

PRÁCTICA 1

HERRAMIENTAS Y OPERACIONES BÁSICAS EN EL LABORATORIO BIOANALÍTICO

INTRODUCCIÓN

Todos los instrumentos de medida que se utilizan en el laboratorio tienen algún tipo de escala para medir una magnitud, en el caso del material de vidrio volumétrico, dicha magnitud es el volumen.

Los fabricantes generalmente certifican que el volumen liberado o contenido en dicho material se halla dentro de cierto margen respecto de la cantidad verdadera. Por ejemplo: Supongamos una pipeta aforada de clase A que está certificada para verter $10,00 \pm 0,02$ mL si se usa de forma adecuada. Sin embargo, a través de una serie de ensayos observamos que el volumen vertido es de $10,20 \pm 0,04$ mL. Concluimos por tanto que dicha pipeta vierte una media de 0,20 mL más que el volumen indicado por el fabricante.

Por tanto, si se requiere trabajar con gran exactitud, el material de vidrio volumétrico debe ser calibrado para conocer el volumen que realmente contiene o puede transvasar un determinado recipiente.

¿Cómo se lleva a cabo dicho proceso? El material volumétrico de vidrio se calibra midiendo la masa de un líquido (generalmente, agua destilada) de densidad y temperatura conocida, que se halla contenida en (o es transferida por) el material volumétrico. Dado que la densidad del agua varía con su temperatura (Tabla 1), el agua destilada empleada para calibrar debe estar en equilibrio térmico con el ambiente en el que se encuentre. Esta situación se alcanza reconociéndola para la calibración con anterioridad, anotando su temperatura a intervalos frecuentes y esperando hasta que no se aprecien cambios de temperatura en ella.

El vidrio se expande o se contrae con la temperatura, si sometemos el material de vidrio a temperaturas muy elevadas las moléculas del vidrio se expanden, mientras que si lo sometemos a muy bajas temperaturas las moléculas del vidrio se contraen, descalibrando de esta manera el material de vidrio. Es por eso, que se debe trabajar a temperaturas cercanas a la cual recomienda el fabricante.

OBJETIVOS

- Familiarizarse con el manejo del material volumétrico, testando la precisión en dicho manejo a nivel individual.
- Aprender a calibrar distintos tipos de material volumétrico.
- Aplicar el concepto de intervalo de confianza para la calibración de material volumétrico.

MATERIAL

- Matraz aforado de 50 mL
- Bureta de 25 mL
- Pipeta aforada de 10 mL
- Balanza de precisión
- 5 Vasos de precipitados de 100 mL

Tabla 1. Densidad del agua

T (°C)	Densidad (g/mL)	Volumen de 1 g de agua (mL)	
		A la T mostrada ^a	Corregido a 20 °C ^b
10	0,9997026	1,0014	1,0015
11	0,9996084	1,0015	1,0016
12	0,9995004	1,0016	1,0017
13	0,9993801	1,0017	1,0018
14	0,9992474	1,0018	1,0019
15	0,9991026	1,0020	1,0020
16	0,9989460	1,0021	1,0021
17	0,9987779	1,0023	1,0023
18	0,9985986	1,0025	1,0025
19	0,9984082	1,0027	1,0027
20	0,9982071	1,0029	1,0029
21	0,9979955	1,0031	1,0031
22	0,9977735	1,0033	1,0033
23	0,9975415	1,0035	1,0035
24	0,9972995	1,0038	1,0038
25	0,9970479	1,0040	1,0040
26	0,9967867	1,0043	1,0042
27	0,9965162	1,0046	1,0045
28	0,9962365	1,0048	1,0047
29	0,9959478	1,0051	1,0050
30	0,9956502	1,0054	1,0053

^a Corregido por efecto boya

^b Corregido por efecto boya y la dilatación del vidrio de borosilicato

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

A. CALIBRACIÓN DE UN MATRAZ AFORADO DE 50 mL

Un matraz volumétrico está calibrado para contener un volumen determinado de disolución a 20 °C cuando la base del menisco toca el centro de la señal de enrase del cuello del matraz. La mayoría de los matraces llevan grabado "TC 20 °C" que significa "contenedor a 20 °C". Otros tipos de material de vidrio, como por ejemplo la pipeta y la bureta, están calibrados para verter "TD 20 °C".

Los matraces aforados para su calibración deben estar limpios y secos, de no ser así se recomienda tras su lavado escurrirlos bien y secarlos a temperatura ambiente.

1. Pese el matraz "limpio y seco", el valor obtenido será el empleado en todas las filas de la columna tercera de la correspondiente tabla a rellenar.
2. Llénelo hasta la marca con agua destilada y vuelva a pesar.
3. Repita este proceso de llenado y pesada hasta completar 5 ensayos.
4. Calcule el volumen real contenido en el matraz con ayuda de la Tabla 1.

Ensayo	Masa matraz lleno (g)	Masa matraz vacío (g)	Diferencia (g)	Volumen real contenido (mL)
1				
2				
3				
4				
5				

Expresa el volumen real contenido en el matraz como el valor medio de las experiencias realizadas \pm la desviación estándar asociada.

Valor medio \pm desviación estándar (mL)	
--	--

Expresa la precisión de los resultados obtenidos en forma de RSD (%):

La calibración del matraz aforado (clase A) debe estar en un margen de error de ± 0.05 mL. De acuerdo con sus resultados experimentales calcule el intervalo de confianza al 95%, comprobando si dicho intervalo incluye el intervalo teórico suministrado por el fabricante.

Intervalo teórico, mL	Intervalo de confianza obtenido, mL

B. CALIBRACIÓN DE UNA BURETA DE 25 mL

1. Llene la bureta con agua destilada y elimine las burbujas que pueda haber en zona cercana a la llave. Ajuste el menisco exactamente a 0,00 mL y tocando con la punta de la bureta la pared de un vaso elimine la gota suspendida de agua. Deje 5 minutos la bureta en reposo, mientras se pesa un vaso de precipitados de 100 mL, "limpio y seco". Si mientras tanto hubiese variado el nivel del líquido en la bureta, apriete la llave y ajuste de nuevo el nivel a 0,00 mL.
2. Vierta 5 mL de agua (a una velocidad de alrededor de 10 mL/min) al vaso previamente pesado. Acerque la punta de la bureta a la pared del vaso de precipitados. Deje unos 30 s que descienda la película de agua de las paredes internas de la bureta y tome la lectura exacta de volumen con una aproximación de 0,01 mL.
3. Pese el vaso de precipitados para determinar la cantidad de agua vertida en volumen con ayuda de la Tabla 1.
4. Vierta otros 5 mL drenando ahora la bureta desde 5 mL (o el volumen exacto que hubiese quedado en el drenaje anterior) hasta 10 mL, en otro vaso de precipitados vacío, previamente pesado. Obtenga la masa vertida, de nuevo por diferencia entre la masa del vaso de precipitados con agua y vacío, dejando siempre 30 s para tomar la lectura exacta de volumen en la escala de la bureta.
5. Convierta la masa de agua en volumen vertido a través de la Tabla 1.
6. Vierta otros 5 mL drenando ahora la bureta desde 10 mL (o el volumen exacto que hubiese quedado en el drenaje anterior) hasta 15 mL, en otro vaso de precipitados vacío previamente pesado. Obtenga la masa vertida, de nuevo por diferencia entre la masa del vaso de precipitados con agua y vacío, dejando siempre 30 s para tomar la lectura exacta de volumen en la escala de la bureta.
7. Convierta la masa de agua en volumen vertido a través de la Tabla 1.

	Ensayo		
	1	2	3
Lectura final (mL)			
Lectura inicial (mL)			
Diferencia (mL)			
Masa vaso lleno (g)			
Masa vaso vacío (g)			
Diferencia (g)			
Volumen real vertido (mL)			

Considerando que la tolerancia relativa suministrada por el fabricante (± 0.05 mL) es constante en todo el intervalo de volumen, indique si el volumen vertido se halla dentro de la tolerancia admitida por el fabricante.

Ensayo	1	2	3
Tolerancia admitida			
Volumen real vertido, mL			
Volumen incluido dentro de la tolerancia: SI/NO			

C. CALIBRACIÓN DE UNA PIPETA AFORADA DE 10 mL

- No es necesario pesar ni secar la pipeta aforada a calibrar.

1. Pese un vaso de precipitados de 100 mL "limpio y seco".

2. Transfiera lentamente al vaso de precipitados con la pipeta el volumen de agua correspondiente de enrase a enrase. Si la pipeta fuese de un único aforo, no forzar la última gota que queda dentro de la punta de la pipeta a que caiga al vaso de precipitados.

3. Pese el vaso conteniendo el agua vertida y transforme la masa en volumen vertido a través de la Tabla 1.

4. Repita esta operación hasta completar 5 ensayos.

Ensayo	Masa vaso lleno (g)	Masa vaso vacío (g)	Diferencia (g)	Volumen real vertido (mL)
1				
2				
3				
4				
5				

Exprese el volumen real vertido por la pipeta como el valor medio de las experiencias realizadas \pm la desviación estándar asociada.

Valor medio \pm desviación estándar (mL)	
--	--

Exprese la precisión de los resultados obtenidos en forma de RSD (%):

La calibración de la pipeta aforada de 10 mL (clase A) debe hallarse en un margen de error de ± 0.02 mL. De acuerdo con sus resultados experimentales calcule el intervalo de confianza al 95%, comprobando si dicho intervalo incluye el intervalo teórico suministrado por el fabricante.

Intervalo teórico, mL	Intervalo de confianza obtenido, mL