

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

QUÍMICA ANALÍTICA INSTRUMENTAL

(PRÁCTICAS PARA FARMACIA)



Edición  FESC



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

Química Analítica Instrumental

(Prácticas para Farmacia)



Alma Luisa Revilla Vázquez

Berenice Gómez Zaleta

Ma. Gabriela Vargas Martínez

Miriam A. Castillo Rodríguez

Elia Granados Enríquez

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS QUÍMICAS

Química Analítica Instrumental

(Prácticas para Farmacia)

Asignatura: Química analítica instrumental

Clave: 1640

Carrera: Licenciatura en Farmacia

Clave: 105-40

Autores:

Alma Luisa Revilla Vázquez

Berenice Gómez Zaleta

Ma. Gabriela Vargas Martínez

Miriam A. Castillo Rodríguez

Elia Granados Enríquez

Proyecto PAPIME PE201310

Revisión: 2012

CONTENIDO

	Pág.
Introducción	9
Objetivos	9
Calendarización	11
Tabla de prácticas y temas que cubre el programa	13
Sistema de evaluación	13
Reglamento interno de laboratorio	15
Protección personal	17
Diseño experimental	17
PRÁCTICAS	19
Actividades contempladas para la semana 1	21
Actividades contempladas para la semana 2	22
Práctica 1. Determinación cuantitativa de azul de timol mediante una curva de adición patrón	23
Práctica 2. Determinación cuantitativa de ácido ascórbico (vitamina C) mediante una curva de calibración indirecta	31
Práctica 3. Determinación cuantitativa de cobre en un jarabe mediante una curva de calibración por espectrofotometría de absorción atómica	37
Práctica 4. Determinación de clorhidrato de fenilefrina por HPLC	45
Práctica 5. Determinación de alcohol etílico en enjuague bucal por cromatografía de gases	53
Práctica 6. Determinación de hidroclorotiazida y captopril en un medicamento por electroforesis capilar	61
Práctica 7. Determinación potenciométrica de hierro en muestras farmacéuticas (tabletas y jarabe)	71

Anexos	81
Fuentes consultadas	91
Fichas de seguridad	93

Introducción

Es amplia la gama de técnicas instrumentales de análisis con las que se cuenta en la actualidad y es incesante su desarrollo, por eso es difícil abordarlas en su totalidad en un curso de licenciatura. Dado lo anterior, es necesario adquirir los conocimientos de manera general, lo que nos permitirá interpretar y manejar cualquiera de esas técnicas.

La mayoría de las técnicas instrumentadas de análisis se basan en una relación que existe entre la propiedad (absorbancia, índice de refracción, pH, área de pico, potencial, conductancia, intensidad de corriente, etc.) con la composición del sistema (análisis cualitativo) o bien con la cantidad de alguno de sus componentes (análisis cuantitativo). Por lo general, algunas de las técnicas se utilizan básicamente para el análisis cualitativo, otras más para el análisis cuantitativo y un buen grupo de ellas puede aplicarse con ambas funciones.

La propiedad no es solamente afectada por la composición del sistema sino también por variables como la temperatura, la presión, el tiempo, las perturbaciones ocasionadas al realizar la medida, la presencia de sustancias químicas interferentes, etcétera; es por esta razón que, si se desea estudiar la relación entre la propiedad y la composición, es necesario ejercer un control efectivo sobre las demás variables que, además de la composición, afectan la propiedad; todo esto con el fin de obtener información útil desde el punto de vista analítico.

Este enfoque contribuye a la formación profesional en Química Analítica Instrumental y al perfil profesional en su área.

Objetivos

Objetivos generales de la asignatura

Presentar los fundamentos de técnicas como espectroscopía UV / VIS, absorción atómica, cromatografía de líquidos de alta resolución y de gases, electroforesis capilar y electroquímica, con base en sus requerimientos instrumentales a fin de que el alumno sea capaz de aplicarlos en la cuantificación de sustancias utilizadas en muestras de interés en su área de trabajo, para que así desarrolle las habilidades, las actitudes y el criterio apropiado para este tipo de mediciones.

Objetivos del curso experimental

Prácticas convencionales. Reafirmar los conocimientos teóricos en la aplicación de las metodologías analíticas, empleando un equipo instrumental para identificar y cuantificar una sustancia en una muestra de interés en el área farmacéutica.

- 1) Conocer e identificar las partes básicas del equipo utilizado para aplicar el manejo adecuado con la finalidad de obtener resultados confiables.
- 2) Conocer la información que el equipo genera y su uso para el análisis cuantitativo.
- 3) Interpretar y relacionar variables a utilizar para efectuar el cálculo de contenido de una sustancia en una muestra real.

Práctica de diseño. Proponer un diseño experimental fundamentado química e instrumentalmente para cuantificar una sustancia de interés en su área:

- 1) Estructurar y justificar un diseño experimental con base en reacciones químicas conocidas de uso común.
- 2) Consultar con el asesor la metodología propuesta con la finalidad de mejorarla.
- 3) Aplicar el diseño para la cuantificación de una muestra real.
- 4) Contrastar los resultados con el diseño propuesto a fin de identificar fuentes de error tanto de diseño teórico como experimental.

	UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTILÁN DEPARTAMENTO DE CIENCIAS QUÍMICAS SECCIÓN DE QUÍMICA ANALÍTICA	
	CALENDARIZACIÓN	CÓDIGO: FPE-CQ-DEX-01-02;
		FPE-CQ-DEX-03-02; FPE-CQ-DEX-04-02. Núm. de Revisión:

Asignatura: QUÍMICA ANALÍTICA INSTRUMENTAL

Grupo_____

Carrera: LICENCIADO EN FARMACIA

Periodo:

SEMANA	ACTIVIDAD	FECHA	OBSERVACIONES (Entrega de productos)
1	Presentación Aplicación del examen diagnóstico		Entrega del examen diagnóstico
2	Manejo de material y equipo común en el laboratorio de Análisis Instrumental (perillas, pipetas volumétricas y graduadas, pH metros, balanzas) resolución del examen diagnóstico		Cálculos efectuados del manejo de material
3	Práctica 1. Determinación de azul timol por espectrofotometría UV/VIS		Cuestionario previo
4	Práctica 2. Determinación espectrofotométrica de ácido ascórbico		Entrega del informe de la Práctica 1
5	Práctica 3. Determinación de Cu(II) en jarabe por absorción atómica		Entrega del informe de la Práctica 2
6	Entrega y discusión de los ejercicios Unidad I /Primer examen escrito		Entrega del informe de la Práctica 3
7	Práctica 4. Determinación de fenilefrina por HPLC		
8	Práctica 5. Determinación de etanol por cromatografía de gases en enjuague bucal		Entrega del informe de la Práctica 4

9	Práctica 6. Determinación de hidroclorotiazida y captopril en un medicamento por electroforesis capilar		Entrega del informe de la Práctica 5
10	Capítulo 7. Determinación potenciométrica de hierro en muestras farmacéuticas (tabletas y jarabe)		Entrega del informe de la Práctica 6
11	Entrega y discusión de los de ejercicios Unidad 2 /segundo examen escrito Asignación del proyecto		Entrega del informe de la Práctica 7
12	Revisión de avances del formato de diseño experimental (FDE) y experimentos preliminares		
13	1ª Sesión práctica de diseño experimental		
14	2ª Sesión práctica de diseño experimental		
15	Presentación oral del diseño experimental		Entrega del informe de trabajo del diseño experimental
16	Entrega de promedios finales Aplicación de la encuesta FPG02-FESC-01		Desocupar gavetas

Tabla de prácticas y temas que cubre el programa

NÚMERO DE PRÁCTICA	NOMBRE DE LA PRÁCTICA	NÚMERO Y NOMBRE DE LA UNIDAD TEMÁTICA EN EL PROGRAMA DE LA ASIGNATURA
1	Determinación cuantitativa de azul de timol mediante una curva de adición patrón	1.1 Concordancia de una medición instrumental 1.2 Preparación de patrones analíticos
2	Determinación cuantitativa de ácido ascórbico (vitamina C), mediante una curva de calibración indirecta	2.2 Conocer instrumentación y aplicación de espectrofotómetro UV/Vis
3	Determinación cuantitativa de cobre en un jarabe mediante una curva de calibración por espectrofotometría de absorción atómica	2.4 Conocer instrumentación y aplicación de espectrofotómetro de absorción atómica
4	Determinación de clorhidrato de fenilefrina por HPLC	3.2 Conocer instrumentación de cromatografía de líquidos de alta resolución 3.4 Aplicar la cromatografía de líquidos para determinación de analitos de interés
5	Determinación de alcohol etílico en enjuague bucal por cromatografía de gases	3.2 Conocer instrumentación de cromatografía de gases
6	Determinación de hidroclorotiazida y captopril en un medicamento por electroforesis capilar	3.3 Conocer instrumentación de electroforesis capilar 4.1 Aplicar la electroforesis capilar en la determinación de analitos de interés
7	Determinación potenciométrica de hierro en muestras farmacéuticas (tabletas y jarabe)	4.2 Aspectos básicos y necesidades en las determinaciones potenciométricas

Sistema de evaluación

Consta de los siguientes aspectos:

- 1) Resultados experimentales (RE). Se evalúa la calidad de los resultados experimentales, así como su tratamiento.

- 2) Informe de trabajo (IT). Se evalúa el informe en cuanto a claridad y presentación.
- 3) Manejo de equipo y material (ME). En este apartado se asigna una calificación a la destreza adquirida en el manejo del equipo y material de laboratorio.
- 4) Valor de análisis de la muestra (VA). Consiste en evaluar la consistencia entre los resultados experimentales y el resultado del análisis reportado y estimar si la información se procesó adecuadamente.
- 5) Cuestionario previo (CP). Se evalúa una pequeña investigación previa, así como algunos cálculos necesarios en la realización de la práctica.
- 6) Formato del diseño experimental (FD). Se evalúa si el proyecto llevará de manera adecuada a la solución del problema planteado.
- 7) Examen (EX). En el curso se proponen tres exámenes: dos escritos y uno oral.

La puntuación recomendada en una escala de 100 puntos se presenta en la siguiente tabla:

TIPO DE ACTIVIDAD	ASPECTO A EVALUAR	PUNTUACIÓN MÁXIMA/ACTIVIDAD	NÚMERO DE ACTIVIDADES REALIZADAS	PUNTOS
Práctica convencional	ME, RE, VA, IT, CP	8	7	56
Práctica de diseño	ME, RE, VA, IT, FD	14	1	14
Examen	VA, ME	10	3	30
TOTAL DE PUNTOS				100

Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán

Departamento de Ciencias Químicas

Sección de Química Analítica

Reglamento interno de laboratorio

1. Es obligatorio el uso de bata y lentes de seguridad, en el laboratorio. No se permite quitarse el equipo de seguridad durante la sesión experimental.

2. Se deberán conservar limpias las instalaciones (en especial campanas de extracción, canaletas y tarjas de las mesas de laboratorio), el material y el equipo de trabajo (incluyendo balanzas analíticas) al inicio y al final de cada sesión experimental.

3. Antes de iniciar las actividades experimentales, se le solicitará al laboratorista el material y equipo necesarios, para ello, una persona responsable del equipo dejará su credencial (de la UNAM) en depósito y firmará un vale por el material y equipo recibidos. En caso de que existiera un defecto en el material o equipo recibido, deberá ser anotado en el vale de material.

4. En caso de extravío o daño del material o equipo de laboratorio, se extenderá un vale de adeudo con los nombres de todos los integrantes del equipo y quedará retenida la credencial del responsable del daño o extravío del material o equipo hasta su reposición.

5. Se deberá guardar orden y disciplina dentro del laboratorio y durante la sesión experimental, y queda prohibida la entrada a personas ajenas al mismo.

6. Queda estrictamente prohibido fumar y consumir alimentos dentro del laboratorio, ya que muchas de las sustancias químicas que se emplean son inflamables y/o tóxicas.

7. Después de haber manipulado sustancias químicas es necesario lavarse las manos con agua y jabón.

8. Los desechos resultantes de cada experimento deberán eliminarse adecuadamente, previa consulta de las fichas de seguridad y con el apoyo del asesor.

9. Cuando un residuo no pueda ser eliminado deberá resguardarse, en un contenedor adecuado y debidamente etiquetado, y colocarse en el anaquel destinado para ello.

10. Al término de la sesión experimental, las disoluciones empleadas deberán regresarse a su lugar de resguardo ubicado en el anaquel.

11. Para la extracción de líquidos que contengan sustancias químicas, se deberán emplear perillas de hule y nunca succionar con la boca.

12. Los reactivos químicos no deberán ser manipulados con las manos, debiéndose usar los implementos adecuados como pipetas, espátulas, cucharas, etcétera.

13. Si se utilizan mecheros, parrillas o cualquier otro aparato, se deberá estar atento en su manipulación para evitar un accidente.

14. Es importante que antes de trabajar, el usuario conozca las características de las sustancias químicas que va a utilizar para que puedan ser manipuladas adecuadamente (consultar fichas de seguridad).

15. En caso de ingestión, derrame o algún accidente dentro del laboratorio, deberá ser notificado al asesor o al laboratorista del grupo, con previa consulta de las fichas de seguridad.

16. Los reportes de las prácticas y actividades realizadas deberán entregarse en la fecha señalada por el asesor.

17. Cuando sea asignada a los alumnos una gaveta en el laboratorio, y por razones de olvido o pérdida de la llave no pueda accederse a ella, queda prohibido forzarla, deberán hacer la solicitud de apertura al responsable del laboratorio, previa autorización del profesor del grupo en el que están inscritos los alumnos. La gaveta podrá usarse hasta la semana 15 del semestre por lo cual se deberá desocupar en dicha semana.

18. Los alumnos que adeuden material de laboratorio, deberán reponerlo a la mayor brevedad posible o a más tardar el último día de realización de prácticas, de lo contrario los deudores serán reportados al Departamento de Servicios Escolares y no podrán inscribirse en el siguiente semestre.

19. El número máximo de alumnos que podrán permanecer en el cuarto de balanzas (L-101-102) será el mismo que el número de balanzas disponibles.

20. Es responsabilidad del alumno revisar el estado en que recibe el material, ya que al término de la sesión experimental lo debe regresar en buenas condiciones y perfectamente limpio.

Protección personal

Cuando empieces a trabajar en el laboratorio. Los responsables te indicarán cómo se debe usar el material y los instrumentos que vayas a utilizar. Además, te harán saber dónde se encuentran los extintores, el botiquín, la ducha, los aparatos lavaojos y las salidas de emergencia.

Antes de empezar una reacción. Deberás conocer la peligrosidad de los reactivos que vayas a usar, así como de los productos que se obtienen de la propia reacción (toxicidad, inflamabilidad, riesgo de explosión, riesgos biológicos) y tomarás las precauciones apropiadas (por ejemplo, trabajar en la campana extractora). En cualquier caso:

SIEMPRE LLEVARÁS PUESTOS	NUNCA
Bata	Trabajarás solo
Gafas de protección	Llevarás lentes oscuros
Guantes cuando lo indique la práctica	Comerás, beberás, fumarás o correrás

Al terminar una reacción. Tendrás que tratar los residuos para eliminar su peligrosidad o los almacenarás adecuadamente clasificados y etiquetados hasta que se retiren.

Al abandonar el laboratorio. Te asegurarás de que no quede activo ningún foco de peligro: gases, agitadores, calentadores, etcétera.

Diseño experimental

El objetivo del diseño experimental es: proponer experimentos fundamentados química e instrumentalmente para cuantificar una sustancia de interés en su área; para ello se debe:

- Estructurarlo y justificarlo con base en reacciones químicas conocidas de uso común.
- Consultar la metodología propuesta con el asesor con la finalidad de mejorarla.
- Aplicar el diseño para la cuantificación de una muestra real.

- Contrastar los resultados con el diseño propuesto con el fin de identificar fuentes de error tanto de diseño teórico como del experimental.

Para poder evaluar adecuadamente el desarrollo de los estudiantes en el diseño de experimentos, *se debe elaborar un formato* que tiene que considerarse como una guía para presentarlo a revisión con el asesor en la fecha señalada.

El formato de diseño experimental debe contener al menos los siguientes puntos:

- Los objetivos que se persiguen con la experimentación.
- Listado de actividades generales.
- Programa desglosado por cada actividad general.
- Distribución equitativa del trabajo para cada integrante del equipo.
- Tratamiento que se dará a los resultados experimentales después de obtenerlos mediante un análisis estadístico.
- Fuentes consultadas.

El informe final de actividades (después de efectuar la experimentación correspondiente) debe incluir los puntos anteriores así como el análisis de resultados y los cálculos de contenido de sustancia en la muestra.

Por último, es necesario hacer una recomendación. La naturaleza misma del diseño experimental es dinámica, ya que durante su desarrollo se requiere una retroalimentación continua y consciente para afinar los aspectos del diseño que se ha contemplado. El hecho de que en esta asignatura se dé una guía para presentarlo a revisión no niega su dinámica intrínseca; esto es, que durante su elaboración cada estudiante debe retroalimentarse con la información que, poco a poco, va obteniendo para ir modificando cada aspecto del diseño en forma lógica y armónica.

PRÁCTICAS



- 1) Los alumnos deben cubrir las prácticas que comprende este manual.
- 2) Los alumnos deben elaborar una bitácora; la cual debe contener el nombre de la práctica o de la sesión de trabajo, la fecha, el cuestionario previo de cada práctica; además, se deben anotar todos los cálculos realizados, las mediciones (pesadas, preparación de disoluciones, medidas de propiedad, cambios de procedimiento, observaciones, etc.) En caso de error, se recomienda NO BORRAR NADA solo cruzar con una línea y escribir lo corregido abajo o a un lado.

NOTA: Es requisito contar con:

- ✓ El 80 % de asistencia al curso, después de 15 minutos de retardo se considera falta.
- ✓ La entrega puntual de los productos a evaluar.

Actividades contempladas para la semana 1

Las actividades que se realizarán en la primera semana del curso de laboratorio son las siguientes:

1. El profesor dará una introducción sobre el curso de laboratorio, explicando las actividades por realizar y la forma de evaluación (ver apartado evaluación).
2. Se incluirán las fechas en las actividades calendarizadas en el manual de prácticas.
3. Se le dará formato a la hoja de inscripción.
4. Se les solicitará el siguiente material a los estudiantes, el cual estará bajo su propiedad y retirarán de las gavetas concluido el curso:

INDIVIDUAL	POR EQUIPO (2-3 ESTUDIANTES)	POR GRUPO
Bata blanca	Franela	1 candado con 2 llaves
Bitácora	Etiquetas o masking tape	Servitoallas
Marcador indeleble	1 frasco de plástico de 50 mL	Detergente líquido
Lentes de protección	8 frascos de plástico de 50 mL	
Guantes*	2 frascos de plástico de 250 mL	
	1 perilla de hule o propipeta	

	2 barras magnéticas medianas	
	1 escobillón	
	Muestras para cada práctica*	

* Será indicado por el profesor

5. Se aplicará y resolverá el examen diagnóstico.
6. Se formarán equipos de trabajo entre los alumnos del grupo.

Actividades contempladas para la semana 2

1. Se recordará el uso y manejo del material, de los reactivos y del equipo que se utilizarán durante el curso de laboratorio, realizando experimentos sencillos de cálculos, usando el material y haciendo pesadas en la balanza analítica.
2. El profesor organizará y repartirá el manejo a los equipos de trabajo, de los residuos generados en cada práctica.
3. Se resolverán los ejercicios del examen diagnóstico para retroalimentación y mejora.

PRÁCTICA 1

Determinación cuantitativa de azul de timol mediante una curva de adición patrón

I. Objetivos

- Cuantificar azul de timol en una muestra mediante una curva de adición patrón.
- Evaluar la calidad y validez de los resultados experimentales mediante parámetros estadísticos.

II. Introducción

El uso de curvas de calibración para la cuantificación de analitos es un recurso de gran importancia en la Química Analítica; sin embargo, existen varios tipos de curvas dependiendo de las características particulares del problema a tratar.

El método o curva de adiciones patrón se utiliza particularmente para analizar mezclas complejas, cuando es difícil suprimir interferencias físicas o químicas en la matriz de la muestra problema; o bien, cuando la respuesta en la propiedad es baja y no es posible concentrar la muestra.

El método consiste en hacer adiciones de estándar a una cantidad fija de la muestra problema y medir la respuesta (P) para cada adición. De esta forma, cada solución contendrá una proporción constante del analito proveniente del problema ($C_x = \text{constante}$) y una proporción variable proveniente del estándar ($C_s = \text{variable}$). Puesto que el medio químico es el mismo para todos los sistemas, se puede suponer que la constante de proporcionalidad, K, es invariante y, por lo tanto, es posible construir la función:

$$P = K [C_x + C_s] \quad (1)$$

Entonces, si se mide la respuesta en la propiedad para cada sistema se obtiene una serie de valores con los que se construye el gráfico de P en función de C_s . Un ejemplo de esta curva se muestra en la figura 1, donde el eje "x" corresponde a las concentraciones del analito agregado. Por tanto, la concentración desconocida estará dada por el punto en el cual la línea extrapolada corta al eje "x", o bien, se

puede obtener de manera analítica a partir de la ecuación de la mejor recta ajustada a los datos, considerando la ecuación (1).

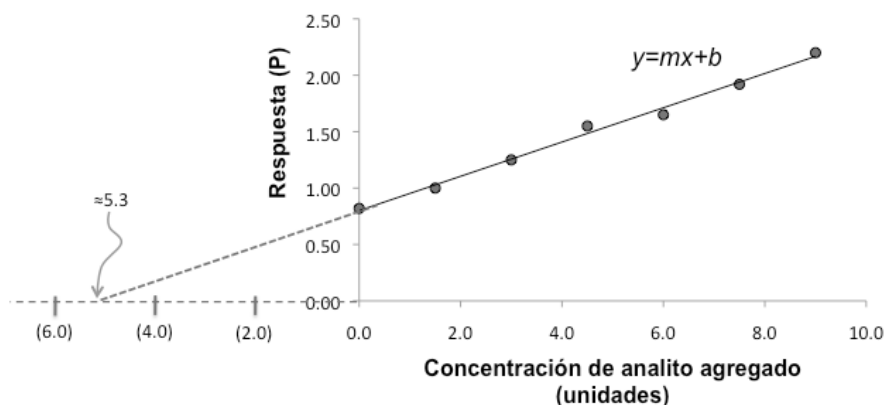


Figura 1. Ejemplo de una curva de adiciones patrón

Cuando en la cuantificación de un analito se utiliza un método gráfico, la validez y calidad del resultado está relacionado con la dispersión de los datos obtenidos, donde una mayor dispersión implica menor precisión. Para evaluar la dispersión y, por lo tanto, la calidad del valor que se reportará, se hace uso de los parámetros estadísticos como lo son la desviación estándar o el coeficiente de variación, entre otros.

Finalmente, para medir la respuesta de la propiedad P en este caso, se utilizará espectrofotometría de ultravioleta-visible (UV/Vis), una técnica que se revisará más a fondo, posteriormente.

III. Actividades previas a la práctica

El cuestionario previo se transcribe y se resuelve en la bitácora.

1. Explicar los tipos de errores que se consideran en el análisis instrumental, así como la diferencia entre los conceptos de exactitud y precisión.

Dar ejemplos. (2 puntos)

2. Definir los parámetros estadísticos media, desviación estándar, porcentaje de desviación estándar relativa o coeficiente de variación e intervalo de confianza, y señalar su importancia en el análisis de datos. (3 puntos)
3. Explicar en qué consiste y para qué se utiliza el *análisis de regresión* en general, y el *método de mínimos cuadrados* en particular. (3 puntos)

4. Explicar el modelo matemático que relaciona a la absorbancia con la concentración de una solución y que se utiliza generalmente en la técnica analítica de espectrofotometría. (2 puntos)

IV. Equipos, reactivos y materiales

Material y equipo	Reactivos
3 matraces volumétricos de 10 mL	Agua destilada
1 matraz volumétrico de 100 mL	Estándar de azul de timol
2 matraces volumétricos de 50 mL 16 tubos de ensaye con gradilla 1 espátula	 NaOH Muy tóxico
Pipetas volumétricas de 1, 2, 5 y 10 mL	Muestra problema de azul de timol
2 vasos de precipitados de 50 mL	
1 piseta y un espectrofotómetro	

V. Procedimiento experimental

1. Preparación de soluciones y sistemas

1.1 Preparación de soluciones

- Solución de NaOH 0.1 M

Pesar 0.5 g de reactivo analítico y aforar a 100 mL (por equipo)

- Solución estándar

- > Se prepara una solución concentrada por grupo con 20 mg del estándar de azul de timol, disolver y aforar a 50 mL con agua destilada (Sol. 1).
 - > Se hace la dilución (Sol. 2) por equipo: tomar 5 mL de Sol. 1 y aforar a 50 mL con agua destilada.

- Solución problema

Se proporcionará por el profesor (a). Este sistema se prepara aproximadamente a 20 ppm

1.2 Preparación de los sistemas. (No olvide etiquetar adecuadamente cada uno)

R- 1

Para construir la curva de adición patrón se preparan 6 sistemas de acuerdo con la tabla 1. Cada sistema se prepara con el volumen constante de la solución problema más el volumen indicado de solución estándar (Sol. 2) y completando el aforo a 10 mL con agua destilada. Si se desea, se pueden incluir más sistemas.

Tabla 1. Preparación de los sistemas para la curva de adiciones patrón
(Se realiza por triplicado en tubos de ensaye del sistema 1-6)

Núm. de sistema/ volúmenes de las soluciones en mL	0	1	2	3	4	5	6
Solución problema	0	2	2	2	2	2	2
Solución estándar de azul de timol (Sol. 2)	0	0	1	2	3	4	5
Solución de NaOH 0.1 M	3	3	3	3	3	3	3
Agua destilada	7	5	4	3	2	1	0

R- 2
Reunir los resultados de todos los sistemas (1-6)

2. Lectura de la propiedad para cada sistema utilizando el espectrofotómetro

2.1 Calibración del instrumento

Realizar la calibración del instrumento de acuerdo con el instructivo anexo y siguiendo las indicaciones del profesor.

2.2 Obtención del espectro de absorción. Determinación de la longitud de onda (λ) óptima

Tomar el sistema más concentrado en relación con la solución estándar.

Tomar lecturas de absorbancia y porcentaje (%) de transmitancia en el espectrofotómetro en el intervalo de 500 a 700 nm a intervalos de 20 nm.

Nota: por cada cambio de λ se debe calibrar el equipo.

Con los datos obtenidos, llenar la tabla 2 y construir la figura 2.

2.3 Lectura de absorbancia para cada sistema a la longitud de onda óptima

Tomar lectura de la absorbancia para cada uno de los sistemas a la longitud de onda óptima (por triplicado).

Las lecturas se realizan del sistema más diluido al más concentrado, enjuagando la celda con el sistema siguiente. Llenar la tabla 3.

VI. Análisis de resultados

Tabla 2. Datos experimentales del espectro de absorción

Longitud de onda (nm)	500	520	540	560	580	600	620	640	660	680	700
Absorbancia											
% transmitancia											

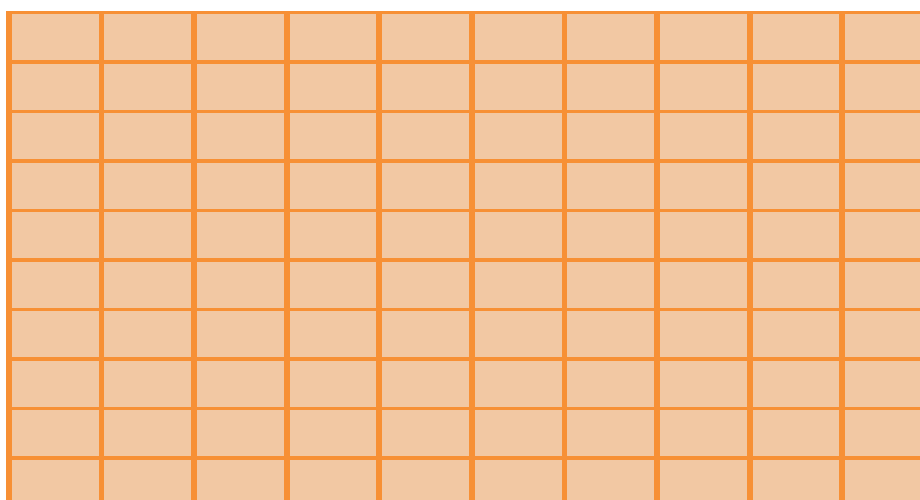


Figura 2. Determinación de λ óptima

Longitud de onda óptima determinada: _____nm

Tabla 3. Datos experimentales para el análisis estadístico

Concentración azul de timol	A_1	A_2	A_3	A_x	STD	% RSD

STD= Desviación estándar (por sus siglas en inglés)

% RSD = Porcentaje de desviación estándar relativa (por sus siglas en inglés) o coeficiente de variación.

Tabla 4. Curva de adiciones patrón

Sistema	1	2	3	4	5	6
Concentración de azul de timol (mg/mL)						
Absorbancia (A_x)						

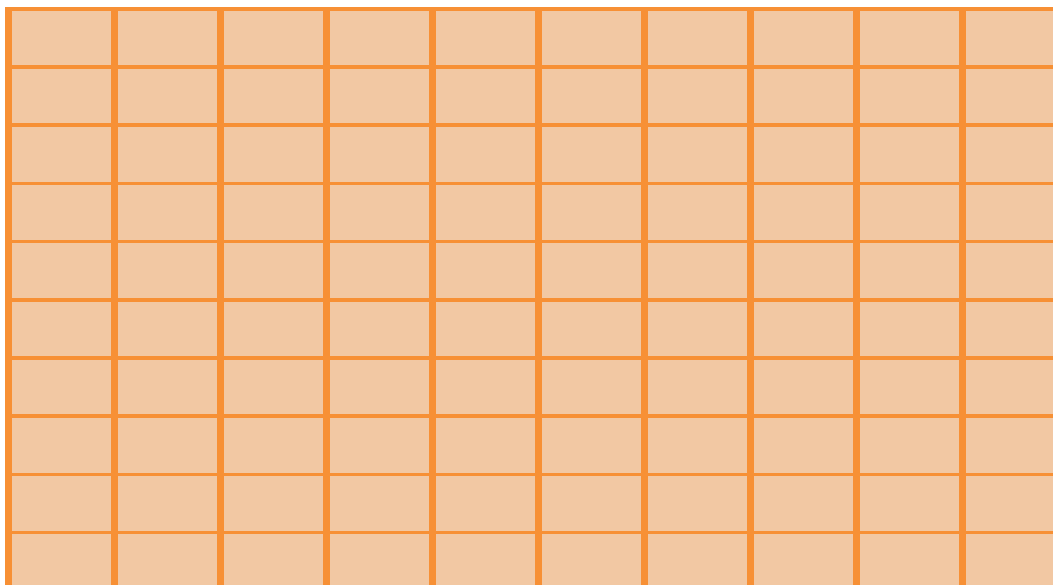


Figura 3. Respuesta de la propiedad en función de la concentración

VII. Instrucciones para el informe de trabajo

Puntos mínimos que se evaluarán:

1. Formato: el informe de trabajo debe incluir: objetivos particulares, introducción, procedimiento experimental (diagrama de flujo, dibujos, etc.), resultados experimentales, análisis de resultados, observaciones, conclusiones y referencias bibliográficas. (2 puntos)

Incluir los siguientes aspectos para el análisis de resultados:

2. Calcular los parámetros estadísticos como: media, desviación estándar (STD), porcentaje de desviación estándar relativa o coeficiente de varianza (RSD) e intervalo de confianza, para cada punto de la curva. (3 puntos)
3. Presentar y discutir el gráfico $A = f(\lambda)$ (espectro de absorción). (1 punto)
4. Estimar el valor de la constante de proporcionalidad en las gráficas de las curvas: $A = f[\text{molar (M) de azul timol}]$ y $A = f(\mu\text{g/mL de azul timol})$. (1 punto)
5. Analizar la linealidad de la función que sigue la respuesta gráfica en la curva de $A = f(\text{concentración})$ y calcular la concentración M y mg/ml de azul timol. (2 puntos)
6. Concluir en términos del análisis estadístico realizado y la cuantificación del azul de timol. (1 punto)

Datos: Peso molecular de azul de timol = 466.6 g/mol

pKa(s) de azul de timol = 2.0, 8.7 (rojo, amarillo, azul)

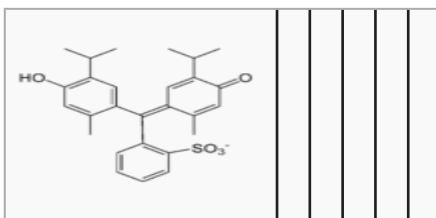


Figura 4. Estructura de azul de timol

VIII. Orientaciones para el tratamiento de los reactivos utilizados

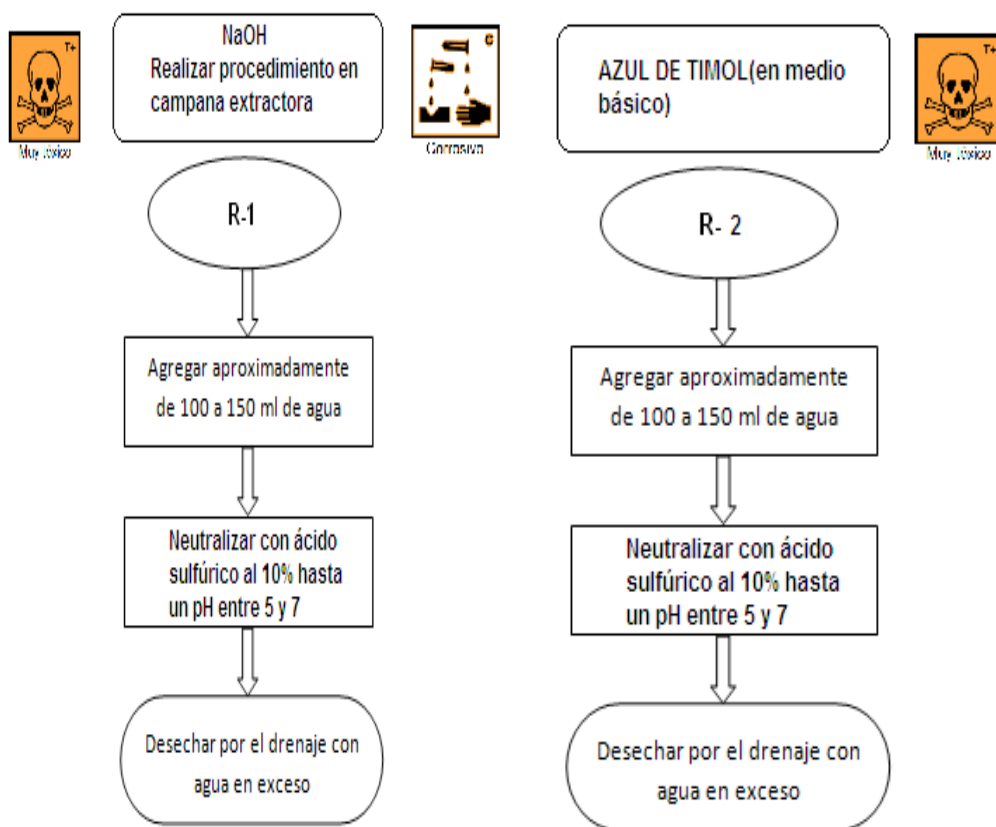


Figura 5. Diagrama ecológico para el manejo de residuos

Nota. Mantener al azul de timol alejado de los siguientes reactivos:

- Agentes *oxidantes fuertes*, como percloratos, peróxidos y permanganatos (reacción rápida y violenta con riesgo de incendio o explosión).
- Agentes *reductores fuertes*, como fosfuros, estaño II cloruro e hidruros metálicos (reacción violenta y vigorosa).

PRÁCTICA 2

Determinación cuantitativa de ácido ascórbico (vitamina C), mediante una curva de calibración indirecta

I. Objetivos

- Cuantificar ácido ascórbico en tabletas efervescentes mediante una curva de calibración indirecta bajo condiciones químicas optimizadas.
- Seleccionar la longitud de onda adecuada de la especie absorbente para la cuantificación de ácido ascórbico en tabletas efervescentes.

II. Introducción

Los principios de preparación y trazo de una curva de calibración ya fueron estudiados en prácticas anteriores, donde se consideró que la respuesta del instrumento es lineal respecto a la concentración de la sustancia a cuantificar; sin embargo, debe considerarse, que si la curva es indirecta, existe una o varias reacciones efectuadas en los sistemas de preparación, dado que la sustancia de interés da señal muy pobre o no da señal, este reactivo que genera la reacción debe encontrarse en exceso, considerando el siguiente estado de equilibrio de manera general:

	aX	bY	→	cZ	$K_{eq}' > 1$
Inicio	$V_{st} C_{st}$				
Agrega		$V_y C_y$			
Equilibrio	$a\varepsilon$	$V_y C_y - b/a V_{st} C_{st}$		$c/a V_{st} C_{st}$	

En el caso de que Y dé la señal, el modelo matemático que describe la respuesta gráfica es: $P = K_y [Y]$ y considerando el estado de equilibrio anterior, entonces:

$$[Y] = V_y C_y - b/a V_{st} C_{st} / V_{aforo}. \text{ La función será:}$$

$$P = K_y [(V_y C_y - b/a V_{st} C_{st}) / V_{aforo}]$$

Donde a , b , c representan los coeficientes estequiométricos de la reacción; V_{st} , V_y , V_{aforo} , representan los volúmenes de los reactivos utilizados al preparar los sistemas del estándar, reactivo Y y el aforo utilizado; C_{st} , C_y representan las concentraciones molares del estándar (*stock*) y la concentración del reactivo Y agregado para generar la reacción

Entonces se puede graficar $P = f(V_{st} C_{st} / V_{aforo})$, obteniéndose una función de pendiente igual a $-K_y b/a$ y ordenada al origen igual a $K_y V_y C_y / V_{aforo}$

En esta práctica se propone la cuantificación indirecta de ácido ascórbico en una forma farmacéutica, siguiendo las variaciones de una especie colorida (Y).

III. Actividades previas a la práctica

El cuestionario previo se transcribe y se resuelve en la bitácora.

1. Describir tres cuidados que se realizan cuando se utiliza un espectrofotómetro. (1 punto)
2. ¿Qué es un espectro de absorción y cómo se obtiene? (2 puntos)
3. Proponer la reacción que se efectuará en la parte experimental. (3 puntos)
4. Con base en una tabla de variación de cantidades molares, proponer la función gráfica que se obtendrá, sabiendo que el triyoduro es la especie absorbente. (2 puntos)
5. Efectuar los cálculos necesarios para calcular la concentración M de las soluciones de trabajo. (2 puntos)

IV. Equipos, reactivos y materiales

MATERIAL POR EQUIPO	REACTIVOS
6 tubos de ensaye con gradilla	Agua destilada
3 matraces volumétricos de 10 mL	Ácido ascórbico estándar
1 pipeta volumétrica de 1, 2, 3, 4, 5 mL	  Ácido acético glacial Corrosivo Tóxico
1 vaso de precipitados de 250 mL	
2 matraces volumétricos de 25 mL	
1 piseta	Tabletas efervescentes de ácido ascórbico
1 agitador magnético c/barra	
1 matraz volumétrico de 100 mL	

1 espátula	Solución de triyoduro 0.1N 
Un espectrofotómetro con celdas	Acetato de sodio

V. Procedimiento experimental

1. Preparación de soluciones

Buffer de acetatos 0.1 M pH = 3.5: Se colocan aproximadamente 80 mL de agua destilada en un vaso de precipitado de 250 mL, se pesan 80 mg del reactivo analítico de acetato de sodio y se mezclan en el vaso con 0.5 mL de ácido acético glacial, se ajusta el pH=3.5 (con NaOH o HCl 1M) aforo a 100 mL.

Solución estándar de ácido ascórbico: Se pesan 20 mg de ácido ascórbico, se disuelven y se aforan a 25 mL (solución A) con agua destilada, se toman 3 mL de esta solución y se aforan a 25 mL (solución B) stock.

Solución de triyoduro 3×10^{-3} M: Se miden 3 mL de la solución concentrada 0.1 N de yodo, se colocan en un matraz de 50 mL; posteriormente, se adicionan 5 mL de Buffer de acetatos pH = 3.5 y se afora, guardar en la oscuridad.

Solución problema: Se pesan 50 mg de polvo de tabletas* finamente pulverizadas y se afora a 25 mL con agua destilada, se toman 2 mL de esta solución y se aforan a 10 mL con agua destilada.

*Se consideran tabletas de 1.0 g de ascórbico, si es la formulación de 2.0 g, pesar 25 mg de polvo.

2. Preparación de sistemas

Para construir la curva de calibración, se preparan los siguientes sistemas a partir de la solución A. Cada dilución es preparada tomando el volumen indicado y aforando a 10 mL. Se preparan 8 sistemas, de acuerdo con la siguiente tabla.

Sistema	0	1	2	3	4	5	6	7
Solución Buffer	1	1	1	1	1	1	1	1
Solución B (stock) de ascórbico (5.45×10^{-4} M)	0	1	2	3	4	5	0	0
Solución de Triyoduro 3×10^{-3} M	0	1	1	1	1	1	1	1
Solución problema	0	0	0	0	0	0	2	1
Aforo con agua destilada	10	10	10	10	10	10	10	10

R- 3
Reunir los residuos de
todos los sistemas (0-7)
y el problema

3. Calibración del espectrofotómetro

El procedimiento de calibración se realizará de acuerdo con el instructivo ya revisado en prácticas anteriores, utilizando al sistema cero como blanco reactivo.

4. Determinación de λ (longitud de onda) de trabajo

Identifica cuál es el sistema más concentrado y realiza el espectro de absorción, el cuál obtendrá al variar la λ en el espectrofotómetro que, en este caso en particular, será de 360 a 450 nm a intervalos de 10 nm.

Nota: para cada cambio de λ se debe ajustar el espectrofotómetro con el blanco nuevamente.

5. Registrar los datos de absorbancia y % de transmitancia

Primero en la tabla 1, y posteriormente se realizará el gráfico correspondiente.

6. Obtener la curva de calibración

Una vez que se ha elegido la longitud de onda, lea los sistemas de la curva de calibración de menor a mayor concentración para evitar el enjuague entre cada lectura; posteriormente, registre los datos en la tabla 2 de resultados.

VI. Tablas de resultados experimentales

Tabla 1. Datos experimentales del espectro de absorción

Longitud de onda (nm)	360	370	380	390	400	410	420	430	440	450
Absorbancia										
Porcentaje transmitancia										

Tabla 2. Curva de calibración indirecta

Sistema	1	2	3	4	5	6	7
Concentración de ascórbico (mg/mL)							
Absorbancia							

VII. Instrucciones para el informe de trabajo

Como mínimo, deberá contener los siguientes puntos:

1. Los objetivos particulares de la práctica y una breve introducción al tema, incluyendo propiedades farmacológicas del ácido ascórbico (vitamina C) y un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas. El desglose del procedimiento de cada actividad (puede emplear dibujos) debe *describir perfectamente el procedimiento de preparación de la muestra*. (2 puntos)
2. Proponer la reacción efectuada y calcular la constante condicional. (2 puntos)
3. Graficar: A) Espectro de absorción. B) Curva de calibración $A = f(\text{mg/mL de ácido ascórbico})$ y analizar la linealidad de la función que sigue la respuesta gráfica, identificando sus términos. (2 puntos)
4. Calcular el coeficiente de absortividad molar de la especie absorbente. (1 punto)
5. Calcular los mg de ascórbico en el producto analizado, calculando el porcentaje en contenido, en la forma farmacéutica analizada. Dar su criterio de aceptación o rechazo a la forma farmacéutica analizada, ya que el principio activo debe estar entre el 95 y 105 %, según lo especificado en el marbete. (3 puntos)

6. Enunciar sus conclusiones y recomendaciones, de acuerdo con los objetivos.

Datos:

Ácido ascórbico $pK_a = 4.05, 7.25$

Acido ascórbico/ Ac. dehidroascórbico $+ 2H^+ + 2e^- \quad E^\circ = 0.39 \text{ V}$

$I_3^- / I^- \quad E^\circ = 0.58 \text{ V}$

VIII. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

El ácido acético glacial debe trabajarse en la campana extractora utilizando una perilla y nunca cerca de algún mechero; siempre se debe añadir agua al ácido y tener precaución al preparar la mezcla debido al desprendimiento de calor. La inhalación de sus vapores es altamente tóxico y produce trastornos en las vías respiratorias. Si hay contacto directo con la piel u ojos, deben de lavarse con abundante agua.

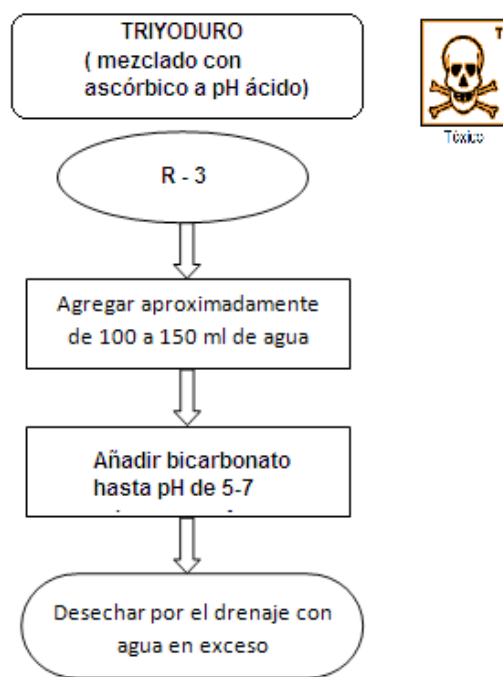


Figura 1. Diagrama ecológico para el manejo de residuos

PRÁCTICA 3

Determinación cuantitativa de cobre en un jarabe mediante una curva de calibración por espectrofotometría de absorción atómica

I. Objetivos

- Conocer el fundamento, las partes básicas y el manejo del espectrofotómetro de absorción atómica, para obtener resultados confiables en este tipo de instrumento.
- Interpretar y relacionar las variables a utilizar para efectuar el cálculo de contenido de un analito (cobre) en un jarabe comercial por una curva de calibración directa.

II. Introducción

La cuantificación de un analito mediante una curva de calibración directa implica el uso de estándares e instrumentos que registren alguna propiedad del compuesto de interés (absorbancia, potencial, fluorescencia, radiactividad, área del pico, etc.), la cual debe ser atribuida solo al analito de manera directa o indirecta y debe ser directamente proporcional a la concentración del compuesto de interés.

La curva se prepara mediante diluciones de una solución estándar (*stock*) de la misma naturaleza del analito a determinar en la muestra, en un intervalo que pueda ser trabajado en el instrumento, y la muestra se prepara de manera tal que la concentración del analito en la muestra o en su dilución se encuentre dentro de dicho intervalo.

Las soluciones preparadas se llevan al instrumento de medición y se registra una respuesta P para cada dilución de estándar y de muestra. Los resultados se grafican $P = f$ (concentración de cada dilución del estándar). Se debe evaluar la linealidad de la respuesta en relación con la concentración del analito mediante la inspección gráfica y se efectúa, además, la regresión lineal para determinar la mejor ecuación que exprese el comportamiento de la misma. La interpolación de la señal de la muestra (o su dilución) en la recta permite conocer la concentración de la muestra.

La espectrometría de absorción atómica (EAA) se utiliza habitualmente en la determinación cuantitativa de soluciones de iones metálicos. Se ha aplicado la determinación de hasta 70 elementos, en concentraciones trazas (ppb) y hasta 1 %. Cabe mencionar, que esta técnica no diferencia estados de oxidación de los metales, por lo que solo se mide la cantidad de metal total.

Previo a la cuantificación por EAA, es necesario realizar una digestión ácida con el fin de eliminar la presencia de materia orgánica, aun en muestras líquidas, y además para solubilizar los metales, sobre todo en muestras sólidas. Para ello se utiliza normalmente ácido nítrico concentrado y calor, hasta que no se generen humos amarillos, reflejo de que todavía hay una reacción redox presente.

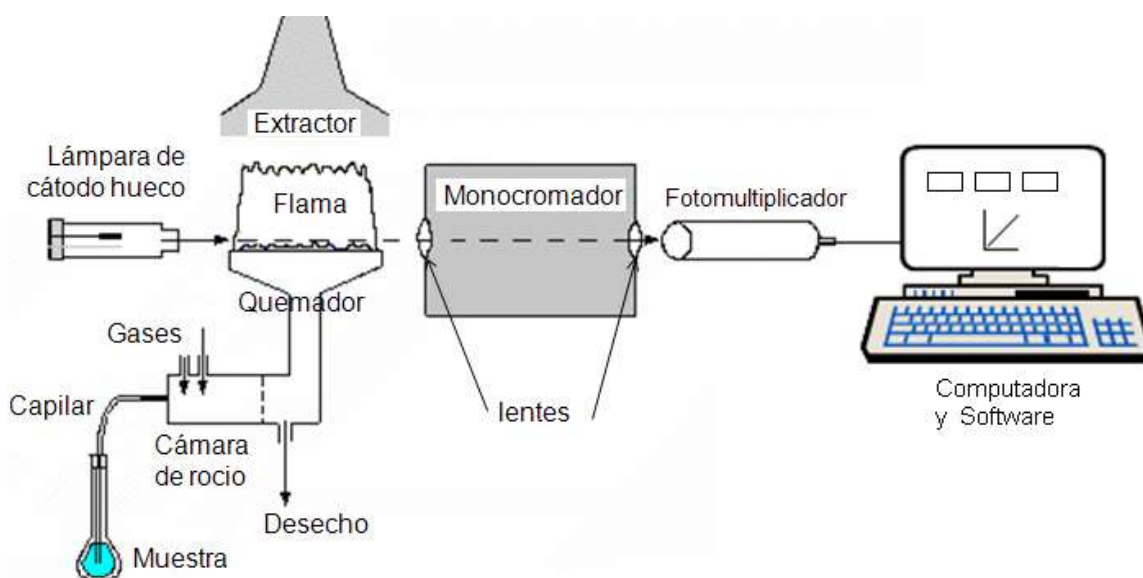


Figura 1. Esquema de un espectrofotómetro de absorción atómica con flama (EAA-F)

III. Actividades previas a la práctica

El cuestionario previo se transcribe y se resuelve en la bitácora.

1. ¿Qué tipo de sustancias pueden ser determinadas por EAA? (1.0 punto)
2. Explicar el fundamento fisicoquímico de la técnica de EAA. (2.0 puntos)
3. Describir brevemente los procesos involucrados para lograr la atomización por flama de un analito. (2.0 puntos)
4. ¿Qué mezclas de gases pueden ser utilizadas por EAA-Flama y qué función tiene cada gas? (1.5 puntos)

5. ¿Qué tipo de propiedad se utiliza para efectuar la cuantificación? (1.5 puntos)
6. Cálculo de la preparación de 25 ml de Cu(II) a 40 ppm, a partir de reactivo analítico (nitrato de cobre) del cálculo de la concentración de la solución ácida y de la concentración teórica de cobre en la solución problema del jarabe. (2.0 puntos)

IV. Equipos, reactivos y materiales

MATERIAL	REACTIVOS	EQUIPOS
1 piseta y 1 espátula	Ácido nítrico R.A.	1 parrilla con agitador magnético con barra
1 probeta de 100 mL	 Corrosivo Tóxico	Espectrofotómetro de absorción atómica con flama
1 pipeta graduada de 5 mL		
6 tubos de ensaye con gradilla	Nitrato de cobre  Irritante	
2 vasos de precipitados de 50 mL		
2 matraces aforados de 25 mL		
2 matraces aforados de 10 mL		
1 pipeta volumétrica de 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 mL	Jarabe Vitaveran Fólico	

V. Procedimiento experimental

1. Preparación de soluciones

Solución ácida. Colocar aproximadamente 30 mL de agua destilada en una probeta de 100 mL y adicionar, poco a poco, 4 mL de ácido nítrico concentrado R.A., llevar a 100 mL con agua destilada.

Solución estándar de Cu. Se mide 1 mL de una solución *stock* de Cu elemental en 1 000 con pipeta volumétrica y se afora a 25 mL con solución ácida.

Solución problema de Cu. Medir 1 mL del jarabe (Vitaveran Fólico), agregar, con mucho cuidado, 2 mL de ácido nítrico concentrado, mezclando con agitación magnética y con calentamiento en parrilla a 100 °C* (colocarla dentro de la campana de extracción), para eliminar el azúcar contenido mediante su oxidación, hasta que no se generen humos amarillos. Enfriar y aforar a 10 mL con solución ácida. (Solución problema). Verter a un tubo de ensaye y etiquetar.

*No sobrepasar la temperatura y tener paciencia hasta que la solución quede lo más transparente posible.

2. Preparación de sistemas

Para construir la curva de calibración, se preparan los siguientes sistemas, a partir de la solución estándar de Cu. Cada dilución se prepara tomando el volumen indicado en la tabla 1 y aforando a 10 mililitros.

Tabla 1. Preparación de sistemas para medición

Sistema	0 Blanco	1	2	3	4	5	6
Sol. ácida (mL)	3	3	3	3	3	3	3
Sol. Stock Cu (mL) 40 ppm	0	0.5	1	2	3	4	0
Sol. problema (mL)	0	0	0	0	0	0	6
Aforo con agua destilada	10 mL						

R- 4
Reunir los residuos de
todos los sistemas (0-6)
y el problema

3. Obtención de resultados

a) Optimizar las condiciones de medición en el equipo (EAA-FI)

Siguiendo el programa que controla el equipo, revisar que estén las siguientes condiciones: muestreo manual, mezcla de gases = acetileno / aire, señal absorbancia, posición correcta de la lámpara, longitud de onda (λ) 324.8 nm, ancho de banda = 0.7, voltaje de la lámpara = 30 μ A, etcétera.

b) Optimización de la lámpara de cátodo hueco

El procedimiento se realizará siguiendo las indicaciones del profesor para alinear la lámpara de cátodo hueco hacia el monocromador y la posición del quemador.

c) Medición de la absorbancia

Considerando las indicaciones del programa de trabajo del equipo, primero se emplea agua destilada y después el blanco reactivo (sistema blanco) para calibrar

la señal a cero. Después, se solicitan las soluciones estándar, de la más diluida a la más concentrada, anotar la lectura promedio de las tres mediciones que realiza (Tabla 2) y graficar los resultados que se van obteniendo (Figura 2). Medir, por último, la absorbancia del sistema 6 y verificar que se encuentre dentro de los primeros cinco sistemas (curva de calibración) o que modifique dicho sistema hasta que así sea.

VI. Tablas de resultados experimentales

Tabla 2. Resultados experimentales obtenidos

Sistema	Cu (ppm) estándar	Abs. medida
1		
2		
3		
4		
5		
6		

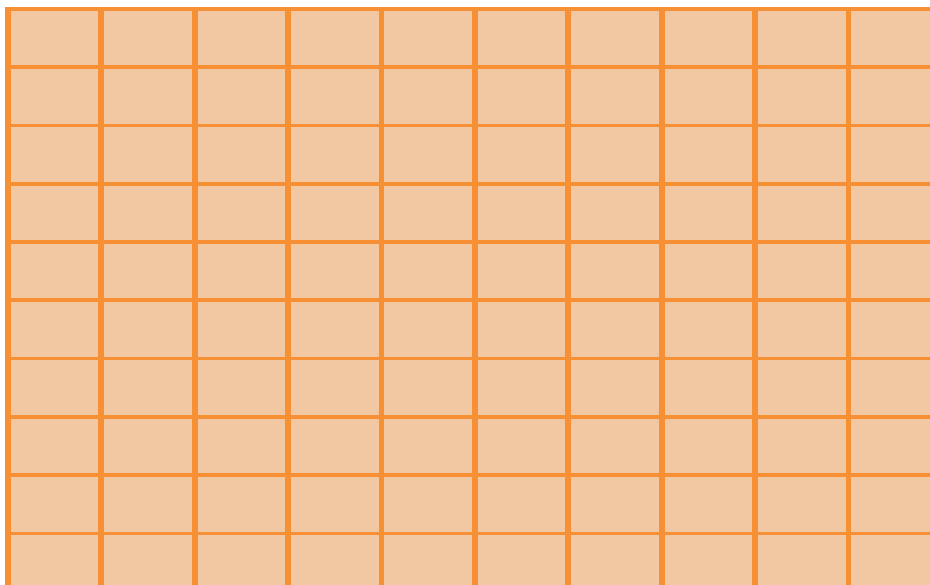


Figura 2. Absorbancia en función de la concentración de cobre

VII. Instrucciones para el informe de trabajo

Los puntos mínimos a evaluarse son:

1. Los objetivos particulares de la práctica y una breve introducción al tema que incluya propiedades farmacéuticas del Cu. (1.0 punto)
2. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas y el desglose del procedimiento de cada actividad (puede incluir dibujos). *Describir perfectamente el procedimiento de preparación de la muestra problema.* (1.0 punto)
3. Tablas de resultados, observaciones. (1.0 punto)
4. Elaborar gráficos de:
 - Curva de calibración $A = f([M]_{Cu})$
 - Curva de calibración $A = f(ppm_{Cu})$

Discusión de las diferencias entre estos y de los resultados en general. (2.0 puntos)

5. Establecer las ecuaciones que relacionan cada una de las variables en su gráfico correspondiente, indicando el valor de la pendiente y de la ordenada de origen en cada ecuación, mencionando sus unidades. Indicar la constante de proporcionalidad. (1.5 puntos)
6. Los cálculos correspondientes para la determinación de los mg de Cu / 100 mL de jarabe, comparando sobre el contenido del membrete del producto analizado (utilizando las dos curvas realizadas). (2.5 puntos)
7. Conclusiones con base en los objetivos. (1.0 punto)

VIII. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

La inhalación de vapores de ácido nítrico y sus productos de reacción producen trastornos en las vías respiratorias; usarlo siempre en la campana extractora.

La solución ácida sobrante de todo el grupo, se debe mezclar y guardar bien etiquetada, indicando la fecha de preparación y la concentración aproximada en un frasco de vidrio.

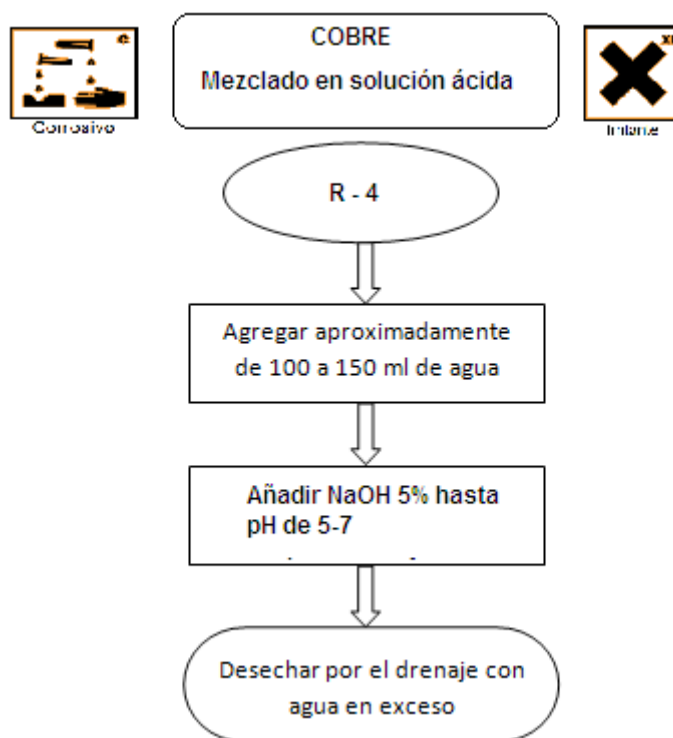


Figura 3. Diagrama ecológico para el manejo de residuos

PRÁCTICA 4

Determinación de clorhidrato de fenilefrina por HPLC

I. Objetivos

- Conocer los componentes básicos del cromatógrafo de líquidos de alta resolución (HPLC, por sus siglas en inglés), así como su manejo y cuidados.
- Conocer un cromatograma y sus usos para análisis cualitativo y cuantitativo.
- Interpretar y relacionar variables a utilizar para efectuar el cálculo de contenido de clorhidrato de fenilefrina por una curva de calibración en productos comerciales.

II. Introducción

La cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC) es la técnica de separación más ampliamente utilizada en la industria, debido a su sensibilidad. Su fácil adaptación a determinaciones cuantitativas es idónea para sustancias no volátiles o termolábiles de aplicación en la industria, en muchos campos de la ciencia y para la sociedad en general.

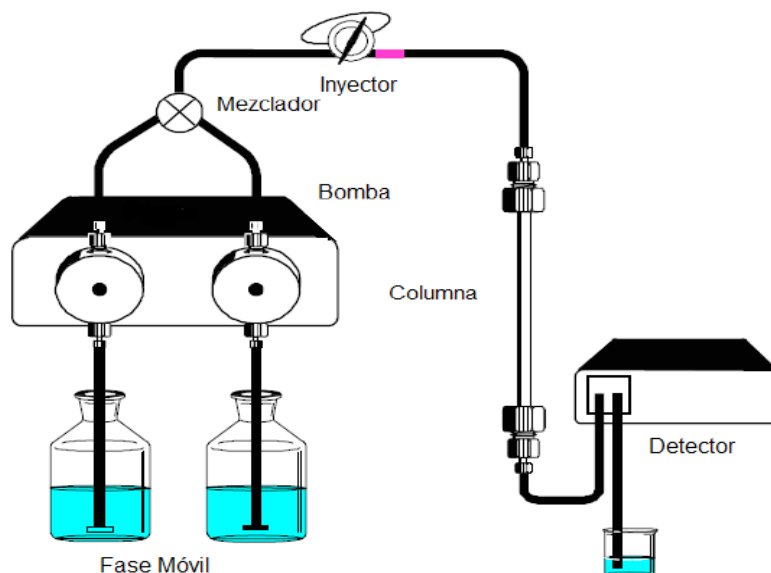
En la cromatografía de líquidos de alta resolución, se ponen en contacto dos fases no miscibles, una móvil y la otra estacionaria. Una muestra que se introduce en la fase móvil es transportada a lo largo de la columna que contiene a la fase estacionaria distribuida. Los componentes separados emergen en orden creciente de interacciones con la fase estacionaria. La migración depende de la solubilidad de los solutos en fase móvil o estacionaria.

Los métodos de evaluación para las determinaciones cuantitativas por medio de HPLC son variados. Entre ellos, tenemos: 1) la calibración con estándares, 2) la utilización de un estándar interno y la normalización del área.

Sin lugar a duda, la calibración con estándares es el método más utilizado en HPLC. Consiste en la preparación de estándares de concentración semejantes a la del analito en la muestra y en el ensayo cromatográfico en las mismas condiciones operativas, utilizando para ello la curva de calibración.

En HPLC, el éxito de la separación para un compuesto dado depende de las condiciones de operación como son: tipo y longitud de columna, proporción y tipo de fase móvil, velocidad de flujo de la fase móvil, etcétera.

Componentes básicos que integran un equipo de HPLC:



III. Actividades previas a la práctica

El cuestionario previo se resuelve en la bitácora.

1. Explicar el fundamento de la cromatografía de líquidos de alta resolución. (1.5 puntos)
2. Mencionar los métodos de cuantificación más utilizados en HPLC. (2 puntos)
3. Mencionar las ventajas y desventajas de la cromatografía de líquidos. (1.5 puntos)
4. Describir los parámetros característicos de un cromatograma. (3 puntos)
5. Efectuar los cálculos de la concentración de soluciones de trabajo, considerando también la preparación de su muestra problema. (2 puntos)

IV. Equipos, reactivos y materiales

Equipo y material	Reactivos y símbolo de peligrosidad
Cromatógrafo de líquidos de alta resolución HPLC	metanol grado HPLC   Muy tóxico
Balanza analítica 1 agitador magnético con barra	trietanolamina  
3 matraces aforados de 25 mL 1 probeta de 500 mL (solo si prepara la fase móvil) 1 espátula y 1 piseta	ácido acético 
6 matraces aforados de 25 mL 2 vasos de precipitados de 50 mL	fenilefrina estándar 
1 pipeta volumétrica de 1, 2, 3, 4, 5 mL	
1 pipeta graduada de 5 mL	
1 micropipeta	

V. Procedimiento experimental

1. Preparación de soluciones

Fase móvil [ácido acético-trietanoamina-H₂O (1.5:0.5:98)]

En una probeta, se mezclan aproximadamente 300 mL de agua desionizada con 6 mL de ácido acético reactivo analítico, 2 mL de trietanolamina reactivo analítico y se lleva a 400 mL con agua desionizada.

Se filtra al vacío a través de una membrana con diámetro de poro de 0.45 mm.

Se coloca en un frasco perfectamente limpio y se lleva al ultrasonido aproximadamente 15 minutos.

Solución estándar

En un vaso de precipitados de 50 mL, se pesan, con balanza analítica, 20 mg del estándar de fenilefrina, se disuelve en aproximadamente 15 mL de agua desionizada con agitación y se afora a 25 mL con fase móvil (Sol. A).

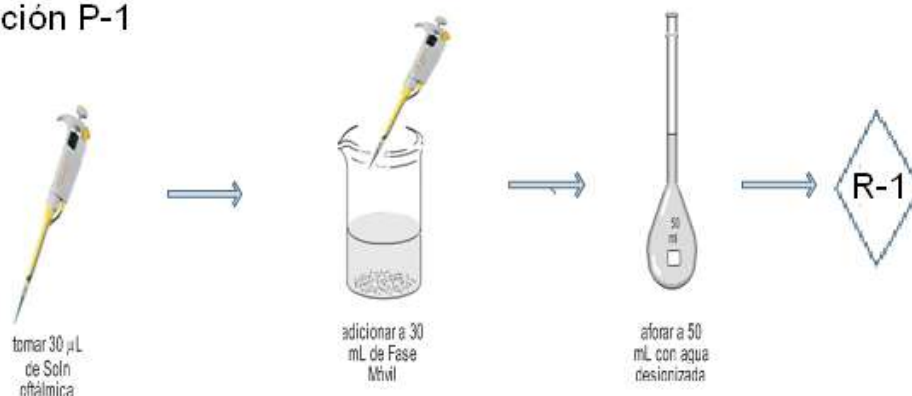
De la Sol. A se toma una alícuota, con pipeta volumétrica, de 2 mL llevando a un aforo de 25 mL con agua desionizada (Sol. *stock*).

Solución problema

Solución oftálmica

Se toma una alícuota de 10 μL de la solución oftálmica*, se adicionan a aproximadamente 5 mL de fase móvil y se afora a 10 mL con agua desionizada (Sol. P_1).

Solución P-1



*de acuerdo con el marbete: 10 g de fenilefrina / 100 mL de solución.

Tabletas

Pesar 5 tabletas y obtener el peso promedio por tableta (anotarlo).

Triturar 2 tabletas y pesar la cantidad de polvo equivalente a 1 mg* de fenilefrina.

Disolver muy bien el polvo en aproximadamente 5 mL de fase móvil.

Aforar a 10 mL, con agua desionizada, filtrar para eliminar los excipientes que hayan quedado sin disolver. El filtrado es la Sol. P_2 .

*De acuerdo con el marbete del medicamento.

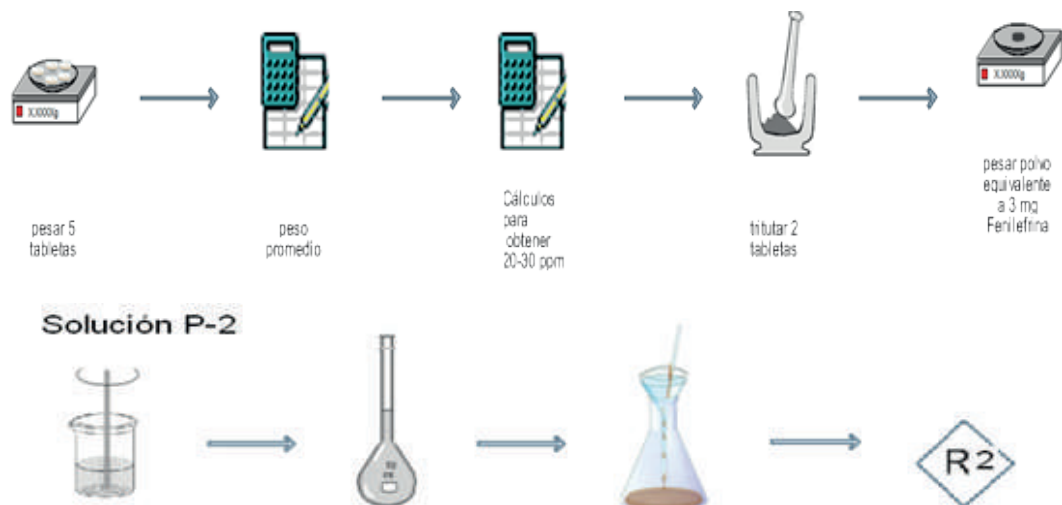


Tabla 1. Preparación de sistemas para la curva de calibración

Sistemas	1	2	3	4	5	6	7
Sol. stock	1	2	3	4	5	0	0
Sol. P (1)	0	0	0	0	0	3	0
Sol. P (2)	0	0	0	0	0	0	3
Aforo a mL con agua desionizada	10	10	10	10	10	10	10

Trasvasar los sistemas debidamente etiquetados a frascos de plástico de aproximadamente 20 mL y colocar las soluciones en el ultrasonido aproximadamente 5 minutos.

R- 5
Reunir los residuos de todos los sistemas (0-7) y los problemas P (1) y P (2)

Tabla 2. Condiciones de la instrumentación para la corrida cromatográfica

Tipo de columna	Flujo de fase móvil	Detector	Longitud de onda	Volumen de inyección
C-18	0.6 mL/min	UV/VIS	272 nm	20 µL

Se obtienen con atenuación = 6

A) Fijar el flujo de la fase móvil de la bomba.

B) Ajustar la longitud de onda del detector.

- C) Dejar fluir la fase móvil por la columna durante 15 minutos para asegurar que no esté contaminada la columna.
- D) Inyectar 20 μL de las soluciones estándar, iniciando con la menos concentrada.
- E) Finalizar con la inyección de las soluciones problema.
- F) Después de la última inyección, lavar la columna con una fase móvil de Metanol/Agua (50:50).



R- 6

VI. Tabla de resultados experimentales

Llenar la siguiente tabla con los resultados obtenidos del cromatograma obtenido o, en su caso, efectuar el cálculo para cada una de las soluciones inyectadas.

Sistema	Concentración (ppm)	Tr (min)	W	Área	Altura de pico	N	AEPT
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							

Tr = Tiempo de retención. W = Ancho de pico a la base. N = Número de platos teóricos. AEPT = Altura equivalente de un plato teórico, ppm (partes por millón)

VII. Instrucciones para el informe de trabajo

Puntos mínimos a evaluar

1. Formato completo (1punto):
 - Objetivos particulares de la práctica y una breve introducción.
 - Diagrama de flujo detallado con las actividades de la práctica.
2. Cálculo de las concentraciones obtenidas para cada sistema estándar, indicando las unidades utilizadas. (1 punto)
3. Curva de calibración de fenilefrina (área vs concentración (ppm)). (1 punto)
4. Curva de calibración (altura vs concentración (ppm)). (1 punto)

*Adjuntar copia de los cromatogramas que se obtienen.
5. Análisis de linealidad de ambas curvas de calibración. Ecuación que sigue la respuesta. (1 punto)
6. Calcular el Tr promedio, el número de platos teóricos promedio y la AEPT promedio (así como el intervalo de confianza para cada uno de ellos. (1 punto)
7. Calcular los mg de fenilefrina por tableta y por cada 100 mL de solución oftálmica y comparar con lo que especifica el marbete. (3 puntos)
8. Calcular el porcentaje en contenido, si se considera que debe estar entre 96 a 105 % ¿Es aceptable el resultado? (0.5 puntos)
9. Conclusiones de la práctica y referencias. (0.5 puntos)

VIII. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

Procurar generar y guardar la menor cantidad de residuos. Aquellas soluciones que puedan ser reutilizadas deben emplearse o bien ser desechadas adecuadamente.

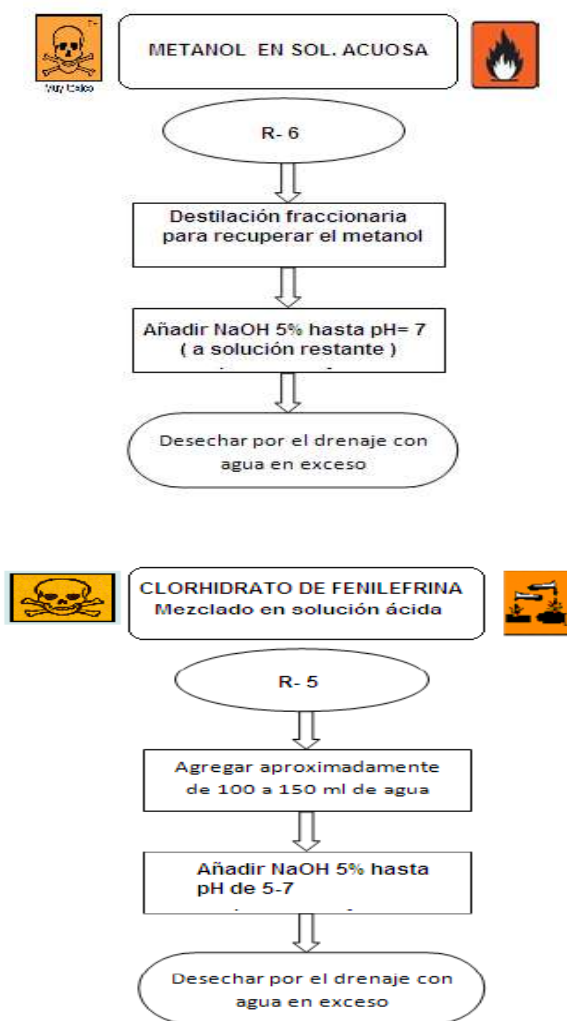


Figura 1. Diagrama ecológico para el manejo de residuos

PRÁCTICA 5

Determinación de alcohol etílico en enjuague bucal por cromatografía de gases

I. Objetivos

- Aplicar los conocimientos teóricos adquiridos para emplear el método de adición del estándar interno al realizar un análisis cuantitativo.
- Conocer e identificar las partes básicas del cromatógrafo de gases para capacitarse en su manejo con el fin de obtener resultados confiables.

II. Introducción

En cromatografía de gases (CG) la muestra se inyecta y volatiliza en la cabeza de una columna cromatográfica. La elución produce, por el flujo de una fase móvil, un gas inerte (no interacciona con las moléculas del analito) cuya única función es la de transportar el analito a través de la columna (fase estacionaria). Al pasar por la columna, los solutos son separados y eluyen hacia el detector, cuya respuesta se visualiza en un integrador o una computadora.

Los estándares internos tienen su máxima utilidad cuando hay pérdidas inevitables de la muestra; por ejemplo, durante una inyección manual en CG. Si se agrega un estándar interno a una mezcla antes de cualquier pérdida, la fracción de estándar que se pierde es la misma que la fracción de la muestra que se pierde y el cociente (C_{mta}/C_{std}) permanece constante.

Para ser utilizado como estándar interno (EI), un compuesto debe reunir los siguientes requisitos: a) que el pico de respuesta esté cercano, pero resuelto de los componentes a determinar, b) que sea estable y químicamente inerte, c) tener estructura similar al componente a determinar, d) no estar presente en la muestra original, y e) tener alto grado de pureza.

Los enjuagues bucales llevan la finalidad primordial de corregir el mal aliento y tornarlo agradable. Para ello, deben controlar el desarrollo bacteriano y dejar la boca agradablemente fresca, por eso integran etanol en su composición .

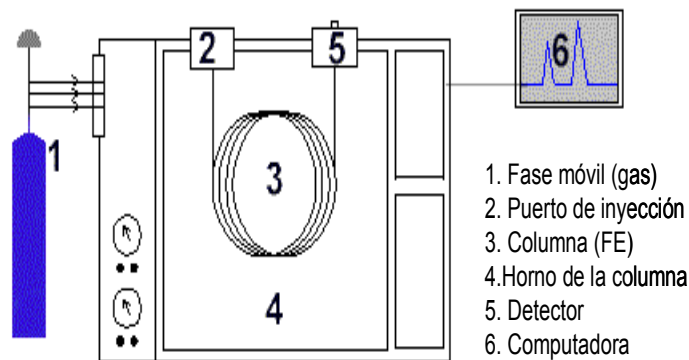


Figura 1. Esquema de un cromatógrafo de gases

III. Actividades previas a la práctica

El cuestionario previo se transcribe y se resuelve en la bitácora.

1. ¿Cuál es el fundamento de la CG (gas – líquido y gas – sólido)? (2 puntos)
2. ¿Qué tipo de sustancias se pueden determinar por medio de esta técnica? (1.5 puntos)
3. ¿Qué tipo de compuestos se emplean como fase estacionaria? (1.5 puntos)
4. Mencionar los componentes básicos de un cromatógrafo de gases y explique brevemente la función de cada uno de ellos. (3 puntos)
5. Efectuar el cálculo de la concentración (% v/v) de las soluciones a preparar en la práctica. (2 puntos)

IV. Equipos, reactivos y materiales

REACTIVOS	MATERIAL	EQUIPOS
Alcohol etílico 	6 tubos de ensaye de volumen pequeño con gradilla	Cromatógrafo de gases con detector de ionización de flama
	4 vasos de precipitado de 50 mL 1 piseta	
Alcohol propílico 	1 jeringa para CG de 10 uL	
	1 micropipeta de 100 a 1000 uL	

V. Procedimiento experimental

1. Preparación de soluciones

Solución estándar externo. Tomar 200 uL de etanol y adicionar 800 uL de agua destilada en un tubo de ensaye (Sol. 1).



Solución estándar interno. Tomar 100 uL de n-propanol, colocarlos en un tubo de ensaye y adicionar 900 uL de agua destilada (Sol. 2).



Mezcla de estándares. Colocar en un tubo de ensaye 100 uL de la Sol. 1 y 100 uL de la Sol. 2 y adicionar 800 uL de agua destilada.



Solución problema. Colocar en un tubo de ensaye 100 uL de la Sol. 2 y 100 uL del enjuague bucal y adicionar 800 uL de agua destilada.



2. Obtención de resultados

- Conectar y verificar las conexiones eléctricas del equipo.
- Abrir las válvulas de los tanques de gas (nitrógeno e hidrógeno) y las llaves de paso.
- Encender el equipo y dejarlo calentar.

a) Seleccionar las condiciones de medición en el equipo (CG-FID)

Siguiendo la pantalla y el programa que controla el equipo, revisar que estén las siguientes condiciones.

Tabla 1. Parámetros a emplear para la separación de alcoholes por CG-FID

PARÁMETRO	CONDICIONES
Columna	DB-wax 30 m Megabore
Gas acarreador	Nitrógeno, a 5 psi
Presión de aire	7 psi
Presión de hidrógeno	20 psi
Temperatura del inyector	200 °C
Temperatura del detector	250 °C

- Encender el detector y verificar su encendido.

b) Obtención de los cromatogramas

- ◇ Inyectar 1.0 μL de la Sol. 1, esperar a que se registre el pico del alcohol. Hacer la inyección por duplicado.
- ◇ Inyectar 1.0 μL de la mezcla de estándares, esperar a que se registren los picos. Hacer la inyección por duplicado.
- ◇ Inyectar 1.0 μL de la Sol. problema y esperar a que se registren los picos de los alcoholes.

Una vez obtenidos los cromatogramas, anotar los datos promedio de cada inyección en la tabla 2.

NOTA:

Al terminar las inyecciones, llevar a cabo el proceso de lavado, que consiste en *dejar 10 minutos el flujo del gas de arrastre* y luego apagar el equipo y cerrar los gases.

VI. Tabla de resultados experimentales

Tabla 2. Resultados experimentales y procesamiento de los mismos

Inyección	Sol. 1	Mezclas estándares		Solución problema	
analito	etanol	etanol	propanol	etanol	propanol
Conc. % (v/v)					
Tiempo retención					
Área de pico					
Ancho de pico					
Platos teóricos					
Resolución					

Calcular los parámetros asociados con la separación (número de platos teóricos y resolución) a partir de los datos de tiempo de retención (T_r), ancho y área de pico.

VII. Instrucciones para el informe de trabajo

Los puntos mínimos a evaluarse son:

1. Los objetivos de la práctica y una breve introducción al tema, incluyendo las propiedades fisicoquímicas del alcohol etílico y su uso en enjuagues. (1 punto)
2. Un diagrama de flujo con las actividades desarrolladas y desglosar el procedimiento de cada actividad (pueden incluirse dibujos). (1 puntos)
3. Los gráficos de las corridas cromatográficas, estándares y muestra. (1 puntos)
4. Tabla completa con los resultados obtenidos y parámetros requeridos, referidos a la eficiencia de la separación (N y R). (1.5 puntos)
5. Los cálculos de la concentración de etanol en la muestra analizada, en % v/v, considerando el método utilizado. (3 puntos)

6. Investigar sobre el contenido de etanol en productos del tipo analizado y comparar con el resultado obtenido. (1 punto)
7. Análisis de resultados y conclusiones. (1 punto)
8. Referencias bibliográficas. (0.5 puntos)

Datos de los reactivos y de la columna para la práctica

Columna: DB-WAX 304

30 m x 0.32 mm DI, película 0.25 μm , fase estacionaria: columna tubular capilar de polietilen glycol (PEG). Polar

Temperatura mínima 20 $^{\circ}\text{C}$. Límite de máxima temperatura: 250 $^{\circ}\text{C}$.

Gases para el detector de ionización de flama (FID): Hidrógeno alta pureza - aire.



etanol, J. T. Baker, P.M. 46.0 g/mol,
99.85 % de pureza, densidad 0.79 g/ml,
punto de ebullición: 78.3 $^{\circ}\text{C}$



n-propanol J. T. Baker, P.M. 60.097 g/mol,
99.0 % de pureza, densidad 0.80 g/ml,
punto de ebullición: 97.2 $^{\circ}\text{C}$

VIII. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

Los remanentes de la solución se deben almacenar para su tratamiento posterior dado el poco volumen generado.



Figura 2. Diagrama ecológico para el manejo de residuos

PRÁCTICA 6

Determinación de hidroclorotiazida y captopril en un medicamento por electroforesis capilar

I. Objetivos

- Conocer la forma de calibración y manejo del instrumento de electroforesis capilar, para obtener resultados confiables en este tipo de instrumentos.
- Seleccionar las condiciones óptimas para la cuantificación de hidroclorotiazida y captopril en un medicamento por electroforesis capilar, usando el método de adición del estándar interno.
- Comparar el contenido encontrado experimentalmente, con el reportado en el marbete.

II. Introducción

La electroforesis capilar es una técnica analítica que permite la separación y, al mismo tiempo, la cuantificación de sustancias de interés de una forma rápida, barata y con muy poca generación de residuos tóxicos. Esta técnica se basa en las diferencias de movilidades de los analitos, generadas cuando están bajo la influencia de un campo eléctrico. Los analitos se encuentran en un medio conductor (electrolito soporte o buffer) y el campo eléctrico es generado en el medio conductor al aplicar una diferencia de potencial entre 2 electrodos situados cada uno en el extremo del tubo capilar. El potencial de corriente aplicado impulsa a los iones de la muestra a migrar hacia uno u otro de los electrodos: las moléculas con una carga neta negativa se desplazarán hacia el ánodo (electrodo positivo) y las moléculas con una carga neta positiva migrarán hacia el cátodo (electrodo negativo). Esta migración diferencial se expresa en la siguiente ecuación:

$$\mu_i = \frac{Q}{6\pi\eta r_i} = \frac{\text{carga}}{\text{masa}} \quad \text{Ec. 1}$$

Donde μ_i es la movilidad del ión, Q es la carga del ión, η es la viscosidad del buffer, r_i es el radio del ión con su esfera de solvatación y 6π se utiliza al considerar que las moléculas son esféricas. También podría decirse que los fundamentos de

la separación por electroforesis capilar se basan en las diferencias en la relación carga/masa entre los analitos, cuando están bajo un campo eléctrico, como lo confirma la Ec. 1. De esta forma, la movilidad que puede tener un ión en electroforesis capilar, puede ser positiva (cationes), negativa (aniones) o nula (cero) para moléculas neutras. La velocidad con la que los analitos lleguen al detector será diferente al lograr esta diferencia en movilidades como lo indica la siguiente ecuación:

$$v = \mu_i E$$

Ec. 2

Donde v es la velocidad del ión, μ_i es la movilidad del ión y E es el campo eléctrico generado en el buffer. De esta forma, podemos obtener gráficos de la señal vs tiempo llamados electroferogramas, donde el área bajo la curva del pico o la altura del pico son las propiedades que son proporcionales a la concentración de los analitos de interés y así podemos lograr cuantificarlos.

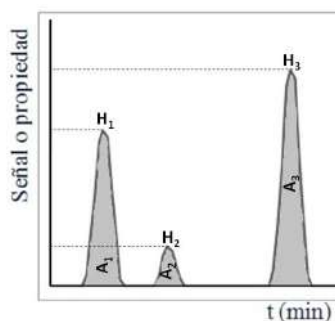


Figura 1. Muestra de un electroferograma y las señales proporcionales a la concentración

Los componentes básicos de un equipo de electroforesis capilar se muestran a continuación:

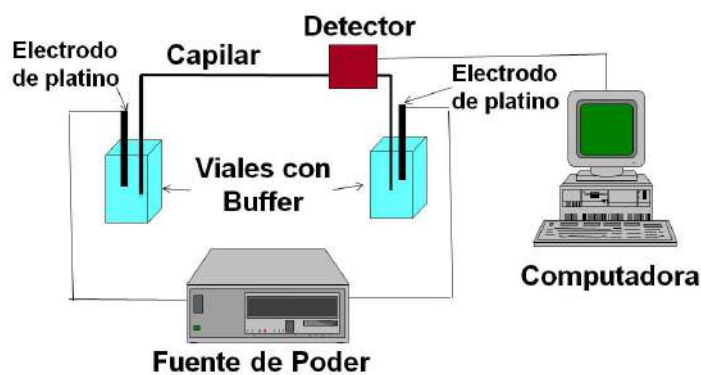


Figura 2. Componentes básicos de un equipo de electroforesis capilar (EC)

El tiempo de migración puede ser usado como herramienta de diagnóstico para determinar cualitativamente la presencia de una sustancia en la muestra, contrastando contra un estándar.

III. Actividades previas a la práctica

1. ¿Cuál es el fundamento de la electroforesis capilar? (2 puntos)
2. ¿Qué tipo de sustancias pueden separarse por EC? (1 punto)
3. Elaborar una lista de grupos funcionales ácidos o básicos (según Brønsted y Lowry) más frecuentes. (1 punto)
4. Anotar las estructuras y propiedades fisicoquímicas de hidroclorotiazida y captopril e identifique en las estructuras los grupos ácidos y básicos que contiene. (2 puntos)
5. Dar las partes básicas de un equipo de EC. (2 puntos)
6. Realizar cálculos de las concentraciones de las soluciones a preparar. (2 puntos)

IV. Equipos, reactivos y materiales

MATERIAL POR EQUIPO	MATERIAL POR GRUPO
1 matraz aforado de 100 mL	Equipo de electroforesis
1 matraz aforado de 50 mL	Balanza analítica
2 matraces aforados de 10 mL	Potenciómetro con electrodo de pH
1 embudo con papel filtro	1 matraz aforado de 100 mL
1 pipeta volumétrica de 3 mL	1 matraz aforado de 50 mL
1 pipeta volumétrica de 1 mL	1 matraz aforado de 25 mL
1 vaso de precipitado de 200 mL	2 pipeta volumétrica de 3 mL
1 espátula	1 pipeta volumétrica de 1 mL
1 mortero con pistilo	1 pipeta volumétrica de 1 mL
1 piseta con agua destilada	1 agitador magnético con barra

REACTIVOS	SÍMBOLO DE PELIGROSIDAD
Tetraborato de sodio	Estándar de hidroclorotiazida
Agua desionizada	Estándar de captopril
Metanol   Muy tóxico	Ácido bórico  Muy tóxico
Solución NaOH 0.1 M   Corrosivo Muy tóxico	Ácido salicílico  

V. Procedimiento experimental

1. Preparación de soluciones estándar

a) *Buffer de boratos, 50 mM, pH = 8.5 (buffer de separación)*. Pesar la cantidad equivalente de reactivo analítico de ácido bórico para tener una solución de 0.05 M, disolver en aproximadamente 60 mL, ajustar el pH a 8.5 con NaOH 0.1 M, y aforar a 100 mL con agua destilada.

b) *Soluciones estándar de hidroclorotiazida (HCT)*. Pesar 10 mg de reactivo estándar de hidroclorotiazida y disolver en 5 mL de metanol puro, asegurándose de disolver en su totalidad por agitación magnética durante 10 minutos, posteriormente, aforar a 100 mL con agua destilada.

R- 10

c) *Soluciones estándar de captopril*. Pesar y disolver 10 mg de reactivo estándar de captopril en 5 mL de metanol puro, asegurándose de disolver en su totalidad con agitación magnética por 10 min, posteriormente, aforar a 50 mL con agua destilada.

R- 10

d) *Soluciones estándar interno (EI) de ácido salicílico*. Pesar y disolver 10 mg de reactivo estándar de ácido salicílico en 15 mL de agua destilada y aforar a 25 mL con este mismo disolvente.

2. Preparación de soluciones problema

Muestra de medicamento

Pesar 6 tabletas de algún medicamento que contenga hidroclorotiazida, captopril o ambos y obtener el peso promedio, triturar y moler perfectamente al menos 3 tabletas. Y dependiendo de lo que se quiere cuantificar en el medicamento, ya sea hidroclorotiazida o captopril, se preparará una de las siguientes soluciones:

a) Solución problema de hidroclorotiazida. Pesar lo equivalente en polvo de tableta a 12 mg de hidroclorotiazida, disolver en 5 mL de metanol, asegurándose de su disolución total con agitación magnética por 10 min, adicionar 60 mL de agua destilada y agitar 5 min más. Finalmente, filtrar y aforar a 100 mL con agua destilada (Sol. A)



b) Solución problema de captopril. Pesar lo equivalente en polvo de tableta a 12 mg de captopril, disolver en 5 mL de metanol, asegurándose de su disolución total con agitación magnética por 10 min, adicionar 25 mL de agua destilada y agitar 5 min más. Finalmente, filtrar y aforar a 50 mL con agua destilada (Sol. B).



3. Preparación de soluciones para la determinación de los analitos de interés por el método de factor de respuesta

a) Preparación de la mezcla de estándares

Tabla 1. Volúmenes de la mezcla de estándares para la obtención del factor de respuesta

SOLUCIÓN A UTILIZAR	mL
Sol. STD de HCT*	4
Sol. STD de captopril**	4
Sol. EI (ácido salicílico)	0.5
Aforo con agua destilada	10

R- 9

*Preparada en la sección 1b, **preparada en el inciso 1c

Tabla 2. Volúmenes para preparación del sistema problema y conocer su concentración

SOLUCIÓN A UTILIZAR	mL
Sol. A y/o Sol. B***	4
Sol. E.I. (Ac. Salicílico)	0.5
Aforo con agua destilada	10

R- 9

*** Agregar las soluciones A y B mezcladas (por ejemplo, del equipo 1 y 2) si es que los medicamentos de origen contienen solamente captopril o hidroclorotiazida. De esta forma, en un solo sistema problema cuantificarán 2 equipos. Si el medicamento de origen es una mezcla de ambos, no hacer esta mezcla.

3. Mediciones en el equipo de electroforesis capilar

a) Condiciones de la columna capilar. Se deberá tener montado en un cartucho, un capilar de sílice fundido de 40 cm de largo total, 29.5 cm al detector y 50 μm de diámetro interno. Usando el *software* Karat, se deberá acondicionar previamente usando la opción del menú *Direct Control* y en la opción *pressure*, lavar el capilar con NaOH 0.1 M por 20 min a 20 psi, 3 min con agua desionizada a 20 psi y, finalmente, 10 min con el buffer de separación.

b) Condiciones del método. Abrir el método Captopril.met, ubicado en Mis Documentos Docencia, y se verá la ventana *time program*. Asegurarse de que en la primera pestaña de la izquierda esté fijada la temperatura de 25 °C; en la segunda

pestaña, la longitud de onda de 214 nm, y en la tercera pestaña, las órdenes, expresadas en la tabla 3.

Tabla 3. Condiciones de método en la opción *time program* del software Karat

Start	Status	Conditions	Inlet Vial	Outlet Vial	Comments
	Rinse	20 psi, 1.0 min	BI: C1	BO: A1	Forward
	Inject	0.5 psi, 0.5 s	SI: A1	BO: A1	Forward
0.0	Separate	30 kV, 5 min*	BI: D1	BO: D1	Ramp 0.17 min
0.0	Autozero				
5.0*	End				

*Si observas que obtienes las 3 señales de los analitos a un tiempo menor, puedes modificar disminuyendo el tiempo de separación.

BI = charola frontal izquierda, BO = charola frontal derecha, SI = charola posterior izquierda de las muestras. A1, C1, D1 = sitios de introducción de los viales.

c) *Medición de Sistemas*. Llena los viales con las soluciones preparadas en las tablas 1 y 2. Para medirlos, introdúcelos en el lugar SI: A1 y oprime el botón Start (en verde) del menú. De esta forma, obtendrás los electroferogramas de la mezcla de estándares y del problema. Después de la última inyección, lava el capilar con agua desionizada por 5 min para eliminar los restos de sales en el capilar.

VI. Tablas de resultados experimentales

Abre los electroferogramas obtenidos en el apartado 4c y usando el botón derecho, define los parámetros que quieres obtener. Analízalos con el botón *Analyze*. Con esos resultados, llena las siguientes tablas:

Tabla 4. Parámetros obtenidos de la medición de la solución mezcla de estándares, preparada en la tabla 1

Analito	t_{μ}	Área	Altura, h	N	Rs
STD HCT					
STD C					
E.I. (ácido salicílico)					

t_{μ} = tiempo de migración, N = eficiencia (o número de platos teóricos), Rs = resolución

Factor de respuesta obtenido de la mezcla de estándares _____

Tabla 5. Resultados de las corridas de soluciones problema de hidroclorotiazida y captopril

Analito	t_R	Área	w	N	R
Prob. HCT					
Prob. C					
E.I. (Acido Salicílico)					

Observaciones

VII. Instrucciones para el informe de trabajo

Debe contener al menos los siguientes puntos:

1. Objetivos particulares de la práctica y una breve introducción al tema, incluyendo propiedades farmacológicas de los principios activos.
2. Diagrama de flujo con las actividades realizadas durante la práctica y desglosar el procedimiento para cada actividad (describir perfectamente el procedimiento de preparación de las muestras problema). Anexar las tablas de registro obtenidas. (2 puntos)
3. ¿Cuál fue el orden de migración de los compuestos a las condiciones del análisis? Justificar la respuesta (utilizar las escalas de pH anexas). (2 puntos)
4. Calcular el contenido (mg) de los principios activos por tableta, comparar con el marbete y dar el porcentaje de contenido por dos vías: a) usando área como variable, y b) usando altura como variable (medir la distancia de la línea base hasta el máximo del pico). (3 puntos)
5. Calcular el número de platos teóricos y la resolución de las condiciones del análisis. (2 puntos)

6. Adjuntar copia de las corridas que se obtienen.

7. Conclusiones de la práctica y bibliografía. (1 punto)

Datos:

HCT P.M. = 297.74 g/mol

C = P.M. = 217.29 g/mol

HSal = P.M. = 138.12 g/mol

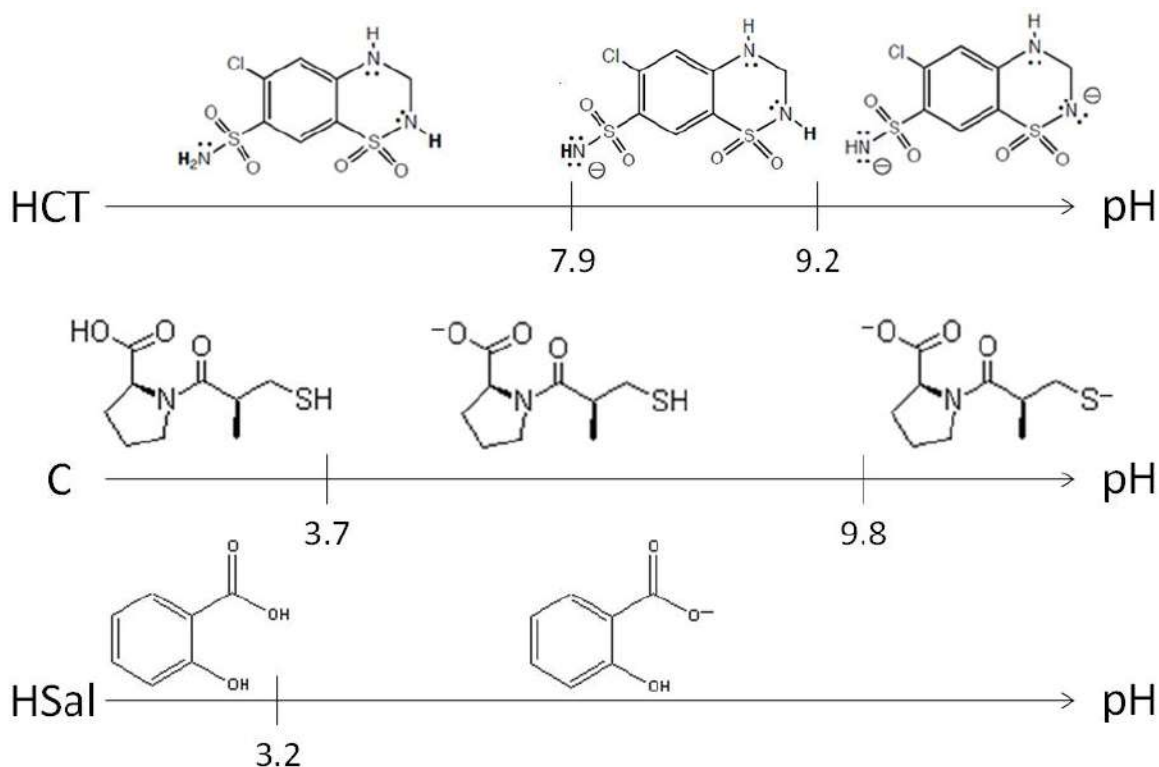


Figura 3. Escalas de zonas de predominio

Recuerda que utilizaste metanol (neutro) como cosolvente y, por lo tanto, observarás su señal al tiempo del flujo electroosmótico.

VIII. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

1. Los remanentes de las soluciones introducidas en los viales para su medición se pueden desechar en la tarja dada la mínima cantidad utilizada (menos de 1 mL cada vial).
2. Los remanentes de la solución de ácido salicílico se pueden desechar en la tarja, pues en medio acuoso se degradan rápidamente. Los residuos de buffer de boratos se neutralizan y se desechan en la tarja con abundante agua.

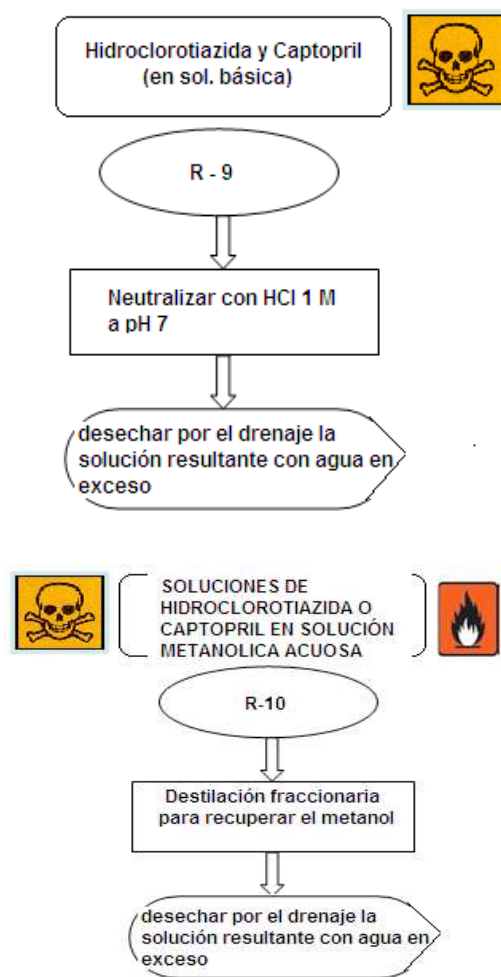


Figura 4. Diagrama ecológico para el manejo de residuos

PRÁCTICA 7

Determinación potenciométrica de hierro en muestras farmacéuticas (tabletas y jarabe)

I. Objetivos

- Efectuar la cuantificación de FeSO_4 en muestras de uso farmacéutico por medio de una curva de valoración potenciométrica.
- Aplicar los conocimientos teóricos adquiridos para efectuar la identificación de las partes básicas del potenciómetro para reconocer su manejo adecuado con el fin de obtener resultados confiables.

II. Introducción

El método de titulación potenciométrica consiste en medir el potencial (voltaje) en una solución por medio de un electrodo como función de volumen de agente titulante. El potencial que se mide se puede transformar a unidades de concentración de una especie en solución. La ventaja de medir el potencial es que se mide por medio de un electrodo que es selectivo a la especie o analito que se quiere determinar. Por lo tanto, el voltaje que se mide en la solución es representativo de la concentración de la especie en solución. Este alto grado de selectividad (señal analítica que puede mostrar un pequeño grupo de analitos en una solución que contiene múltiples especies químicas) se debe a la propiedad física del electrodo con que se mide el voltaje. La medida del potencial se puede emplear para poner de manifiesto el punto final en reacciones ácido-base, redox, precipitación y formación de complejos; para ello se selecciona el electrodo indicador adecuado y un electrodo de referencia que cierra la celda.

Para determinar el punto final se pueden utilizar varios métodos; el más directo se basa en representar el potencial en función del volumen de valorante. Otro procedimiento más exacto consiste en representar el $(\Delta E / \Delta V)$.

En esta práctica, el hierro presente en las muestras se disuelve en ácido, se valora con dicromato de potasio y las variaciones del potencial durante el proceso se siguen con un potenciómetro, para obtener una gráfica de $E = f(\text{mL de valorante})$ mediante la cual se determinará el volumen gastado para llegar al punto de equivalencia y así poder cuantificar el contenido de hierro.

El grado en que ocurre la reacción (y por tanto, el cambio de pendiente en el punto de equivalencia) depende de la constante condicional de formación, el efecto del pH en la titulación es un parámetro a considerar en el amortiguamiento del medio de reacción.

III. Actividades previas a la práctica

1. Efectuar los cálculos para preparar 100 mL de una solución de $K_2Cr_2O_7$ 0.01 M y describir la preparación experimental. (2 puntos)
2. Buscar en referencias bibliográficas las características de un reactivo para emplearse como valorante. (2 puntos)
3. Anotar las especificaciones de los reactivos que empleará durante la sesión experimental. (2 puntos)

Nombre del reactivo	Marca	Fórmula y peso molecular	Ensayo o pureza	Densidad

4. Dibujar el montaje experimental de la sesión experimental, y nombrar las partes que lo componen. (2 puntos)
5. Describir cómo se determina el volumen del punto de equivalencia, usando el método de las tangentes. (2 puntos)

IV. Equipos, reactivos y materiales

MATERIAL	REACTIVOS	EQUIPOS
1 piseta	Ácido fosfórico R.A.  Corrosivo Tóxico	1 parrilla con agitador magnético
2 copas tequileras		Potenciómetro con electrodo de platino y de calomel (o combinado)
1 pipeta graduada de 5 mL		
1 bureta de 25 mL		
1 pipeta volumétrica de 2.10 mL		
1 probeta de 25 mL		
2 vasos de precipitados de 50 mL	Ácido nítrico R.A.  Corrosivo Tóxico	
1 soporte universal completo		
	Dicromato de potasio R.A.  Corrosivo Peligroso para el medio ambiente Nocivo Muy tóxico Oxidante	
	Tabletas y jarabe que contengan sulfato ferroso	

V. Procedimiento experimental

1. Preparación de soluciones

Solución ácida. En una probeta de 25 mL, se coloca un poco de agua destilada y se agregan 2 mL de ácido fosfórico concentrado y se lleva al volumen con agua destilada.



Solución problema. Siga el procedimiento de acuerdo con la muestra.

Tabletas. Se pesan tres tabletas y se obtiene el peso promedio, se muelen y se pesa el equivalente a 25 mg de sulfato ferroso en un vaso de precipitados y se agregan 10 mL de solución ácida con agitación.



R- 12

Jarabe. Se coloca el equivalente a 25 mg de sulfato ferroso en un vaso de precipitado y se agregan con mucho cuidado 2 mL de ácido nítrico concentrado, mezclando con agitación magnética y con calentamiento en parrilla a 100°C (colocarla dentro de la campana de extracción), para eliminar el azúcar contenido mediante su oxidación. Adicionar otros 2 mL de ácido nítrico y calentar, repetir hasta que no se generen humos amarillos con la adición del ácido. Enfriar y agregar 10 mL de solución ácida (ácido fosfórico).



R- 12

2. Valoración potenciométrica

Efectuar el montaje del potenciómetro, calibrando previamente. Llenar la bureta con el valorante (dicromato de potasio), comenzar la titulación agregando 0.5 mL consecutivamente.



R- 11

3. Obtención de resultados

a) Registrar el valor del potencial experimental en la tabla 1 y representarlos en la figura 1 para cada volumen de $K_2Cr_2O_7$ 0.01 M, para la valoración de las tabletas, corrigiendo respecto al potencial del electrodo de calomel.

b) Registrar el valor del potencial experimental en la tabla 2 y representarlos en la figura 2 para cada volumen de $K_2Cr_2O_7$ 0.01 M, para la valoración del jarabe, corrigiendo respecto al potencial del electrodo de calomel.

VI. Resultados experimentales

Tabla 1. Datos experimentales de la valoración potenciométrica del Fe(II) en las tabletas

Volumen $K_2Cr_2O_7$ (mL)	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5	5.0	5.5	6.0
E'_{ECS} (mV)													
E'_{ENH} (mV)													

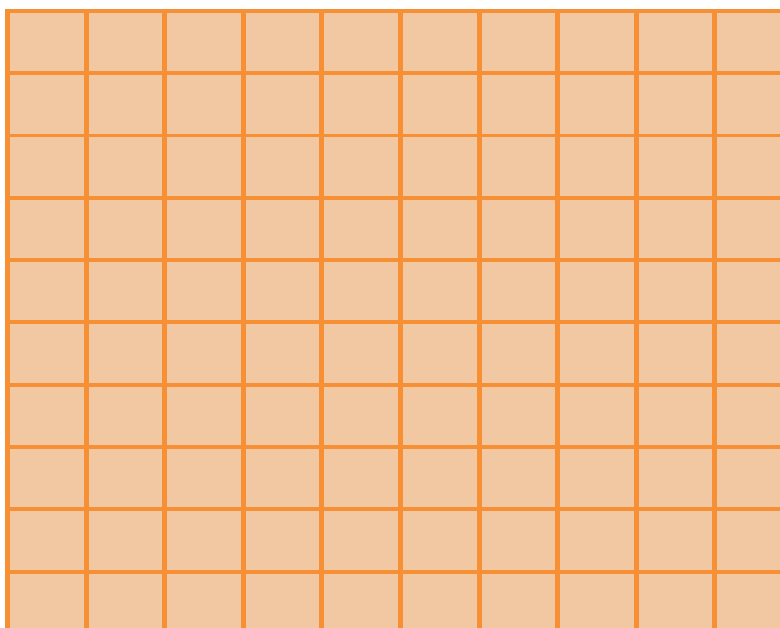


Figura 1. Curva de valoración potenciométrica

Tabla 2. Datos experimentales de la valoración potenciométrica del Fe(II) en jarabe

Volumen $K_2Cr_2O_7$ (mL)	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5	5.0	5.5	6.0
E'_{ECS} (mV)													
E'_{ENH} (mV)													

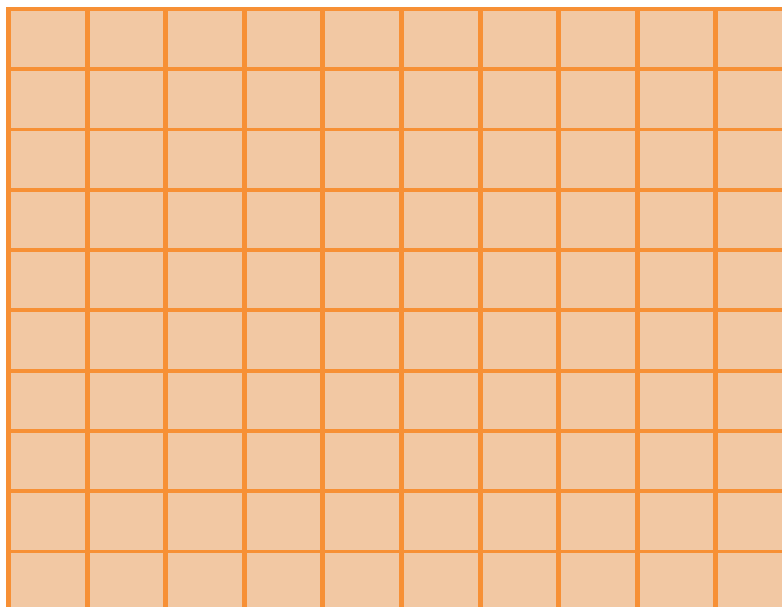


Figura 2. Curva de valoración potenciométrica

VII. Instrucciones para el informe de trabajo

El informe de trabajo debe incluir:

1. Objetivos particulares, introducción, procedimiento experimental (diagrama de flujo, dibujos, etc.), resultados experimentales, análisis de resultados, observaciones, conclusiones y referencias bibliográficas. (1 punto)
2. Una tabla con volumen y cantidad de muestra analizada/Molaridad del $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ /volumen del $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ gastado para el punto de equivalencia. Colocarla en el análisis de resultados. (1 punto)
3. Calcular el pH y pPO_4' en el sistema de valoración. (1 punto)
4. Plantear el equilibrio representativo de la reacción de valoración, utilizando los diagramas anexos. (1 punto)
5. Realizar los gráficos $E = f(\text{vol. } \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-})$ y determinar el volumen de punto de equivalencia para cada valoración, así como el gráfico $\Delta E / \Delta V$. (1.5 puntos)
6. Estimar el valor del $E^{0'}$ del par Fe(II)/Fe(III) y calcular el valor de la Keq' experimental (en cualquiera de los dos gráficos). (1 punto)

7. Efectuar el cálculo de los mg de FeSO_4 / tableta, y los mg de FeSO_4 / 100 mL de jarabe, contrastando con lo referido en el membrete de cada uno de los productos analizados. (2.5 puntos)

8. Conclusiones con base en los objetivos. (1 punto)

9. Referencias utilizadas.

Datos:

H_3PO_4 pKa's = 2.2 , 7.2 , 12.3

Complejos de Fe(II)

$\text{Fe}(\text{OH})_n^+ \text{Log } \beta_1 = 4.5$

$\text{Fe}^{2+} + \text{H}_2\text{PO}_4^- \rightarrow \text{FeH}_2\text{PO}_4^+ \text{ log K} = 2.7$

$\text{Fe}^{2+} + \text{HPO}_4^{2-} \rightarrow \text{FeHPO}_4 \text{ log K} = 3.6$

Complejos de Fe(III)

$\text{Fe}(\text{OH})_n^{3-n} \text{Log } \beta_1 = 11.0 , \text{ Log } \beta_2 = 21.7$

$\text{Fe}^{3+} + \text{H}_2\text{PO}_4^- \rightarrow \text{FeH}_2\text{PO}_4^{2+} \text{ log K} = 3.47$

$\text{Fe}^{3+} + \text{HPO}_4^{2-} \rightarrow \text{FeHPO}_4^+ \text{ log K} = 8.3$

Complejos de Cr(III)

$\text{Cr}(\text{OH})_n^{3-n} \text{Log } \beta_1 = 10.2, \text{ Log } \beta_2 = 18.3$

$\text{Cr}^{3+} + \text{H}_2\text{PO}_4^- \rightarrow \text{CrH}_2\text{PO}_4^{2+} \text{ log K} = 2.56$

$\text{Cr}(\text{OH})_3 \downarrow \text{pKs} = 30.3$

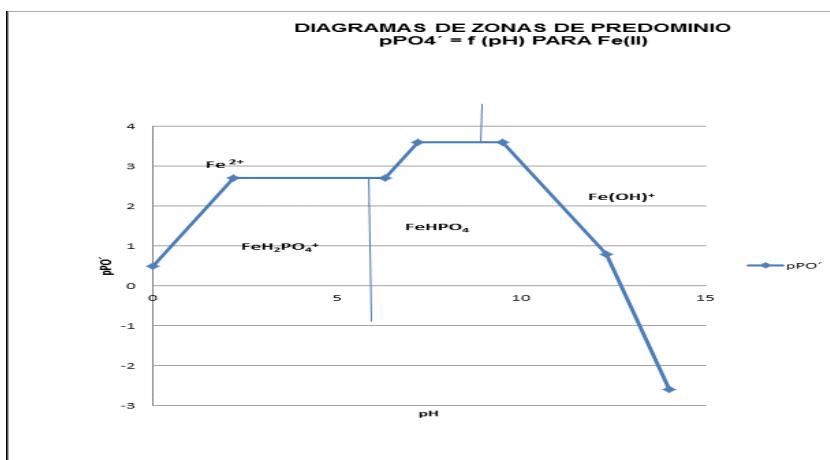


Figura 3. Diagramas de zonas de predominio $\text{pPO}_4' = f(\text{pH})$ para Fe(II)

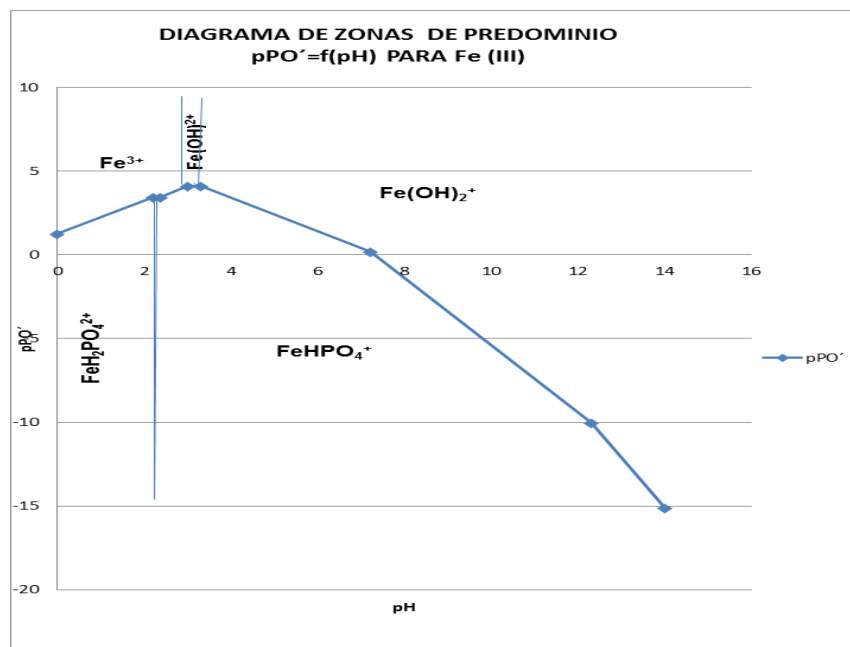


Figura 4. Diagramas de zonas de predominio $p\text{PO}' = f(\text{pH})$ para Fe(III)

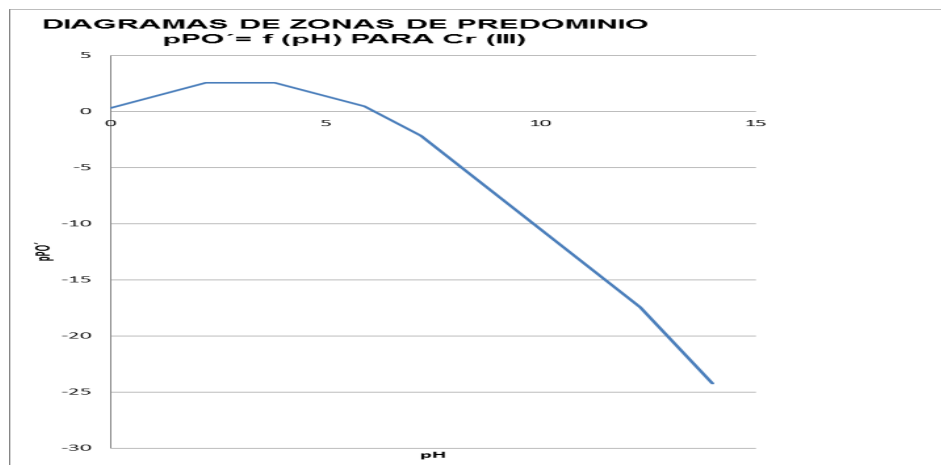


Figura 5. Diagramas de zonas de predominio $p\text{PO}' = f(\text{pH})$ para Cr(III)

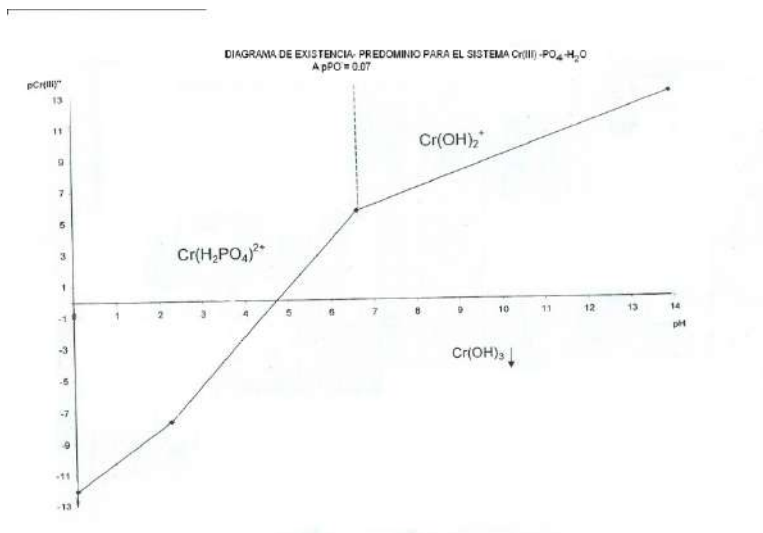


Figura 6. Diagrama de existencia-predominio para el sistema Cr(III) -PO₄ -H₂O

VIII. Orientaciones para el tratamiento y disposición de residuos

Se deberá disponer de un frasco debidamente etiquetado como residuos de K₂Cr₂O₇ y deberá mantenerse bien tapado, alejado de materiales combustibles y protegidos de calor, daño físico y flamas y en lugares secos.

El tratamiento posterior se realizará como sigue:

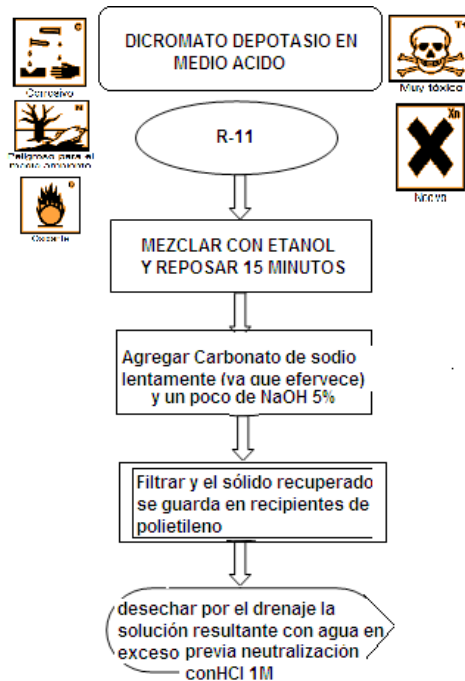


Figura 7. Diagrama ecológico para manejo de residuos

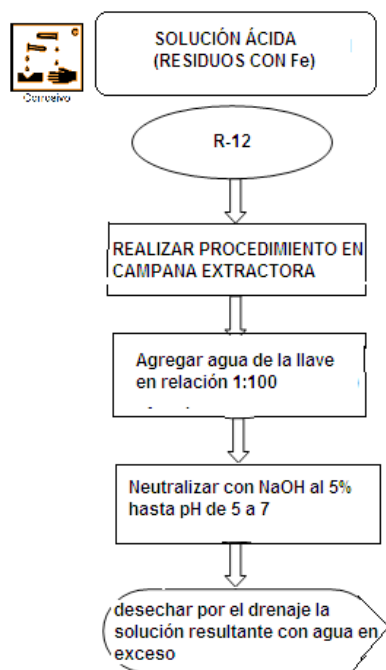


Figura 8. Diagrama ecológico para manejo de residuos

ANEXOS

INSTRUCTIVO PARA EL MANEJO DEL ESPECTROFOTÓMETRO

BAUSCH & LOMB SPECTRONIC 20

Este instrumento se utiliza para medir la radiación absorbida por las moléculas, cuando una onda electromagnética de longitud de onda definida incide sobre una sustancia dada, la cual es una función de la concentración de la sustancia en la trayectoria de la luz y del espesor de la muestra. Este instrumento solo posee lámpara para el espectro visible, por lo que si se desean hacer lecturas en el espectro ultravioleta o infrarrojo, es necesario cambiar la lámpara.



Pasos a seguir al usar Specctronic 20

Encender el instrumento usando la perilla izquierda del frente. Permitir 5 minutos para calentamiento en el primer encendido.



Seleccionar la longitud de onda apropiada para la muestra a analizar.



Con el portamuestra vacío y cerrado, ajustar la aguja de lectura a 0 % T usando la perilla de ajuste de cero.



Llenar a la mitad una celda con agua. Se conoce como blanco. Colocarlo en el portamuestra y cerrar la cubierta.



Con el blanco en el porta muestra y la cubierta cerrada, ajustar la aguja, meter a 100 % T, usando la perilla de control de luz en el frente derecho del instrumento.



Retirar el blanco y colocar la muestra a analizar en el portamuestra y cerrar la cubierta.



Registrar el valor de absorbancia (o % T) *from meter*. En este caso, las lecturas son 20 % T y 0.70 absorbancia.



Repetir este paso con estándares si se está realizando una curva de calibración o verificando proporcionalidad (Ley de Beer).

Repetir este paso con una muestra de concentración desconocida, de manera que su absorbancia pueda ser comparada con la absorbancia de un estándar de concentración conocida.

Cuidados generales

Celdas

- Manipularlas solo por la parte superior.
- Limpiarlas solo si se requiere, con papel suave.
- Llenarlas hasta la marca para asegurar la lectura representativa.
- Introducir las verificando que la marca de éstas coincida con la muesca del equipo, para que siempre entre en la misma posición.
- No utilizar tubos de ensaye como sustitutos de celda, pues no están hechos del vidrio adecuado.

Soluciones

Solo se realizan mediciones de soluciones translúcidas en el instrumento, la presencia de partículas suspendidas causaría un error muy grave.

Los valores de absorbancia que presentan un error relativo muy pequeño se encuentran dentro de 0.2 y 0.8 (63 y 16 % T, respectivamente), por lo que debe realizarse el procedimiento de manera correcta para que las lecturas estén dentro de ese rango.

Lámparas

No trabajar a longitudes de onda mayores a 600 nm o menores a 400, ya que están fuera del alcance de la lámpara de espectro visible, que es la que, generalmente, tiene este tipo de instrumento, solo se deben utilizar soluciones coloridas. Para trabajar en región infrarrojo o ultravioleta, se tiene que conseguir la lámpara adecuada.

INSTRUCTIVO PARA EL MANEJO DEL CROMATÓGRAFO DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN PERKIN ELMER MODELO

Preparación de la fase móvil

A) Mezclar los solventes previamente, ajustado el pH.

B) Filtrar y llevar al ultrasonido para eliminar microburbujas de aire.



I. Encendido y programado de las condiciones de análisis

A) *Encendido del equipo.* Presionar el botón *power* de la bomba, del detector y del registrador, dejar calentar por 15 minutos, colocar la fase móvil en el canal A o B y la columna de trabajo.



B) *Programación del flujo y la composición.* Al encender, aparece en la pantalla electrónica de la bomba.

STP	MIN	FLW	% A	CURV
Etapas o pasos	Tiempo	Flujo	% del disolvente del canal A	Gradiente fase móvil



Estos parámetros aparecen con algún número dado por la memoria del análisis anterior

Para efectuar algún cambio en ellos

- 1) Presionar *program* y seleccionar del 1-9 en el teclado adjunto a la pantalla.
- 2) Presionar nuevamente el botón de *program* y aparecerá STP remarcado por negro lo que indica que el cursor se encuentra allí localizado.
- 3) Presionar *enter* y el cursor se localizará en el siguiente evento de la pantalla; es decir, *Min*, si desea cambiarlo, se debe teclear de 1 a 999.
- 4) Presionar *enter* nuevamente y el cursor pasará a *Flw*, si desea cambiar el flujo teclee el valor deseado (normalmente los flujos de fase móvil van de 0- 5 ml/ min, aunque los de trabajo común son de 0-2).
- 5) Si desea cambiar el porcentaje de disolvente, en canal A presione *enter* y teclee la proporción, ya que, si es menor a 100, el restante para completarlo tomará la bomba del canal B por *default* (esto se realiza solo si el análisis es por gradiente de fase móvil, ya que es una bomba binaria).

Cuando se termina el programa, aparecerá el paso o etapa 1 en la pantalla, el cual se programará al igual que el paso 0.

- 6) Para ejecutar el programa presione las teclas *run method* y *exit method*.
- 7) Presione la tecla *start bomb* y la bomba comenzará a trabajar con el flujo programado, espere unos 10 minutos para estabilizar el flujo y limpiar la columna con el solvente utilizado como fase móvil.

Calibrado del detector



Una vez encendido y calentado durante 10 minutos, se ajusta manualmente la longitud de onda deseada, cuidando que el seguro, colocado en la parte inferior (perilla negra), se ajuste hacia la izquierda y se cierre al contrario, una vez ajustada.



- 1) Si se desea trabajar en longitudes de la región visible, se debe jalar el dispositivo colocado junto a la celda del detector.
- 2) Se presiona el botón naranja para ajustar el cero de absorbancia y así calibrar, ya que la fase móvil que ya está pasando por éste, es el blanco reactivo.

C) Encendido y programación del integrador



- 1) Ajustar parámetros a fin de mejorar la presentación de la respuesta
- Zero, línea base (números enteros).
 - Attn2 (números enteros, no mayores a 10).
 - Ch sp (velocidad del papel).
 - Thrsh, límite de ruido (números enteros del 1-4).
 - Wd pk, ancho de pico.
 - Ar Rej, área mínima del pico (8 valores desde 1 000 a 1 000 000).
 - Estos tres últimos valores permiten tener respuesta que no se considera ruido.

Para obtener un cambio en estos valores, se oprime la tecla correspondiente, se teclea con los valores numéricos el valor deseado y se oprime la tecla *enter*.

II. Procedimiento de inyección



1. Colocar la jeringa en *inyect*, cargar la muestra.
2. Girar a *load*.*
3. Retirar la jeringa.
4. Girar a *inyect* nuevamente.

*Al mismo tiempo se oprime la tecla *star* del integrador, para efectuar la corrida.

III. Cuidados del equipo



1. Purgado de la bomba
 - a) Se retira la columna y se gira el botón de la parte baja frontal de la bomba (ver figura).
 - b) Se incrementa el flujo de la bomba hasta 3-5 mL / minutos.
 - c) Se conecta la entrada de una jeringa de plástico sin aguja en la entrada del botón y se extrae la fase móvil hasta que el flujo sea continuo y sin aire.
 - d) Se retira la jeringa y se regula nuevamente el flujo de trabajo en la bomba.
 - e) Se conecta nuevamente la columna.

2. Cuidados de la jeringa



- a) Al inyectar, deberá hacerse con mano firme y de forma rápida.
- b) En caso necesario, enjuagar varias veces con la fase móvil la jeringa.

3. Cuidados del inyector



- a) Si tiene fuga hacia enfrente (válvula de inyección), se debe cambiar el empaque interno (ver el *Manual de Inyector*).

FUENTES CONSULTADAS

Ramette, A. (1988). *Equilibrio y análisis químico*. México: Fondo Educativo Interamericano, pp. 72-74, 140-144, 148-155 y 158-161.

Harris, D. C. (1999). *Análisis químico cuantitativo*. México: Grupo Editorial Iberoamérica, pp. 327-330.

Christian G. *Química Analítica*. México: Limusa. Capítulos. 15, 17, 22.

Skoog, D. y West D. (1988). *Química Analítica*. Madrid: McGraw-Hill / Interamericana de España.

Skoog, D. y West D. (2001). *Principios de análisis instrumental*. Madrid: McGraw-Hill / Interamericana de España.

Smith, R. y Martell, A. (1989). *Critical Stability Constants*. Estados Unidos: Plenum Press.

Rovessac Annick F. *Métodos y técnicas Instrumentales modernas*. Ed. McGraw-Hill Capítulos 2, 9,10,11, 20, 22

NOM-001-ECOL-1996 (1997). Norma Oficial Mexicana en *Diario Oficial de la Federación*. México.

SEDUE (1988). Reglamento de la Ley General de Equilibrio Ecológico y la protección al ambiente en materia de residuos peligrosos, en *Diario Oficial de la Federación*. México: Diario Oficial

Rubinson/Rubinson. *Química analítica contemporánea*. México: Pearson Educación

FICHAS DE SEGURIDAD

Nombre	Ácido bórico		Fórmula	H ₃ BO ₃
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Proporcionar aire limpio y reposo. Proporcionar asistencia médica.		
	Ingestión	Enjuagar la boca y proporcionar asistencia médica.		
	Contacto con ojos	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto, si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.		
	Contacto con piel	Quitar las ropas contaminadas. Aclarar y lavar la piel con agua y jabón. Proporcionar asistencia médica.		
FUGAS Y DERRAMES	Precauciones personales: utilizar todos los elementos de protección personal correspondientes incluyendo respirador de filtro P2 contra partículas nocivas. Métodos de limpieza: barrer la sustancia derramada e introducirla en un recipiente; si fuera necesario, humedecer el polvo para evitar su dispersión. Eliminar el residuo con agua abundante.			
DESECHOS	Los restos de producto químico deben disponerse de acuerdo con la tecnología aprobada y con la legislación local. El envase contaminado debe tratarse como el propio residuo químico. No verter en ningún sistema de alcantarillado, sobre el piso o extensión de agua.			

Nombre	Cafeína		Fórmula	C ₈ H ₁₀ N ₄ O ₂
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Aire limpio, reposo. Proporcionar asistencia médica.		
	Ingestión	Enjuagar la boca. Dar a beber una papilla de carbón activado y agua. Provocar el vómito (ÚNICAMENTE EN PERSONAS CONSCIENTES). Proporcionar asistencia médica.		
	Contacto con ojos	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto, si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.		
	Contacto con piel	Quitar las ropas contaminadas. Aclarar la piel con agua. Proporcionar asistencia médica.		
FUGAS Y DERRAMES	Precauciones personales: utilizar todos los elementos de protección personal correspondientes, incluyendo respirador de filtro P2 contra partículas nocivas. Métodos de limpieza: barrer la sustancia derramada e introducirla en un recipiente, si fuera necesario, humedecer el polvo para evitar su dispersión. Recoger cuidadosamente el residuo, a continuación, trasladarlo a un lugar seguro.			
DESECHOS	Los restos de producto químico deberán disponerse de acuerdo con tecnología aprobada y con la legislación local. El envase contaminado debe tratarse como el propio residuo químico. No verter en ningún sistema de alcantarillado, sobre el piso o extensión de agua.			

Nombre	Ácido acetilsalicílico	Fórmula	C ₉ H ₈ O ₄
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación		
	Ingestión		
	Contacto con ojos		
	Contacto con piel		
FUGAS Y DERRAMES			
DESECHOS			
Enjuagar la boca y someter a atención médica.			
Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto, si puede hacerse con facilidad). Después, consultar a un médico.			
Aclarar la piel con agua abundante o ducharse y solicitar atención médica.			
NO verter en el alcantarillado. Barrer la sustancia derramada e introducirla en un recipiente, eliminar el residuo con agua abundante y trasladarlo a continuación a un lugar seguro. (Protección personal adicional: equipo autónomo de respiración).			
Esta sustancia puede ser peligrosa para el ambiente. Debería prestarse atención especial al agua.			

Nombre	Alcohol etílico		Fórmula	CH ₃ CH ₂ OH
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar al aire fresco. Si la persona no respira, administrar respiración artificial. Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Mantener a la víctima abrigada y en reposo. Buscar atención médica inmediatamente.		
	Ingestión	Lavar la boca con agua. Inducir al vómito. No administrar eméticos, carbón animal ni leche. Buscar atención médica inmediatamente (puede tratarse de alcohol desnaturalizado).		
	Contacto con ojos	Lavar con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levantar y separar los párpados para asegurar la remoción del químico. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica.		
	Contacto con piel	Lavar la piel con abundante agua. Retirar la ropa contaminada y lavarla con abundante agua y jabón.		
FUGAS Y DERRAMES	Mantener alejadas las fuentes de ignición. Cubrir el área de derrame con rocío de agua para diluir el producto y eliminar vapores. En caso de pequeños derrames, utilizar material inerte absorbente. Evitar que el producto sea conducido al drenaje.			
DESECHOS	Se puede realizar una incineración controlada del material una vez ha sido absorbido o se puede dejar evaporar.			

Nombre	Tetraborato de sodio		Fórmula	Na ₂ B ₄ O ₇
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Aire limpio, reposo.		
	Ingestión	Provocar el vómito (UNICAMENTE EN PERSONAS CONSCIENTES), someter a atención médica.		
	Contacto con ojos	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto, si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.		
	Contacto con piel	Lavar con agua corriente durante 15 min. Al mismo tiempo, quitarse la ropa contaminada y calzado. Solicite atención médica.		
FUGAS Y DERRAMES	Precauciones personales: respirador de filtro P2 para partículas nocivas. Precauciones ambientales: en caso de incendio en el entorno, están permitidas. Métodos de limpieza: barrer la sustancia derramada e introducirla en un recipiente, recoger cuidadosamente el residuo, a continuación, trasladarlo a un lugar seguro.			
DESECHOS	Los restos de producto químico deberían disponerse de acuerdo a tecnología aprobada y con la legislación local. El envase contaminado, debe tratarse como el propio residuo químico. No verter en ningún sistema de alcantarillado, sobre el piso o extensión de agua.			

Nombre	Alcohol propílico		Fórmula	H ₃ C-CH ₂ -CH ₂ OH
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar al aire fresco. Si la víctima no respira administrar respiración artificial. Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Mantener la víctima abrigada y en reposo. Buscar atención médica inmediatamente.		
	Ingestión	Tomar carbón activado. Buscar atención médica inmediatamente.		
	Contacto con ojos	Lavar con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levantar y separar los párpados para asegurar la remoción del químico. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica.		
	Contacto con piel	Retirar la ropa y lavar la piel con abundante agua y jabón.		
FUGAS Y DERRAMES	Mantener alejadas fuentes de ignición. Cubrir el área de derrame con rocío de agua para diluir el producto y eliminar vapores. En caso de pequeños derrames utilizar material inerte absorbente. Evitar que el producto sea conducido al drenaje.			
DESECHOS	Se puede realizar una incineración controlada del material, una vez que haya sido absorbido o se puede dejar evaporar.			

Nombre	Hidróxido de sodio		Fórmula	NaOH
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar al aire fresco. Si la persona no respira, administrar respiración artificial. Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Mantener a la persona abrigada y en reposo.		
	Ingestión	Lavar la boca con agua. Si está consciente, suministrar abundante agua. No inducir el vómito. Buscar atención médica inmediatamente.		
	Contacto con ojos	Lavar con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levantar y separar los párpados para asegurar la remoción del químico. Colocar una venda esterilizada. Buscar atención médica.		
	Contacto con piel	Retirar la ropa y calzado contaminado. Lavar la zona afectada con abundante agua y jabón, mínimo durante 15 minutos. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica.		
FUGAS Y DERRAMES	Evacuar o aislar el área de peligro. Restringir el acceso a personas inexpertas y sin la debida protección. Ubicarse a favor del viento. Usar equipo de protección personal. Ventilar el área. No permitir que la sustancia caiga en fuentes de agua y alcantarillas. Los residuos deben recogerse con medios mecánicos no metálicos y colocarse en contenedores apropiados para su posterior disposición.			
DESECHOS	Debe tenerse presente la legislación ambiental local vigente relacionada con la disposición de residuos para su adecuada eliminación. Los residuos de este material pueden ser llevados a un relleno sanitario legalmente autorizado para residuos químicos para su debida neutralización.			

Nombre	Ácido acético	Fórmula	CH ₃ COOH
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar a la persona al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial. Evitar la reanimación boca a boca. Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Mantenerla abrigada y en reposo. Buscar atención médica inmediatamente.	
	Ingestión	Lavar la boca con agua. Si está consciente, suministrar abundante agua. No inducir el vómito. Mantener a la víctima abrigada y en reposo. Buscar atención médica inmediatamente.	
	Contacto con ojos	Lavar con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levantar y separar los párpados para asegurar la remoción del químico. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica.	
	Contacto con piel	Retirar la ropa y calzado contaminados. Lavar la zona afectada con abundante agua y jabón, mínimo durante 15 minutos. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica inmediatamente. Extraer la sustancia con un algodón impregnado de polietilenglicol 400.	
FUGAS Y DERRAMES	Evacuar o aislar el área de peligro (entre 50 y 100 metros en todas las direcciones), marcar las zonas. Restringir el acceso a personas inexpertas y sin la debida protección. Ubicarse a favor del viento. Usar equipo de protección personal. Ventilar el área. No permitir que caiga en fuentes de agua y alcantarillas. Eliminar toda fuente de ignición. No inhalar los vapores ni tocar el producto derramado. Absorber con material inerte como arena o tierra. Recoger y depositar en contenedores con cierre hermético, cerrados, limpios, secos y marcados. Lavar con abundante agua el piso. Usar agua en forma de rocío para reducir los vapores (líquido) o las nubes de polvo (sólido). Recoger con palas no metálicas. Evitar el paso de la sustancia al alcantarillado, neutralizar con sosa. Recoger la sustancia utilizando los absorbentes adecuados.		
DESECHOS	Neutralizar con sosa cáustica diluida, recoger el residuo y enterrar según las leyes locales. Puede considerarse su neutralización, dilución y vertimiento al desagüe. Tenga en cuenta las leyes vigentes. Disponga de acuerdo con las reglamentaciones ambientales locales.		

Nombre	Ácido clorhídrico	Fórmula	HCl
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar a la víctima al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial (evitar el método boca a boca). Si respira con dificultad suministrar oxígeno. Mantener a la persona abrigada y en reposo. Buscar atención médica inmediatamente.	
	Ingestión	Lavar la boca con agua. Si está consciente, suministrar abundante agua. No inducir el vómito. Si se produce de manera natural, inclinar a la persona hacia el frente para evitar la broncoaspiración. Suministrar más agua. Buscar atención médica.	
	Contacto con ojos	Lavar con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levantar y separar los párpados para asegurar la remoción del químico. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica.	
	Contacto con piel	Retirar la ropa y calzado contaminados. Lavar la zona afectada con abundante agua y jabón, mínimo durante 15 minutos. Si la irritación persiste, repetir el lavado. Buscar atención médica.	
FUGAS Y DERRAMES	Evacuar o aislar el área de peligro. Restringir el acceso a personas innecesarias y sin debida protección. Ubicarse a favor del viento. Usar equipo de protección personal. Ventilar el área. No tocar el líquido, ni permitir el contacto directo con el vapor. Eliminar toda fuente de calor. Evitar que la sustancia caiga en alcantarillas, zonas bajas y confinadas, para ello construya diques con arena, tierra u otro material inerte. Mezclar con sosa o cal para neutralizar. Lavar la zona con agua.		
DESECHOS	Debe tenerse presente la legislación ambiental local vigente relacionada con la disposición de residuos para su adecuada eliminación. Considerar el uso del ácido diluido para neutralizar residuos alcalinos. Adicionar cuidadosamente ceniza de sosa o cal, los productos de la reacción se pueden conducir a un lugar seguro, la disposición en tierra es aceptable.		

Nombre	Ácido nítrico	Fórmula	HNO ₃
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Evaluar los signos vitales: pulso y velocidad de respiración; detectar cualquier trauma. En caso de que la persona no tenga pulso, proporcionar rehabilitación cardiopulmonar; si no hay respiración, dar respiración artificial y si es dificultosa, suministrar oxígeno y sentar a la víctima.	
	Ingestión	En caso de inconciencia, proceder como en el caso de inhalación. Si la persona está consciente, lavar la boca con agua corriente, sin que sea ingerida. No inducir el vómito ni tratar de neutralizarlo. El carbón activado no tiene efecto. Dar a la persona 1 taza de agua o leche, solo si se encuentra consciente. Continuar tomando agua, aproximadamente una cucharada cada 10 minutos.	
	Contacto con ojos	Lavarlos con agua tibia corriente de manera abundante, hasta su eliminación total.	
	Contacto con piel	Lavar cuidadosamente el área afectada con agua corriente de manera abundante.	
FUGAS Y DERRAMES	Ventilar el área dependiendo de la magnitud del siniestro. Mantener el material alejado de agua, en caso necesario, construir diques con sacos de arena, tierra o espuma de poliuretano. Para absorber el derrame, puede utilizarse mezcla de bicarbonato de sodio-cal sodada o hidróxido de calcio en relación 50:50, mezclando lenta y cuidadosamente, pues se desprende calor. Una vez neutralizado, lavar con agua. Para absorber el líquido, también puede usarse arena o cemento, los cuales se deberán neutralizar posteriormente. Rociar agua para bajar los vapores, el líquido generado en este paso, debe ser almacenado para su tratamiento posterior, pues es corrosivo y tóxico. Tanto el material derramado, el utilizado para absorber, contener y el generado al bajar vapores, deben ser neutralizados con cal, cal sodada o hidróxido de calcio, antes de desecharlos.		
DESECHOS	Con cuidado (se generan calor y vapores), diluya con agua-hielo y ajuste el pH a neutro con bicarbonato de sodio o hidróxido de calcio. El residuo neutro puede tirarse al drenaje con agua en abundancia.		

Nombre	Agua desionizada		Fórmula	H ₃ O y OH
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	No requerido		
	Ingestión	No requerido		
	Contacto con ojos	No requerido		
	Contacto con piel	No requerido		
FUGAS Y DERRAMES	Disponer conforme a las regulaciones locales vigentes para este tipo de sustancia, se puede verter el producto por el desagüe.			
DESECHOS	No hay peligro ambiental.			

Nombre	Fosfato de potasio		Fórmula	K ₂ HPO ₄
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Traslade a un lugar con ventilación adecuada. Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Solicite atención médica de inmediato.		
	Ingestión	Dé a beber inmediatamente agua o leche. Nunca dé nada por la boca a una persona que se encuentre inconsciente. Solicitar asistencia medica de inmediato.		
	Contacto con ojos	Lavar suavemente con agua corriente durante 15 minutos, abriendo ocasionalmente los párpados.		
	Contacto con piel	Lavar con agua corriente durante 15 minutos. Al mismo tiempo, quitarse la ropa contaminada y el calzado. Solicite atención médica.		
FUGAS Y DERRAMES	Use equipo de protección personal; con una pala limpia (plástico), coloque cuidadosamente el material dentro de un recipiente limpio (cubeta de plastico o bolsa de polietileno), seco y cubra; retire del área. Lave el área del derrame con agua, pero evitando que el agua de lavado escurra, contener para evitar la introducción a las vías fluviales, alcantarillas, sótanos o áreas confinadas.			
DESECHOS				

Nombre	Hidróxido de sodio		Fórmula	NaOH
PRIMEROS AUXILIOS	Inhalación	Trasladar al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial. Si respira con dificultad, suministrar oxígeno. Mantener a la persona abrigada y en reposo.		
	Ingestión	Lavar la boca con agua. Si está consciente, suministrar abundante agua. No inducir el vómito. Buscar atención médica inmediatamente.		
	Contacto con ojos	Lavar con abundante agua, mínimo durante 15 minutos. Levantar y separar los párpados para asegurar la remoción del químico. Colocar una venda esterilizada. Buscar atención médica.		



Química Analítica Instrumental ***(Prácticas para Farmacia)***

En la actualidad, el licenciado en Farmacia se ve confrontado con el incesante desarrollo de una amplia gama de técnicas instrumentales de análisis. Por ello, es necesario que adquiera los conocimientos generales que le permitan dominar estas técnicas.

En este manual, se abordan técnicas como: espectroscopia UV/VIS, absorción atómica, cromatografía de líquidos de alta resolución y de gases, electroforesis capilar y electroquímica, con un enfoque basado en sus requerimientos instrumentales.

colección: manuales de ciencias biológicas, químicas y de la salud

