1. IDENTIFICACIÓN DEL INSTRUMENTO:

Programa de Formación: *Tecnología en Química Aplicada a la Industria*	***Ficha de Caracterización:***
Nombre de la Guía: *Generar propuesta del proyecto de formación – Alistamiento de Materiales y Equipos*	***Código de la Guía:*** *9230-FP-O-289 V2*
Nombre del Instructor: *Marcelo Guancha, Diana I. León C., Jaqueline García C., Mónica Soto.*	
Ciudad y Fecha: *Santiago de Cali, Octubre 28, 2021*	

2. PRESENTACIÓN E INSTRUCCIONES PARA EL DILIGENCIAMIENTO:

Señor/a Aprendiz:

- Investigar sobre los temas planteados en la guía.
- Elaborar y entregar el Pre-Informé respectivo de la práctica de Laboratorio y socializarlo en plenaria.
- Realizar la práctica de Laboratorio de acuerdo al procedimiento definido en la guía.
- Entregue los productos al Instructor (Tabla de datos e Informe respectivo) y socializar en plenaria.

3. CUERPO DEL INSTRUMENTO

INTRODUCCIÓN

El material volumétrico de vidrio es una herramienta importante en el análisis químico de una muestra, dicho material está diseñado para contener, extraer o entregar un volumen conocido con exactitud y precisión. Esta práctica está diseñada para conocer el material de vidrio de tipo volumétrico, su manejo y la verificación de su calibración.

La medida de volumen en un material volumétrico se ve afectada por distintos factores tales como: cambios de densidad del líquido y del aire debido a la influencia de la temperatura, presión atmosférica y humedad relativa del medio; por lo tanto, estas variables se deben tener en cuenta para la determinación de la incertidumbre y la verificación de la calibración utilizando distintas ecuaciones propuestas en las normas ASTM E542-01 (2021) y NTC 2454 (2016), para reportar resultados confiables.

En esta práctica se realizará una calibración directa y la determinación de la incertidumbre utilizando el método directo o gravimétrico, que se basa en la medición directa de las masas de agua entregada por una bureta o pipeta, o contenida en un matraz volumétrico, las cuales se convierten a volumen con la densidad, a la temperatura especificada.

OBJETIVO GENERAL

Verificar la calibración del material de vidrio de tipo volumétrico usado en el laboratorio aplicando el método gravimétrico.

ACTIVIDADES PRELABORATORIO

Consultar y realizar el mapa conceptual sobre los siguientes temas:

- Identificación y Clasificación del material de vidrio volumétrico y graduado usado en el Laboratorio, de acuerdo con la calidad de este.
- Limpieza del material volumétrico usado en el Laboratorio.
- Técnicas apropiadas para la lectura de volumen (colocación del menisco) en el material de vidrio de tipo volumétrico.
- Tiempo de vertido en pipetas y buretas.
- Efecto de la temperatura sobre la densidad del agua.
- Coeficiente de dilatación lineal de material de vidrio de Laboratorio.
- Incertidumbre absoluta e incertidumbre relativa.

MATERIALES DEL APRENDIZ

Cada Aprendiz debe contar con los siguientes implementos de trabajo y seguridad

- Guía de laboratorio y Cuaderno de trabajo experimental (exclusivo para el laboratorio)
- Bata de Laboratorio.
- Gafas de seguridad de alta transparencia.
- Guantes de nitrilo.
- Botas de seguridad.
- Calculadora, regla, tijeras, cinta de enmascarar y toalla pequeña.

MATERIALES QUE SUMINISTRA EL LABORATORIO (POR GRUPO)

1 Pipeta aforada de 25 mL
1 Pipeta graduadas de 10 mL
1 Bureta de 50 mL
1 Balón aforado de 50 mL
1 Beaker de 50 mL
1 Beaker de 100 mL
1 Erlenmeyer de 250 mL
1 Soporte universal
1 Pinza para bureta 1 Pera de succión
1 Termómetro de mercurio
1 Embudo de vidrio
1 Gotero
1 Varilla de Agitación

EQUIPOS

1 Cronómetro.
1 Balanza electrónica.

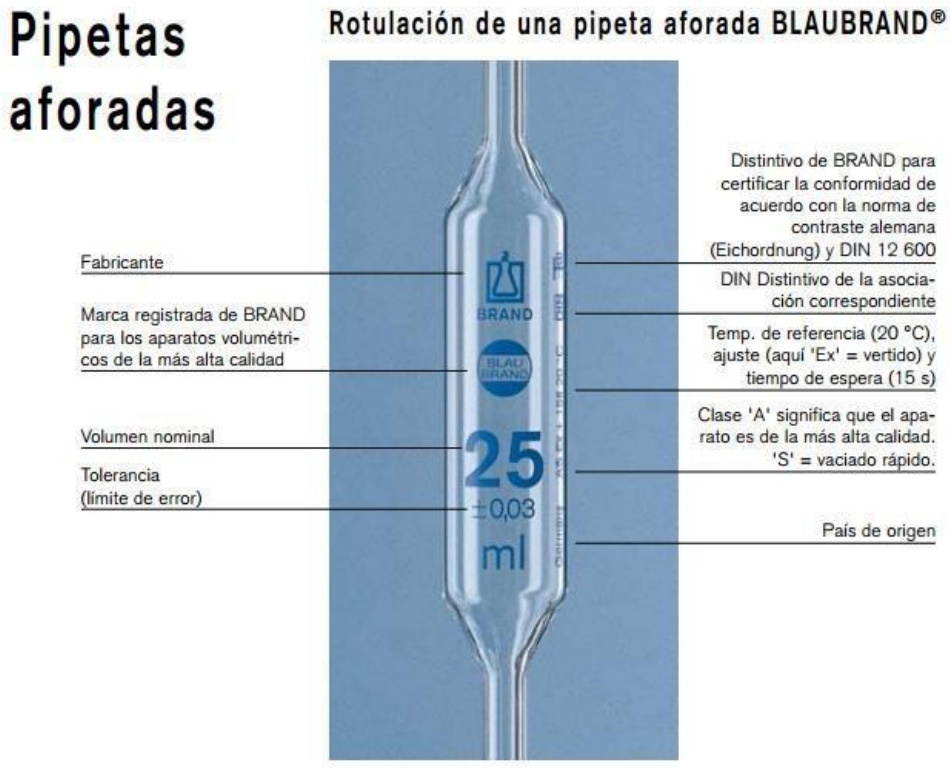
REACTIVOS

Agua destilada

ACTIVIDADES EXPERIMENTALES

A. Reconocimiento de las Características del Material Volumétrico a Calibrar

Completar la **Tabla No.1** para identificar el material a calibrar, de acuerdo con la orientación del instructor y teniendo en cuenta la **figura 1**.



B. Calibración de una Pipeta Graduada de 10 mL

1. Agregar a un beaker de 100 mL, previamente limpio y seco, aproximadamente 50 mL de agua destilada.
2. Medir la temperatura de la muestra de agua destilada con un termómetro de mercurio.
3. Pesar un beaker de 50 mL previamente limpio y seco.
4. Tomar una pipeta graduada de 10 mL y verificar que se encuentre limpia.
5. Llenar la pipeta graduada de 10 mL con agua destilada, utilizando una pera de succión, hasta su enrase máximo.
6. Eliminar cualquier gota de agua externa de la pipeta, usando un paño absorbente.
7. Verter el agua contenida en la pipeta al beaker previamente pesado (ítem 3), dejando que el agua caiga por su propio peso desde la pipeta colgada verticalmente.
8. Medir con un cronómetro el tiempo de vertido de la pipeta, mientras se lleva a cabo la acción del punto anterior (ítem 7).
9. Pesar el beaker con la muestra.
10. Realiza el procedimiento 5 veces.
11. Registrar los datos en la **Tabla No.2**

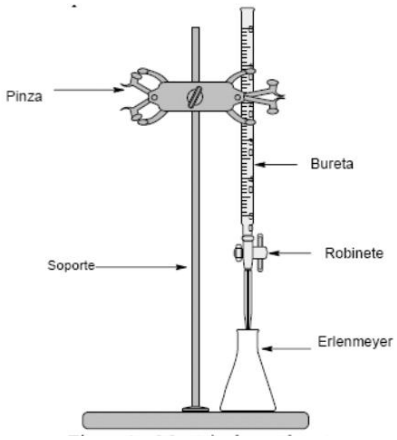
C. Calibración de Pipeta Aforada de 25 mL

1. Agregar a un beaker de 100 mL, previamente limpio y seco, aproximadamente 50 mL de agua destilada.
2. Medir la temperatura de la muestra de agua destilada con un termómetro de mercurio.
3. Pesar un beaker de 50 mL previamente limpio y seco.
4. Tomar una pipeta aforada de 25 mL y verificar que se encuentre limpia.
5. Llenar la pipeta aforada de 25 mL con agua destilada, utilizando una pera de succión, hasta que coincida con la marca de calibrado o aforo.
6. Eliminar cualquier gota de agua externa de la pipeta, usando un paño absorbente.
7. Verter el agua contenida en la pipeta al beaker previamente pesado (ítem 3), dejando que el agua caiga libremente por su propio peso, desde la pipeta colgada verticalmente.
8. Medir con un cronómetro el tiempo de vertido de la pipeta, mientras se lleva a cabo la acción del punto anterior (ítem 7).
9. Pesar el beaker con la muestra.
10. Realiza el procedimiento 5 veces
11. Registrar los datos en la **Tabla No.3.**

D. Calibración de Bureta de 50 mL

1. Tomar una bureta de 50 mL, verificar que esté limpia, si es necesario utilizar una solución de hidróxido de potasio en etanol para su limpieza.
2. Verificar que la llave de paso esté lubricada.
3. Purgar la bureta con agua destilada y ubicarla en la pinza para bureta sostenida en el soporte universal, de acuerdo con el montaje de la **figura 2.**
4. Agregar a un beaker de 100 mL, previamente limpio y seco, aproximadamente 50 mL de agua destilada
5. Medir la temperatura de la muestra de agua destilada con un termómetro de mercurio.
6. Llenar la bureta con el agua destilada, usando un embudo de vidrio, hasta la marca 0,00 mL, verificar que no haya burbujas de aire y dejar salir el líquido por la parte inferior para evacuar el aire en la llave y la punta de la bureta.
7. Ajustar el menisco a exactamente 0,00 mL.
8. Pesar el erlenmeyer de 250 mL previamente limpio y seco.
9. Verter desde la bureta 1 mL de agua al erlenmeyer pesado en el punto anterior (ítem 8).
10. Pesar el Erlenmeyer con la muestra de agua y tomar el dato.
11. Repetir el procedimiento (ítem 9 y 10) hasta haber adicionado un total de 10 mL.
12. A partir de los 10 mL continuar vertiendo volúmenes de 10 mL en 10 mL y pesar en cada adición. La velocidad de adición debe ser menor o igual a 20 mL/min.
13. Realizar el procedimiento hasta transferir el total del volumen de la bureta (hasta los 50 mL), tener en cuenta no sobrepasar el trazo correspondiente a los 50 mL en el último intervalo.
14. Realizar el procedimiento por duplicado.
15. Registrar los datos en la **Tabla No.4**.
16. Realizar una gráfica de incertidumbre relativa vs. volumen adicionado.

17. Realizar una curva de calibración representando el factor de corrección de cada intervalo de 10 mL.
18. Llenar la bureta hasta la marca de 0,00 mL y determinar el tiempo de vertido.



E. Calibración del matraz aforado de 50 mL

1. Agregar a un beaker de 100 mL, previamente limpio y seco, aproximadamente 50 mL de agua destilada.
2. Medir la temperatura de la muestra de agua destilada con un termómetro de mercurio o alcohol.
3. Pesar el Matraz Aforado de 50 mL previamente limpio y seco.
4. Agregar agua destilada al matraz aforado, utilizando un beaker y una varilla de Agitación, hasta la marca de aforo. Asegurarse que no haya burbujas en el interior del Matraz y que esté completamente seco en su parte exterior.
5. Pesar el matraz con la muestra.
6. Realiza el procedimiento 5 veces
7. Registrar los datos en la **Tabla No.5**.

RESULTADOS

A. Cálculos

- Para calcular el factor de corrección, emplear la **Ecuación 1**:

$$Fc = \left[\frac{1}{1-\frac{\rho_{aire}}{\rho_{agua}}}\right] * \left[\frac{1}{\rho_{agua}}\right] * \left[1-\alpha\left(T-T_{ref}\right)\right] \quad (Ec.1)$$

- Para determinar la densidad del aire (ρ_{aire}), utilizar la **Ecuación 2**:

$$\rho_{aire} = \frac{0{,}34848P_{atm} - 0.009\left(\frac{H_r}{100}\right) * e^{0.061T_{aire}}}{1000(273{,}15+T_{aire})} \quad (Ec.2)$$

- Para calcular el volumen de calibración o volumen corregido del instrumento, utilizar la **Ecuación 3**:

$$V_{cal} = (m_2 - m_1) * Fc \ (Ec.3)$$

- Para calcular la incertidumbre absoluta (U_{abs}) o desviación estándar (s), utilizar la **Ecuación 4**:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(x_i - \underline{x}\right)^2}{n-1}} = U_{abs} \ \ (Ec. 4)$$

- Para calcular la incertidumbre relativa (U_{rel}), utilizar la **Ecuación 5**:

$$U_{rel}(\%) = \frac{U_{abs}}{V_{cal}} * 100 \ \ (Ec. 5)$$

Donde:

V_{cal}: Volumen de calibración o volumen corregido del instrumento (cm^3)
F_c: Factor de corrección
M_1: Masa del beaker vacío (g)
M_2: Masa del beaker con agua (g)
ρ_{agua}: Densidad del agua (g/cm^3)
ρ_{aire}: Densidad del aire (g/cm^3)
T: Temperatura de la muestra de agua (ºC)
T_{ref}: Temperatura de referencia (20 ºC)
α: Coeficiente de dilatación térmica del vidrio= 0.0001 $(ºC)^{-1}$
H_r: Humedad relativa (%)
T_{aire}: Temperatura del aire (ºC)
P_{atm}: Presión atmosférica (hPa)
U_{abs}: Incertidumbre absoluta
U_{rel}: Incertidumbre relativa

B. Preguntas Adicionales

1- ¿El error obtenido en cada uno de los ensayos depende del equipo o la técnica? ¿Qué medidas puede tomar para limitar los errores en cuanto a la técnica?
2- Si se tiene en cuenta la magnitud del factor de corrección en comparación con los volúmenes que puede medir con cada material volumétrico. ¿En qué casos es importante tener en cuenta la corrección y cuando se puede ignorar?
3- ¿Qué se puede analizar de la gráfica obtenida de incertidumbre relativa vs volumen para el caso de la bureta?
4- ¿Por qué para la calibración de los matraces aforados y probetas deben estar secos y las pipetas y buretas no?
5- ¿Qué tipo de error se comete si durante una calibración se cae un recipiente y se derrama parte de su contenido?
6- En la calibración de las pipetas no se debe soplar para vaciar las últimas gotas que contienen en la punta. ¿Por qué?

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASTM International. (2021). *Standard Practice for Calibration of Laboratory Volumetric Apparatus (E542-01).*

Norma Técnica Colombiana (NTC). (2016). *Material de vidrio para laboratorio. Instrumentos volumétricos. Métodos el ensayo de capacidad y para el uso* (NTC 2454).

ANEXO A: TABLAS PARA EL REPORTE DE DATOS
Práctica: Verificación de la calibración del Material Volumétrico

Fecha: _____

Integrantes:

_____ **Firma:** _____

_____ **Firma:** _____

_____ **Firma:** _____

_____ **Firma:** _____

_____ **Firma:** _____

Tabla No. 1. **Características del material volumétrico a calibrar.**

Material	Volumen Nominal	Límite de Error	Temperatura de Ref. (ºC)	Clase	Tiempo de Vertido	Fabricante
Bureta						
Pipeta aforada						
Pipeta graduada						
Matraz aforado					N/A*	

***N/A: No aplica**

Tabla No. 2. **Calibración Pipeta Graduada de 10 mL.**

Temperatura muestra agua destilada (°C)				
Masa beaker 50 mL vacío (g)				
Factor de Corrección (Fc)				
Volumen agua medido (mL)	**Tiempo de vertido (s)**	**Masa de agua medida (g)**	**Volumen corregido (mL)**	**Diferencia de volumen (mL)**
10				
10				
10				
10				
10				
Incertidumbre absoluta				
Incertidumbre relativa (%)				

Tabla No. 3 **Calibración pipeta aforada de 25 mL.**

Temperatura muestra agua destilada (°C)				
Masa beaker 50 mL vacío (g)				
Factor de corrección (Fc)				
Volumen Agua Medido (mL)	**Tiempo de vertido (s)**	**Masa de agua medida (g)**	**Volumen corregido (mL)**	**Diferencia de volumen (mL)**
25				
25				
25				
25				
25				
Incertidumbre absoluta				
Incertidumbre relativa (%)				

Tabla No. 4. **Calibración bureta de 50 mL.**

Temperatura muestra de agua destilada (°C)									
Masa Erlenmeyer vacío (g)									
Volumen inicial (mL)									
Factor de corrección (Fc)									
Volumen agua adicionado (mL)	**Muestra 1**				**Muestra 2**				**Promedio diferencia de volúmenes (mL)**
	Masa de agua (g)	**Volumen corregido (mL)**	**Diferencia volúmenes (mL)**	**Incertidumbre relativa (%)**	**Masa de agua (g)**	**Volumen corregido (mL)**	**Diferencia volúmenes (mL)**	**Incertidumbre relativa (%)**	
1									
2									
3									
4									
5									
6									
7									
8									
9									
10									
Incertidumbre absoluta									
20									
30									
40									
50									
Incertidumbre absoluta									

Tabla No. 5 Calibración matraz aforado de 50 mL.

Temperatura muestra agua destilada (°C)			
Masa matraz 50 mL vacío (g)			
Factor de corrección (Fc)			
Volumen agua medido (mL)	**Masa de agua (g)**	**Volumen corregido (mL)**	**Diferencia de volumen (mL)**
50			
50			
50			
50			
50			
Incertidumbre absoluta			
Incertidumbre relativa (%)			