

GUÍA de PRÁCTICAS de TÉCNICAS ANALÍTICAS

1 sesión explicativa

5 sesiones prácticas

1 examen de cuestiones (último día pract.)

1 Informe (1 semana después)

Salvador Sagrado

sagrado@uv.es

Dpto. Q. Analítica (Farmacia)

ANÁLISIS

ANALITOS

MUESTRAS

- | | |
|--------------------|-------------|
| 1) AMOXICILINA | MEDICAMENTO |
| 2) DUREZA (Ca, Mg) | AGUA |
| 3) QUININA | TONICA |
| 4) SULFAMIDA | MEDICAMENTO |
| 5) ALCOHOLES | BEBIDAS |

ANÁLISIS

ANALITOS	MUESTRAS	TÉCNICA (método)
1) AMOXICILINA	MEDICAMENTO	VOLUMETRÍA (no acuoso)
2) DUREZA (Ca, Mg)	AGUA	VOLUMETRÍA
3) QUININA	TONICA	FLUORIMETRÍA
4) SULFAMIDA	MEDICAMENTO	ESPECTROFOTOMETRÍA (Vis.)
5) ALCOHOLES	BEBIDAS	CROMATOGRAFÍA (gases)

ANÁLISIS

ANALITOS	MUESTRAS
1) AMOXICILINA	MEDICAMENTO
2) DUREZA (Ca, Mg)	AGUA
3) QUININA	TONICA
4) SULFAMIDA	MEDICAMENTO
5) ALCOHOLES	BEBIDAS

RIESGOS:

- Propipeta-pipeta

- ácido acético

ANÁLISIS

ANALITOS	MUESTRAS
1) AMOXICILINA	MEDICAMENTO
2) DUREZA (Ca, Mg)	AGUA
3) QUININA	TONICA
4) SULFAMIDA	MEDICAMENTO
5) ALCOHOLES	BEBIDAS

ERRORES TÉCNICOS:
- Pesada (m_p vs. m_M)*, contaminación (espátula)

- pérdidas (varilla)

- contaminación (material)

* *pesando en un vaso limpio (EtOH), seco y a T.a:
evita los errores de pérdidas por trasvase del sólido*

ORGANIZACIÓN PRACTICAS:

OPCION 1: Grupo < 16 alumnos

ANÁLISIS

ANALITOS	MUESTRAS	Parejas				
		1°	2°	3°	4°	5°
1) AMOXICILINA	MEDICAMENTO	1,2	3,4	5,6	7,8	
2) DUREZA (Ca, Mg)	AGUA	3,4	1,2	7,8	5,6	
3) QUININA	TONICA	5,6	7,8	1,2	3,4	
4) SULFAMIDA	MEDICAMENTO	7,8	5,6	3,4	1,2	
5) ALCOHOLES	BEBIDAS	-	-	-	-	Todas

ORGANIZACIÓN PRACTICAS:

OPCION 2: Grupo = 16 alumnos

ANÁLISIS

ANALITOS	MUESTRAS	Parejas				
		1°	2°	3°	4°	5°
1) AMOXICILINA	MEDICAMENTO	1,2	3,4	5,6	-	7,8
2) DUREZA (Ca, Mg)	AGUA	3,4	1,2	7,8	-	5,6
3) QUININA	TONICA	5,6	7,8	-	1,2	3,4
4) SULFAMIDA	MEDICAMENTO	7,8	5,6	-	3,4	1,2
5) ALCOHOLES	BEBIDAS	-	-	1-4	5-8	-

INFORME (por pareja)

CALIFICACIÓN (6 puntos)!

PRÁCTICA (ANALITO) (Intervalo previsto y unidades)	RESULTADOS (Completar. <i>Media</i> y <i>s</i> con cifras significativas)	MUESTRA (Código)	INCIDENCIAS (Describir en la parte posterior)
MOXICILINA 100-110 % Verificar	$Media =$ $s =$ Desv. estándar $RSD(\%) =$ Desv. estándar Relativa (= CV%) $n =$ 3 ó justificar	A _____ Pedir al profesor junto con la muestra	Muestra: Medicamento Código incidencia:

SULFANILAMIDA 100-110 %	$Media =$ $s =$ $RSD(\%) =$ $n =$ $n_p =$; r = Coef. Corr. $r > 0.99$	S _____	Muestra: Medicamento Código incidencia: Incidencia experimental; anotar al dorso del informe
-----------------------------------	---	---------	--

$n_p =$ ↑
 N° patrones de Calibrado: 5 ó (justificar)

CALCULOS:

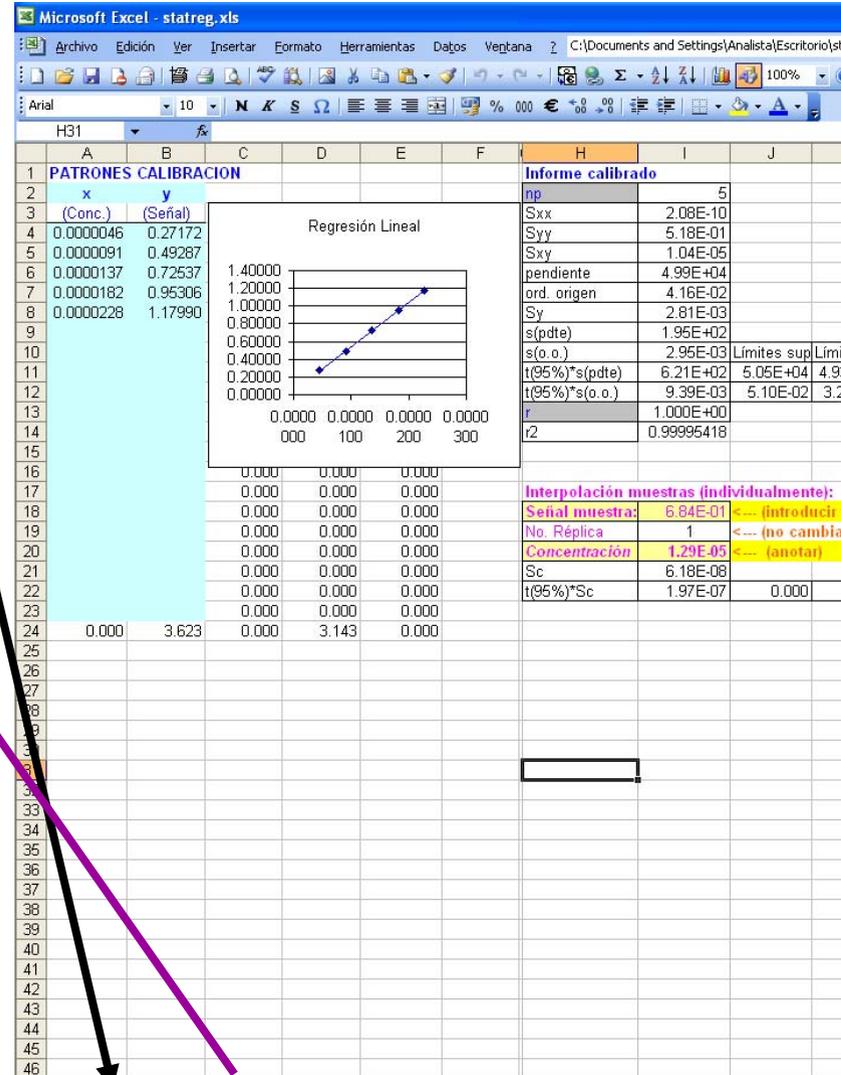
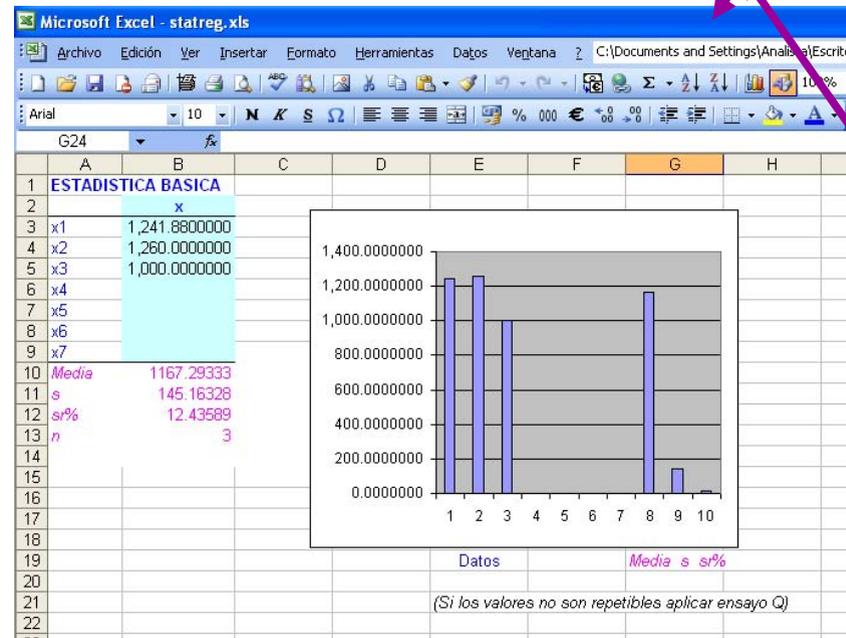
Esquemas y fórmulas (a continuación)

EXAMEN (4 puntos)!

HOJA EXCEL

statreg.xls (ordenadores prácticas)

- Calibrado + interpolación (prácticas 3 y 4)
- Media \pm s, sr%, n (todas las prácticas)



AMOXICILINA (se recomienda el uso de guantes y trabajo en vitrina siempre)

Protocolo operativo:

- 1) Comprobar que los 3 erlenmeyers pequeños estén secos o en la estufa (si no, lavar con etanol y secar en estufa). Lavar con etanol y secar en estufa 1 vaso para pesar en la parte (2) ...*mientras*
- 2) Comprobar que el aforado de 100 mL y la pipeta de 20 mL estén secos (si no, lavar con etanol **y hablar con el profesor**)
- 3) Leer la práctica y verificar esquemas de las partes (1) y (2)
- 4) Sobre el primer erlenmeyer seco y a T.a. pesar el patrón (desecador) y preguntar al profesor sobre las disoluciones y el modo de trabajar.
- 5) Durante la práctica se irán lavando con etanol y secando los erlenmeyers pequeños gastados
- 6) Al finalizar la práctica, dejar los erlenmeyers en estufa. El aforado de 100 mL y la pipeta de 20 mL, enjuagados con etanol en la gradilla.

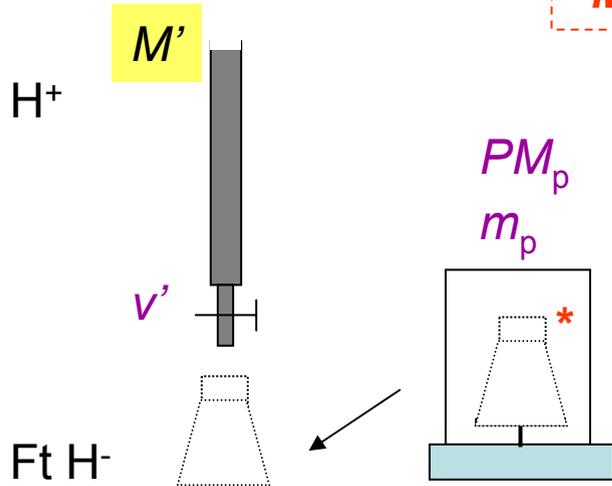
AMOXICILINA (Etapa-1)

Calibración del método

[Normalización del valorante (val.) (HClO_4)]

- Patrón (p): Biftalato (Ft H^-) (desecador)
- Procedimiento (instrumentos, variables-p)

**Material seco*



Reacción volumétrica
 $\text{Ft H}^- + \text{H}^+ = \text{Ft H}_2$

Reacc. 1:1

$$n'_{(\text{val.})} = n_p$$

$$v' \cdot M' = m_p / PM_p$$

M' (mol/L) =

$$\frac{m_p(\text{g})}{PM_p(\text{g/mol}) \cdot v'(\text{L})}$$

Media de ≥ 3 réplicas

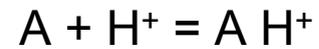
AMOXICILINA (Etapa-2)

Análisis de muestras (pedir al profesor)

- Analito (A): Amoxicilina (C, %)

Procedimiento (instrumentos, variables-A)

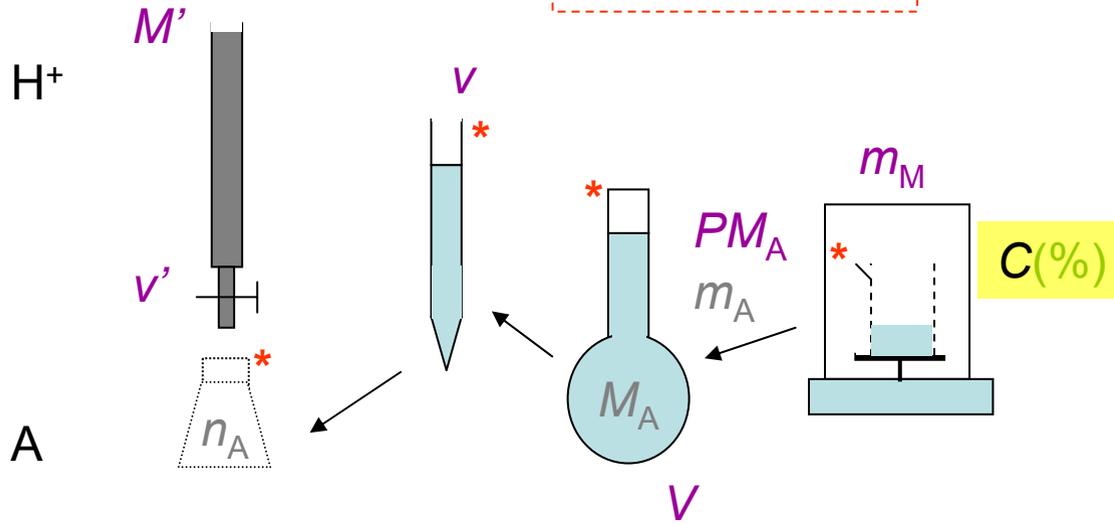
Reacción volumétrica



Reacc. 1:1

$$n'_{(\text{val.})} = n_A$$

**Material seco*



$$v' \cdot M' = v \cdot M_A$$

$$v' \cdot M' = v \cdot m_A / (PM_A \cdot V)$$

Ver Nota-1

$$C(\%) = 100 m_A / m_M = 100 \frac{v'(L) \cdot M'(\text{mol/L}) \cdot PM_A (\text{g/mol}) \cdot V(L)}{m_M (\text{g}) \cdot v(L)}$$

Media de ≥ 3 réplicas

DUREZA DEL AGUA

Protocolo operativo:

- 1) Lavar con etanol y secar en estufa 1 vaso para pesar en la parte (1) *...mientras*
- 2) Leer la práctica y verificar esquemas de las partes (1) y (2)
- 3) Comprobar que están todas las disoluciones y que hay suficiente, en particular el **EDTA (0.5 L; ver cuadernillo)**. **Consultar en caso de duda al profesor**. NOTA El HCl está en la vitrina.
- 4) **Todo el material de vidrio está contaminado**. Limpiar el material con agua desionizada a medida que se necesite (muy importante para evitar contaminar las disoluciones)
- 5) Al finalizar la práctica, enjuagar todo el material con **agua del grifo**

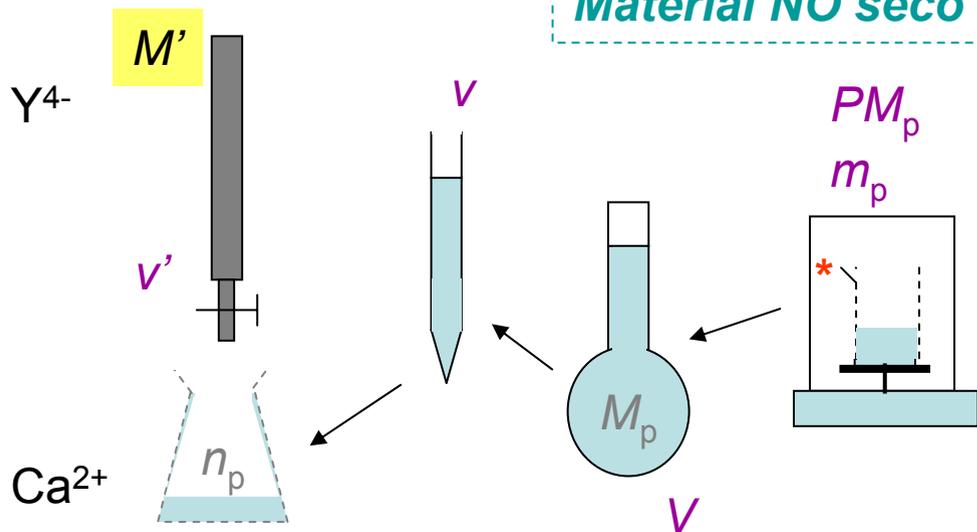
DUREZA DEL AGUA (Etapa-1)

Calibración del método

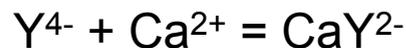
[Normalización del valorante (val.) (EDTA = Y⁴⁻)]

- Patrón (p): CaCO₃ (desecador)
- Procedimiento (instrumentos, variables-p)

Material NO seco



Reacción volumétrica



Reacc. 1:1

$$n'_{(\text{val.})} = n_p$$

$$v' \cdot M' = v \cdot M_p$$

$$v' \cdot M' = v \cdot m_p / PM_p \cdot V$$

M' (mol/L) =

$$\frac{v(\text{L}) \cdot m_p(\text{g})}{PM_p(\text{g/mol}) \cdot V(\text{L}) \cdot v'(\text{L})}$$

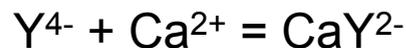
Media de ≥ 3 réplicas

DUREZA DEL AGUA (Etapa-2)

Análisis de muestras (pedir al profesor)

- Analito (A): CaCO_3 (C, $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)
- Procedimiento (instrumentos, variables-A)

Reacción volumétrica

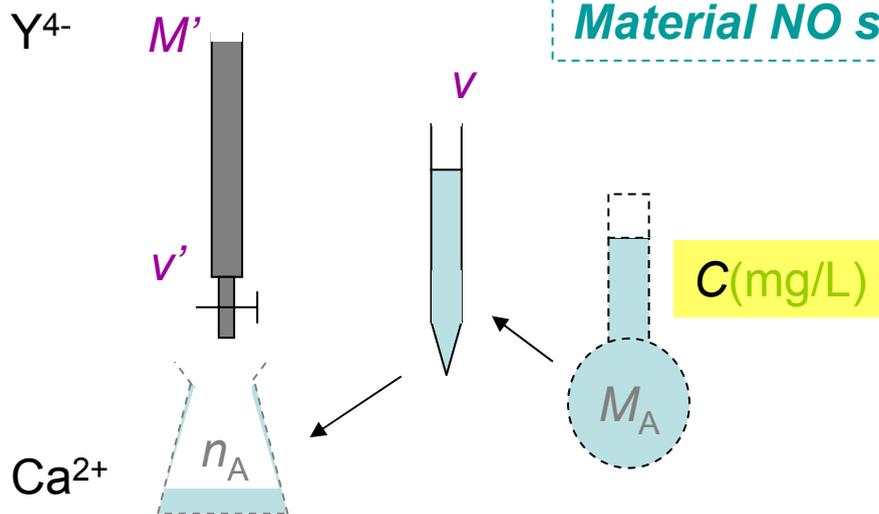


Reacc. 1:1

$$n'_{(\text{val.})} = n_A$$

Material NO seco

$$v' \cdot M' = v \cdot M_A$$



$$C(\text{mg/L}) = M_A(\text{mol/L}) \cdot PM_A(\text{g/mol}) \cdot 10^3(\text{mg/g}) =$$

Ver Nota-1

$$\frac{v'(\text{L}) \cdot M'(\text{mol/L}) \cdot PM_A(\text{g/mol}) \cdot 10^3(\text{mg/g})}{v(\text{L})}$$

Media de ≥ 3 réplicas

QUININA

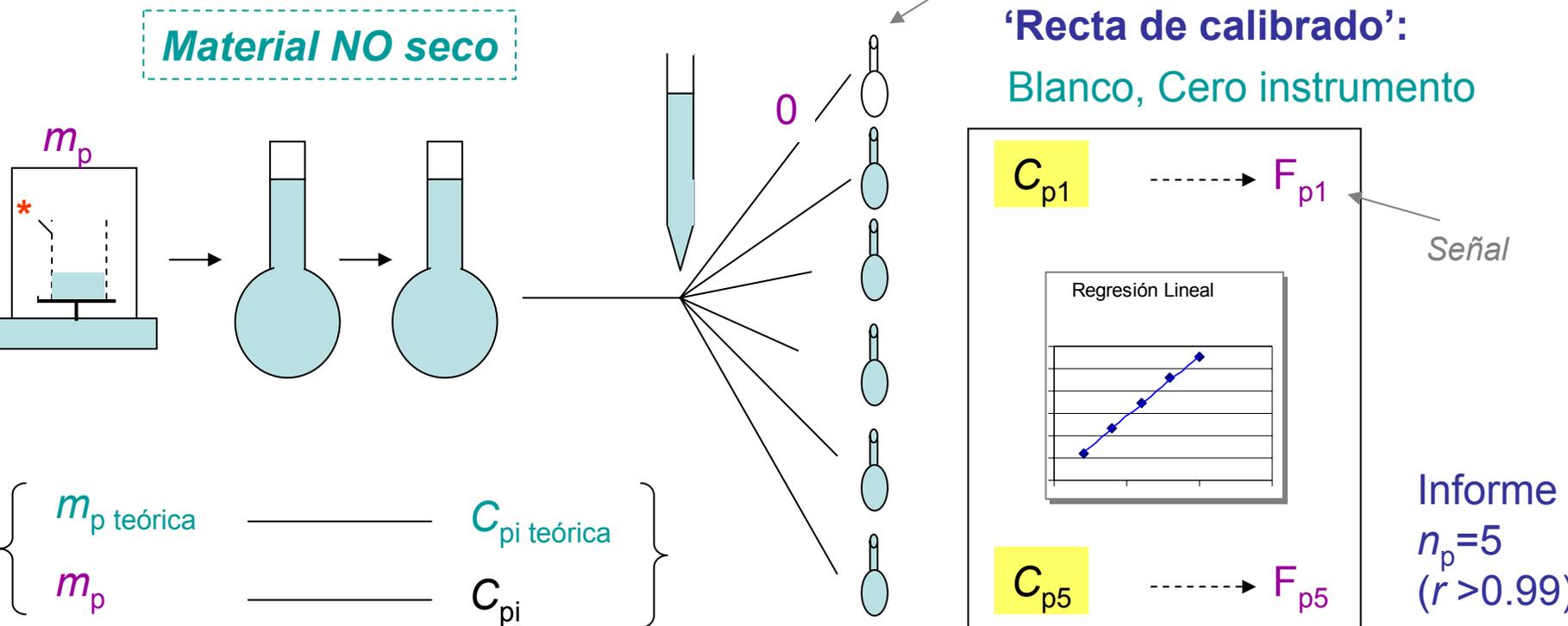
Protocolo operativo:

- 1) Lavar con etanol y secar en estufa 2 vasos para pesar en las partes (1) y (2) *...mientras*
- 2) Leer la práctica y verificar esquemas de las partes (1) y (2)
- 3) Comprobar que están todas las disoluciones y que hay suficiente, en particular el H_2SO_4 0.05 M (1 L; ver cuadernillo). **Consultar en caso de duda al profesor.**
- 4) **Todo el material de vidrio está contaminado**. Limpiar el material con agua desionizada a medida que se necesite (muy importante para evitar contaminar las disoluciones)
- 5) Al finalizar la práctica, enjuagar todo el material con **agua del grifo**

QUININA (Etapa-1)

Calibración del método (instrumental)

- Patrón (p): sulfato de quinina (desecador)
- Procedimiento (instrumentos, variables-p)



$$C_{pi} \text{ (ppm)} = \frac{m_p \text{ (g)} \cdot C_{pi} \text{ teórica (ppm)}}{m_p \text{ teórica (g)}}$$

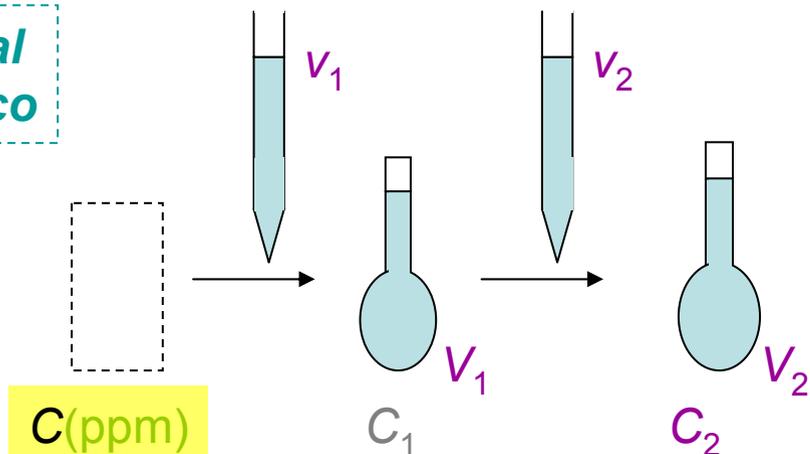
NOTA: tomar m_p teórica $15.08364928 \cdot 10^{-3}$ (g)

QUININA (Etapa-2)

Análisis de muestras (pedir al profesor)

- Analito (A): quinina (C, ppm)
- Procedimiento (instrumentos, variables-A)

Material
O seco



$$C \cdot v_1 = C_1 \cdot V_1 ; C_1 \cdot v_2 = C_{2i} \cdot V_2$$

Interpolar en la 'recta de calibrado'

The diagram shows a box representing the interpolation step. A dashed arrow points from F_{Ai} to C_{2i} (ppm).

$$C(\text{ppm}) = \frac{C_1(\text{ppm}) \cdot V_1(\text{L})}{v_1(\text{L})} = \frac{C_{2i}(\text{ppm}) \cdot V_2(\text{L}) \cdot V_1(\text{L})}{v_1(\text{L}) \cdot v_2(\text{L})}$$

Media de ≥ 3 réplicas (i)

SULFANILAMIDA

Protocolo operativo:

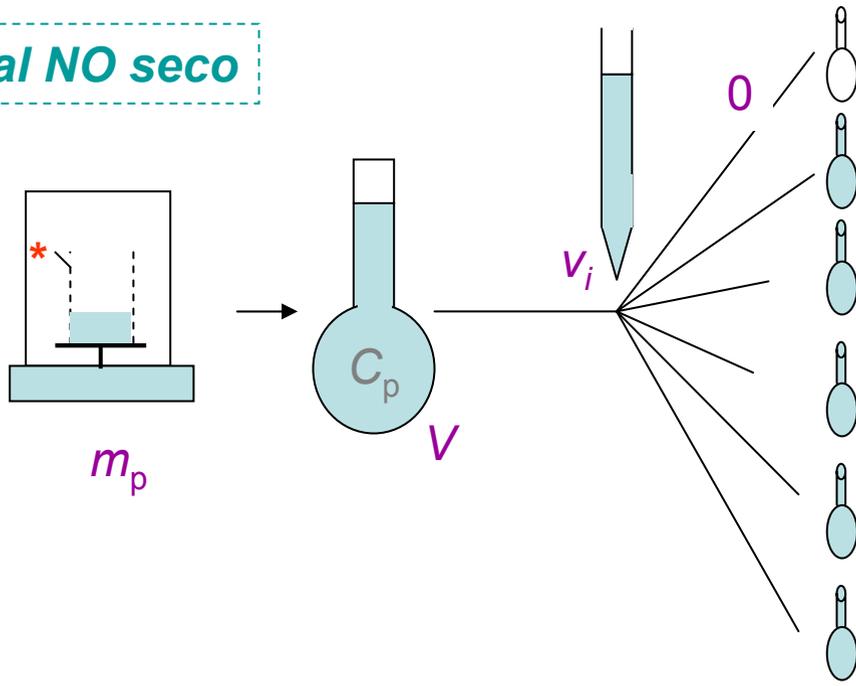
- 1) Lavar con etanol y secar en estufa 2 vasos para pesar en las partes (1) y (2) *...mientras*
- 2) Leer la práctica y verificar esquemas de las partes (1) y (2)
- 3) Comprobar que están todas las disoluciones y que hay suficiente, en particular el **HCl 0.15 M (1 L; ver cuadernillo)**. **Consultar en caso de duda al profesor.**
- 4) **Todo el material de vidrio está contaminado**. Limpiar el material con agua desionizada a medida que se necesite (muy importante para evitar contaminar las disoluciones)
- 5) Al finalizar la práctica, enjuagar todo el material con **agua del grifo**

SULFANILAMIDA (Etapa-1)

Calibración del método (instrumental)

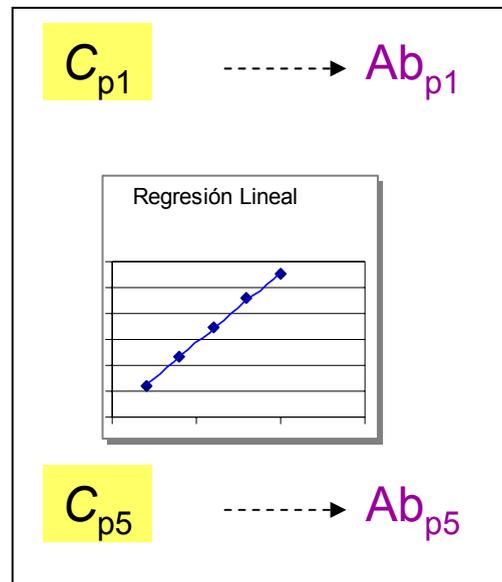
- Patrón (p): sulfanilamida (deseccador)
- Procedimiento (instrumentos, variables-p)

Material NO seco



Marcar (rotular) material

‘Recta de calibrado’:
Blanco, Cero instrumento



Informe
 $n_p=5$
($r>0.99$)

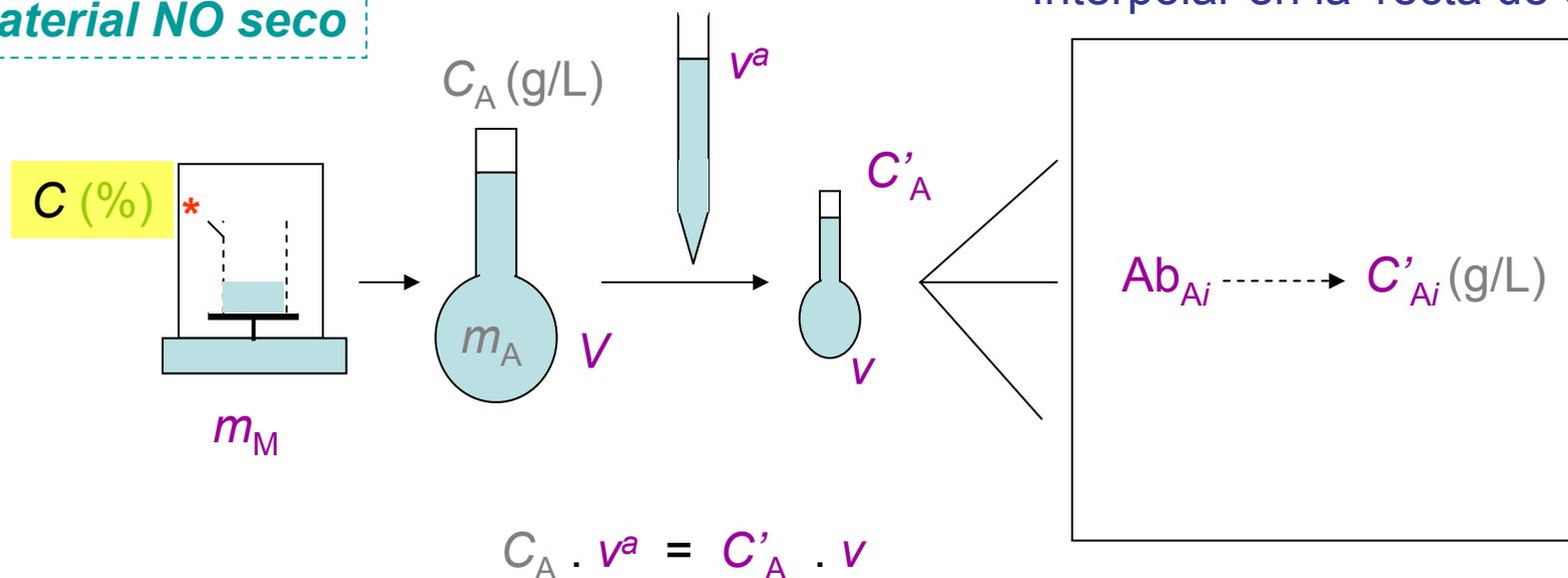
$$C_{pi} \text{ (g/L)} = \frac{C_p \cdot v_i}{V} = \frac{m_p \text{ (g)} \cdot v_i \text{ (L)}}{V \text{ (L)} \cdot v \text{ (L)}}$$

SULFANILAMIDA (Etapa-2)

Análisis de muestras (pedir al profesor)

- Analito (A): sulfanilamida (C, %)
- Procedimiento (instrumentos, variables-A)

Material NO seco



$$C (\%) = 100 \frac{m_A \text{ (g)}}{m_M \text{ (g)}} = 100 \frac{C_{Ai} \text{ (g/L)} \cdot V \text{ (L)}}{m_M \text{ (g)}} = 100 \frac{C'_{Ai} \text{ (g/L)} \cdot v \text{ (L)} \cdot V \text{ (L)}}{m_M \text{ (g)} \cdot v^a \text{ (L)}}$$

Media de ≥ 3 réplicas (i)

ALCOHOLES

Protocolo operativo:

- 1) Lavar con etanol y secar en estufa 2-3 tubos y sus tapones-rosca (en total 5 + el nº de parejas) ...*mientras*
- 2) Cada pareja inyecta un patrón (cuadro 3.1-cuadernillo) (**por turno**), empezando por el último! ... (**Consultar al profesor**). Rellenar el cuadro 3.1 (cuadernillo) ...*mientras*
- 3) Leer la práctica y “**hacer**” esquemas de las partes (1) y (2) siguiendo la guía de las otras prácticas.
- 4) Cada pareja prepara un patrón de calibrado (**por turno**) en la parte (1) (**Consultar al profesor**) e inyecta su patrón ...*mientras* rellenar el cuadro 3.2a (cuadernillo)
- 5) Cada pareja prepara e inyecta (**por turno**) su muestra en la parte (2) y la inyecta ...*mientras* rellenar el cuadro 3.2b (cuadernillo)
- 6) Al finalizar la práctica, enjuagar todo el material con etanol y dejar en gradilla