

**PRÁCTICA: MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS CUANTITATIVOS**  
**Determinación de Cobre en una bebida alcohólica**

**ELABORÓ:** Minerva Carrasco F. Y Ma Elena Castilla M.

**REVISADA:** Silvia Mendoza A.

**OBJETIVO:** Resolver un problema cuantitativo por medio de la técnica de Absorción Atómica-.

**METAS:**

-Aprender el funcionamiento de un equipo de Absorción Atómica

-Comparar los resultados de realizar el análisis directo y utilizando adición patrón

**ENUNCIADO DEL PROBLEMA:**

**¿Hay cobre en la bebida y en que concentración se encuentra en el mezcal?**

**INFORMACIÓN ADICIONAL:**

-Las técnicas espectrofotométricas son un amplio grupo que se basan en las espectroscopias moleculares y atómicas.

-El paso de la radiación policromática ultravioleta o visible a través de un medio constituido por partículas monoatómicas, como mercurio o sodio gaseoso, producen la absorción de sólo unas pocas frecuencias bien definidas

-La absorción atómica determina elementos en muestras analíticas.

-El análisis cuantitativo de esta técnica se basa en la Ley de Lambert y Beer

-La materia prima utilizada en la elaboración del mezcal es el *agave* que recibe el nombre común de *maguey* y que pertenece a la familia *Agavaceae*. De la gran cantidad de especies de agave existentes, la especie utilizada para la elaboración de mezcal es la *angustifolia* Haw, comúnmente conocida como espadín.

Para la elaboración del mezcal se siguen los siguientes pasos:

Recolección

Cocción.

Triturado.

Fermentación.

Destilación.

Refinado.

Envasado

En la destilación, se efectúa la separación del alcohol del agua aprovechando para ello sus diferentes puntos de ebullición. El etanol, debido a estructura molecular, tiene un punto de ebullición más bajo que el agua (78.5° a nivel del mar), por lo tanto, se separa de ésta al alcanzar esta temperatura.

El dispositivo utilizado para la destilación es el alambique. Este equipo está conformado por cuatro elementos fabricados en cobre debido a su alta conductividad térmica, de tal forma que facilita la transferencia de calor calentándose y enfriándose fácilmente alcanzando así la temperatura apropiada de separación. La variación de la graduación alcohólica del mezcal obtenido en las operaciones de destilación y refinación hacen necesaria la aplicación de otra operación conocida como "composición del mezcal". Esta operación consiste en mezclar los productos de la primera destilación con aquellos obtenidos en la refinación (incluyendo el agua destilada) hasta alcanzar el grado alcohólico requerido para la venta: 43° G. L. Para saber el contenido de alcohol del mezcal con el que se está trabajando se utilizan desde instrumentos como el alcoholímetro hasta el sentido del gusto. Luego viene la maduración, y éste depende del tipo de mezcal que se quiere obtener.

**PREGUNTAS Y EJERCICIOS PREVIOS:**

1.-¿Que es la absorción atómica?

2.- ¿Cuáles son las partes importantes del Espectrofotómetro de Absorción atómica?

3.-¿ Cuáles son las lámparas más comunes que se utilizan en la absorción atómica?

4.-¿El Cu cuantas longitudes de onda de máxima absorción tiene?

5.- ¿Cuál es la importancia de trabajar por adiciones patrón y cuando se utiliza?

6.-¿Por qué se debe determinar Cu en el mezcal?

**LECTURAS Y ACTIVIDADES COMPLEMENTARIAS.**

-La bibliografía recomendada es:

-Skoog D.A., Holler F.J. y Nieman T.A. Principios de análisis instrumental. 5ta Ed. Editorial McGraw Hill, 2001

-Rubinson J:F: y Rubinson K.A. Química Analítica Contemporánea. 1era Ed. Editorial Pearson Educación, 2000.

**EQUIPO, MATERIAL Y REACTIVOS:**

Equipo de Absorción Atómica

Pipeta Pasteur con bulbo

Pipetas volumétricas

Matraces aforados

Nave

Espátula

Vasos de precipitados

Pizeta

Anteojos protectores y guantes

**GUÍA EXPERIMENTAL****Curva Patrón.**

Partiendo de una disolución patrón de 10 mg/L preparar las siguientes disoluciones según la siguiente tabla (1):

Estándar No.	Vol. de disolución patrón	Aforo con agua dd*
1	mL	50 mL
2	mL	50 mL
3	mL	50 mL
4	mL	50 mL
5	mL	50 mL

\*agua destilada desionizada

Leer los estándares y muestras a  $\lambda =$  \_\_\_\_\_ nm Slit \_\_\_\_\_ nm

Con los datos obtenidos llenar la siguiente tabla (2):

Estándar No.	Absorbancias	Concentración (mg/L)
1		
2		
3		
4		
5		
Muestras		
A		

**Método de Adición Patrón.**

Partiendo de una disolución patrón de 10 mg/L preparar las siguientes disoluciones según la siguiente tabla (3):

Estándar No.	Vol. de disolución patrón	Muestra	Aforo
Muestra		10 mL	50 mL
1		10 mL	50 mL
2		10 mL	50 mL
3		10 mL	50 mL
4		10 mL	50 mL
5		10 mL	50 mL

Leer los estándares y muestras a  $\lambda =$  \_\_\_\_\_ nm Slit \_\_\_\_\_ nm

Con los datos obtenidos llenar la siguiente tabla (2):

Estándar No.	Absorbancias	Concentración (mg/L)
Muestra		
1		
2		
3		
4		
5		

**CUESTIONARIO:**

- 1.- ¿Cuál o cuales consideras las partes más importante de equipo de AA?
- 2.- ¿Como se preparó la curva patrón?
- 3.- Graficar Absorbancia vs Concentración a  $\lambda = \underline{\hspace{2cm}}$  con estándar externo y con adición patrón.
- 5.- ¿Hay algún cambio en su pendiente o en su linealidad?
- 6.- ¿Y si hay cambio a que se debe?

**-Guarda los desechos en frascos debidamente etiquetados para su posterior tratamiento.**

**PRÁCTICA: MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS CUANTITATIVOS**  
**Determinación de Plomo**

**ELABORÓ:** Minerva Carrasco F. Y Ma Elena Castilla M.

**Revisó:** Silvia Mendoza Arellano

ooo

**OBJETIVO:** Resolver un problema cuantitativo por medio de la técnica de Absorción Atómica-

**METAS:**

- Aprender el funcionamiento de un equipo de Absorción Atómica
- Leer la curva patrón de plomo directa y volver a leer con corrección de fondo
- Relacionar los resultados y ver su efecto.

ç

**ENUNCIADO DEL PROBLEMA:**

**¿Hay algún cambio en la curva patrón leída con corrección de fondo y la concentración de la muestra?**

**INFORMACIÓN ADICIONAL:**

- Las técnicas espectrofotométricas son un amplio grupo que se basan en las espectroscopias moleculares y atómicas.
- El paso de la radiación policromática ultravioleta o visible a través de un medio constituido por partículas monoatómicas, como mercurio o sodio gaseoso, producen la absorción de sólo unas pocas frecuencias bien definidas
- La absorción atómica determina elementos en muestras analíticas.

-El análisis cuantitativo de esta técnica se basa en la Ley de Lambert y Beer

El plomo es un metal que no es requerido para el funcionamiento normal de los seres vivos. Debido a su tamaño y carga, el plomo puede sustituir al calcio ( $Pb^{2+}$ : 0.84 Å;  $Ca^{2+}$ : 0.99 Å), y además de manera preferente, siendo su sitio de acumulación, los tejidos óseos. Esta situación es particularmente alarmante en niños, que debido a su crecimiento incorporan altas cantidades de calcio. Altas dosis de calcio hacen que el plomo sea removido de los tejidos óseos, y que pase a incorporarse al torrente sanguíneo. Una vez ahí puede inducir nefrotoxicidad, neurotoxicidad, e hipertensión. Niveles de plomo en sangre (0.48 µg/l) pueden inducir en los niños: daño durante el desarrollo de los órganos del feto, daño en el sistema nervioso central y reducción de las habilidades mentales.

En adultos que trabajan en ambientes expuestos a la contaminación con plomo, el metal puede acumularse en los huesos, donde su vida media es superior a los 20 años. La osteoporosis, embarazo, o enfermedades crónicas pueden hacer que éste plomo se incorpore más rápidamente a la sangre. Los problemas relacionados con la sobre exposición al plomo en adultos incluyen: daño en los riñones, daño en el tracto gastrointestinal, daño en el sistema reproductor, año en los órganos productores de sangre, daños neurológicos y abortos.

**PREGUNTAS Y EJERCICIOS PREVIOS:**

- 1.- ¿En el equipo de absorción atómica cuál es la función de nebulizador?
- 2.-¿Qué es corrección de fondo
- 3.- ¿Para que se realiza?
- 4.- ¿Por qué es importante el análisis de la determinación de plomo, por AA?
- 5.- ¿Qué es el horno de grafito y para que se usa?

**LECTURAS Y ACTIVIDADES COMPLEMENTARIAS.**

-La bibliografía recomendada es:

-Skooog D.A., Holler F.J. y Nieman T.A. Principios de análisis instrumental.5ta Ed. Editorial McGraw Hill, 2001

-Rubinson J:F: y Rubinson K.A. Química Analítica Contemporanea.1era Ed. Editorial Pearson Educación, 2000.

**EQUIPO, MATERIAL Y REACTIVOS:**

Equipo de Absorción Atómica

Pipeta Pasteur con bulbo

Pizeta

Matraces aforados

Nave

Vasos de precipitado

Pipetas volumétricas

Espátula

$PbNO_3$

Guantes

Anteojos protectores

### GUÍA EXPERIMENTAL

Curva Patrón.

Partiendo de una disolución patrón de 20 mg/L preparar las siguientes disoluciones según la siguiente tabla (1):

Estándar No.	Vol. de disolución patrón	Aforo con agua dd*
1	0,5	10 mL
2	1,0	10 mL
3	2,0	10 mL
4	3,0	10 mL
5	5,0	10 mL
6	6,0	10 mL
7	7,0	10 mL
8	8,0	10 mL

\*agua destilada desionizada

El profesor te enseñara el manejo del instrumento, así como las partes fundamentales del equipo  
Se procederá a leer cada estándar, ve anotando la s lecturas ya que se realizaran por triplicado  
Cambiando a corrección de fondo, volver a leer los estándares  
Graficar los datos de cada curva patrón y sacar tus conclusiones.

### CUESTIONARIO:

- 1.- ¿Cuál o cuales consideras las partes más importante de equipo de AA?
- 2.- ¿Como se preparó la curva patrón suponiendo que se busco a que quedara a 20 ppm el  $Pb^{2+}$
- 3.- Con los datos obtenidos llenar las siguientes tablas:

Estándar No.	Concentración (mg/L) $\lambda = \underline{\hspace{2cm}}$ nm
1	
2	
3	
4	
5	
Muestra	

Estándar No.	Absorbancias $\lambda = \underline{\hspace{2cm}}$ nm	Fondo Corregido AA $\lambda = \underline{\hspace{2cm}}$ nm (Abs)
1		
2		
3		
4		
5		
Muestra		

- 4.- Graficar Absorbancia vs Concentración a las longitudes de onda de 283.3 y a 217 nm con fondo corregido y sin fondo corregido y compáralas.

Regresión lineal $\lambda = \underline{\hspace{2cm}}$ nm	Regresión lineal $\lambda = \underline{\hspace{2cm}}$ nm
m =	m =
b =	b =
r =	r =

- 5.- ¿Hay algún cambio en su pendiente o en su linealidad?
- 6.- ¿Y si hay cambio a que se debe?

**-Guarda los desechos en frascos debidamente etiquetados para su posterior tratamiento.**