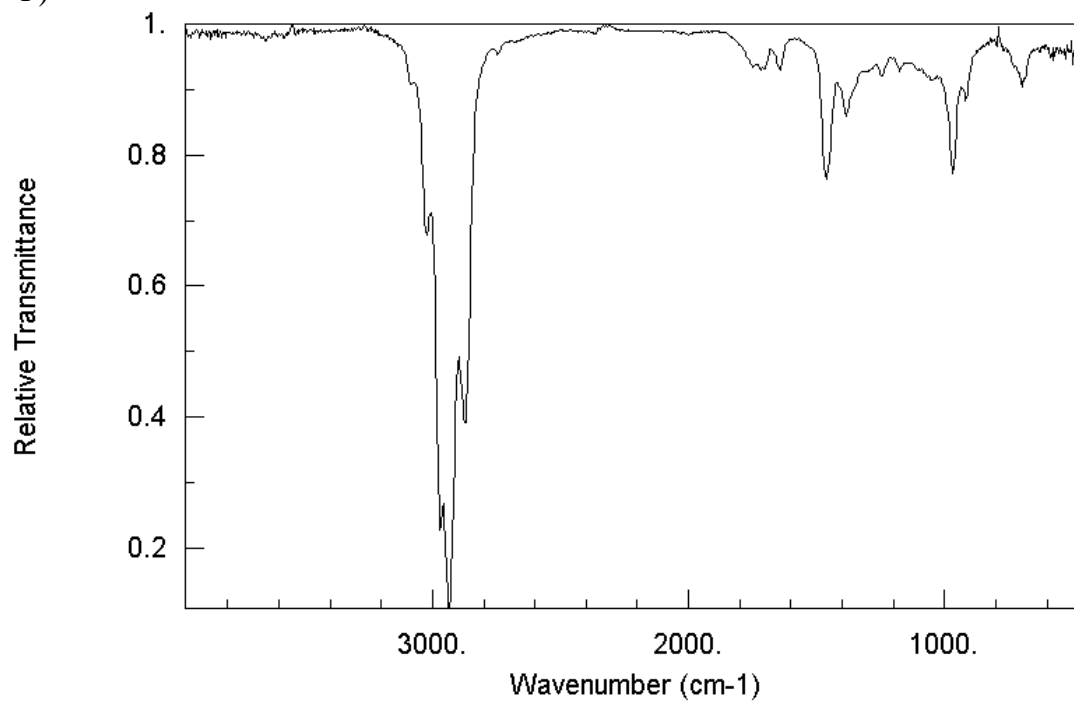




E)



F)





d) FLAMOMETRÍA

1. Indique el fundamento de la flamometría.
2. ¿A qué se debe la variación de color de la flama en esta técnica?
3. ¿Cuáles son los cuidados que se deben de tener al momento de succionar la muestra, para evitar contaminación de la muestra?
4. ¿Qué consideraciones se deben tener al momento de la lectura de la muestra, para procurar el funcionamiento adecuado del aspersor?
5. Dibuje el diagrama de un flamómetro.
6. Mencione los cinco tipos de filtros usados en la determinación de la emisión de la flama (qué cationes se pueden determinar comúnmente)
7. Establezca las aplicaciones industriales de la técnica.
8. Mencione las diferencias de esta técnica con respecto a la técnica de absorción atómica.



9. Refiera cuáles son los tipos de compuestos comunes para la elaboración de soluciones patrón en flamometría.

10. Una bebida energética de 600 mL, fue analizada por medio de la determinación flamométrica. Se prepararon diferentes diluciones del patrón (100 ppm) de sodio y potasio. Las cuales fueron medidas por triplicado. Los valores de respuesta analítica para las concentraciones usadas fueron:

Concentración teórica (ppm)	Respuesta analítica (Na)	Respuesta analítica (K)
0	0	0
20	30.93	24.76
40	53.6	49.53
60	70.4	67.06
80	85.56	81.36
100	99.9	99.76

A) Grafique los datos en una misma imagen y determine la recta para cada una de las rectas de ajuste.

B) Calcule la concentración de estos metales en el producto original, si las respuestas analíticas, son 85.36 y 94.43, para sodio y potasio, correspondientemente.



IV. MÉTODOS ÓPTICOS

Instrucciones: Contesta amplia y correctamente las siguientes preguntas, en los problemas anexe los cálculos y procedimientos respectivos.

a) POLARIMETRÍA

1. Tanto la polarimetría como la polarografía, son técnicas de análisis instrumental, sin embargo son en ocasiones confundidos establezca el fundamento de cada técnica.
2. Mencione las principales diferencias entre la polarimetría y polarografía.
3. Determine qué por medio de dibujos en qué caso se identifica una muestra:
 - A) Dextrógira
 - B) Levógira
- 4.Cuál es el compuesto usado para calibrar el equipo y cuál es el compuesto usado para generar las soluciones patrones.
5. Para qué y en qué concentración se agrega Hidróxido de Amonio en el análisis polarimétrico.
6. Dibuje el esquema interno de un polarímetro.
7. ¿De qué están fabricadas las ventanas de paso óptico de la celda del polarímetro, por qué se usa este material?
8. Mencione los cuidados que se deben tener al momento del llenado de las celdas.
9. De acuerdo a su criterio, la polarimetría es una técnica objetiva, justifique su respuesta.



10. Se preparó una curva de calibración en polarimetría, con la medición de la rotación observada, en una celda de 20 cm³. Los resultados se muestran a continuación:

Concentración teórica (%)	Respuesta analítica (α)
0	0
10	1.3
20	4.4
30	7.8
40	14.3
50	17.7

- A) Determine la concentración de las muestras si se tomaron 6 mL de porción representativa llevando a un volumen de 50 mL con la adición de 0.2 mL de hidróxido de amonio al 1%, y la respuesta analítica fue 1.1, establezca el proceso matemático con el manejo de todas las unidades y análisis dimensional.
- B) Una segunda muestra fue tratada de manera similar con respuesta de 27.3
- C) Si el producto analizado fue una leche condensada, describa paso a paso la preparación de la muestra en manera detallada.

b) REFRACTOMETRÍA

1. Describa el fundamento de la metodología de la refractometría
2. Dibuje un diagrama de un refractómetro convencional
3. Establezca los cuidados que se deben tener al momento de analizar una muestra por esta técnica.
4. Por qué se debe realizar una destilación a muestras de vinos, antes de hacer el análisis por refractometría
5. Qué refiere la norma mexicana, respecto a la metodología para determinación de índice de reacción en bebidas alcohólicas.



6. Qué significa que un índice de refracción sea menor al reportado en un producto comercial.
7. La refractometría que aplicaciones adicionales presenta en la industria.
8. Establezca la ecuación de Lorentz, usada en refractometría mencionando el nombre de cada variable.
9. Por qué durante el proceso de formulación de una curva de calibración para refractometría la concentración cero no da respuesta analítica igual a cero.
10. Durante el análisis de la calidad de una bebida alcohólica, se tomó una muestra de 10 mL, la cual se destiló, concentró y llevó al aforo nuevamente a 10 mL con agua, posteriormente se comparó contra los datos de la curva de calibración.

Concentración teórica (%)	Respuesta analítica (n)
0	1.3333
10	1.3380
30	1.3438
40	1.3496
50	1.3549

- A) Si las muestras presentaron índices de refracción de 1.3366 y 1.3367, determine el valor de su concentración.
- B) Si el producto comercial, en su etiqueta marca un contenido alcohólico de 38°, establezca si la muestras cumplen con lo citado, explique que implica el que exista o no una variación entre el dato experimental y el teórico.

c) DISPERSIÓN DE LA LUZ

1. Mencione qué es el proceso de dispersión
2. Defina dispersión Rayleigh
3. ¿Cuál es la función de un dispersor de luz?



4. Dibuje y describa las partes de un dispersor de luz

5. En el dispersor de luz, ¿qué significa el término “PIDS”?

6. Para esta técnica, ¿qué representa medir un Garnet?

7. ¿Cuáles son las ecuaciones y/o fórmulas que usa un dispersor de luz convencional para generar una respuesta analítica?

8. ¿Por qué en la técnica de dispersión de la luz, no se realiza una curva de calibración?

9. Mencione los cuidados que se deben tener con el uso, almacenamiento y limpieza del equipo mencionado.

10. Qué significa que una muestra tenga un tamaño pequeño o grande partícula, justifique su respuesta desde el punto teórico científico.

11. Mencione las aplicaciones de esta técnica en la industria y desarrollo científico.

12. Mencione de qué están fabricadas la celda del dispersor de luz.

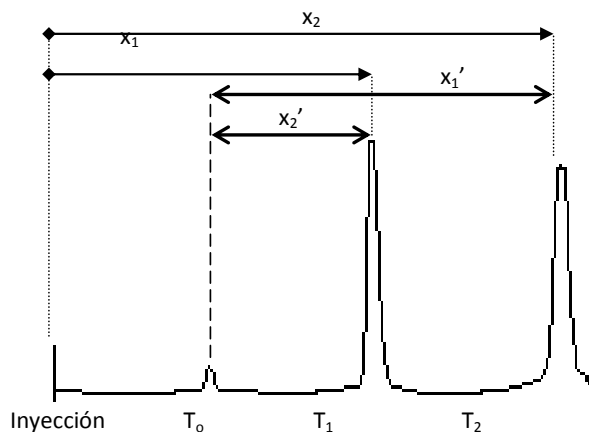
13. Establezca por qué existen varios detectores, en un dispersor de luz.



V. CROMATOGRAFÍA

Instrucciones: Contesta amplia y correctamente las siguientes preguntas, en los problemas anexe los cálculos y procedimientos respectivos.

1. ¿Que es la cromatografía?
2. ¿Cuáles son las clases de cromatografía que hay?, Descríbelas.
3. ¿Qué es un cromatograma?
4. Describe las partes del siguiente cromatograma



5. Menciona cómo pueden ser las columnas cromatográficas.
6. Menciona las características principales de un detector cromatográfico
7. Describe cada uno de los siguientes términos cromatográficos.
 - Adsorbente
 - Derivación
 - Eficiencia
 - Integración
8. ¿Qué es la retención relativa de dos picos adyacentes?



9. Define los siguientes términos cromatográficos:

t_r , t_m , t'_r

10. ¿Cómo se puede identificar un componente en un cromatograma?

a) CROMATOGRAFÍA DE GASES

1. ¿Cómo se clasifica la cromatografía de Gases?

2. ¿Cuáles son las partes de un cromatógrafo de Gases?

3. ¿Qué tipo de gases pueden emplearse como fase móvil y que calidad debe tener este?

4. ¿Cuales son las zonas de calentamiento del cromatógrafo de Gases?

5. ¿Qué es y para que sirve la silanización de un ácido?

6. Da un ejemplo de cómo aplicar la cromatografía de Gases al análisis ambiental, puedes consultar en la bibliografía.

7. Mencione y describa cuáles son las técnicas de cuantificación usadas en cromatografía de gases.

8. Mencione los factores que intervienen en un correcto análisis por cromatografía de gases.

9.Cuál es la característica y/o propiedad imprescindible con la que debe contar un analito para ser identificado y/o cuantificado por cromatografía de gases.

10. Los siguientes datos fueron obtenidos al cuantificar un analito en CG, determine las concentraciones experimentales para cada una de las muestras citadas.



Concentración (ppm)	Área
5	59063
10	137151
25	325321
40	732236
50	1026000
100	2307000
Muestra A	1068000
Muestra B	131779

b) CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS

1. ¿Cuál es la diferencia principal entre la cromatografía de Gases y la de líquidos?
2. ¿Cuáles son los componentes básicos de un cromatografo de líquidos?
3. ¿Cómo se divide la cromatografía de líquidos?
4. ¿Qué es el factor de capacidad?
5. ¿De qué depende el tiempo de retención de un analito?
6. ¿Si varío la temperatura de la columna, la velocidad de elución de los componentes de la muestra cómo cambiará?
7. Cómo afecta el pH, a la determinación cromatográfica líquida.
8. Cuáles son los disolventes convencionales, usados en los diferentes tipos de cromatografía líquida.
9. Se realizó una calibración de acetato de etilo para poder cuantificarlo en un extracto de un barniz. Con los siguientes datos cromatográficos, cuantifica y reporta la presencia del componente buscado en las muestras A, B, C y D.



Identidad de la muestra	Tiempo de retención	Concentración (ppm)	Área
Acetato de etilo	2.35	0	0
Acetato de etilo	2.35	0.5	29635
Acetato de etilo	2.35	1.0	56214
Acetato de etilo	2.35	1.5	72564
Acetato de etilo	2.35	2.0	99987
A	2.35		72717
B	2.95		53635
C	3.01		67330
D	2.35		98765

A) Realizar la curva de calibración

B) Determine si existe en la composición de las muestras a, b, c, d acetato de etilo y cuantifique su concentración.



VI. ANÁLISIS TÉRMICOS

Instrucciones: Contesta amplia y correctamente las siguientes preguntas, en los problemas anexe los cálculos y procedimientos respectivos.

a) ANÁLISIS TÉRMICO

1. ¿A qué se le llama análisis térmico?
2. ¿Para que realizar un análisis térmico a una muestra?
3. ¿Cuáles técnicas de análisis térmico conoces, que propiedad miden y como se abrevian?
4. ¿Qué cambios puede sufrir una muestra al ser calentada?
5. ¿A qué se le llama energía de activación?
6. ¿A que se le llama entalpia?
7. ¿En que condiciones el factor preexponencial de Arrhenius no es válido?
8. ¿Qué es el calor específico de un analito?
9. ¿Qué es un proceso endotérmico y que es un proceso exotérmico?



b) CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

1. ¿Qué es la Calorimetría Diferencial de Barrido?
2. Elabora un diagrama de un equipo de calorimetría diferencial de Barrido.
3. En el análisis de polímeros y alimentos se mide la T_g , ¿a qué se refiere este análisis?
4. ¿Qué cantidad de muestra es necesaria para realizar un análisis en DSC?
5. Elabora un diagrama en el cual se muestren gráficamente los diversos cambios que un polímero orgánico puede sufrir al ser analizado por DSC
6. Para realizar un análisis en DSC, debes realizarle análisis preliminares a tu muestra, en caso de un alimento ¿qué tipo de análisis preliminar le realizarías?
7. ¿En un calorímetro diferencial de Barrido (DSC) que análisis térmicos se pueden realizar?
8. ¿En que se basa un análisis de pureza por calorimetría diferencial de barrido?
9. ¿Cuáles son las ventajas y las desventajas principales de realizar un análisis de pureza por DSC?
10. ¿Qué características debe tener un estándar de calibración para ser útil en DSC?
11. ¿Cómo puedo saber si el equipo de DSC está o no calibrado?
12. Si expongo un alimento a un análisis térmico y observo cambios en él debido a la temperatura, para que me sirva valorar estos cambios.
13. Da dos ejemplos de cómo se puede aplicar la técnica de DSC a un análisis de un alimento, puedes consultar la bibliografía.



VII. OTROS METODOS INSTRUMENTALES

1. ¿Qué otros métodos instrumentales conoces?
2. Menciona algunos métodos instrumentales acoplados que conozcas.
3. ¿Cuáles son las principales ventajas de emplear un método acoplado como la cromatografía de Gases acoplado a Espectroscopia de Masas?
4. ¿Cuál es el orden que debe seguir el acoplamiento de un instrumento por ejemplo un gases-masas o un IR- masas y por que?
5. ¿Cuál es una desventaja del análisis de alimentos en los métodos acoplados?
6. ¿Para que nos sirve exponer un alimento a la RMN?
7. ¿Que podemos encontrar en una análisis por microscopía electrónica de barrido de un alimento (por ejemplo del pan)?
8. ¿Si tu trabajas en una industria que elabora yoghurt, que instrumentos comprarías para tu laboratorio de instrumental y porqué?
9. ¿Cuáles son las principales ventajas de emplear un método acoplado como la cromatografía de Gases acoplado a Espectroscopia de Masas?



Bibliografía

1. *Brown*. Introduction to Thermal Analysis Ed. Chapman.
2. Harvey David. Química Analítica Moderna. Ed. Mc Graw Hill. España 2002. 573 pp.
3. *Martínez, Andrés, Chiralt, Fito*. Termodinámica y Cinética de Sistemas Alimento Entorno. 1ª ed. en México Ed. IPN México. 1999.
4. Skoog and Leary Análisis Instrumental 4ª. Edición. Ed. Mc. Graw Hill. Madrid.1994.
5. "Standard Test Method for Mol Percent Impurity by Differential Scanning Calorimetry".
6. ASTM. Designation :E 928-85 (reapproved 1989). (pags. 648-651)
7. Rouessac Francis, Rouessac Annick. Métodos y Técnicas Analíticas Instrumentales Modernas Ed. Mc. Graw Hill. Madrid. 2003. 441pp.
8. Rubinson Kenneth A., Rubinson Judith F. Analisis Instrumental. Ed. Prentice may España 2000. 847 pp.