Llibreta-LACE.pdf

marinavh

Laboratori d'Anàlisi Cromatogràfica i Espectroscòpica

3º Grado en Química

Facultad de Ciencias
Universidad Autónoma de Barcelona

Reservados todos los derechos.
No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

ASUS

¡PARTICIPA EN NUESTRO **SORTEO EXCLUSIVO**
PARA ESTUDIANTES!
Gana uno de los 3 portátiles ASUS Vivobook S15

1. Regístrate o inicia sesión como miembro de ASUS
2. Completa el registro en Sheer ID y espera la confirmación por email
3. ¡Espera al 6 de abril! Elegiremos a 3 ganadores y, si eres uno de los afortunados, te contactaremos por email.

*Consulta términos y condiciones. Sorteo válido del 14 de marzo al 6 de abril.

Participa aquí

PRÀCTIQUES

LACE

WUOLAH

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

ÍNDEX

✓ PRÀCTICA G. Cromatografia líquida d'alta resolució (HPLC) (I): simulació de separacions a l'ordinador 1

✓ PRÀCTICA A. Espectroscòpia atòmica (I): absorció atòmica: determinació del contingut de Cu en begudes alcohòliques 2

✓ PRÀCTICA F. Espectrofotometria UV-Vis (II). Anàlisi de multicomponents: determinació simultània de mescles de Co (II) i Ni (II) amb 4-(2-piridilazo) resorcinol (PAR) 4

✓ PRÀCTICA J. Cromatografia de gasos (GC) (I): influència de la temperatura a les separacions 5

✓ PRÀCTICA I. Cromatografia líquida d'alta resolució (HPLC) (III): Identificació de sulfonamides en medicaments d'ús veterinari 6

✓ PRÀCTICA C1. Espectrofotometria UV-Vis (II). Determinació del contingut de Fe en un comprimit multivitamínic 8

✓ PRÀCTICA C2. Espectroscòpia atòmica (II): ICP-OES. Determinació del contingut de Fe en un comprimit multivitamínic 10

✓ PRÀCTICA L. Cromatografia de gasos (GC) (II): determinació de metanol en aiguardent d'orujo 11

✓ PRÀCTICA M. Cromatografia de gasos (GC) (III): determinació de trihalometans amb head-space-cromatografia de gasos en aigua de xarxa. Tractament de dades 12

✓ PRÀCTICA H. Cromatografia líquida d'alta resolució (HPLC) (II): determinació de cafeïna en café soluble 13

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

WUOLAH

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

18/04/2023 PRÀCTICA G

Cromatografia líquida d'alta resolució (HPLC) (I): simulació de separacions a l'ordinador

OBJECTIUS

- Entendre totes les parts d'un cromatògraf HPLC.
- Descriure relacions causa - efecte entre les configuracions de l'HPLC i una anàlisi cromatogràfica.
- Proposar paràmetres cromatogràfics que permetin una correcta separació cromatogràfica d'una mostra problema.
- Avaluar l'efecte de canvis en els paràmetres cromatogràfics sobre el temps d'elució i la resolució del cromatograma.

PROCEDIMENT

Columna: Waters → FASE INVERSA ⟨ Fs apolar / Fm polar ↑% + força elutròpica
Mida partícula: 5 µm
Pressió màxima: 300 bar

1) ELUCIÓ ISOCRÀTICA

a) Comparació qualitativa separació amb ⟨ aigua / MeOH ○ / aigua / ACN —

Diferència entre els 2 dissolvents?

ACN té + FORÇA ELUOTRÒPICA i els analits eluiran abans però és + car.

Evolució de la pressió?

P↑ si: ↓ %B ↓T ↑Øp ↑L ↓Øi ↑F

b) Canvi de T°C (T màx = 80°C) T = 45°C T = 50°C

c) Mida de partícula de la fase estacionària (5; 3; 1,7 µm)

d) Longitud de la columna (50; 100; 150; 250 mm)

e) Diàmetre intern de la columna (2,1; 3,0; 4,6 mm)

f) Volum d'injecció (màx. 50 µL) 20 µL 20 µL

g) Cabal (1-3 mL/min)

h) Omplir la taula amb els paràmetres per la millor separació per cada fase mòbil per optimitzar: Resolució, Eficàcia i Selectivitat.

2) ELUCIÓ GRADIENT

a) Comprovar l'efecte dels paràmetres anteriors

b) Omplir la taula amb els paràmetres per la millor separació per cada fase mòbil

c) Avantatges i desavantatges? → INFORME ↓tr + CAR

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

ASUS

¡PARTICIPA EN NUESTRO **SORTEO EXCLUSIVO**
PARA ESTUDIANTES!
Gana uno de los 3 portátiles ASUS Vivobook S15

1. Regístrate o inicia sesión como miembro de ASUS
2. Completa el registro en Sheer ID y espera la confirmación por email
3. ¡Espera al 6 de abril! Elegiremos a 3 ganadores y, si eres uno de los afortunados, te contactaremos por email.

*Consulta términos y condiciones. Sorteo válido del 14 de marzo al 6 de abril.

Participa aquí

CÀLCULS

ISOCRÀTIC MeOH

a) % MeOH → 42 %
% H_2O → 58 %
↑MeOH ↓tr ↓P ↓R

b) T = 45°C
↑T ↓tr ↓R a T molt altes ↓P (Fm ~ viscos)

c) ϕ_p = 5 µm
↓ϕ_p tr cte ↑↑P ↑R

d) L = 150 mm
↑L ↑tr ↑P ↑R

e) ϕ_i = 4,6 mm
↑ϕ_i ↑tr ↓P ↑R

f) V = 20 µL
↑V tr cte P cte R cte ↓sorolle

g) F = 2 mL/min
↑F ↓tr ↑P ↓R

ISOCRÀTIC ACN

a) % ACN → 30 %
% H_2O → 70 %

b) T = 50°C

c) ϕ_p = 3 µm

d) L = 150 mm

e) ϕ_i = 4,6 mm

f) V = 20 µL

g) F = 2 mL/min

GRADIENT MeOH

a) % MeOH → 37 45 60
tr (min) → 0 2 8

b) T = 25°C

c) ϕ_p = 3 µm

d) L = 50 mm

e) ϕ_i = 4,6 mm

f) V = 20 µL

g) F = 2 mL/min

GRADIENT ACN

a) % ACN → 25 30 75
tr (min) → 0 2 5

b) T = 70°C

c) ϕ_p = 3 µm

d) L = 50 mm

e) ϕ_i = 3 mm

f) V = 20 µL

g) F = 3 mL/min

WUOLAH

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

19/04/2023 PRÀCTICA A

Espectroscòpia atòmica (II): absorció atòmica: determinació del contingut de Cu en alcohol

OBJECTIUS

- Ús de material volumètric i valoració complexomètrica.
- Entendre la funció d'un indicador metal·locròmic.
- Dil·lucions successives.
- Calibratges: patró extern i addició estàndard.
- Efecte matriu i causes.
- Manipular un instrument d'absorció atòmica de flama.
- Quantificar el contingut de Cu en aiguardent de orujo

PROCEDIMENT

▶ ESTANDARDITZACIÓ DE LA DISSOLUCIÓ DE COURE

- Dissolució 0,025 M EDTA
- Tampó acètic/acetat 1M pH = 5
- PAN 0,1 % (w/v) en EtOH

• Preparar dió estàndard: 250 mL de 1000 ppm de Cu^{2+} en aigua a partir de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$

• Pipetejar 25 mL de la dió de Cu en un erlenmeyer
+ 25 mL EtOH
+ 3-4 mL dió tampó acètic/acetat
+ 2-3 gotes dió PAN

• Dil·luir fins 60 mL amb aigua destil·lada

• Valorar amb dió d'EDTA fins color violeta → verd (x3)

▶ PREPARACIÓ DE LA RECTA DE CALIBRATGE PER PATRONS EXTERNS

• Preparar 4 patrons de [ ] entre 1 i 4 ppm en matrassos aforats de 10 mL amb la quantitat adequada de dió de Cu i enrasant amb aigua destil·lada.

▶ PREPARACIÓ DE LA RECTA DE CALIBRATGE PER ADDICIÓ ESTÀNDARD

• 5 matrassos aforats de 25 mL + 20 mL mostra i concentracions de patró entre 0, 1, 2, 3 i 4 ppm

▶ PREPARACIÓ DE LA RECTA DE CALIBRATGE PER PATRONS EXTERNS AMB INTERFERENT →

• Preparar patrons = concentració que per patrons externs
+ EtOH 40% (v/v)

• Preparar blanc de calibrat amb aquest volum d'EtOH.

WUOLAH

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

ASUS

¡PARTICIPA EN NUESTRO SORTEO EXCLUSIVO PARA ESTUDIANTES!

Gana uno de los 3 portátiles ASUS Vivobook S15

1. Regístrate o inicia sesión como miembro de ASUS
2. Completa el registro en Sheer ID y espera la confirmación por email
3. ¡Espera al 6 de abril! Elegiremos a 3 ganadores y, si eres uno de los afortunados, te contactaremos por email.

*Consulta términos y condiciones. Sorteo válido del 14 de marzo al 6 de abril.

Participa aquí

CÀLCULS

1) $250\ ml\ diss \cdot \frac{1L}{10^3 ml} \cdot \frac{1000\ mg\ Cu^{2+}}{1L} \cdot \frac{1g}{10^3 mg} \cdot \frac{1 mol}{63,54 g} \cdot \frac{1 mol\ CuSO_4 \cdot 5H_2O}{1 mol\ Cu^{2+}} \cdot \frac{249,69 g}{1 mol} = 0,9824\ g\ CuSO_4 \cdot 5H_2O$ teòrics

$g\ CuSO_4 \cdot 5H_2O$ pesats $= 0,9865 g$

$0,9865 g\ CuSO_4 \cdot 5H_2O \cdot \frac{1 mol}{249,69 g} \cdot \frac{1 mol\ EDTA}{1 mol\ Cu} \cdot \frac{1L}{0,025 mol}$ EDTA = 15 ml EDTA teòrics

1a VALORACIÓ = 15,8 ml EDTA
2a VALORACIÓ = 15,9 ml EDTA
3a VALORACIÓ = 15,9 ml EDTA
} VEDTA = 15,9 ml

$15,9\ ml\ EDTA \cdot \frac{0,025 mol}{10^3 ml} \cdot \frac{1 mol\ Cu^{2+}}{1 mol\ EDTA} = 3,975 \cdot 10^{-4} mol\ Cu^{2+}$

$[Cu^{2+}] = \frac{3,975 \cdot 10^{-4} mol}{25 ml \cdot 10^{-3} L} = 0,0159\ M$

$3,975 \cdot 10^{-4} mol\ Cu^{2+} \cdot \frac{63,54 g}{1 mol} \cdot \frac{1000 mg}{1 g} = 25,26\ mg\ Cu^{2+}$

$[Cu^{2+}] = \frac{25,26 mg}{25 ml \cdot 10^{-3} L} = 1010,4\ ppm$

2) Diluïm 2 cops: 1010,4 → 10 ml en 100 ml → 101,04 ppm = $[Cu^{2+}]$
101,04 → 10 ml en 100 ml → 10,104 ppm = $[Cu^{2+}]$

① $10 ml \cdot \frac{1L}{1000 ml} \cdot \frac{1 mg\ Cu^{2+}}{1L} \cdot \frac{1L}{10,104 mg} \cdot \frac{10^3 ml}{1L} = 0,9897$ ml dió patró Cu^{2+}
(1 ppm; ppm)

② " 2 mg = 1,9894 ml
③ " 3 mg = 2,9691 ml
④ " 4 mg = 3,9588 ml → enrassar H_2O

3) ① 20 ml aigua + 0,9897 ml Cu^{2+}
② 20 ml aigua + 1,9894 ml Cu^{2+}
③ 20 ml aigua + 2,9691 ml Cu^{2+}
④ 20 ml aigua + 2,9691 ml Cu^{2+}
BLANC 20 ml aigua → enrassar H_2O

① $25 ml \cdot \frac{1L}{1000 ml} \cdot \frac{1 mg\ Cu^{2+}}{1L} \cdot \frac{1L}{25,26 mg\ Cu^{2+}} \cdot \frac{1000 ml}{1L} = 0,9897$ ml dió patró Cu^{2+}

$\frac{101,04 ppm}{100 ml} \cdot 25 ml = 25,26 ppm$ → PATRÓ INTERNIG DILUÏT

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

ASUS

¡PARTICIPA EN NUESTRO **SORTEO EXCLUSIVO**
PARA ESTUDIANTES!
Gana uno de los 3 portátiles ASUS Vivobook S15

1. Regístrate o inicia sesión como miembro de ASUS
2. Completa el registro en Sheer ID y espera la confirmación por email
3. ¡Espera al 6 de abril! Elegiremos a 3 ganadores y, si eres uno de los afortunados, te contactaremos por email.

*Consulta términos y condiciones. Sorteo válido del 14 de marzo al 6 de abril.

Participa aquí

▶ ANÀLISI PER ABSORCIÓ ATÒMICA

- Analitzar amb l'equip els patrons de cada calibratge i la mostra (aiguardent pur) amb $\lambda_{Cu} = 324,7$ nm.

▶ ANÀLISI DE DADES

- Construir les rectes de calibratge
- Calcular desviació estàndard de l'ordenada i del pendent
- Calcular LD i interval de confiança ($\alpha = 0,05$) pel Cu.
- Comparar els pendents dels 3 mètodes de calibratge
- Comparar les LD i els intervals de confiança

Quin valor prendríem com a contingut de Cu a la mostra?
El millor mètode de calibratge és l'ADDICIÓ ESTÀNDARD, ja que tot i tenir major interval de confiança, aquest mètode té en compte els efectes de la matriu (possibles interferències a l'hora d'analitzar).

Contingut de Cu en aiguardent = 0,574 ± 0,385 ppm

Comparar amb el valor màxim autoritzat per la legislació.
El valor màxim autoritzat de Cu per la legislació Espanyola - Europea en begudes alcohòliques, és de 10 ppm.
Per tant, l'orujo s'ajusta als límits legals, ja que està per sota.

WUOLAH

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

$V_T = 10\,mL$

$V_{EtOH} = \frac{40}{100} \cdot 10\,mL = 4\,mL$ EtOH

4) ① 0,9897 mL Cu^{2+} + 4 mL EtOH

② 1,9894 mL Cu^{2+} + 4 mL EtOH

③ 2,9691 mL Cu^{2+} + 4 mL EtOH

④ 3,9588 mL Cu^{2+} + 4 mL EtOH

BLANC: 4 mL EtOH → enrassar H_2O

RESULTATS

▶ PATRÓ EXTERN [ppm]

① A = 0,032 C = 1

② A = 0,067 C = 2 Interpolar

③ A = 0,088 C = 3

④ A = 0,116 C = 4

~~MOSTRA A = 0,030 C = 0~~
(ou/jo)

▶ ADDICIÓ ESTÀNDARD

① A = 0,037 C = 1

② A = 0,062 C = 2

③ A = 0,079 C = 3 Extrapolar

④ A = 0,112 C = 4

BLANC A = 0,010 C = 0
(ou/jo + H_2O)

▶ PATRÓ EXTERN + INTERFERENT

① A = 0,021 C = 1

② A = 0,049 C = 2

③ A = 0,069 C = 3 Interpolar

④ A = 0,092 C = 4

~~MOSTRA A = 0,004 C = 0~~
(ou/jo)

* L'interferent (interacció amb la matriu) incrementa la concentració.

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

WUOLAH

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

20/04/2023 PRÀCTICA F

Espectrofotometria UV-VIS (II). Anàlisi de multicomponents: determinació simultània de mescles de Co (II) i Ni (II) amb PAR

OBJECTIUS

- Aprendre a utilitzar un espectrofotòmetre UV-Vis de doble feix
- Resoldre mescles binàries per mètodes gràfics.
- Resoldre regressions lineals múltiples amb l'excel

PROCEDIMENT

▶ REACTIUS

- Solució patró de Co (II) preparada a partir de $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$
- Solució patró de Ni (II) preparada a partir de $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$
- 4-(2-piridilazo) resorcinol, 0,20 % w/v
- Solució 1M acetat de sodi

▶ PREPARACIÓ DELS PATRONS

- 3 matrassos de 50 mL amb concentracions de 0,3; 0,4; 0,5 mg/L per cada un dels 2 ions.
  + 5 mL d'acetat de sodi
  + 2 mL PAR
  enrasar amb aigua destil·lada.
- Preparar blanc: 2 mL PAR + 5 mL acetat de sodi
  enrasar amb aigua fins 50 mL
- Mesurar l'espectre entre 450 i 580 nm fent servir el blanc (PAR).

▶ PREPARACIÓ DE LES MESCLES BINÀRIES

- Preparar 3 solucions en matrassos de 50 mL:

	Ni	/	Co	
10 mL	0,2	/	0,4	(mg/L) → 20 mL
20 mL	0,4	/	0,4	(mg/L) → 20 mL
20 mL	0,4	/	0,2	(mg/L) → 10 mL

+ 2 mL PAR + 5 mL acetat de sodi, enrasar

- Llegir entre 450 i 580 nm.
- Calcular [Ni] i [Co] a cada mescla binària i comparar amb els valors experimentals teòrics.

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

ASUS

¡PARTICIPA EN NUESTRO **SORTEO EXCLUSIVO**
PARA ESTUDIANTES!
Gana uno de los 3 portátiles ASUS Vivobook S15

1. Regístrate o inicia sesión como miembro de ASUS
2. Completa el registro en Sheer ID y espera la confirmación por email
3. ¡Espera al 6 de abril! Elegiremos a 3 ganadores y, si eres uno de los afortunados, te contactaremos por email.

*Consulta términos y condiciones. Sorteo válido del 14 de marzo al 6 de abril.

Participa aquí

CÀLCULS

(*)

SOLUCIONS Ni (II):

$$50\ mL\ diss \cdot \frac{1L}{10^3\ mL} \cdot \frac{\begin{matrix}0{,}3\ mg\ Ni^{2+}\\ 0{,}4\ mg\ Ni^{2+}\\ 0{,}5\ mg\ Ni^{2+}\end{matrix}}{1L} \cdot \underbrace{\frac{1000\ mL}{1\ mg}}_{1\ ppm} = \begin{matrix}15\ mL\\ 20\ mL\\ 25\ mL\end{matrix}$$

dió Ni 1ppm

SOLUCIONS Co (II):

$$50\ mL\ diss \cdot \frac{1L}{10^3\ mL} \cdot \frac{\begin{matrix}0{,}3\ mg\ Co^{2+}\\ 0{,}4\ mg\ Co^{2+}\\ 0{,}5\ mg\ Co^{2+}\end{matrix}}{1L} \cdot \underbrace{\frac{1000\ mL}{1\ mg}}_{1\ ppm} = \begin{matrix}15\ mL\\ 20\ mL\\ 20\ mL\end{matrix}$$

dió Co 1ppm

(*) 1er ser dió partió de 1000 ppm a 100 ppm:

$$100\ mL \cdot \underbrace{\frac{100\ mg}{1000\ mL}}_{100\ ppm} \cdot \underbrace{\frac{1000\ mL}{1000\ mg}}_{1000\ ppm} = 10\ mL$$

dió 1000 ppm per preparar 100 mL de 100ppm

2on ser dió partió de 100 ppm a 10 ppm:

$$100\ mL \cdot \underbrace{\frac{10\ mg}{1000\ mL}}_{10\ ppm} \cdot \underbrace{\frac{1000\ mL}{100\ mg}}_{100\ ppm} = 10\ mL$$

dió 100 ppm per preparar 100 mL de 10 ppm

3er ser dió partió de 10 ppm a 1 ppm:

$$100\ mL \cdot \underbrace{\frac{1\ mg}{1000\ mL}}_{1\ ppm} \cdot \underbrace{\frac{1000\ mL}{10\ mg}}_{10\ ppm} = 10\ mL$$

dió 10 ppm per preparar 100 mL de 1ppm

WUOLAH

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

21/04/2023 PRÀCTICA J

Cromatografia de gasos (GC) (I): influència de la temperatura a les separacions

OBJECTIUS

- Aprendre a utilitzar un cromatògraf GC.
- Relació temperatura d'ebullició, T°C columna i temps de retenció.
- Dissenyar un gradient de temperatura que possibiliti una bona separació dels 4 alcohols (bona resolució) en un temps total d'elució raonable.

PROCEDIMENT

▶ Mescla de 4 alcohols: etanol, butanol, n-pentanol i etilenglicol
0,05 mL alcohol en 5 mL d'acetona
(dil. 1:100 si el pic és molt intens)

Fer injeccions de 0,5 µL a l'injector

Buscar condicions per una bona separació dels alcohols.

▶ Punts d'ebullició dels alcohols:

- Etanol: 78,37°C
- Butanol: 117,7°C
- n-pentanol: 138°C
- etilenglicol: 197°C
- Acetona: 56,3°C

Quina és la T°C inicial per aconseguir la separació?
La temperatura inicial serà una T°C similar a la del compost amb el punt d'ebullició + baix.

* Assajar almenys 3 T°C → baixa 70°C, mitja 130°C, alta 200°C

$\boxed{\text{ISOCRÀTIC}}$

▶ Si no es troba una T°C que permeti la separació → $\boxed{\text{gradient}}$ de T°C

Triar les millors condicions per fer el programa de T°C

Provar una primera rampa de T°C:
- T inicial = 50°C
  t inicial = 1 min
- T final = 200°C
  t final = 0,2 min

↑20°C/min

Preparar altres gradients:

T°C:	65 (↗T inicial)	160	200	T final = 200°C
t(min):	4,5 (↳t inicial)	1,4	2	t final = 7,89 min

▶ Quan ja hem aconseguit una bona separació, injectar els alcohols de forma individual per identificar-les.
↳ 0,05 mL alcohol + 5 mL acetona

WUOLAH
¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!
Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

24/04/2023 PRÀCTICA I

Cromatografía líquida d'alta resolució (HPLC) (III): identificació de sulfonamides en medicaments d'ús veterinari

OBJECTIUS

- Comprovar l'efecte de la composició de la fase mòbil en la resolució.
- Identificar i quantificar sulfonamides en un medicament d'ús veterinari.

PROCEDIMENT

A.1. PREPARACIÓ DE LES FASES MÒBILS

- Preparar 1L de dió d'acètic a l'1% (V/V) a partir de l'àcid acètic concentrat.
- Eliminar micropartícules → filtració amb membrana polimèrica de mida de porus adient.
- Desgasificar uns 5 min per eliminar els gasos dissolts (CO_2, N_2...).
- Connectar i purgar el sistema de bombes
  HO fem amb ACN

A.2. PREPARACIÓ DE PATRONS

- Preparar solucions patró de 2000 ppm de cada sulfonamida:
  - SFT
  - SDZ
  - SMRZ
  - SMTZ

  puns 1 mL + 23 mL aigua
- Preparar barreja de les 4 sulfonamides: 1 mL de cadascuna + 20 mL aigua

SELECCIÓ DE LA MILLOR FASE MÒBIL. IDENTIFICACIÓ DE PICS.

- Començar la injecció amb 70% fase aquosa i 30% fase orgànica. (70 - 30)
- Deixar equilibrar al cabal de treball, uns 15-20 min.
- Injectar la mescla i valorar la separació.
- Modificar la proporció de les fases per millorar la separació. (Deixar equilibrar l'equip 10 min al canviar de condicions).
- Escollir la fase mòbil més adequada (isocràtic o gradient).
  90% HAc i 10% ACN
- Identificar els pics a partir de la injecció dels patrons puns.
  ORDRE ELUCIÓ: SDZ, SFT, SMRZ, SMTZ

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

ASUS

¡PARTICIPA EN NUESTRO **SORTEO EXCLUSIVO PARA ESTUDIANTES!**

Gana uno de los 3 portátiles ASUS Vivobook S15

1. Regístrate o inicia sesión como miembro de ASUS
2. Completa el registro en Sheer ID y espera la confirmación por email
3. ¡Espera al 6 de abril! Elegiremos a 3 ganadores y, si eres uno de los afortunados, te contactaremos por email.

*Consulta términos y condiciones. Sorteo válido del 14 de marzo al 6 de abril.

Participa aquí

CÀLCULS

A.1) SOLUCIONS SULFONAMIDES:

$$1\,L \text{ dió} \cdot \frac{1\,L}{100\,L} = 0{,}01\,L = 10\text{ mL àcid acètic}$$

A.2) SOLUCIONS SULFONAMIDES:

$$50\text{ mL dió} \cdot \underbrace{\frac{2000\text{ mg}}{1000\text{ mL}}}_{2000\text{ ppm}} = 100\text{ mg de cada sulfonamida}$$

A.3) Fem una 1era injecció; 70 - 30 els pics surten massa junts

Com la columna és apolar, per ↓ força eluotròpica de la fase mòbil, i aconseguir una millor separació, el que farem serà ↓ dissolvent orgànic (ACN).

2a injecció: 80 - 20, només apareixen 3 pics

3a injecció: 85 - 15, veiem 4 pics, els 2 primers una mica junts

4a injecció: 90 - 10, veiem els 4 pics ✓

90 → HAc (aq.)

10 → ACN (org.)

WUOLAH

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

▶ PREPARACIÓ I ANÀLISI DE LA MOSTRA (2n dia)

- 2 mL mostra → 50 mL mostra diluïda 2000 cops.
  (Fer dil·lucions intermèdies)
- Injectar la dissolució de mostra i identificar les sulfonamides.

▶ A.5. ANÀLISI QUANTITATIVA DE LA MOSTRA

- A partir de les dissolucions patró, fent les dilucions necessàries, preparar 5 patrons que continguin:
  - entre 20 i 100 ppm de SPT i SMTZ
  - entre 10 i 50 ppm de SMRZ i SDZ
  (cada patró amb les 4 sulfonamides)
- Injectar els patrons a l'HPLC.
  Calcular la concentració de les sulfonamides a la mostra
  Comparar els resultats obtinguts amb els valors de l'etiqueta.

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

Con el Plan Turbo, además de eliminar los vídeos también recibes descargas sin publicidad mensuales

A.5) SOLUCIONS PATRÓ:

	SFT		SMTZ	SMRZ		SDZ
1	20	1 mL	20	10	0,5 mL	10
2	40	2 mL	40	20	1 mL	20
3	60	3 mL	60	30	1,5 mL	30
4	80	4 mL	80	40	2 mL	40
5	100	5 mL	100	50	2,5 mL	50
pesat	0,1005 g		0,1003 g	0,1008 g		0,1004 g

SFT: $100\ mL \cdot \underbrace{\frac{1000\ mg}{1000\ mL}}_{1000\ ppm} \cdot \frac{1\ g}{10^3\ mg} = 0,1\ g$ SFT

1 $50\ mL \cdot \underbrace{\frac{20\ mg}{1000\ mL}}_{20\ ppm} = 1\ mL$ SFT

$\frac{100\ mL}{100\ mg}$ 1 ppm

A.4) PREPARACIÓ MOSTRA:

2 mL mostra → diluir 2000 cops en 50 mL $C_i = \frac{C_i}{2000}$

2 mL $\xrightarrow{\times 50}$ 100 mL

↓

5 mL $\xrightarrow{\times 20}$ 100 mL

↓

50 mL $\xrightarrow{\times 2}$ 100 mL

$(50 \cdot 20 \cdot 2) = 2000$

WUOLAH

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

ASUS

¡PARTICIPA EN NUESTRO **SORTEO EXCLUSIVO**
PARA ESTUDIANTES!
Gana uno de los 3 portátiles ASUS Vivobook S15

1. Regístrate o inicia sesión como miembro de ASUS
2. Completa el registro en Sheer ID y espera la confirmación por email
3. ¡Espera al 6 de abril! Elegiremos a 3 ganadores y, si eres uno de los afortunados, te contactaremos por email.

*Consulta términos y condiciones. Sorteo válido del 14 de marzo al 6 de abril.

Participa aquí

26/04/2023 PRÀCTICA C1

Espectrofotometria UV-Vis (I): determinació del contingut de Fe en un comprimit multivitamínic

OBJECTIUS

- Practicar un procediment analític estàndard.
- Entendre i aplicar la diferència entre blanc espectroscòpic i blanc de la mostra.
- Entendre la diferència entre valor trobat per interpolació i la concentració d'analit en la mostra.
- Saber calcular la concentració i l'interval de confiança.

PROCEDIMENT

▶ DISSOLUCIÓ ESTOC DE FE (II) (0,04 mg de Fe (II) / mL)

- Dissoldre en aigua destil·lada la sal mixta de ferro $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (sal de Mohr) en un matràs de 500 mL
  + 1 mL H_2SO_4 concentrat (prèviament)

▶ DISSOLUCIÓ TREBALL DE FE (II) (0,02 mg de Fe (II) / mL)

- 50 mL de dió a partir de la dió estoc preparada

– TRACTAMENT DE LA MOSTRA

- Pesar 1 comprimit d'un complement vitamínic = 1,2371 g
  + 2-3 mL aigua
  + 20 mL HCl 6M
  en un vas de precipitats de 100 mL
- Ebullició, deixar reposar 10-15 min en un bany de sorra
- Deixar refredar i filtrar a un aforat de 100 mL
- Enrasar, tapar i agitar → DIÓ DE LA MOSTRA
- Calcular la [] nominal de Fe (assumint valor de l'etiqueta)

– PREPARACIÓ DELS PATRONS

- Estimar aproximadament el volum d'acetat que es gasta per aconseguir una acidesa adient pel tampó (comptar gotes) per pH = 4. = 4

1) Amb pipeta, transferir 10 mL de dió de treball de Fe (II) a un vas, i calcular el pH amb paper indicador. Afegir gota a gota la dió d'acetat fins pH = 4. (comptar gotes) = 4

2) Transferir 5 mL de dió de treball de Fe (II) a un aforat de 25 mL i afegir la meitat del nº de gotes d'acetat. Comprovar pH = 4. = 2
   + 1 mL tampó acètic / acetat
   + 1 mL hidroxilamina
   + 1 mL o-fenantrolina
   Enrasar i agitar

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

CÀLCULS

1) DISSOLUCIÓ ESTOC DE FE (II)

$$500\ mL \cdot \frac{0{,}04\ mg}{1\ mL} = 20\ mg = 0{,}02\ g\ Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$$

X Mínim 100 mg

$$500\ mL \cdot \frac{0{,}04\ mg\ Fe^{2+}}{1\ mL} \cdot \frac{1\ g}{1000\ mg} \cdot \frac{1\ mol}{55{,}85\ g}\ Fe^{2+} \cdot \frac{1\ mol\ sal\ Mohr}{1\ mol\ Fe^{2+}} \cdot \frac{392{,}05\ g}{1\ mol}$$

$= 0{,}140\ g$ sal Mohr teòrics

g $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ pesats $= 0{,}1464\ g$ reals

2) DISSOLUCIÓ TREBALL DE FE (II)

$$50\ mL \cdot \frac{0{,}02\ mg}{1\ mL} \cdot \frac{1\ mL}{0{,}04\ mg} = 25\ mL$$ dió estoc Fe^{2+}

CONCENTRACIÓ FINAL

$$1\ mL \cdot \frac{0{,}02\ mg}{1\ mL} \cdot \frac{1}{25\ mL} = 8 \cdot 10^{-4}\ mg/mL = 0{,}8\ ppm$$

2.1) CONCENTRACIÓ NOMINAL DE FE

$$[C]_{NOMINAL} = \frac{5\ mg}{\underbrace{100\ mL}_{\text{en 1 comprimit}}} = 0{,}05\ mg/mL = 50\ ppm$$ MATRÁS

WUOLAH

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

3) Preparar en aforats de 25 mL, dissoluciones amb:
4, 3, 2 i 1 mL de dió de treball de Fe (II).
+ acetat → pH = 4
+ tampó + hidroxilamina + fenantrolina
enrasar i deixar reposar 10 - 15 min.

- PREPARACIÓ DEL BLANC ESPECTROSCÒPIC

4) en un aforat de 25 mL afegir 1 mL dió tampó + 1 mL hidroxilamina + 1 mL o-fenantrolina

- MESURA

5) Mesurar l'absorbància de cada dió a $\lambda = 510$ nm
Ajustar abans amb el blanc espectroscòpic.

- PREPARACIÓ DE LA MOSTRA

6) Transferir 5 mL de dió mostra a un vas i mesurar pH
Afegir acetat fins pH = 4.
(Comptar les gotes) = 45

7) Calcular el volum necessari de mostra que s'ha de pipetejar a un aforat de 25 mL.
(partir de la [ ] calculada a "Tractament de la mostra".
Pipetejar el valor exacte que s'apropi més. 1 mL

8) Afegir acetat 9 gotes adent + 1 mL tampó + 1 mL hidroxilamina + 1 mL o-fenantrolina.
Enrasar i barejar.
Mesurar l'absorbància després de reposar 10 - 15 min

- BLANC DE LA MOSTRA

9) Si la mostra original té color → preparar "blanc de la mostra" en un aforat de 25 mL amb la mateixa quantitat de dió de mostra que a 7) i els mateixos reactius, excepte o-fenantrolina. 1 mL
Mesurar absorbància de la mostra.

- CALIBRATGE

10) Representar A de cada dió patró vs. $[Fe^{2+}]$ als patrons (mg/L).

11) Ajustar la recta de regressió per mínims quadrats.
Calcular els paràmetres de la recta i Sd

12) Interpolar el valor de l'A corregida de la mostra a la recta de calibratge.
Calcular $[Fe^{2+}]$ i IC. → Concentració Fe (III) al matràs.

13) Calcular la quantitat de Fe (mg) per comprimit amb IC

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

ASUS

¡PARTICIPA EN NUESTRO **SORTEO EXCLUSIVO**
PARA ESTUDIANTES!
Gana uno de los 3 portátiles ASUS Vivobook S15

1. Regístrate o inicia sesión como miembro de ASUS
2. Completa el registro en Sheer ID y espera la confirmación por email
3. ¡Espera al 6 de abril! Elegiremos a 3 ganadores y, si eres uno de los afortunados, te contactaremos por email.

*Consulta términos y condiciones. Sorteo válido del 14 de marzo al 6 de abril.

Participa aquí

3) DISSOLUCIONS PATRÓ

① 1 mL $\cdot \frac{8 \cdot 10^{-4}\ mg}{1\ mL} = 8 \cdot 10^{-4}\ mg/mL$

② 2 mL $= 1{,}6 \cdot 10^{-3}\ mg/mL$

③ 3 mL $= 2{,}4 \cdot 10^{-3}\ mg/mL$

④ 4 mL $= 3{,}2 \cdot 10^{-3}\ mg/mL$

⑤ 5 mL $= 4 \cdot 10^{-3}\ mg/mL$

g fenantrolina pesats = 0,108 g

7) VOLUM DE MOSTRA QUE S'HA DE PIPETEJAR

$25\ mL \cdot \frac{2 \cdot 10^{-3}\ mg}{1\ mL} \cdot \frac{1\ mL}{0{,}05\ mg} = 1\ mL$ d'MOSTRA

8) GOTES D'ACETAT A AFEGIR

5 mL → 45 gotes

1 mL → x

x = 9 gotes NaAc

9) ABSORBÀNCIES OBTINGUDES

	A
BLANC MOSTRA	0,003
①	0,151
②	0,313
③	0,474
④	0,640
⑤	0,798
MOSTRA	0,381

WUOLAH

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

27/04/2023 PRÀCTICA C2

Espectroscòpia atòmica (II): ICP-OES. Determinació del contingut de Fe en un complex multivitamínic

OBJECTIUS

- Tractament de mostra per microones.
- Diferències fonamentals entre absorció i emissió atòmiques.
- Diferència equip amb flama i plasma.
- Tractament estadístic d'un conjunt de dades.
- Servei d'Anàlisi Química.

PROCEDIMENT

TRACTAMENT DE LA MOSTRA

- A partir de la dió filtrada, fer la mateixa dilució de mostra que al punt 7 de C1.
- Fer la digestió del comprimit amb una mescla de HNO_3 i HCl 3:1, t = 20 min, T = 240°C.

MESURES ICP-OES

- Calcular la [] de les 2 dió a partir de la recta de calibratge
- Comparar els resultats de l'extracció feta al bany de sona amb la digestió àcida del comprimit feta en forn de microones.
- Comparar els resultats obtinguts amb la tècnica UV-vis i ICP-OES.
- Comparar amb tests estadístics, els resultats de totes les parelles.

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

ASUS

¡PARTICIPA EN NUESTRO SORTEO EXCLUSIVO PARA ESTUDIANTES!

Gana uno de los 3 portátiles ASUS Vivobook S15

1. Regístrate o inicia sesión como miembro de ASUS
2. Completa el registro en Sheer ID y espera la confirmación por email
3. ¡Espera al 6 de abril! Elegiremos a 3 ganadores y, si eres uno de los afortunados, te contactaremos por email.

*Consulta términos y condiciones. Sorteo válido del 14 de marzo al 6 de abril.

Participa aquí

28/04/2023

PRÀCTICA L

Cromatografia de gasos (GC) (II): determinació de metanol en aiguardent d'orujo

OBJECTIUS

- Utilitzar un cromatògraf CG amb detector FID.
- Interpretar els paràmetres de la injecció i del detector.
- Conèixer el software i paràmetres per la integració de l'àrea del pic.
- Quantificar el contingut de MeOH en un destil·lat alcohòlic.

PROCEDIMENT

▶ PREPARACIÓ RECTA DE CALIBRATGE. MÈTODE PATRONS EXTERNS

- Pesar exactament 500 mg MeOH i diluir en aigua Milliq a 100 ml. Fer una dilució 1/5 de la dió.
- En matrassos aforats de 10 ml, afegir: 1, 2, 3, 4 i 5 ml de la dió de MeOH
  + 4 ml EtOH
  enrasar
  transferir en un vial del cromatògraf → injecció per duplicat.
- Representar corba de calibratge.
- Trobar la [ ] i l'IC del MeOH a l'aiguardent.
- Discutir si el contingut de MeOH està per sota del límit legal.

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

ASUS

¡PARTICIPA EN NUESTRO **SORTEO EXCLUSIVO**
PARA ESTUDIANTES!
Gana uno de los 3 portátiles ASUS Vivobook S15

1. Regístrate o inicia sesión como miembro de ASUS
2. Completa el registro en Sheer ID y espera la confirmación por email
3. ¡Espera al 6 de abril! Elegiremos a 3 ganadores y, si eres uno de los afortunados, te contactaremos por email.

*Consulta términos y condiciones. Sorteo válido del 14 de marzo al 6 de abril.

Participa aquí

CÀLCULS

per PES: g MeOH pesats = 0,508 g

per VOLUM: $500\,mg \cdot \frac{1\,g}{1000\,mg} \cdot \frac{1\,mL}{0,7948\,g} = 0,63\,mL\,MeOH$

DILUCIÓ:

$100\,mL \cdot \frac{1}{5} = 20\,mL$ dió MeOH

DILUCIÓ MOSTRA ORUJO:

$10\,mL \cdot \frac{1}{2} = 5\,mL$ orujo

Hem de diluir la mostra perquè l'àrea de pic doni un valor per sobre (fora) dels valors dels patrons del calibrat.

WUOLAH

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

02/05/2023 PRÀCTICA M

Cromatografia de gasos (GC) (III): determinació de trihalometans amb headspace - cromatografia de gasos en aigua de xarxa. Tractament de dades

PROCEDIMENT

▶ PRESA DE MOSTRA

Preparació prèvia de material per a la presa de mostra.

- Esbandir les ampolles i taps amb aigua Milli-Q.
- Esbandir les ampolles i taps amb 2 mL d'àcid ascòrbic.
- Preparar: dió d'àcid ascòrbic
  proveta 100 mL
  pipeta Pasteur de 3 mL
  ampolles i taps
  pot per residus

Presa de mostra

- Esbandir les ampolles i les proveta amb aigua "mostra".
- Afegir 0,5 mL de dió d'àcid ascòrbic 0,14 M per cada 100 mL de mostra amb pipeta Pasteur (1,55 en 250 mL)
- Afegir amb la proveta a cada ampolla aigua de la presa.
- Tancar hermèticament.
- Homogeneïtzar.
- Guardar en la nevera i analitzar abans de 48 hores.

▶ CÀLCULS

- Calcular el contingut de THMs en les mostres, fent servir el patró intern.

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

04/05/2023 PRÀCTICA H

Cromatografia líquida d'alta resolució (HPLC) (II): determinació de cafeïna en café soluble

OBJECTIUS

- Utilitzar un cromatògraf HPLC.
- Preparar i filtrar una fase mòbil.
- Entendre l'ús de tampons de pH en la fase mòbil.
- Determinar el contingut de cafeïna de mostres de café soluble normal i descafeïnat.
- Verificar que compleixen la normativa legal.

PROCEDIMENT

▶ PREPARACIÓ DELS PATRONS

- Dió patró 1000 ppm: pesar 100 mg de cafeïna patró i dissoldre en 100 ml d'aigua MilliQ.
- Preparar dió patró de 100 ppm i transferir 1, 2, 4, 6 i 10 ml a aforats de 50 ml. Enrasar amb aigua MilliQ.

▶ PREPARACIÓ DE LES MOSTRES

- Café normal: pesar 100 mg de café soluble (normal) i enrasar en un aforat de 250 ml amb aigua MilliQ.
- Café descafeïnat: pesar 250 mg de café soluble (descafeïnat) i enrasar en un aforat de 100 ml amb aigua MilliQ

▶ FASE MÒBIL

- 8% HAc 0,1 M
- 12% NaAc 0,1 M
- 40% aigua MilliQ
- 40% MeOH

* Filtrar totes les dissolucions (excepte MeOH) i desgasificar 5 min.

Desgasificar 500 ml de dió Aigua MilliQ : MeOH 90:10 per ventar l'equip.

▶ POSADA EN MARXA DEL CROMATÒGRAF

▶ PRESA I ANÀLISI DE DADES

- Injectar els patrons.
- Mesurar l'àrea de pic i construir recta de calibratge
- Injectar les mostres → trobar concentració i I.C.
- Calcular el contingut de cafeïna i I.C als sobres de café (mg cafeïna/g café).

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.

¡Participa en nuestro sorteo exclusivo para estudiantes y gana un portátil ASUS Vivobook S15!

ASUS

¡PARTICIPA EN NUESTRO **SORTEO EXCLUSIVO**
PARA ESTUDIANTES!
Gana uno de los 3 portátiles ASUS Vivobook S15

1. Regístrate o inicia sesión como miembro de ASUS
2. Completa el registro en Sheer ID y espera la confirmación por email
3. ¡Espera al 6 de abril! Elegiremos a 3 ganadores y, si eres uno de los afortunados, te contactaremos por email.

*Consulta términos y condiciones. Sorteo válido del 14 de marzo al 6 de abril.

Participa aquí

CÀLCULS

1) $100\,mL$ dió $\underbrace{\frac{100\,mg}{1000\,mL}}_{100\,ppm} \cdot \underbrace{\frac{1000\,mL}{1000\,mg}}_{1000\,ppm} = 10\,mL$ dió $1000\,ppm$

per preparar dió $100\,ppm$

g cafeïna pesats = 1,015 g reals

2) PREPARACIÓ MOSTRES

g café normal pesats = 1,007 g reals

g café descafeïnat pesats = 0,2527 g reals

WUOLAH

Reservados todos los derechos. No se permite la explotación económica ni la transformación de esta obra. Queda permitida la impresión en su totalidad.