




2020

# Módulo II. Operaciones básicas



Elaborado por:  
Sandra Milena Bonilla Castañeda  
Kiara Jaidine Gutiérrez Quiceno  
Francy Julieth Osorio Vélez  
María Victoria Sánchez Escobar

Escuela de Química  
Universidad Tecnológica de Pereira

## CONTENIDO

<b>Introducción</b> .....	<b>6</b>
<b>1. Determinación de masa</b> .....	<b>7</b>
Balanza .....	7
La balanza de precisión.....	7
La balanza analítica.....	8
Características de la sala de medida: .....	8
Las condiciones de la mesa para la balanza: .....	8
Las condiciones ambientales:.....	8
Normas de utilización de una balanza.....	9
Calibración .....	9
Mantenimiento.....	9
Para efectuar el pesaje hay que tener en cuenta: .....	9
Balanza granataria:.....	10
Características de la balanza granataria .....	11
Partes .....	12
¿Para qué sirve? .....	13
¿Cómo usarla?.....	13
<b>2. Determinación de volumen</b> .....	<b>13</b>
Características del vidrio utilizado en materiales volumétricos .....	14
Vidrio de Sosa .....	14
Vidrio de borosilicato.....	14
Vidrio de cuarzo .....	15
Uso del Material de Vidrio .....	16
Material volumétrico.....	17
Volúmenes pequeños no se miden con aparatos grandes.....	17
Material certificado.....	18
Clase A o AS.....	18
Clase B.....	19
Material de propósito general .....	19
Información a tener en cuenta con el material volumétrico .....	19
Ajuste.....	19
In .....	19
Ex .....	19

Temperatura de Uso .....	20
Tiempo de Vertido y Espera .....	20
Limpieza y Secado del Material Volumétrico .....	21
Características y beneficios .....	22
Consejo de aplicación .....	22
Características y beneficios .....	23
Desinfección y esterilización .....	25
La desinfección .....	25
La esterilización por vapor .....	25
Trabajar con Material Volumétrico de Vidrio .....	26
Instrumentos para la medida del volumen .....	29
Probetas: .....	29
Pipetas volumétricas o aforadas:.....	30
Pipetas graduadas: .....	32
Pipetas automáticas:.....	33
Buretas: .....	33
Balones volumétricos o matraces aforados: .....	35
Dispensadores .....	36
<b>3. Densidad .....</b>	<b>36</b>
Picnómetro:.....	37
<b>4. Filtración .....</b>	<b>38</b>
Papel filtro .....	39
Tipos de papel de filtro .....	39
Papel filtro cualitativo .....	39
Papel filtro estándar .....	40
Papel filtro reforzado.....	40
Papel filtro cuantitativo.....	40
Papel filtro sin cenizas .....	40
Papel filtro endurecido sin cenizas .....	40
Papel filtro cromatográfico .....	40
Papel filtro de fibra .....	41
Filtración por gravedad.....	42
Filtración al vacío.....	43
Filtración con placa filtrante .....	45

Filtración sobre celita .....	45
Bajo atmósfera inerte .....	45
<b>5. Determinación de pH .....</b>	<b>46</b>
Determinación potenciométrica: .....	47
Determinación por papel indicador.....	48
<b>6. Precipitación y decantación .....</b>	<b>49</b>
<b>7. Centrifugacion .....</b>	<b>49</b>
<b>8. Cristalización y recristalización .....</b>	<b>51</b>
Procedimiento .....	52
Precaución .....	52
<b>9. Secado .....</b>	<b>52</b>
Secado de sólidos .....	53
Desecantes para disoluciones .....	54
Otros desecantes.....	54
Tamices moleculares.....	54
Secado de líquidos .....	55
Secado de disoluciones .....	55
Secado de gases .....	55
<b>Bibliografía.....</b>	<b>57</b>

## Índice de Tabla

<b>Tabla 1.</b> Errores y soluciones de pesaje .....	10
<b>Tabla 2.</b> Ejemplo de clases de pipetas.....	21
<b>Tabla 3.</b> Referencias del detergente y su aplicación. ....	23
<b>Tabla 4.</b> Códigos de color (NTC 2053) y tolerancias para pipetas aforadas (NTC 2052). .	32
<b>Tabla 5.</b> Tolerancias para pipetas graduadas (NTC 2201).....	33
<b>Tabla 6.</b> Tolerancia para bureta según la NTC 2175.....	35
<b>Tabla 7.</b> Tolerancias o errores máximos permitidos para matraces aforados (NTC 2322). .....	36
<b>Tabla 8.</b> Equivalencias entre los papeles filtro más usados en el laboratorio.....	41
<b>Tabla 9.</b> Equivalencias entre los papeles filtro más usados en el laboratorio.....	41

## Índice de Figuras

<b>Figura 1 a.</b> Balanzas monoplato, <b>b.</b> Balanza analítica .....	7
<b>Figura 2.</b> Balanza granataria .....	11
<b>Figura 3.</b> marcas fija y móvil.....	12
<b>Figura 4.</b> Ejemplo rotulación de una pipeta aforada.....	21
<b>Figura 5.</b> Menisco cóncavo en una pipeta graduada.....	27
<b>Figura 6.</b> Menisco convexo en una pipeta graduada.....	27
<b>Figura 7.</b> Menisco en un aparato volumétrico con franja de Schellbach, en una bureta. .	28
<b>Figura 8.</b> Error de paralaje .....	28
<b>Figura 9.</b> Lectura del menisco .....	29
<b>Figura 10. a.</b> Diseño de probetas <b>b.</b> Lectura de volumen en una probeta.....	30
<b>Figura 11.</b> Pipeteador de caucho .....	31
<b>Figura 12.</b> Micropipeta de diferentes volúmenes a. unicanal y b.multicanal.....	33
<b>Figura 13.</b> Dispensadores para botellas .....	36
<b>Figura 14. a.</b> Picnómetro con termómetro y capilar lateral <b>b.</b> Picnómetro con tapón.....	38
<b>Figura 15.</b> Papel filtro .....	39
<b>Figura 16.</b> Técnica para doblar el papel filtro .....	43
<b>Figura 17.</b> Equipo de filtración al vacío .....	44
<b>Figura 18.</b> Tipos de embudo .....	45
<b>Figura 19.</b> Escala de pH.....	47
<b>Figura 20.</b> pHmetro digital .....	47
<b>Figura 21.</b> Papel indicador .....	48
<b>Figura 22.</b> Centrifuga.....	51
<b>Figura 23.</b> Desecador .....	53

## MÓDULO II. OPERACIONES BÁSICAS

### INTRODUCCIÓN

Existen innumerables procesos de medición diferentes, cada uno de ellos termina con la obtención de un resultado el cual es afectado por distintos errores que surgen de tres componentes: el aparato de medida, el observador y el sistema bajo estudio. En algunos casos la diferencia puede ser pequeña mientras que en otros puede ser grande. La confianza que se puede obtener de un resultado depende de esa diferencia. Por estas razones es importante conocer y tener gran información acerca de los factores que afectan los resultados experimentales en sus dos propiedades: la exactitud y la precisión.

Las propiedades físicas no varían dentro de la misma especie al ser medidas, pero si lo hacen cuando estas están bajo diferencia de presión y temperatura. Las propiedades químicas presentan cambios en la naturaleza de las sustancias cuando se someten a mediciones. Todo esto hace preciso unificar formas de obtener valores comparables para las diferentes propiedades de la materia. Esto se ha logrado mediante el establecimiento de patrones internacionales obtenidos con el ajuste de los resultados de las experiencias de la comunidad científica, unificado en el S.I. (sistema internacional de medidas). Así también se han obtenido definiciones para cada uno de los objetivos medidos.

Teniendo en cuenta la importancia de los parámetros, en el momento de realizar una medida, la toma de decisión para el uso del instrumento más adecuado con respecto a la variable y la matriz a medir, con el objetivo de obtener el valor más confiable, se diseñó este módulo en el cual se presentaran las operaciones básicas de medida: los instrumentos utilizados, sus aplicaciones y posibles restricciones en el momento de obtener datos.

## 1. DETERMINACIÓN DE MASA

### Balanza

Las balanzas son instrumentos destinados a determinar la masa de un cuerpo. Las balanzas se caracterizan por su **exactitud** por su **precisión** y por su **sensibilidad**. La primera cualidad se refiere a la propiedad que posee cualquier instrumento físico para suministrar el resultado de una medida con un valor coincidente con el verdadero; ello implica que el error sea lo más reducido posible.

El término **exactitud** se toma con frecuencia como equivalente al de **precisión**. La **sensibilidad** está determinada por la aptitud de determinar con exactitud resultados de valores muy reducidos, y puede expresarse como la diferencia entre valores extremos de varias medidas de la misma magnitud.

En general en todos los métodos de análisis químicos es necesario determinar la masa (pesar) exacta en alguna etapa, y para esto se utiliza una balanza analítica de precisión de 0,1 mg. En otras ocasiones no es necesario conocer la masa de una manera tan precisa, y entonces se utilizan balanzas monoplato que son más resistentes y de menor precisión.

Dependiendo del tipo de sustancias u objetos que se desean medir, podemos detectar dos tipos de balanzas ideales para un laboratorio de química: las de precisión y las analíticas [1].

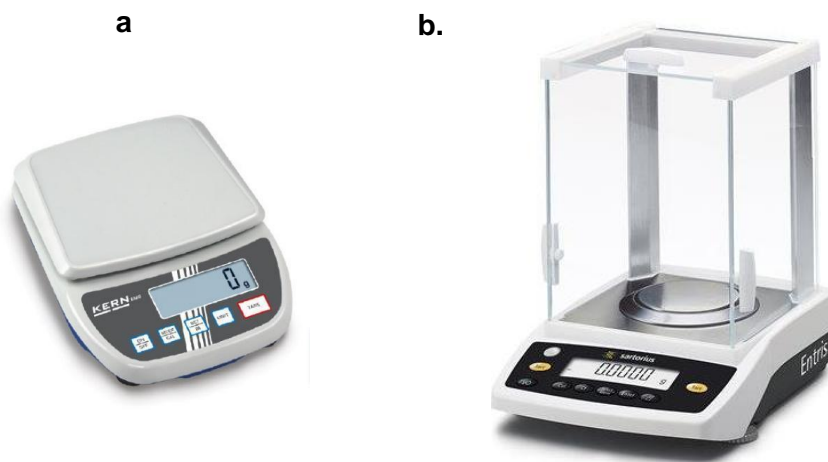


Figura 1 a. Balanzas monoplato, b. Balanza analítica

Fuente: <https://elicrom.com/balanza-analitica-entris-220g-x-0-1-mg-0-0001g-cal-interna-entris224i-1s/>

### La balanza de precisión

Este modelo de balanza de laboratorio sirve para obtener resultados precisos del peso y la masa de un objeto, los cuales se pueden apreciar en un indicador. Se usa especialmente para el control de calidad de sustancias sólidas y líquidas.



Las balanzas de precisión permiten una legibilidad en el rango de 1 mg (0,001 g) a 1 g, o de 0-3 decimales. Las balanzas de laboratorio de alta precisión pueden extender esta precisión hasta 4 decimales, en la pantalla de la balanza de precisión se utilizan incrementos de 0.0001g (0.1mg). [2]

### **La balanza analítica**

En todo laboratorio de química se necesita conocer las medidas de partículas minúsculas para cualquier análisis científico. En este caso, la balanza analítica sirve para pesar objetos pequeños que no superen el miligramo. A su vez, protege la materia a pesar del polvo exterior mediante una cabina transparente para evitar cualquier margen de error.

La balanza analítica tiene una capacidad máxima comprendida en general entre 120-200 g. La exactitud o la fiabilidad de los resultados de pesaje están muy relacionados con su emplazamiento y por esto se ha de colocar en un lugar que cumpla las siguientes características [3]:

- a) Con muy pocas vibraciones.
- b) Sin corrientes de aire.
- c) Con una temperatura ambiente y humedad lo más constantes posible.

### **Características de la sala de medida:**

- Tener apenas una entrada
- Tener el mínimo número de ventanas posible, para evitar la luz directa del sol y corrientes de aire.
- Ser poco susceptible a choques y vibraciones.

### **Las condiciones de la mesa para la balanza:**

- Quedar firmemente apoyada en el suelo o fija en la pared, de manera a transmitir un mínimo de vibraciones posible.
- Ser rígida, no pudiendo ceder o inclinarse durante las operaciones de medida. Se puede utilizar una de laboratorio bien estable o una de piedra.
- Localizarse en los sitios más rígidos de la construcción, generalmente en los rincones de la sala.
- Ser antimagnética (no contener metales o acero) y protegida de cargas electrostáticas (no contener plásticos o vidrios).

### **Las condiciones ambientales:**

- Mantener la temperatura de la sala constante.
- Mantener la humedad entre 45% y 60% (debe de ser monitoreada siempre que sea posible).
- No permitir la incidencia de luz solar directa.
- No hacer las medidas cerca de irradiadores de calor.
- Instalar las luminarias lejos de la bancada, para evitar disturbios por radiación térmica. El uso de lámparas fluorescentes es menos problemático.

- Evitar la medida cerca de aparatos que utilicen ventiladores (ej: aire acondicionado, ordenadores, etc.) o cerca de la puerta.

### **Normas de utilización de una balanza**

- Antes de empezar se ha de asegurar que la balanza esté bien nivelada (la mayoría de las balanzas tienen una burbuja de aire que permite comprobar su nivel). Es necesario verificar que la balanza señale exactamente el cero; en caso de no ser así, hay que calibrarla nuevamente.
- Dejar siempre la balanza conectada a la toma y prendida para mantener el equilibrio térmico de los circuitos electrónicos.
- Dejar siempre la balanza en el modo “standby”, evitando la necesidad de nuevo tiempo de calentamiento (“warm up”).
- Al terminar de pesar siempre cerciorarse de que la balanza quede completamente limpia incluso en la parte inferior del plato ya que varias sustancias pueden ser higroscópicas o corrosivas para el material y si se dejan por largo tiempo van a afectar su utilidad, corroyendo o manchando la superficie de la balanza.
- En el caso de sustancias corrosivas como el Hidróxido de Sodio es necesario pesarlo en recipientes lo suficientemente grandes para evitar el contacto de estas con la balanza.
- Utilizar para el pesaje recipientes lo suficientemente resistente al tipo de sustancia que se va a pesar (vidrio reloj, cánulas plásticas, beaker entre otros). El papel aluminio usado en muchas ocasiones puede reaccionar con algunas sustancias rompiéndose en el proceso de pesaje y afectando el plato
- Se debe tener en cuenta los rangos de pesaje de la balanza a fin de no afectar su capacidad y daño de la misma.

### **Calibración**

- Calibrar la balanza regularmente, más todavía cuando está siendo operada por vez primera, si fue cambiada de sitio, después de cualquier nivelación y después de grandes variaciones de temperatura o de presión atmosférica.

### **Mantenimiento**

- Mantener siempre la cámara de medida y el plato limpios.
- Usar apenas frascos de medida limpios y secos [3].

### **Para efectuar el pesaje hay que tener en cuenta:**

- No pesar las sustancias directamente sobre el plato de la balanza.
- Utilizar un recipiente limpio y seco: un vidrio de reloj o un recipiente lo más pequeño posible.
- Se deben manipular las sustancias u objetos con pinzas, con el fin de evitar que la grasa o la suciedad de las manos alteren el producto y no se puedan obtener las medidas exactas.
- El recipiente y la carga que se han de pesar tienen que estar a la misma temperatura que el entorno.
- Colocar el material que se quiere pesar en el centro del plato de la balanza.
- Al acabar el proceso de medida, retirar la carga del plato de la balanza.

### Procedimiento

Se pesa el recipiente idóneo que ha de contener a la muestra (esto se llama **tarar**). Consultar el modo de operación específico para el tipo de balanza que se va a utilizar. **Una vez tarado** se añade la sustancia que se quiere pesar con una espátula, si es un sólido, o se adiciona con una pipeta, si es un líquido hasta llegar al peso deseado. Se efectúa la lectura de pesaje. Hay que anotar el peso exacto, indicando todas las cifras decimales que dé la balanza utilizada.

Después de pesar se ha de descargar la balanza, es decir ponerla a cero (a menos que las indicaciones del fabricante aconsejen otra cosa).

La cámara de pesaje y el plato de la balanza se deben dejar perfectamente limpios, esto se puede realizar con una brocha.

Entre dos pesadas independientes hay que lavar la espátula con el disolvente adecuado, o en general con agua destilada y secarla [1].

### Errores de pesaje

Al intentar pesar nos podemos encontrar que la lectura del peso sea inestable. Las causas más frecuentes de este hecho y sus posibles soluciones son:

**Tabla 1.** Errores y soluciones de pesaje

<b>Lectura de peso inestable</b>	<b>Soluciones</b>
Manipulación incorrecta de la sustancia	Colocar la sustancia en el centro del plato
Diferencia de temperatura entre la sustancia y el entorno	Aclimatar la muestra
Absorción de humedad	Poner un agente desecante en la cámara de pesaje
Evaporación	Utilizar un recipiente con tapa
Oscilación del valor	Evitar las corrientes de aire

### Balanza granataria:

La balanza granataria es un instrumento de laboratorio para poder medir las masas de ciertos objetos y sustancias químicas. Su precisión es elevada (0,001g), y su rango de capacidades oscila entre 200g hasta incluso 25Kg. Por lo tanto, hay diferentes variedades de estas balanzas dependiendo del tipo de medición requerido.



**Figura 2.** Balanza granataria. Fuente: <https://www.lifeder.com/balanza-granataria>

Es una de las balanzas mecánicas más empleada, ya que presenta ciertas ventajas respecto a la balanza analítica. Por ejemplo, es más barata y duradera, ocupa menos espacio e implica menos tiempo su cuidado al ser más rudimentaria (aunque siempre debe mantenerse limpia). Además permite determinar la masa de objetos livianos y pesados en un mismo plato.

A este instrumento también se le conoce como báscula de pesar. Para usarla es indispensable calibrarla en donde esté localizada con masas específicas. Si se mueve de lugar, por la razón que sea, esta debe volverse a calibrar antes de realizar las determinaciones de masa.

### **Características de la balanza granataria**

La balanza granataria presenta en general las siguientes características:

- Tiene tres vigas donde descansan las pesitas o caballetes que sirven para comparar y determinar la masa del objeto. De hecho, en inglés a esta balanza se le conoce como triple beam balance (balanza triple brazo), exactamente por esta característica.
- Su precisión puede ser de 0,1 hasta 0,001g. Esta aumenta si la balanza tiene un brazo o viga extra más pequeña y delgada en comparación a las otras.
- Puede ser pesada, dependiendo de su capacidad.
- Su uso es ilimitado siempre y cuando se calibre y no sufra un daño físico irreparable.

## Partes

### Plato

De la imagen superior se observa que esta balanza tiene un plato o platillo, y sobre él se colocará la muestra cuya masa se quiera determinar. Este debe mantenerse lo más limpio posible, ya que algunas balanzas granatarias son muy sensibles a la suciedad y puede obtenerse a consecuencia de ella masas equivocadas.

### Punto de apoyo y soporte

En su parte inferior, hay un punto de apoyo. Su función es la de evitar que el plato se incline por el peso del objeto que se coloque sobre él.

Asimismo, toda la balanza cuenta con un soporte; que para la balanza de la imagen, es de color blanco. Este soporte se encarga sencillamente de sostener el instrumento por completo.

### Tornillo nivelador

En el mismo punto de apoyo puede apreciarse una rosca plateada, la cual es el tornillo nivelador. Con este tornillo se termina de calibrar la balanza antes de hacer las mediciones.

### Fiel y puntero

El fiel y puntero, también llamados marcas fija y móvil, respectivamente, se encuentran en el extremo opuesto al plato de la balanza. En la imagen inferior se puede ver que el puntero, como su nombre indica, apunta hacia el fiel, que es donde está marcado el número 0.



**Figura 3.** Marcas fija y móvil. Fuente: <https://www.lifeder.com/balanza-granataria/>

Cuando el fiel y el puntero se alinean o coinciden, la balanza está tarada; es decir, que se puede comenzar a determinar la masa del objeto. Nuevamente, la masa no tendrá un valor confiable si al final el puntero no apunta a 0, dando por terminado la pesada.

### **Brazos de escala**

En los brazos de escala están las medidas, como si fueran reglas, para conocer la masa del objeto. En estos brazos o vigas están las pesitas o caballetes, los cuales se van moviendo hacia la derecha hasta ajustar el puntero hacia el 0.

### **¿Para qué sirve?**

Como ya se sabe, sirve para determinar la masa de ciertos objetos; pero en un laboratorio, la naturaleza de los mismos varía bastante. Por ejemplo, puede ser útil para determinar la masa de un precipitado formado en un recipiente previamente pesado.

También puede utilizarse para calcular los rendimientos de una reacción donde se formó una cantidad considerable de producto. Así, en un recipiente limpio y cuya masa se tare alineando el fiel y puntero, se pesa el producto y se procede después a los cálculos de rendimiento.

### **¿Cómo usarla?**

De los demás apartados surge la pregunta: ¿cómo se usa la balanza? Primero se coloca el recipiente vacío sobre el plato, y se mueven las pesitas hacia el lado izquierdo. Si al hacer esto el puntero no coincide con el fiel o la marca de 0, se ajusta el tornillo debajo del plato para completar el tarado.

Acto seguido, se coloca dentro del recipiente el objeto o producto cuya masa se desea determinar. Al hacerlo, el puntero dejará de señalar el 0, y hay que alinearlos nuevamente. Para lograrlo, deben moverse las pesitas hacia la derecha, empezando por la más grande y pesada.

Se deja de mover esta pesa cuando la balanza deje de balancearse tanto; es en ese momento que se empieza a mover la segunda pesa, de menor tamaño. El procedimiento se repite con la otra pesa hasta que el puntero indique el 0.

Es entonces cuando podemos obtener la masa, y para ello simplemente hay que sumar los valores señalados por las pesas en sus respectivas escalas. La suma de estos valores será la masa del objeto o producto [4].

## **2. DETERMINACIÓN DE VOLUMEN**

La medición de volumen forma parte de la rutina diaria en un laboratorio. En cualquier laboratorio se dispone de varios instrumentos para la medida del volumen, estos se identifican como graduados y aforados. Los instrumentos graduados se distinguen por poseer escala (graduación) y se pueden utilizar para múltiples cantidades hasta el valor máximo de la escala de graduación. Los instrumentos aforados poseen sólo una línea, llamada aforo, sirven únicamente para medir cantidades específicas. En general, los instrumentos aforados son más exactos y precisos que los instrumentos graduados.

El material volumétrico puede estar construido de vidrio o de plástico. En la fabricación de material de laboratorio se emplean diferentes tipos de materiales que reúnen las

características necesarias para permitir, de manera segura, el trabajo al interior de los laboratorios de diferentes sectores. El vidrio es uno de los más utilizados ya que presenta una serie de ventajas: transparencia, manejabilidad, facilidad de diseño y sencillez en la preparación de montajes, permitiendo, además, su moldeabilidad por calentamiento y la fabricación de piezas a medida. Todos aquellos materiales que se constituyen principalmente de vidrio son conocidos por el nombre de vidriería de laboratorio o material de vidrio.

### **Características del vidrio utilizado en materiales volumétricos**

Existe una serie de requerimientos básicos que debe reunir el vidrio para poder ser empleado en la fabricación de material de laboratorio, y uno de los más importantes es que sea resistente al calor, es decir, refractario. Esta y otras características varían según el tipo de vidrio utilizado, y en uso para laboratorio se distinguen dos clases: el vidrio de sosa y cal, o vidrio común, y el vidrio boro silicato o vidrio Pyrex.

### **Vidrio de Sosa**

El vidrio de sosa y cal presenta en su composición entre el 71% y el 75% de arena, entre un 12% y un 16% de bicarbonato sódico y entre 10% y 15% de cal. Las características del vidrio varían dependiendo de su composición, pero en general, el vidrio de sosa y cal es sensible a los cambios de temperatura, razón por la cual su uso se encuentra limitado en la fabricación de material para laboratorio y otro tipo de objetos que se utilizan de manera cotidiana. La mayoría de los vidrios de fabricación industrial presentan esta composición y se emplean para hacer frascos, botellas, vasos y vidrios planos, objetos prensados, soplados y ligeros que no exijan una gran resistencia al calor ni resistencia química.

El vidrio de sosa y cal es el más fácil de fabricar y usualmente, a su composición básica se le incorporan otros elementos para modificar algunas de sus propiedades, por ejemplo, se incrementa su resistencia química, con lo que se vuelve un material más duradero, o se reduce su punto de ablandamiento, para incrementar su índice de refracción.

### **Vidrio de borosilicato**

El vidrio de borosilicato es un tipo particular de vidrio con óxidos de silicio y boro, más conocido con los nombres comerciales de DURAN, Pyrex o Kimax. Tiene una mayor resistencia química que el vidrio común, una gran resistencia al calor y a los cambios de temperatura. En su composición se puede encontrar entre un 70% y un 80% de arena, de un 7% a un 13% de trióxido de boro, entre el 4% y el 8% de óxido sódico y óxido potásico y finalmente entre el 2% y el 7% de óxido de aluminio. El vidrio de borosilicato tiene un coeficiente de dilatación de aproximadamente un tercio del vidrio común. Aunque esto lo hace más resistente que otros vidrios al choque térmico, también puede rajarse o quebrarse al someterse a variaciones rápidas de temperatura.

El vidrio borosilicatado comienza a reblandecerse cerca de los 821 °C; a esta temperatura la viscosidad del vidrio Pyrex 7.740 (un tipo de vidrio borosilicatado) es de 107,6 poise.

El vidrio borosilicatado tiene una densidad de 2,23 g/cm<sup>3</sup>. inferior a la del vidrio común (2,57 g/cm<sup>3</sup>).

Desde el punto de vista óptico, los vidrios borosilicatados son vidrios crown con baja dispersión (número de Abbe alrededor de 65), e índices de refracción relativamente bajos (1.51–1.54 en el rango visible).

Gracias a sus propiedades, el vidrio de borosilicato es ampliamente utilizado en las plantas de producción del sector químico, en la industria farmacéutica, en materiales para laboratorio e incluso en la manufactura de lámparas y moldes de horno.

El vidrio de borosilicato en el laboratorio es empleado para manufacturar matraces aforados, buretas y probetas graduadas, principalmente, aunque para ello debe sujetarse a las normas vigentes. La razón por la que este tipo de vidrio presenta sus propiedades de resistencia a las altas temperaturas y sus cambios bruscos se debe a la manera en que sus componentes se comportan. El trióxido de bismuto, por una parte, debilita la estructura de la red de sílice y reduce el punto de reblandecimientos de los vidrios fabricados de sílice, obteniendo así propiedades como baja expansión térmica, buena resistencia química, alta resistencia dieléctrica y elevada temperatura de ablandamiento.

Además, se emplean en menor medida otros tipos de vidrios, como el vidrio de aluminosilicato sin boro, un vidrio de alta resistencia química y baja expansión que es más fácil de fabricar que el de boro silicato y se emplea especialmente en aplicaciones que requieren de altas temperaturas o resistencia a los álcalis. Este tiene mayor expansión térmica que el de borosilicato, pero de cualquier modo se emplea en aplicaciones semejantes, además de en la fabricación de tubos de alto rendimiento para el ámbito militar y en tubos para ondas viajeras.

Otro ejemplo son los vidrios ópticos, los que presentan diferente composición que les otorga un índice de refracción de luz mayor y que tienen un amplio uso en la fabricación de espejos, lentes y prismas. Finalmente se encuentran los vidrios especiales con composiciones de lo más diversas para darles las características necesarias para aplicaciones particulares. En esta categoría se incluyen vidrios semiconductores, vidrios ópticos de alta refracción y baja dispersión, vidrios para la absorción de rayos gamma o rayos X, vidrios absorbentes de neutrones, vidrios transparentes al infrarrojo, vidrios fotosensibles y vidrios fotocromaticos, entre otros.

### **Vidrio de cuarzo**

El Vidrio de Cuarzo debido a sus múltiples aplicaciones especiales. Cuando se calienta el cuarzo lentamente, este va pasando por distintas formas enantiotrópicas hasta alcanzar su punto de fusión a 1723 °C. A esta temperatura se obtiene un líquido incoloro y muy viscoso que, si se enfría con relativa rapidez, se convierte en una sustancia de naturaleza vítrea a la que se suele denominar vidrio de cuarzo.



### **Propiedades del vidrio de cuarzo**

Este vidrio de cuarzo presenta un conjunto de propiedades de gran utilidad y de aplicación en múltiples disciplinas: en la investigación científica, tecnológica, en la vida doméstica y en general en todo tipo de industria. Se destacan como más relevantes las siguientes:

- Gran resistencia al ataque por agentes químicos, por lo que es muy utilizado como material de laboratorio. Solo es atacado, de manera importante a temperatura ambiente, por el ácido fluorhídrico en sus diferentes formas (gaseosa o disolución). A temperaturas superiores a 800 °C reacciona a velocidades apreciables con sales alcalinas o alcalinotérreas, en particular con sales sódicas, tales como el carbonato o el sulfato sódicos.
- Si bien su densidad a temperatura ambiente es relativamente alta (2,2 g/cm<sup>3</sup>) su coeficiente de dilatación lineal medio a temperaturas inferiores a los 1000 °C es extremadamente pequeño: se sitúa en  $5,1 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ , lo que permite, por ejemplo, calentarlo al rojo y sumergirlo bruscamente en agua, sin que se fracture. El número de aplicaciones que esta propiedad suscita es elevado.
- Su índice de refracción a la radiación electromagnética visible es 1,4589, lo que le hace apto para instrumentos ópticos en general.
- Su resistividad eléctrica es del orden de los 10<sup>20</sup> ohm·cm en condiciones normales lo que le convierte en uno de los mejores aislantes eléctricos conocidos, con todas las aplicaciones que de ello se derivan en la industria moderna.
- La absorción de la radiación electromagnética del vidrio de cuarzo muestra una gran transparencia a la luz visible así como en las bandas correspondientes al espectro ultravioleta, lo que le hace especialmente apto para la fabricación de lámparas y otros instrumentos generadores de este tipo de radiación.[5]

### **Uso del Material de Vidrio**

En el manejo del material de vidrio, a parte de las necesarias revisiones y sustituciones periódicas que se requieren a causa de la fatiga de los materiales, es conveniente observar las siguientes pautas:

- Desechar el material que presente el más mínimo defecto.
- Comprobar cuidadosamente la temperatura de los recipientes, conectores, etc. que hayan estado sometidos a calor, antes de aplicar las manos directamente.
- Eliminar las piezas defectuosas o fragmentos de piezas rotas en contenedores específicos para el vidrio, nunca en papeleras.
- No forzar directamente con las manos los cierres de frascos o botellas, llaves de paso, conectores, vasos etc., que se hayan obturado.
- En caso de que deba procederse a la apertura de frascos de tapón esmerilado obturados y ampollas selladas, se procederá de la siguiente manera:
  - Se llevará protección facial.
  - Se realizará la operación bajo campana y con pantalla protectora.

- Se llevará a cabo la apertura sobre una bandeja o preferiblemente en un recipiente de material compatible con el producto contenido en el frasco de abrir.
- Para cortar una varilla de vidrio deberá sujetarse con un trapo cerca de la marca. Los extremos de la varilla deberán moldearse en la llama para evitar las superficies cortantes.

El vidrio es fabricado (recocido) a cierta temperatura, si se calienta a temperaturas cercanas o mayores, puede superar la tolerancia del vidrio, en este punto de temperatura velocidades muy altas de calentamiento o enfriamiento producirán roturas. Por lo tanto:

- No se debe someter el vidrio a cambios bruscos de temperatura
- No retirarlos todavía calientes de la estufa, ni colocarlos calientes sobre una superficie húmeda o fría.
- Realizar las reacciones exotérmicas como diluir ácidos, o disolver hidróxidos alcalinos sólidos bajo agitación y refrigeración, haciendo uso de material adecuado, beaker o erlenmeyer, nunca un matraz aforado o una probeta (debido a que sufrirían un desajuste en su graduación).[6]

### **Material volumétrico**

En general, estos aparatos cuentan con una escala graduada o una marca que permite la medición del volumen deseado. Sin embargo, cuando se desea medir un volumen determinado debe tenerse en cuenta una regla básica:

### **Volúmenes pequeños no se miden con aparatos grandes**

En efecto, toda escala de graduación posee su error absoluto, por lo que mientras más pequeña es la cantidad a medir con esa escala, mayor será el error relativo de la medición realizada.

Usualmente, los fabricantes de estos aparatos garantizan que, a una temperatura dada, generalmente 20°C, las marcas de las graduaciones corresponden a los volúmenes especificados con cierta exactitud, por lo que muchas personas suponen que esto equivale a una certificación del aparato.

Esta suposición es válida sólo para el caso de los laboratorios de docencia, sin embargo, el investigador siempre calibra los aparatos volumétricos antes de utilizarlos ya que los errores de graduación de las escalas o los aforos a otras temperaturas que no son las indicadas podrían afectar los resultados finales del experimento.

El material de vidrio volumétrico se encuentra diseñado tanto para contener como para entregar, también hay materiales en los cuales se calienta y sirve para medir líquidos.

- Para contener: Cuando son llenados a su marca a la cual fueron calibrados para contener un volumen determinado. Significa que, si se utiliza para entregar, entregaría menos del volumen indicado.

- Para entregar: Es el material que se calibra durante su proceso de manufactura, para transferir una cantidad establecida de líquido con propiedades similares de viscosidad y tensión superficial al agua.

A fin de medir el volumen poseen unas marcas grabadas. Se puede subclasificar el material según el formato de estas marcas.

- Material volumétrico graduado: En este caso el elemento posee una graduación, una serie de líneas que indican diferentes volúmenes. Ejemplos de estos son los beakers, erlenmeyers, probetas, pipetas graduadas y buretas.
- Material volumétrico aforado: Posee uno o más aforos. (un aforo es una marca circular grabada con precisión sobre el vidrio para indicar que ese es el volumen determinado). Además, en el caso del material de doble aforo, poseen una marca adicional; en este caso el volumen determinado es el comprendido entre ambos aforos.

Hay otra subclasificación que pueden recibir algunos de estos materiales, por ejemplo las buretas y pipetas (tanto las graduadas como las aforadas), pero no las probetas.

- De simple enrase/aforo: En este caso, los 0 ml corresponden al elemento vacío (en realidad, se tiene en cuenta que siempre quedan unas gotas). En este caso deberá enrasarse una sola vez.
- De doble enrase/doble aforo: En este caso, existe una marca para los 0 ml. Tiene como desventajas que es necesario enrasar (procedimiento por el cual se lleva el volumen del líquido al deseado).[7]

Se distinguen cuatro clases o calidades para el material volumétrico.

### **Material certificado**

Este material volumétrico es de clase A pero es acompañado de un certificado de calibración que indica el volumen señalado y su tolerancia para cada una de las marcas. Este material asegura gran exactitud en cada una de las medidas. Como su calibración es certificada, debe ser ordenado especialmente y por tanto es altamente costoso. El certificado es expedido por institutos especializados para tal fin y tiene fecha de vencimiento, por tanto, una vez vencido debe renovarse y asumir el costo de la verificación de calibración.

### **Clase A o AS**

Es el material de mejor calidad por las exigencias que debe cumplir su fabricación. La tolerancia (límite máximo de error), la exactitud y la reproducibilidad están dentro de los límites fijados por normas internacionales como la DIN e ISO. Los aparatos volumétricos de la clase A y AS tienen límites de error idénticos. Generalmente, estos límites son alcanzados sólo por aparatos volumétricos de vidrio. Pero existen fabricantes que han logrado material volumétrico de esta clase utilizando plástico PFA o PMP

Este material se reconoce por la A impresa en él. La S que acompaña a la A en algunos instrumentos (por ejemplo, en pipetas y buretas) significa vaciado rápido. El material graduado como pipetas, probetas y buretas clase A, se distingue por la A impresa y por las marcas de aforo principales no anulares y le dan vuelta al cilindro. La tolerancia no es la misma para una bureta de 25 ml clase A que para una pipeta de 25 mL clase A; la A simplemente especifica que el material es de la mejor calidad en su clase.

### **Clase B**

Esta clasificación corresponde a material que puede ser de vidrio o plástico; para esta clase de material los límites de error aceptados (tolerancia) son aproximadamente el doble de los aceptados para la clase A. algunos fabricantes se refieren a esta clase como (grado estándar” o “propósito estándar” porque los instrumentos de esta categoría son aptos para el trabajo general de laboratorio. La tolerancia se determina utilizando el recipiente en su capacidad total, por tanto, no necesariamente es la misma para las demás divisiones en el caso del material graduado. Esta clase de material se reconoce por la B impresa o por la ausencia de especificación cuando el material proviene de un fabricante confiable. En el material graduado se observará que la graduación es corta.

### **Material de propósito general**

Este material no garantiza ninguna exactitud a ningún nivel de calidad. Los fabricantes se refieren a él como material “grado estudiante” o “grado económico”. Frecuentemente es construido de vidrio de soda. Como su calibración no es verificada en ningún paso del proceso de producción es un material económico. Algunas veces se confunde con el material clase B.

### **Información a tener en cuenta con el material volumétrico**

#### **Ajuste**

El uso de cada instrumento depende del ajuste de fábrica que se haya realizado, puede ser calibrado por contenido o por vaciado y se distingue por la especificación In o TC Y Ex o TD.

#### **In**

En el material volumétrico calibrado por contenido “in”, la cantidad de líquido contenida en el recipiente corresponde al volumen indicado. La cantidad de líquido vertida de ese recipiente será por tanto reducida en la cantidad de líquido que permanece en las paredes del vidrio debido a la humectación. Este material también se clasifica como TC (to content). A este tipo de aparatos pertenecen las probetas, los matraces aforados y las pipetas capilares hasta 200  $\mu$ L.

#### **Ex**

En el material volumétrico ajustado por vertido “Ex”, la cantidad del líquido vertida corresponde al volumen indicado si el instrumento se maneja de acuerdo con las instrucciones del fabricante, ya que la cantidad de líquido adherida a las paredes se tuvo en cuenta para realizar la calibración. Este material también se clasifica como TD (to

deliver). A este tipo de aparatos pertenecen las pipetas graduadas, aforadas y capilares de más de 200  $\mu\text{L}$  y buretas.

### **Temperatura de Uso**

La temperatura del líquido que se va a medir está indicada sobre la superficie del material. El valor más común corresponde a 20°C, la medida de líquido con una temperatura diferente incluye un error adicional al ensayo.

### **Tiempo de Vertido y Espera**

En los aparatos volumétricos (ajustados por vertido 'Ex'), el volumen de líquido vertido es siempre menor que el volumen contenido en el aparato. Esto se debe a que, debido a la humectación, en la superficie interior del aparato de medición queda una película de líquido retenida. El volumen de esta película de líquido depende del tiempo de vertido, el cual fue tenido en cuenta durante el ajuste del aparato de medición. Errores de volumen posibles: El volumen vertido por una pipeta o una bureta será menor cuando su punta está quebrada (menor tiempo de vertido), o mayor cuando la punta no está limpia, dificultando el vertido del líquido (mayor tiempo de vertido). El volumen también aumenta cuando, después del pipeteado, el líquido restante en la punta es soplado equivocadamente.

#### **El tiempo de vertido:**

Como tiempo de vertido se define al período de tiempo necesario para el descenso libre del menisco (vertido de agua por la fuerza de la gravedad), desde el aforo superior hasta el aforo inferior de volumen, o hasta la punta del aparato. En los aparatos volumétricos de la clase AS, a esto debe sumarse el tiempo de espera especificado.

#### **El tiempo de espera:**

El tiempo de espera comienza en el momento en el cual el menisco permanece quieto a la altura de la marca de volumen inferior o bien a la punta de vertido. En el tiempo de espera se escurren restos de líquido de la pared de vidrio.

#### **Tiempo de espera de la clase AS:**

El tiempo de espera de 5 s definido para las pipetas aforadas y graduadas de la clase AS es el tiempo que, después del aquietamiento aparente del menisco en la punta de vertido, se deberá esperar antes de que la punta pueda retirarse de la superficie interior del recipiente de depósito. El fabricante deberá indicar sobre la pipeta el tiempo de espera de 5 s.

## Tabla 2. Ejemplo de clases de pipetas

### Ejemplo de tiempos de vertido y de espera referidos a clases diferentes de pipetas

(pipeta aforada de 25 ml)

#### Clase A (marcaje DE-M)

25 - 50 s tiempo de vertido (sin tiempo de espera)

#### Clase AS (marcaje DE-M)

10 - 20 s tiempo de vertido + 5 s tiempo de espera

#### Clase B

10 - 50 s tiempo de vertido (sin tiempo de espera)

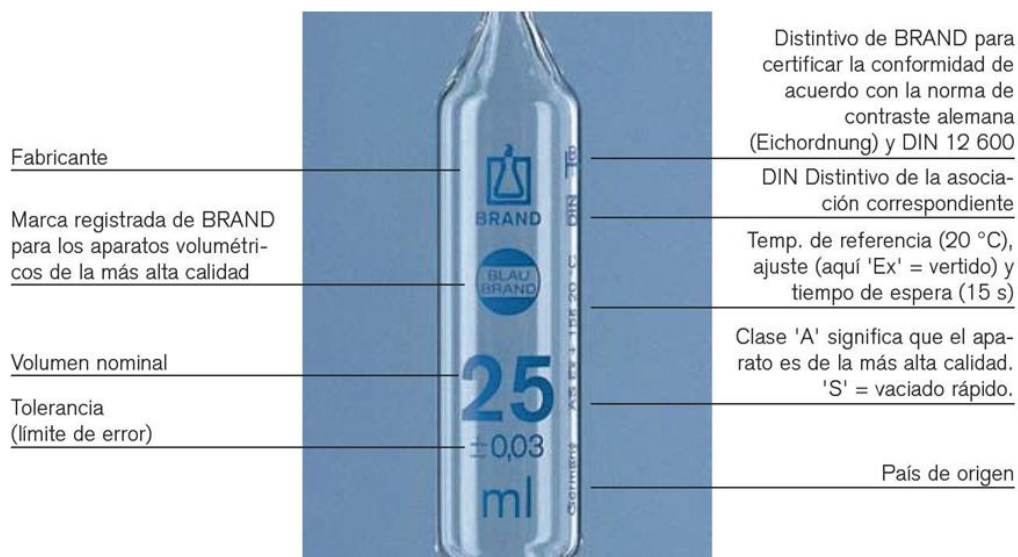


Figura 4. Ejemplo rotulación de una pipeta aforada. [10]

Los vasos de precipitados son graduados solamente para dar una indicación aproximada (tolerancia de  $\pm 10\%$ ) del contenido y su escala no se debe utilizar para trabajos cuantitativos. Los balones redondos o de fondo plano y los erlenmeyers que se rotulan con un volumen (por ejemplo, 250 mL) sólo indica de manera aproximada el volumen requerido para llenar el recipiente hasta la unión del cuerpo con el cuello, por lo tanto, esos recipientes tampoco se deben utilizar para la medida del volumen.[8]

### Limpieza y Secado del Material Volumétrico

Todo utensilio de vidrio debe ser minuciosamente lavado inmediatamente después de ser utilizado. Esta operación de lavado no siempre es simple debido a que muchas sustancias pueden formar costras o manchas sobre las paredes del recipiente que son difíciles de sacar.

El procedimiento de lavado dependerá del tipo de sucio o impureza que tenga que removerse. Así podemos diferenciar el lavado con agua, lavado con vapor de agua y la limpieza química.

El tipo de detergente a usar también es de gran importancia, existen en el mercado diversos tipos de detergentes, el más conocido es el comercializado por la marca MERCK, cuyo producto EXTRAN presenta variedad y beneficios a la hora del lavado

Gracias a su limpieza exhaustiva que no deja residuos, los productos Extran aseguran que todo lo que entre en contacto con productos químicos o sustancias biológicas carezca de impurezas, antes y después de su uso.

Pese a su excepcional fuerza limpiadora, los productos Extran® usan ingredientes biodegradables que no contienen toxinas, por lo que son especialmente delicados con el entorno y la salud del personal del laboratorio.

### **Características y beneficios**

- Limpieza fiable, sin residuos
- Sin perfumes, pigmentos, cloro y otros ingredientes tóxicos
- Todos los ingredientes activos son biodegradables
- El limpiador ideal para todos los usos
- Servicio técnico de validación para probar la ausencia de tensioactivos después del proceso de limpieza

Los productos para lavado manual Extran® MA son concentrados universalmente aplicables para la producción de baños de agua. Aseguran una limpieza fiable y sin residuos del equipo de laboratorio incluso en casos difíciles, siendo a la vez delicados con el entorno y la salud del personal, siendo muy fáciles de usar: basta con sumergir los artículos que hay que limpiar en la disolución diluida. (para el laboratorio se usa una solución de diluida al 5%).

### **Consejo de aplicación**

- Se utiliza agua para preparar la disolución de limpieza. Si se produce una ligera sedimentación del endurecedor, deberá añadirse más Extran® MA. El agua desmineralizada impulsa el efecto limpiador
- Basta con sumergir los artículos que hay que limpiar en la disolución
- Una vez finalizada la limpieza, los artículos deben ser aclarados primero con agua del grifo y luego con agua desmineralizada
- Los baños pueden utilizarse durante periodos más prolongados sin una disminución notable del efecto limpiador
- Si es necesario, puede complementarse el líquido de enjuague con Extran® MA fresco.
- La duración de la aplicación es inferior a 2 horas
- Para casos difíciles (por ejemplo, sangre seca o aceite pesado), los artículos que van a limpiarse deben dejarse un poco más de tiempo en el baño
- El calor acelera el proceso de limpieza
- Extran® MA es ideal también para limpieza por ultrasonidos

## Características y beneficios

- Aplicable en todas partes
- Limpieza fiable, sin residuos
- Seguro para usuarios y entorno
- Fácil de usar [9]

**Tabla 3.** Referencias del detergente y su aplicación.

<b>Extran® MA 01 líquido, alcalino</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>● Limpiador universal para la eliminación de contaminación pesada</li><li>● Idóneo para limpiar mesas, azulejos y suelos</li><li>● Puede utilizarse también para poner a remojo el equipo de laboratorio antes de proceder a su lavado automático</li><li>● No previsto para usar en materiales sensibles a los álcalis, como el aluminio.</li></ul>
<b>Extran® MA 02 líquido neutro</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>● Suave limpiador universal para aparatos de metales sensibles a los álcalis, por ejemplo, aluminio, cinc y aleaciones de comportamiento similar</li><li>● Adecuado para aparatos de metal y dispositivos de precisión de vidrio y cuarzo, como las buretas, las pipetas, las cubetas o los analizadores de gases sanguíneos</li><li>● También para limpiar otros utensilios médicos sensibles a detergentes agresivos y con contaminación problemática.</li></ul>
<b>Extran® MA 05 líquido, alcalino, sin fosfato</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>● Limpiador universal para eliminar colorantes resistentes</li><li>● También es posible su uso ilimitado con agua muy dura</li><li>● No previsto para usar en materiales sensibles a los álcalis, como el aluminio</li><li>● Recomendado en especial para laboratorios donde se realicen pruebas con microfosfato.</li></ul>

Fuente. Merck Millipore

La limpieza con agua se realiza con cepillos de forma adecuada al tipo de envase utilizando detergente si es necesario hasta la completa remoción del sucio. Se enjuaga con abundante agua de chorro y finalmente con pequeñas porciones de agua destilada.

La limpieza con vapor de agua se realiza sometiendo el interior del envase a la acción del vapor por el tiempo que sea necesario para remover el sucio, luego se procede a un lavado con agua de chorro, detergente si es necesario y finalmente se enjuaga con pequeñas porciones de agua destilada. Este procedimiento se utiliza cuando el lavado simple con agua no funciona.



La limpieza química se utiliza cuando los dos procedimientos anteriores no tienen éxito en la remoción del sucio. Esta limpieza consiste en sumergir los utensilios de vidrio en una solución limpiadora tal como la mezcla sulfocrómica durante unas 12 h o más si es necesario. Luego del remojo, la pieza se lava con abundante agua de chorro y finalmente se enjuaga con pequeñas porciones de agua destilada.

La mezcla sulfocrómica es una sustancia oxidante por lo que su manipulación debe hacerse con atención evitando el contacto con la piel ya que puede ocasionar quemaduras químicas serias. Esta mezcla limpiadora se prepara disolviendo 100 g de  $K_2Cr_2O_7$  en un litro de agua destilada y luego se añaden lentamente 300 mL de  $H_2SO_4$  concentrado. Esta solución tiene la ventaja de que puede reutilizarse varias veces hasta que se torna de un color verde. [6]

Los aparatos de laboratorio que hayan estado en contacto con sustancias infecciosas se desinfectan en primer lugar, luego se limpian y por último se esterilizan en autoclave. Sólo así pueden evitarse incrustaciones de suciedad y daños al aparato por residuos químicos que a la larga quedan adheridos.

En el caso de recipientes de vidrio manchados con Permanganato de Potasio, se pueden limpiar con una solución de Peróxido de Hidrógeno a 3%, dejándolo reaccionar por un tiempo y luego un lavado normal.

**Nota:** Los aparatos de laboratorio utilizados se deben desinfectar antes de limpiarlos en caso de que exista el peligro de heridas durante la limpieza.

#### **Procedimiento de frotado y fregado.**

Es conocido generalmente el procedimiento de frotado y fregado con un paño o una esponja empapados en la solución de limpieza. Los aparatos de laboratorio no se deben limpiar nunca con medios detergentes o esponjas abrasivas, ya que se dañaría la superficie.

#### **Procedimiento por inmersión en baño.**

En el procedimiento por inmersión en baño se colocan los aparatos de laboratorio en la solución de limpieza normalmente a temperatura ambiente durante 20 a 30 minutos. A continuación, se enjuagan con agua de la red y después con agua destilada. ¡Debe elevarse la temperatura del baño y prolongarse el tiempo de actuación sólo en caso de gran suciedad!

#### **Baño de ultrasonidos.**

En el baño de ultrasonidos se pueden limpiar los aparatos en vidrio y también los aparatos en plástico. Se debe evitar de todas formas el contacto directo con las membranas vibratorias

#### **Limpieza a máquina**

La limpieza de aparatos de laboratorio en la lavadora es más cuidadosa con el material que la limpieza por inmersión. Los aparatos sólo entran en contacto con la solución detergente durante las relativamente cortas fases de enjuague, cuando ésta es bombeada a través de toberas o inyectores.

- Para evitar que los aparatos de laboratorio ligeros sean agitados y dañados por el chorro de limpieza, deberían asegurarse con redes.
- Los aparatos de laboratorio están más protegidos contra ralladuras si los cestillos de alambre de la lavadora están recubiertos de plástico.

#### **Aparatos de laboratorio en vidrio.**

En el caso de aparatos en vidrio deben evitarse tiempos de actuación prolongados a temperaturas superiores a 70 °C en medios alcalinos, pues esto puede conducir en material volumétrico a variaciones de volumen por desgaste de vidrio y a la destrucción de la graduación.

#### **Aparatos de laboratorio en plástico.**

Los aparatos en plástico, con sus superficies principalmente lisas y no humectables se pueden limpiar en general sin esfuerzo con baja alcalinidad. Los aparatos de laboratorio en poliestireno y en policarbonato, especialmente los tubos de centrifuga, sólo deben limpiarse a mano con un detergente neutro. Tiempos de actuación prolongados incluso con detergentes ligeramente alcalinos afectan la solidez. Se debe comprobar en cada caso la resistencia química del plástico correspondiente.

#### **Limpieza en la analítica de trazas.**

Para minimizar las trazas de metales, los aparatos de laboratorio se sumergen en HCl 1N o en HNO<sub>3</sub> 1N a temperatura ambiente durante no más de 6 horas. (Los aparatos de laboratorio de vidrio se hierven a menudo en HNO<sub>3</sub> 1N durante 1 hora.) Finalmente se enjuagan con agua destilada. Para minimizar las contaminaciones orgánicas, los aparatos de laboratorio se pueden limpiar previamente con soluciones alcalinas o disolventes, como por ej. el alcohol.

#### **Limpieza cuidadosa.**

Para proteger los aparatos de laboratorio, éstos deben limpiarse inmediatamente tras su utilización, a baja temperatura, con corto tiempo de actuación y con baja alcalinidad. Especialmente en material volumétrico de vidrio deben evitarse tiempos de actuación prolongados a temperaturas superiores a 70 °C en medios alcalinos. En caso contrario, esto conduce a variaciones de volumen por desgaste del vidrio y a la destrucción de la graduación.

### **Desinfección y esterilización**

#### **La desinfección**

Los aparatos que han estado en contacto con material infeccioso u organismos genéticamente modificados se deben desinfectar, antes de volver a utilizarlos/eliminarlos, lo que significa: llevarlos a tal estado que no presenten ningún riesgo. Para eso, tratar por ejemplo los aparatos con desinfectantes. En caso necesario, y si el material es adecuado, a continuación, pueden esterilizarse los aparatos por vapor (en autoclave).

#### **La esterilización por vapor**

Por esterilización por vapor (esterilización en autoclave) se entiende la eliminación o la inactivación irreversible de todos los microorganismos capaces de reproducirse por la

actuación de vapor saturado a 121 °C (2 bar), según DIN EN 285. La realización correcta de la esterilización hasta alcanzar la seguridad biológica es responsabilidad de la persona encargada de la higiene.

#### **Notas para la esterilización**

- Una esterilización por vapor eficaz está garantizada sólo con vapor saturado que tiene libre acceso a los puntos contaminados.
- Para evitar sobrepresión los recipientes siempre deben estar abiertos.
- Los aparatos sucios que se vuelven a utilizar deben limpiarse a fondo antes de esterilizarlos por vapor. De otro modo, los restos de suciedad se incrustan durante la esterilización por vapor. Los microorganismos no se pueden eliminar eficazmente, ya que están protegidos por la suciedad, y, por efecto de las altas temperaturas, los productos químicos adheridos pueden dañar las superficies mismas.
- No todos los plásticos son resistentes a la esterilización por vapor. El policarbonato, por ej., pierde su resistencia; por lo tanto, los tubos de centrifuga de policarbonato no se deben esterilizar por vapor.
- Al esterilizar por vapor (en autoclave) los aparatos de plástico en particular no deben soportar cargas (por ej., no se deben apilar). Para evitar deformaciones en, por ej., vasos, frascos y probetas graduadas, autoclavar en posición vertical. [10]

En todos los casos, después de enjuagar las piezas con el agua destilada, se colocan a secar en una estufa a 105 °C o en su defecto en una repisa especial, evitando de usar paños o servilletas para secar en el interior del envase.

Igualmente, no se pueden utilizar varillas de vidrio, arena u objetos metálicos como esponjas brillo para remover el sucio pegado a las paredes del envase. Si el sucio no sale con algunos de los procedimientos descritos anteriormente, simplemente el envase se desecha y se usa otro.

Para verificar que un envase de vidrio está completamente limpio, se llena con agua destilada y se deja escurrir. Si el agua corre uniformemente por las paredes del envase sin dejar caminos preferenciales o gotas pegadas es indicio de que el mismo está limpio. Si esto no ocurre, debe repetirse el procedimiento de limpieza.

#### **Trabajar con Material Volumétrico de Vidrio**

El material volumétrico debe usarse con cuidado:

- No se lo debe exponer a variaciones bruscas o amplias de temperatura, generalmente se indica el rango de temperatura en el que puede operarse.
- Tener un manejo cuidadoso, ya que son muy frágiles. Esto incluye también no apoyarla horizontalmente sobre superficies que pueden estar inclinadas, ni muy cerca de elementos de metal que puedan romperlo.

#### **Menisco de líquido:**

El término 'menisco' se utiliza para describir la curvatura de la superficie del líquido. El menisco adopta forma convexa o cóncava. La formación de la curvatura resulta de la

relación de fuerzas entre adhesión y cohesión. Si las moléculas del líquido experimentan mayor atracción hacia la pared de vidrio (fuerza de adherencia) que entre sí mismas (fuerza de cohesión), el menisco adoptará forma cóncava. Es decir: hay un pequeño aumento en el ángulo de contacto del líquido con la pared. Esto ocurre en el caso de las soluciones acuosas, por ejemplo. Si el diámetro de una pipeta es adecuadamente pequeño, por ej. el de una pipeta capilar, la fuerza de adherencia es suficiente no solamente para elevar el líquido en los puntos de contacto con la pared, sino también para hacer ascender el nivel del líquido (efecto capilar). Si la fuerza de cohesión entre las moléculas del líquido es mayor que la fuerza de adherencia que ejercen las moléculas de la pared de vidrio sobre las moléculas del líquido, el menisco adoptará forma convexa. Esto ocurre en el caso del mercurio, por ejemplo. [11]

### Ajuste el menisco

Un prerrequisito para la medición exacta de volúmenes es el ajuste exacto del menisco.



**Figura 5.** Menisco cóncavo en una pipeta graduada. [10]

En el caso de un menisco cóncavo, la lectura del volumen se realiza a la altura del punto más bajo de la superficie del líquido. El punto más bajo del menisco debe tocar el borde superior de la división de la escala.



**Figura 6.** Menisco convexo en una pipeta graduada.

En el caso de un menisco convexo, la lectura del volumen se realiza a la altura del punto más alto de la superficie del líquido. El punto más alto del menisco debe tocar el borde inferior de la división de la escala.



**Figura 7.** Menisco en un aparato volumétrico con franja de Schellbach, en una bureta. [10]

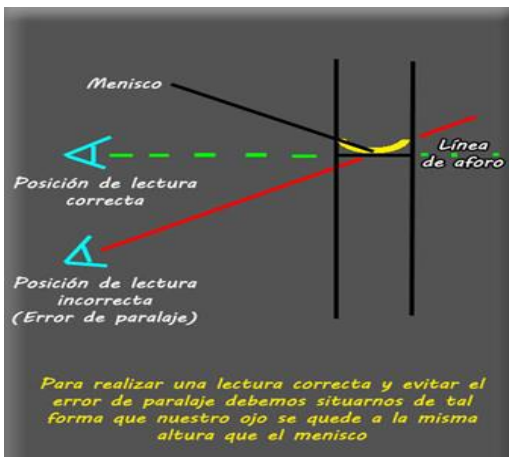
La franja de Schellbach es una estrecha franja azul en el centro de una franja blanca. Se aplican en la parte posterior de buretas para mejor legibilidad. Debido a la refracción de la luz, la franja azul aparece en forma de dos puntas de flecha a la altura del menisco. La lectura se realiza a la altura del punto de contacto de las dos puntas.

**Indicación importante:**

Durante la utilización, la temperatura del líquido y del entorno es importante. Mientras que la dilatación de los aparatos volumétricos de vidrio es despreciable, la dilatación de los líquidos a distintas temperaturas debe tenerse en cuenta. Para mantener el error de volumen lo más pequeño posible, los volúmenes de todos los líquidos interrelacionados deben medirse a una temperatura habitual (la que predomine todos los días). En especial para la preparación de soluciones estándar, por ejemplo, el pipeteado y la valoración de la muestra deben realizarse a la misma temperatura. También deberán evitarse grandes diferencias de temperatura entre el aparato de medición y el líquido.

**Error de paralaje:**

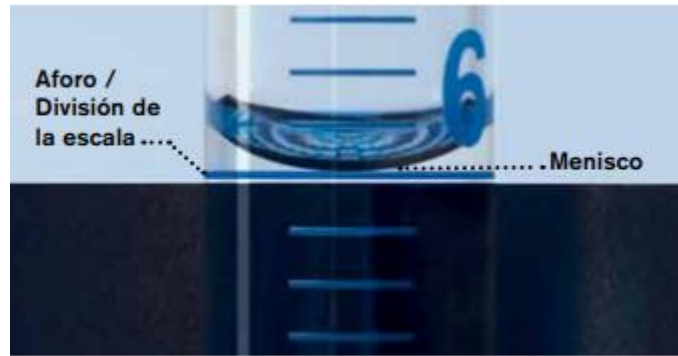
Al leer el volumen, el ojo debe estar al mismo nivel que la superficie del líquido. Si el menisco se observa por encima se leerá un volumen menor, y si se observa por debajo se leerá un volumen mayor. A estas lecturas erróneas debidas a la incorrecta posición del observador se les denomina error de paralaje.[12]



**Figura 8.** Error de paralaje

**Lectura del menisco:**

Para leer el menisco sin error de paralaje, el aparato volumétrico debe estar en posición vertical y los ojos del operador deben encontrarse a la altura del menisco. En esta posición, el aforo se visualiza como una línea. Colocando un papel oscuro inmediatamente por debajo del aforo, o una división de la escala detrás del aparato, el menisco se observará más oscuro y podrá leerse más fácilmente contra un fondo claro.



**Figura 9.**Lectura del menisco. [10]

Con algunas disoluciones, puede darse el caso que el menisco producido por la tensión superficial sea muy poco pronunciado, o que debido a la fuerte coloración de la disolución no se aprecie dicho menisco. Esto se conoce como **menisco invisible**. Para corregirlo, se puede optar por modificar el recipiente contenedor por otro que tenga la línea de enrase más estrecha, o usar disoluciones más diluidas. Un claro ejemplo son las disoluciones de Permanganato de Potasio.

### **Instrumentos para la medida del volumen**

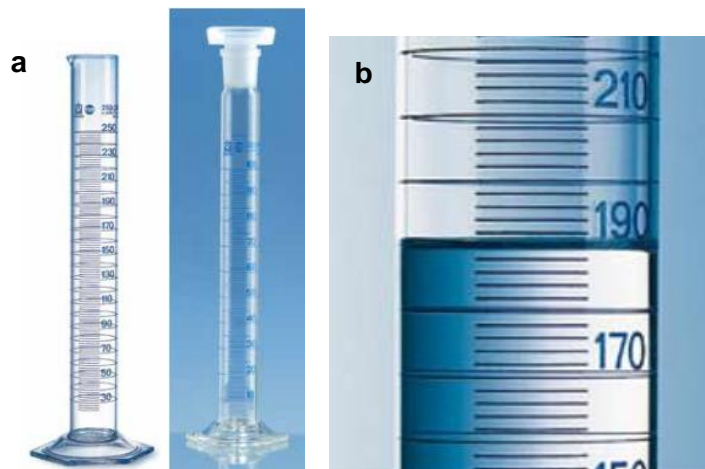
#### **Probetas:**

Son cilindros graduados usados para medir cantidades aproximadas, ya que el volumen del líquido que queda mojado las paredes no es tenido en cuenta para la calibración.

La precisión absoluta de la medida depende de su diámetro. A mayor diámetro menor precisión. En el caso de la medición de diferentes volúmenes con una misma probeta (mismo error absoluto), el error relativo aumenta a medida que disminuye el volumen medido, de esta manera las probetas grandes no se deben usar para medir volúmenes pequeños.

Manejo:

- Llenar con líquido.
- Ajustar el menisco al aforo deseado (la lectura se hace en el punto más bajo del menisco).
- No se debe mojar la pared de vidrio por encima del aforo.
- El volumen leído corresponde a la cantidad de líquido contenida.



**Figura 10.a.** Diseño de probetas **b.** Lectura de volumen en una probeta. [10]

**Probetas con tapón.** Las probetas graduadas con tapón, al igual que las probetas graduadas, tienen ajustadas por contenido 'In'. Adicionalmente están provistas con un tapón esmerilado.

Las probetas graduadas con tapón pueden utilizarse, de igual forma que los matraces aforados, para preparar soluciones estándar y diluciones.

■ Después de la medición de, p. ej., distintos volúmenes de líquido, estos pueden mezclarse directamente por agitación en una probeta con tapón. [10]

#### **Pipetas volumétricas o aforadas:**

Son instrumentos diseñados para el suministro de líquidos.

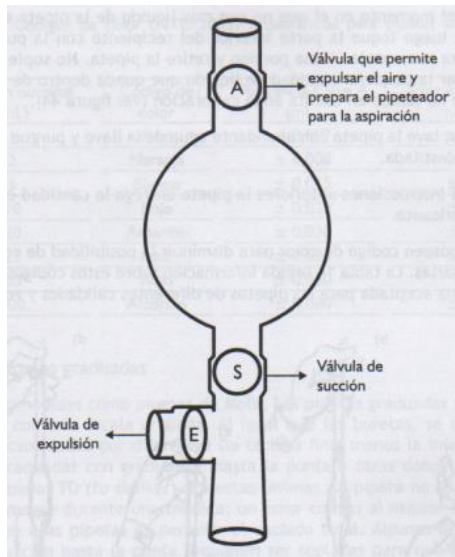
Las pipetas volumétricas se diferencian de las pipetas graduadas porque presentan un ensanchamiento al centro, no poseen graduación y tiene una sola marca de calibración. Son utilizadas para entregar volúmenes específicos de líquidos de manera muy precisa. Las pipetas no se pueden secar con facilidad, pero esto rara vez es necesario, por lo general se purgan con la solución a medir.

Tanto graduada como volumétrica, se manipulan con la mano derecha, utilizando sólo los dedos índice, medio y pulgar, se llenan por succión a través de una perilla de succión o pipeteador. Una vez llenada, el líquido se sostiene dentro de ella tapando el orificio superior con el dedo índice y se libera el exceso de líquido destapando parcialmente la pipeta hasta que el menisco coincida con la marca de graduación.

Para llenar las pipetas se debe utilizar una pera o pipeteador; aspirar con la boca está prohibido por el riesgo que ello involucra. Al llenar la pipeta hay que tener cuidado de que el extremo inferior esté completamente sumergido en el líquido, de lo contrario el líquido ascenderá rápidamente, pudiendo llegar a dañar el pipeteador

#### **Uso del pipeteador**

Existen diferentes tipos de pipeteadores, entre ellos el pipeteador de caucho universal.



**Figura 11.** Pipeteador de caucho. [11]

Para utilizarlo, oprima la válvula A y saque el aire de la pera, coloque la pipeta teniendo cuidado de no introducirla demasiado ya que puede dañar la válvula S. Para succionar oprima la válvula S y para expulsar el líquido oprima la válvula E.

Si se quiere sacar el líquido residual que queda en el pico inferior de la pipeta simplemente se pone este en contacto con las paredes internas del recipiente donde se vierte el líquido o por expansión del aire que está dentro de la pipeta.

En este último caso, tapan el extremo superior de la pipeta y se envuelve el bulbo con la otra mano; el calor transferido de esta manera al aire es suficiente para que sufra una expansión expulsando el líquido fuera de la pipeta por el pico inferior.

### **Uso de las pipetas**

Los siguientes son los pasos para utilizar adecuadamente una pipeta:

- a. Antes de medir el líquido de interés, la pipeta aforada debe enjuagarse con agua destilada.
- b. Vacíe una porción del líquido de interés en un vaso limpio y seco.
- c. Asegúrese de que la parte exterior de la pipeta se encuentre seca y que el pipeteador esté limpio y libre de líquido en su interior.
- d. Proceso de purga: tome una pequeña porción del líquido a ser medido e incline la pipeta hasta la posición horizontal, gire hasta que el líquido entre en contacto con toda la superficie interior de la pipeta. Finalmente deseche esa porción del líquido y repita el procedimiento dos veces más.
- e. Llene la pipeta por encima de la marca de aforo, limpie la parte externa y la punta de la pipeta con una toalla de papel. Deje descender lentamente el nivel del líquido hasta que la parte inferior del menisco alcance la marca de aforo. Elimine la gota que queda en la punta permitiendo que la punta de la pipeta toque la pared del recipiente de donde se está tomando el líquido.



- f. Suavemente, mueva la pipeta hacia el recipiente donde se desea depositar la cantidad específica del líquido y descargue.
- g. A partir del momento en el que no cae más líquido de la pipeta espere 15 segundos, luego toque la parte interior del recipiente con la punta de la pipeta para remover la última porción y retire la pipeta. No sople la pipeta para retirar la pequeña cantidad de líquido que queda dentro de ella, esta porción se ha tenido en cuenta en la calibración.
- h. Al finalizar, lave la pipeta con abundante agua de la llave purgue dos veces con agua destilada.

Siguiendo las instrucciones anteriores la pipeta entrega la cantidad especificada por el fabricante.

Las pipetas poseen código de color para disminuir la posibilidad de confusión a la hora de usarlas. En la siguiente tabla se brinda información sobre estos códigos y la tolerancia máxima aceptada para las pipetas de diferentes cantidades y volúmenes. [11]

**Tabla 4.** Códigos de color (NTC 2053) y tolerancias para pipetas aforadas (NTC 2052).

Volumen nominal (mL)	Código de color	Tolerancia Clase A (mL)	Tolerancia Clase B (mL)
1	Azul	± 0,007	± 0,012
2	Naranja	± 0,008	± 0,02
5	Blanco	± 0,015	± 0,03
10	Rojo	± 0,020	± 0,04
20	Amarillo	± 0,030	± 0,06
25	Azul	± 0,030	± 0,06
50	Rojo	± 0,050	± 0,1
100	Amarillo	± 0,080	± 0,15

#### **Pipetas graduadas:**

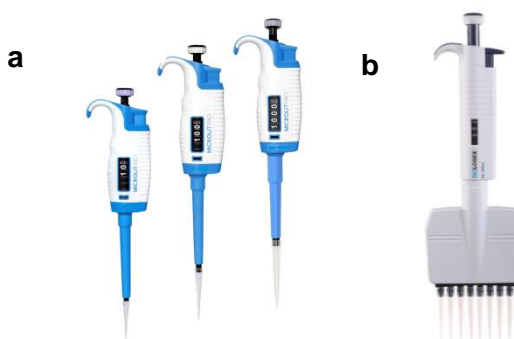
También conocidas como pipetas de Mohr. Las pipetas graduadas son cilindros en vidrio con una escala grabada. Al igual que las buretas, se utilizan para entregar cantidades por diferencia (la lectura final menos la inicial). Existen pipetas graduadas con graduación hasta la punta y otras donde la punta no está graduada, TD (to deliver). En estas últimas, la pipeta no se debe vaciar completamente durante una medida; un error común al utilizar la capacidad máxima en esas pipetas es permitir el vaciado total. Algunas de las pipetas con graduación hasta la punta requieren ser sopladas para que entreguen la cantidad especificada, en estos casos la pipeta trae un rótulo que dice TC (to content), autoblasen, soplado o blow-out. Antes de soplar se deja salir el líquido hasta que el menisco permanece quieto en la punta de la pipeta, una vez en esta situación, se sopla una vez y brevemente. Si la pipeta no trae ese rótulo no se debe soplar. [10]

**Tabla 5.** Tolerancias para pipetas graduadas (NTC 2201).

Volumen nominal (mL)	División mínima de la escala (mL)	Tolerancia Clase A (mL)	Tolerancia Clase B (mL)
1	0,01	$\pm 0,006$	$\pm 0,01$
2	0,02	$\pm 0,01$	$\pm 0,02$
5	0,05	$\pm 0,03$	$\pm 0,05$
10	0,1	$\pm 0,05$	$\pm 0,1$
25	0,1	$\pm 0,05$	$\pm 0,1$
25	0,1	$\pm 0,05$	.....
25	0,2	$\pm 0,01$	$\pm 0,2$

### Pipetas automáticas:

También conocidas como micropipetas, debido a que manejan volúmenes más pequeños que las pipetas estándar. Existen capacidades desde pocos microlitros hasta 1 ml o 2 ml según el fabricante. Estas pipetas cuentan con un émbolo que hace las funciones de un prepipetero con tan solo pulsarlo. Pueden albergar uno o varios volúmenes y hacen uso de puntas desechables de plástico.[12]



**Figura 12.** Micropipeta de diferentes volúmenes **a.** unicanal y **b.** multicanal. Fuente: **a.** Grupo didacta Ciencia y Tecnología: <https://grupodidacta.com/product/micropipeta-digital-volumen-variable-10-100-%C2%B5l-autoclavable-marca-microlit/> **b.** Laboteca: <https://www.laboteca.com.mx/products/micropipeta-multicanal-serie-plus>

### Buretas:

Son cilindros graduados provistos de una llave para controlar con mayor facilidad la cantidad y la velocidad de entrega del líquido. Las buretas generalmente se utilizan para medir el volumen de un reactivo que participa en una reacción (titulación). Para asegurar un buen funcionamiento de la llave de paso, si esta es de vidrio es esencial lubricar el tapón giratorio de la llave a ambos extremos del mismo, teniendo cuidado de no introducir el lubricante en el orificio de paso. Así, el lubricante le imparte suavidad a la llave, permitiendo un mejor control del flujo del líquido, además de que evita que la llave gotee. Los lubricantes más recomendados para este fin son la vaselina y la lanolina. Si la llave es de Teflón no requiere lubricación.

## RECOMENDACIONES DE USO

- La calidad del lavado se puede verificar si una película de agua adherida al vidrio corre homogéneamente.
- Se debe revisar que la llave se encuentre bien cerrada antes de llenarla.
- Verificar la presencia de burbujas de aire.

### Manejo

- a. Enjuagar la bureta con la solución patrón a utilizar y alinearla de manera que el tubo de la bureta quede vertical. Al hacerlo, tener en cuenta que sólo pueden utilizarse soluciones patrón totalmente homogéneas. No debe haber ni turbiedades, ni floculaciones, ni depósitos (control visual).
- b. Llenar la bureta hasta sobrepasar ligeramente la marca cero. Para desairear la llave de bureta, dejar salir el líquido hasta llegar, como máximo, al volumen nominal. Si a pesar de ello permanece una pequeña burbuja de aire en la bureta, mantener la bureta inclinada y golpear con el dedo ligeramente en el lugar donde se encuentre la burbuja.
- c. Aspirar la solución patrón sin formación de burbujas de aire hasta sobrepasar en aprox. 5 mm la marca cero. No debe mojarse la pared de vidrio por encima de este nivel.
- d. Al dejar salir el líquido ajustar exactamente el punto cero. La lectura debe efectuarse a la altura de los ojos (nivel sin paralaje). Las buretas de cero automático se llenan también hasta sobrepasar en aprox. 5 mm el punto cero. Tras la aireación se realiza el ajuste automático del punto cero.
- e. Eliminar la gota eventualmente adherida a la punta de salida.
- f. Abrir la llave de bureta y añadir lentamente la solución patrón a la solución con el analito (con indicador). Al hacerlo, la llave de bureta no debe tocar la pared de vidrio. Durante la adición gota a gota agitar ligeramente el recipiente de recogida con la muestra, o colocarlo sobre un agitador magnético. Para mejor visualización del cambio en color, el recipiente de recogida debería estar colocado sobre una base blanca. La valoración ha finalizado.
- g. La lectura del volumen valorado se efectúa a la altura de los ojos. Con el tiempo de la duración de la valoración, normalmente ya se ha cumplido el tiempo de espera (clase AS: 30 s). Deberá tenerla en cuenta durante la calibración del aparato de medición.
- h. Una gota eventualmente adherida a la punta de salida de la llave se escurre tocando la punta con la pared interna del recipiente de recogida para adicionar la gota, ya que forma parte del volumen valorado.
  - Antes de proceder a una nueva valoración, ajustar de nuevo el punto cero, ya que la valoración siempre tiene que comenzarse desde el punto cero. [10]

**Tabla 6.**Tolerancia para bureta según la NTC 2175.

Volumen nominal (mL)	División mínima (mL)	Tolerancia Clase A (mL)	Tolerancia Clase B (mL)
10	0,02	± 0,02	± 0,05
10	0,05	± 0,02	± 0,05
25	0,05	± 0,03	± 0,05
25	0,1	± 0,05	± 0,1
50	0,1	± 0,05	± 0,1
100	0,2	± 0,1	± 0,2

### **Balones volumétricos o matraces aforados:**

Son recipientes diseñados para contener el volumen especificado cuando su temperatura y las del líquido que contienen es 20 °C. Generalmente se utilizan para preparar soluciones de concentración conocida.

Los nuevos métodos de análisis exigen matraces aforados de pequeño volumen. Los matraces aforados con forma estándar de esta gama de volumen (hasta aprox. 50 ml) se vuelcan fácilmente debido a la posición desfavorable del centro de gravedad y a su relativamente pequeña superficie de apoyo. Los matraces aforados con forma trapezoidal proporcionan una estabilidad mucho mayor. El centro de gravedad está más bajo y la superficie de la base tiene más del doble de tamaño que en los matraces aforados con forma estándar del mismo volumen.

### **RECOMENDACIONES DE USO**

- Lavarlo muy bien antes de usarlo
- Sostener el instrumento por el cuello por encima del aforo.
- No se usan para conservar soluciones, una vez preparada la solución, se vacía, se lava y se guarda.
- No deben ser calentados ni enfriados ya que pierden la calibración
- No deben realizarse reacciones químicas dentro del matraz. El vidrio puede mancharse y/o contaminarse
- No se secan en estufa, sólo guarde destapado.

### **Manejo**

- a. Pasar al matraz aforado la cantidad exactamente pesada de sustancia o un concentrado líquido estándar.
- b. Llenar el matraz con agua destilada hasta la mitad aproximadamente y agitar el matraz para facilitar la disolución o bien el mezclado.
- c. Adicionar agua destilada hasta llegar casi al aforo.
- d. Llenar el resto del volumen utilizando un frasco lavador (o una pipeta, o gotero) hasta que el menisco se ajuste exactamente a la altura de la marca. Importante: ¡la lectura tiene que efectuarse a la altura de los ojos! La pared de vidrio por encima del aforo no debe mojarse.

- e. A continuación, tapar el matraz y hacer varias inversiones sin agitar fuertemente para facilitar el mezclado y evitar las burbujas de aire. [10]

**Tabla 7.** Tolerancias o errores máximos permitidos para matraces aforados (NTC2322).

Volumen nominal (mL)	Tolerancia Clase A (mL)	Tolerancia Clase B (mL)
5	$\pm 0,025$	$\pm 0,05$
10	$\pm 0,025$	$\pm 0,05$
25	$\pm 0,04$	$\pm 0,08$
50	$\pm 0,06$	$\pm 0,12$
100	$\pm 0,10$	$\pm 0,20$
200	$\pm 0,15$	$\pm 0,30$
250	$\pm 0,15$	$\pm 0,30$
500	$\pm 0,25$	$\pm 0,50$
1000	$\pm 0,40$	$\pm 0,80$
2000	$\pm 0,60$	$\pm 1,20$

### Dispensadores

Los dispensadores son dispositivos que se acoplan a un recipiente cargado con un líquido. Estos dispositivos cuentan con un émbolo y están calibrados, y graduados, para dispensar una cantidad de líquido definida. Existen modelos de dispensadores capaces de dosificar diferentes volúmenes sin cambiar de dispositivo. [12]



**Figura 13.** Dispensadores para botellas. Fuente. <https://www.franrzm.com/material-volumetrico-en-el-laboratorio-clinico/>

### 3. DENSIDAD

La densidad es una magnitud escalar que permite medir la cantidad de masa que hay en determinado volumen de una sustancia. En el área de la física y la química, la densidad de un material, bien sea líquido, químico o gaseoso, es la relación entre su masa y volumen; es designada por la letra griega *rho* “ $\rho$ ”.

La fórmula para calcular la densidad de un objeto es:  $\rho = m/v$ , es decir: densidad es igual a masa entre volumen. De lo cual, además, podemos deducir que la densidad es inversamente proporcional al volumen: mientras menor sea el volumen ocupado por determinada masa, mayor será la densidad.

Según el Sistema Internacional de Unidades, las unidades para representar la densidad son las siguientes:

- Kilogramos por metros cúbicos ( $\text{kg/m}^3$ ),
- Gramos por centímetros cúbicos ( $\text{g/cm}^3$ ),
- Kilogramos por decímetros cúbicos ( $\text{kg/dm}^3$ )
- Gramos por decímetros cúbicos ( $\text{g/dm}^3$ ) para los gases.

Así, por ejemplo, la densidad del agua es  $1 \text{ g/cm}^3$ , es decir, menor a la del plomo, que es de  $11,35 \text{ g/cm}^3$ .

En el laboratorio se halla la densidad relativa, es aquella que hay entre una sustancia en relación con otra sustancia que es tomada como referencia. Generalmente se usa como densidad de referencia la del agua a una presión de una atmósfera a  $4 \text{ }^\circ\text{C}$ , en cuyas condiciones la densidad del agua es de  $1000 \text{ kg/m}^3$ .

#### **Picnómetro:**

Los picnómetros sirven principalmente para determinar la densidad de líquidos de una viscosidad moderada. No se cuentan entre los aparatos volumétricos, no obstante, su ajuste es tipo ‘In’, como p.ej. el de los matraces aforados.

#### ➤ **Manejo**

- a. Determinar el peso del picnómetro seco sin carga.
- b. Llenar el picnómetro con líquido de ensayo sin formación de burbujas. Debe llenarse el cuello esmerilado hasta un tercio aproximadamente.
- c. Ajustar la temperatura del picnómetro y del líquido en un baño maría a  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ .
- d. Ajustar el tapón o bien el termómetro del picnómetro sobre el cuerpo de acuerdo con la marca e introducirlo cuidadosamente. Al hacerlo, el tubo del capilar se llena y el líquido desplazado se desborda.
- e. Limpiar y secar cuidadosamente con un paño de celulosa la superficie del tapón o bien del capilar lateral, así como la superficie exterior del picnómetro. **ATENCIÓN:** no se debe extraer con el paño líquido del capilar. Debe coincidir exactamente con la altura del borde superior del capilar.
- f. Determinar el peso del picnómetro con carga.

Se calcula la densidad a partir de la masa (peso) y el volumen del líquido. El volumen está grabado sobre el aparato. Se aplica la siguiente ecuación:

$$\text{Densidad } (\rho) = \text{masa } (m) / \text{volumen } (V)$$

Al efectuar la pesada debe tenerse en cuenta el empuje aerostático.

**Nota:** Cada uno de los picnómetros ajustados tiene un número de aparato, el cual está indicado también en todos los componentes. Sólo pueden utilizarse juntos componentes con el mismo número.



**Figura 14.** a. Picnómetro con termómetro y capilar lateral b. Picnómetro con tapón.  
Fuente. Catalogo Brand manual volumetría.pdf

#### 4. FILTRACIÓN

Muchos procesos químicos requieren de un alto nivel de pureza en sus soluciones. Si una solución presenta impurezas los resultados del estudio o experimento al que es sometida podrían verse afectados en mayor o menor medida, dependiendo del nivel de contaminación.

Para conseguir soluciones con un mayor nivel de pureza y acercarse a resultados más exactos se utilizan diversos procesos de filtración.

La filtración es un método de separación física utilizado para separar sólidos a partir de fluidos (líquidos o gases) mediante la interposición de un medio permeable capaz de retener partículas sólidas que permite únicamente el paso de líquidos, El líquido que atraviesa el filtro se denomina filtrado, y el sólido que ha quedado retenido por el filtro se denomina residuo o precipitado.[13]

En el laboratorio, la filtración se lleva a cabo utilizando un papel filtro. Este filtro retiene los sólidos de mayor tamaño y permite el paso del fluido, junto con las partículas de tamaño inferior.

### **Papel filtro**



**Figura 15.** Papel filtro. Fuente. <https://www.tplaboratorioquimico.com/laboratorio-quimico/materiales-e-instrumentos-de-un-laboratorio-quimico/papel-filtro.html>

Es de forma redonda y este se introduce en un embudo, con la finalidad de filtrar impurezas insolubles y permitir el paso a la solución a través de sus poros. También son utilizados para la exhibición de muestras sobre él. Existen de distintos tamaños y proporciones.

El papel de filtro es una especie de tamiz, con unos orificios muy pequeños que permiten el paso de los líquidos pero que impiden el paso de los sólidos.

El filtro, en el laboratorio suele ser papel poroso, pero puede ser de otros materiales que permitan el paso de líquidos. En cualquier caso, es necesario seleccionar la porosidad del filtro según el diámetro de las partículas que se quieren separar.

El "papel filtro" se usa principalmente en laboratorios analíticos para filtrar soluciones heterogéneas. Normalmente está constituido por derivados de celulosa y permite el manejo de soluciones con pH entre 0 y 12 y temperaturas de hasta 120°C. Normalmente tienen un área aproximada de 10 cm<sup>2</sup> y un peso aproximado desde 80 hasta 130 g/m<sup>2</sup>.

Dependiendo del uso que tendrá el papel, su textura y diámetro será diferente. Sus componentes hacen que sea un papel lo suficientemente resistente como para permitir el paso de una solución y aislar lo insoluble, que en este caso serían las impurezas. Por lo tanto, es un papel semipermeable. Además de ser capaz de soportar cualquier tipo de sustancia, también puede soportar altas y bajas temperaturas. [14]

### **Tipos de papel de filtro**

#### **Papel filtro cualitativo**

Este tipo de papel filtro es utilizado para realizar un análisis cualitativo, el cual sirve para identificar las partículas presentes en la solución filtrada.



Este tipo de papel filtro tiene un nivel muy bajo de cenizas, por debajo del 1% y casi un 100% de celulosa de grado alfa. y está diseñado para tolerar un pH de 0 a 12. Además, es capaz de soportar una temperatura de hasta 120 °C.

Existen 13 diferentes grados de papel filtro cualitativo. El más grande es el de grado 4 y el más pequeño es el de grado 602 h. Asimismo, existen diferentes diámetros

### **Papel filtro estándar**

Retiene una alta cantidad de partículas muy finas. Se encuentra dentro de los papeles filtro cualitativos y en esa clasificación son los que ayudan en la filtración de soluciones con precipitados que tienen un granulado muy fino.

### **Papel filtro reforzado**

Este tipo de papel filtro es más resistente que el papel filtro estándar. La mayor resistencia de este tipo de papel filtro responde a la adición de resinas estables químicamente durante su proceso de fabricación. Por lo regular permite una buena velocidad de flujo en las filtraciones y retiene partículas grandes.

### **Papel filtro cuantitativo**

El papel filtro cuantitativo está compuesto de un 100% algodón de celulosa y contiene 0.01% de ceniza. Por lo tanto, la característica por la que destaca este papel filtro es no poseer entre sus componentes aquellas sustancias que van a analizarse.

Permiten un filtrado adecuado y además permiten cuantificar el número de partículas suspendidas en el líquido a filtrar. Son también utilizados principalmente para el análisis gravimétrico, preparación de muestras antes de que sean analizadas con instrumentos especializados y monitorear el ambiente. El objetivo es que, al separar las sustancias presentes, se pueda realizar un análisis cuantitativo.

Al igual que el papel filtro cualitativo, el cuantitativo también tiene diferentes grados y diámetros. Siendo los más reconocidos en los laboratorios el papel Whatman 589-1 (Banda negra), 589-2 (Banda Blanca), 589-3 (Banda Azul) y 589-4 (Banda Roja).

### **Papel filtro sin cenizas**

La nula presencia de cenizas les otorga un alto nivel de pureza y permite su uso en procesos críticos de filtración.

### **Papel filtro endurecido sin cenizas**

A diferencia del papel filtro reforzado, que utiliza resinas químicamente estables, el papel filtro endurecido sin cenizas tiene un alto grado de pureza y debe su endurecimiento a la aplicación de ácido

### **Papel filtro cromatográfico**

Este papel filtro es empleado por químicos para separar componentes, técnica conocida como electroforesis. También es funcional para realizar un análisis cualitativo y cuantitativo.

Se caracteriza por poseer una tasa específica de flujo de agua y una rápida absorción, lo cual brinda un análisis exacto.

### **Papel filtro de fibra**

El papel filtro de fibra puede ser de fibra de vidrio o de fibra de cuarzo. Este rasgo le permite resistir altas temperaturas, por lo que pueden ser utilizados para análisis gravimétricos. Además, la duración del filtro será más larga y la esterilización del filtro es sencilla.

Existen siete tipos diferentes de papel filtro de fibra de vidrio y una diferencia notoria entre estos tipos es el grosor. Por otra parte, el filtro de fibra de vidrio es recomendable para sustancias muy contaminadas y para sustancias difíciles de diluir.

Por su parte, una característica del papel de filtro de fibra de cuarzo es su gran resistencia a altos niveles de sustancias químicas.

Asimismo, este filtro no es afectado por la humedad, por lo que es utilizado para analizar el nivel de contaminación en el aire y en el agua.[13]

Existen muchas marcas productoras de papel de filtro, dentro de las más reconocidas encontramos. Whatman, Boeco, Fisher, entre otras, cada una de ella maneja sus propias referencias de papel, para lo cual se puede consultar su catálogo para precisar el tipo de papel que se requiere según las características y especificaciones de nuestros análisis, pero se pueden observar sus equivalencias para el buen uso independiente de la marca que se tenga en el laboratorio.

**Tabla 8.** Equivalencias entre los papeles filtro más usados en el laboratorio

PROPIEDADES DE LOS FILTROS WHATMANN			EQUIVALENCIA APROXIMADA SCHLEICHER & SCHUELL
Número	Tamaño de Poro	Velocidad	Número
1	11 µm	Media	595
2	8 µm	Lenta	595
4	20-25 µm	Rápida	604
40	8 µm	Media	589/2
41	20-25 µm	Rápida	589/1
42	2,5 µm	Lenta	589/3 -589/5

Fuente. Elaboración propia

**Tabla 9.** Equivalencias entre los papeles filtro más usados en el laboratorio

Tipos de filtro	FISHER	WHATMAN	S&S
<b>Filtros cualitativos</b>	P8	No. 4	No.604
	P5	No.1 y No. 2	No. 595

<b>Filtros cuantitativos</b>	Q5	No. 40	589/2 Banda Blanda
	Q2	No. 42	589/3 Banda Azul
	Q8	No.41	589/1 Banda Negra
<b>Filtro fibra de vidrio</b>	G6	GF/A y 934A	.....
	G2	GF/B	.....
	G4	GF/C	.....
	G8	GF/D	.....

Fuente. Elaboración Propia

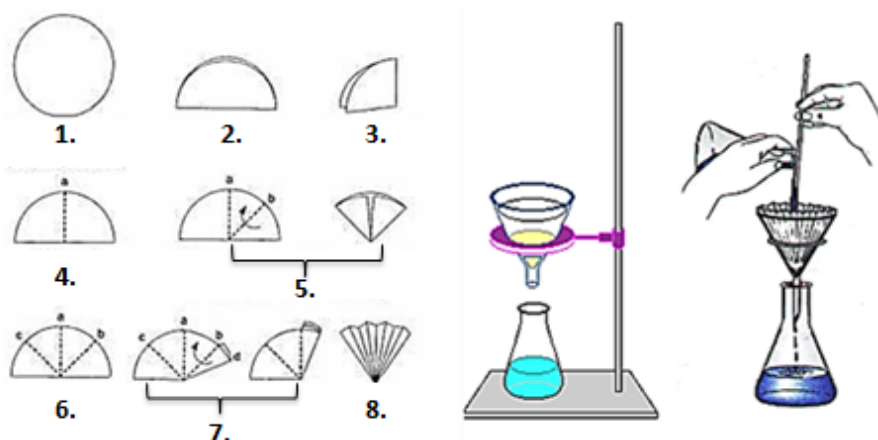
A menudo, lo que queremos conseguir es aislar el sólido, en otras ocasiones lo que nos interesa es conseguir la disolución. En base a dicho factor, podemos hacer mención a dos tipos diferentes de filtraciones, los cuales poseen un procedimiento e instrumental distinto. Estas son, la filtración por gravedad, y la filtración a presión reducida o también llamada, filtración al vacío [15].

### Filtración por gravedad

La única fuerza impulsora para que el líquido atraviese el filtro es la gravedad. Es el método más sencillo y tradicional.

La filtración por gravedad se realiza utilizando un embudo de tipo cónico en el cual se introduce un papel de filtro preparado, de modo que, al pasar el líquido de la disolución a través de él, quedará retenido en el papel la parte sólida, pasando limpia la parte líquida. separar un sólido de un líquido cuando lo que se quiere recuperar es el líquido. Ofrece la máxima superficie de filtración de manera que ésta es más rápida.

Existen varias técnicas de doblar el papel filtro según se requiera puede ser doblando en 4 dejando superpuesta la última capa o en pliegues. [15]



1. Recortar un círculo de papel filtro del tamaño adecuado al embudo. 2. Doblarlo por la mitad. 3. Doblar el semicírculo por la mitad. 4. Abrir el papel al semicírculo. 5. Doblar cada mitad del semicírculo por la mitad. (Pliegues a y b hacia mismo lado). 6. Abrir el papel al semicírculo (Pliegues a, b y c hacia el mismo lado). 7. Doblar cada cuarto de semicírculo por la mitad, de manera que los pliegues se dispongan sucesivamente (Pliegues b y d hacia el lado contrario). 8. Abrir el filtro.

**Figura 16.** Técnica para doblar el papel filtro. Fuente. Internet. Instrucciones para el trabajo en el laboratorio de Química Orgánica.

El objetivo es hacer pasar la mezcla sólido líquido a través del filtro y recoger el líquido filtrado. Primero se coloca el papel de filtro dentro del embudo y éste se sitúa sobre el recipiente de recogida, sostenido por el aro metálico. El filtro se puede mojar con la misma clase de disolvente que contiene la suspensión. A continuación, se vierte lentamente la suspensión sobre el filtro con la ayuda de una varilla de vidrio, de forma que no se derrame el contenido. Finalmente, las partículas sólidas retenidas en el filtro pueden lavarse con pequeñas porciones de disolvente (el mismo que contiene el líquido filtrado).

Este tipo de filtración es de gran utilidad para casos como:

- Filtración de impurezas de tipo insoluble, cuando realizamos un proceso de cristalización.
- Filtración de un agente desecante en pleno proceso de secado.
- Todas las filtraciones en las que se desecha el sólido, pues lo que interesa es la disolución.[16]

### **Filtración al vacío**

La filtración al vacío es una técnica que permite separar un producto sólido a partir de una mezcla sólido-líquido, cuando lo que se quiere recuperar es el sólido. Ofrece una menor superficie de filtración para recoger mejor el sólido. El hecho de aplicar la succión con vacío permite acelerar la velocidad de filtración, es bastante más rápida que la filtración por gravedad.

Para llevar a cabo una filtración a presión reducida, es necesario realizar una conexión a una fuente de vacío, Este se puede producir mediante una trompa especial por donde hacemos pasar el agua del grifo a una cierta velocidad, o con bombas de vacío, que ahorran agua pero que tienen un coste superior, para lo que se suele conectar la bomba a un embudo tipo Büchner o una placa filtrante.

El embudo Büchner es un embudo fabricado en cerámica cerrado por el fondo y agujereado del mismo material con la finalidad de dejar pasar el líquido que queramos filtrar, sin embargo, también está disponible en vidrio y plástico. En la zona superior cilíndrica del embudo existe una placa circular que posee un conjunto de perforaciones.

El fondo del embudo se cubre con un papel de filtro (de un tamaño que cubra la base del embudo sin sobrepasarla), La mezcla sólido-líquido se vierte a través del papel en el embudo Büchner. El sólido es atrapado por el papel filtro y el líquido es aspirado a través del embudo que luego cae en el matraz producto de la trampa de vacío.

Un vacío en el matraz permite que la presión atmosférica en la mezcla sólido-líquido succione el líquido a través del papel de filtro. Las trampas de vacío corresponden a sistemas de tipo Bernoulli, los cuales están diseñados para operar con agua. Cuando se

conecta la trampa y se hace funcionar, el embudo Büchner tiene alrededor de 15 libras por  $\text{inch}^2$  empujando hacia abajo de él. [15]



**Figura 17.**Equipo de filtración al vacío. Fuente.

<https://www.tplaboratorioquimico.com/laboratorio-quimico/materiales-e-instrumentos-de-un-laboratorio-quimico/embudo-buchner.html>

Para las filtraciones de cantidades menores de sólidos se emplean embudos de Hirsch, de manera similar el papel de filtro a emplear debe cubrir los huecos del embudo pero no debe extenderse y cubrir sus paredes.



**Figura 18.** Tipos de embudo. Fuente. <https://quimicafacil.net/infografias/material-de-laboratorio/embudo-de-hirsch/>

La fuerza impulsora para que el líquido atraviese el filtro es la que ejerce la presión atmosférica cuando aplicamos el vacío al sistema. Es el método más rápido y a veces permite la filtración de aquellas suspensiones en las que la fuerza de gravedad no es suficiente para el proceso.

La filtración al vacío, con embudos de este tipo se utilizan en casos como:

- Filtración de cristales en procesos de cristalización.
- Filtraciones de sólidos en procesos de precipitaciones.
- Filtraciones donde nuestra intención es aislar el componente sólido, queramos descartar o no la disolución.
- La separación del agente desecante de una disolución orgánica. En este caso, es necesario tener cuidado de que el sistema de vacío no succione parte del líquido filtrado o facilite la evaporación del disolvente durante el proceso.

Entre otros tipos de filtración tenemos:

#### **Filtración con placa filtrante**

La superficie filtrante tiene forma de disco y es una placa de textura porosa, cuyos poros son de determinado tamaño, de manera que impida el paso de sólidos. La filtración por este método se realiza también al vacío, a través de un proceso similar al utilizado en la filtración con Büchner, pudiendo ser usado tanto si nos interesa el producto sólido o la disolución, en estos casos:

- Filtración de los cristales en diferentes procesos de cristalización.
- Filtración de la parte sólida en procesos de precipitación.
- Filtración de agentes desecantes en los procesos de secado.
- Filtraciones sobre soportes sólidos.

#### **Filtración sobre celita**

La celita es un sólido que suele ser utilizado como un soporte de filtrado. Se encuentra constituida principalmente por sílice. Generalmente se usa para filtrar al vacío suspensiones de tipo coloidal, de texturas gelatinosas o sólidos constituidos de partículas muy finas, por lo general de naturaleza inorgánica, que pudiesen traspasar otros tipos de filtros, en cambio en la celita, quedan retenidos. La celita se usa solamente para filtrar sólidos con impurezas que se quieran eliminar.

#### **Bajo atmósfera inerte**

Cuando trabajamos con compuestos que son sensibles a la humedad o incluso al aire, se necesita llevar a cabo la filtración bajo atmósfera inerte.

Con mayor frecuencia se presenta el caso de las reacciones que contienen productos que son sensibles a la humedad y necesitan ser filtradas bajo una atmósfera que no los altere para poder eliminar el sólido. Para esto, pueden usarse placas de filtración provistas de dos

bocas esmeriladas, las cuales permiten la conexión a matraces diferentes formando un sistema cerrado.

Fundamento: la fuerza impulsora para que el líquido atraviese el filtro es la que ejerce la presión atmosférica cuando aplicamos el vacío al sistema. Es el método más rápido y a veces permite la filtración de aquellas suspensiones en las que la fuerza de gravedad no es suficiente para el proceso.[16]

Dependiendo del material filtrante empleado, podemos distinguir diversos tipos de filtración:

- **Filtrado ordinario.** Aquel que se lleva a cabo con membranas o tamices cuyos agujeros son iguales o superiores a un milímetro.
- **Microfiltración.** La que se realiza con tamices cuyos poros oscilan entre 0,1 y 10 micrones.
- **Ultrafiltración.** Este proceso de filtración retiene moléculas cuyo peso supere los 103 Dalton/gmol, permitiendo separar proteínas o desinfectar agua con bacterias.
- **Nanofiltración.** La más fina de las filtraciones, capta moléculas sin carga eléctrica que tengan peso superior a 200 Dalton/gmol, y es aplicada en la industria química para obtener sustancias específicas.[17]

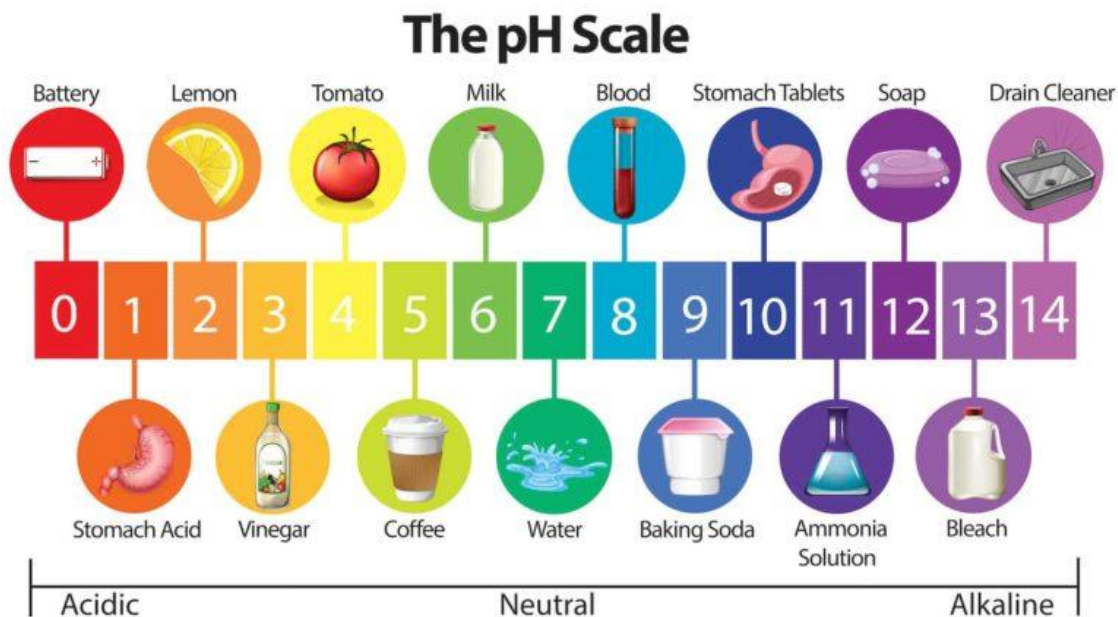
**Eliminación de residuos:** Una vez recuperado el sólido, el papel utilizado para filtrar tendrá que depositarse en el recipiente de residuos sólidos contaminados, y el líquido en el bidón correspondiente al disolvente (acuosas ácidas, acuosas básicas, orgánicas cloradas, orgánicas no cloradas).

## 5. DETERMINACIÓN DE pH

El **pH** es una medida de acidez o alcalinidad de una disolución. El pH indica la concentración de iones de hidrógeno presentes en determinadas disoluciones.<sup>3</sup> La sigla significa **potencial de hidrógeno** o **potencial de hidrogeniones**.

En disolución acuosa, la escala de pH varía, típicamente, de 0 a 14. Son ácidas las disoluciones con pH menores que 7 (hay más iones hidrógeno en la disolución). Por otro lado, las disoluciones alcalinas tienen un pH superior a 7. La disolución se considera neutra cuando su pH es igual a 7, por ejemplo, el agua.

La determinación del pH es uno de los procedimientos analíticos más importantes y utilizados en química y bioquímica. El pH determina muchas características notables de la estructura y de la actividad de las moléculas, por lo tanto, del comportamiento de células y organismos. [18]



**Figura 19.** Escala de pH. Fuente: <https://es.vecteezy.com/artes-vectorial/293102-la-escala-de-ph-de-la-ciencia>

### Determinación potenciométrica:

El valor del pH se puede medir de forma precisa mediante un potenciómetro, también conocido como pH-metro, un instrumento que mide la diferencia de potencial entre dos electrodos: un electrodo de referencia (generalmente de plata/cloruro de plata) y un electrodo de vidrio que es sensible al ion de hidrógeno.

La fuerza electromotriz (fem) producida por el sistema electroquímico varía linealmente con el pH y puede verificarse por la obtención de una gráfica de pH vs. fem para diferentes soluciones de pH conocido. El pH de la muestra se determina por interpolación.



**Figura 20.** pHmetro digital. Fuente: <https://www.tplaboratorioquimico.com/laboratorio-quimico/materiales-e-instrumentos-de-un-laboratorio-quimico/phmetro.html>

El instrumento de medida del pH está constituido por un potenciómetro, un electrodo de vidrio, un electrodo de referencia y un mecanismo compensador de temperatura; cuando



se sumergen los electrodos en la solución problema se completa el circuito. Muchos medidores de pH pueden realizar lecturas en escalas de pH o de milivoltios; algunos tienen expansión de escala que permite hacer lecturas de 0,001 unidades de pH, pero la mayoría de los instrumentos no son tan precisos. Para trabajos de rutina usar instrumentos con exactitud y reproducibilidad de 0,1 unidades de pH en un rango de 0 a 14 y equipados con un compensador de temperatura.

Electrodo de referencia, consiste en una semicelda que provee un potencial de electrodo constante; los más comúnmente usados son electrodos de calomel y plata: cloruro de plata. Seguir las recomendaciones del fabricante para el uso y cuidado del electrodo de referencia. Llenar los electrodos no sellados con el electrolito correcto hasta el nivel debido y asegurarse de que la unión esté humedecida.

Electrodo de vidrio. El electrodo sensor es un bulbo de vidrio especial que contiene una concentración fija de HCl o una solución tamponada de cloruro en contacto con un electrodo de referencia interno. Los electrodos combinados incorporan los electrodos de vidrio y de referencia en uno solo. Utilizar un electrodo especial de error bajo de sodio, "*low sodium error*", que puede operar a altas temperaturas para mediciones de pH mayores de 10, los electrodos estándar de vidrio producen valores bajos. Para medir pH inferiores a 1 emplear una membrana líquida, los electrodos estándar de vidrio producen valores altos [19].

### **Determinación por papel indicador**

El pH de una disolución se puede medir también de manera aproximada empleando indicadores: ácidos o bases débiles que presentan diferente color según el pH. Generalmente se emplea un papel indicador, que consiste en papel impregnado con una mezcla de indicadores cualitativos para la determinación del pH. El indicador más conocido es el papel de litmus o papel tornasol. Otros indicadores usuales son la fenolftaleína y el naranja de metilo.



**Figura 21.** Papel indicador. Fuente:

<http://fisicayquimicalfernandezsd2.blogspot.com/2017/02/medir-ph-con-papel-indicador.html>

Existe en el mercado un instrumento de fácil uso que se llama Papel de Tornasol. Se llama así debido a que cambia su color dependiendo de la solución en la que se sumerja, de esta forma los ácidos harán que el papel se vuelva rosa. De la misma manera, cuando se introduzca en una solución básica, se pondrá azul. Este papel se debe dejar unos segundos en contacto con lo que se quiere medir.

Para obtener un resultado más específico en la tabla usando estos mismos papeles de tornasol, existen con niveles, así que se debe seleccionar de forma aproximada el papel con la escala que le corresponde al producto que se medirá. De no conocerlo, tendrá que ser mediante ensayo y error.

Ahora bien, usar este tipo de medidor de pH tiene dificultades y puede no funcionar con todas las sustancias [20].

## **6. PRECIPITACIÓN Y DECANTACIÓN**

La precipitación es un proceso de obtención de un sólido a partir de una disolución. Puede realizarse por una reacción química, por evaporación del disolvente, por enfriamiento repentino de una disolución caliente, o por cambio de polaridad del disolvente. El sólido así obtenido se denomina precipitado y puede englobar impurezas. En general será necesario cristalizarlo y recrystalizarlo.

La precipitación encuentra aplicación en la separación de un componente de una mezcla de compuestos, ya sea por reactividad o bien por distinta solubilidad en un determinado disolvente.

Posteriormente se utiliza la decantación o la filtración para el aislamiento, y se aplican técnicas de purificación hasta obtener el compuesto puro.

La decantación puede utilizarse para separar mezclas de sólidos y líquidos cuando no se utilice la filtración. Consiste en dejar reposar la suspensión hasta que, por gravedad, se depositen las partículas sólidas en el fondo del recipiente. Después se trasvasa con cuidado el líquido a otro recipiente procurando que no pasen las partículas sólidas.

## **7. CENTRIFUGACIÓN**

El mejor método para separar un sólido insoluble de un líquido es la filtración. También se puede utilizar la técnica de decantación si el sólido se deposita fácilmente por gravedad en el fondo del recipiente (sedimentación), o si permanece en la superficie del líquido (flotación). Un sólido sedimenta o flota dependiendo de su densidad respecto a la del líquido.

En otras palabras, el sólido experimenta una fuerza ascendente debida al empuje que el líquido ejerce sobre éste, cuya magnitud es igual a la del peso del líquido desplazado por el sólido (principio de Arquímedes). El sólido sedimentará si esta fuerza es inferior a la

fuerza que la gravedad ejerce sobre el sólido; en caso contrario, flotará. Si las partículas son muy pequeñas, los procesos de sedimentación o flotación pueden ser extremadamente lentos debido, por un lado, a la resistencia al avance de las partículas provocada por la fricción que se establece entre éstas y las del líquido, y, por otro, a los movimientos aleatorios de las partículas inducidos por las turbulencias térmicas que se generan en el seno del líquido (difusión). En estos casos, hay que recurrir a la centrifugación para separarlas.

La centrifugación es una técnica de separación que se utiliza para aislar o concentrar partículas suspendidas en un líquido aprovechando la diferente velocidad de desplazamiento según su forma, tamaño o peso al ser sometidas a una fuerza centrífuga. La fuerza centrífuga es la que se ejerce sobre un cuerpo cuando éste gira alrededor de un eje. Esta fuerza, cuya magnitud es directamente proporcional a la masa del cuerpo, el radio de giro y la velocidad de giro (o angular), es perpendicular al eje y tiende a alejar el cuerpo del mismo. La fuerza centrífuga puede acelerar el proceso de sedimentación de partículas que tienen tendencia a hacerlo espontáneamente (densidad superior a la del líquido), o en aquellas que tienden a flotar (densidad inferior a la del líquido). En este sentido, la tecnología actual permite llegar a fuerzas de centenares de miles de veces la fuerza de la gravedad ('1g' es aproximadamente la fuerza centrífuga generada por un rotor de 25 cm de radio girando a una revolución por Segundo).

La centrifugación se puede llevar a cabo a escala preparativa o escala analítica. La primera se utiliza para aislar partículas para su aprovechamiento posterior y la segunda permite determinar propiedades físicas como la velocidad de sedimentación o el peso molecular.

La centrifugación preparativa se utiliza para separar partículas según la velocidad de sedimentación (centrifugación diferencial), la masa (centrifugación zonal) o la densidad (centrifugación isopícnica). En el primer caso se obtiene un líquido sobrenadante y un material sedimentado. En los otros dos casos las partículas se distribuyen en fracciones de diferentes densidades de un fluido líquido (centrifugación mediante un gradiente de densidades).

### **Procedimiento**

- a) Colocar el tubo de muestra (suspensión o disolución) en uno de los receptáculos del rotor.
- b) Compensar el tubo de muestra colocando en el receptáculo diametralmente opuesto otro tubo con un volumen de líquido de peso idéntico al de la muestra.
- c) Cerrar herméticamente el compartimento del rotor y poner en funcionamiento la centrífuga. Una vez acabada la centrifugación (normalmente las centrífugas tienen un temporizador que desconecta automáticamente el motor una vez transcurrido el tiempo programado), esperar a que se detenga el rotor para abrir la tapa del compartimento donde está alojado y sacar el tubo de muestra y el de compensación.



**Figura 22.** Centrifuga. Fuente: Mercalab, suministros de laboratorio online/  
<https://mercalab.com/-centrifugas/695-centrifuga-power-spin-dx-24-tubos-velocidad-variable-4000-rpm-2-15-ml-unico-.html>

La centrífuga ha de estar sobre una base sólida y fija.

El rotor ha de ser compatible con la centrífuga que se quiere utilizar y ha de estar perfectamente fijado al motor.

La distribución de los tubos en el rotor ha de ser tal que éste esté perfectamente equilibrado (compensado) para evitar vibraciones durante el giro y, por lo tanto, su rotura. Si es necesario, se utilizan tubos adicionales con volúmenes de líquido de pesos idénticos a los de las muestras.

Los tubos han de ser compatibles con la centrífuga para evitar roturas durante el funcionamiento de la misma.

La tapa que aísla el rotor del exterior ha de estar bien cerrada y asegurada.

Nunca se ha de dejar la centrífuga sin atención hasta llegar a la velocidad máxima de giro.

## 8. CRISTALIZACIÓN Y RECRISTALIZACIÓN

Utilizada para la purificación de compuestos sólidos.

La cristalización es un proceso de formación de un sólido cristalino a partir de un producto fundido o a partir de una disolución. En este segundo caso, los cristales se obtienen al enfriar una disolución saturada en caliente del compuesto sólido en un disolvente adecuado. El disolvente o mezcla de disolventes será seleccionado de acuerdo con la solubilidad del sólido y de las impurezas (es necesario que éstas no cristalicen en las mismas condiciones). Así, es necesario encontrar un disolvente en el que el compuesto sólido que queremos cristalizar sea soluble en caliente e insoluble en frío. Si en una primera cristalización no se

consigue la purificación completa, el proceso se puede repetir y se hablara de recristalización.

### **Procedimiento**

Inicialmente es necesario realizar pequeñas pruebas de solubilidad con la finalidad de hallar el disolvente más adecuado. Seguidamente se mezclan en un matraz el sólido a purificar y la mínima cantidad de disolvente para que se solubilice en caliente.

En este caso será necesario que el material utilizado para la filtración también esté caliente a fin de evitar la precipitación al entrar en contacto la disolución caliente con el material frío. Si la disolución caliente presenta alguna turbidez o impureza coloreada, puede utilizarse carbón activado (en forma de polvo negro muy fino, como agente decolorante de disoluciones debido a que retiene pequeñas partículas por adsorción). Se adiciona una pequeña cantidad en el momento en que la disolución llega a la ebullición, se mantiene unos minutos calentando y seguidamente se filtra por gravedad. Al adicionar el carbón activo es necesario haber retirado la disolución de la fuente de calor dado que se puede producir una sobre ebullición, con el consecuente derramamiento del líquido. A continuación, se deja enfriar lentamente hasta que se formen los cristales en el seno de la disolución.

### **Precaución**

Es necesario tener en cuenta que, si el proceso de enfriamiento se realiza muy rápido, puede producirse una precipitación en lugar de una cristalización.

La separación de los cristales del líquido que los contiene (llamado aguas madre) se realiza por filtración al vacío o bien por decantación. Una vez filtradas, las aguas madre pueden recuperarse y podemos esperar la cristalización de una cantidad adicional de producto si se elimina parcialmente el disolvente. En este caso hay que tener en cuenta que la proporción entre el producto que queremos cristalizar y las impurezas ha variado y por tanto aumenta la probabilidad de que también precipite alguna impureza. La pureza de los cristales obtenidos se puede comprobar mediante el punto de fusión o por cromatografía en capa fina, además, puede compararse el resultado obtenido con el de una cromatografía en capa fina de las aguas madre.

Eliminación de residuos: Una vez recuperado el sólido, el papel utilizado para filtrar tendrá que depositarse en el recipiente de residuos sólidos contaminados, y las aguas madre en el bidón correspondiente al disolvente que contiene (acuosas ácidas, acuosas básicas, orgánicas cloradas, orgánicas no cloradas). El carbón activo procedente del filtrado se depositará en el recipiente de residuos sólidos contaminados.

## **9. SECADO**

Secar o desecar es la eliminación de agua de un sólido, líquido o gas. El secado o la desecación es la operación que consiste en separar mediante procedimientos no mecánicos un líquido de un sólido que lo retiene físicamente.

### Secado de sólidos

Las condiciones para secar productos sólidos dependen de la cantidad de sólido, de la naturaleza del disolvente que se quiere eliminar y de la sensibilidad del producto al calor y a la atmósfera.

Las muestras cristalinas de compuestos estables húmedos con disolventes no tóxicos y volátiles a temperatura ambiente (como por ejemplo agua o etanol) se pueden secar al aire colocando los cristales entre hojas de papel desecante hasta que sólo queden trazas de disolvente (que se detecta por el olor o por el aspecto). Finalmente se acaban de secar en una estufa eléctrica a la temperatura adecuada.

Es frecuente, sobretodo en el caso de sustancias orgánicas, el secado a temperatura ambiente en desecadores de vacío y con la ayuda de agentes desecantes.



**Figura 23.**Desecador. Fuente: <https://www.auxilab.es/es/productos-laboratorio/desecador-boton-d-150-mm-simax/>

Las sustancias desecantes se escogen de acuerdo con la muestra que se quiere secar y pueden ser ácidas, neutras o básicas.

Los desecantes más frecuentes y sus características principales son:

#### Desecantes para desecadores

El gel de sílice ( $\text{SiO}_2$  tratado de manera especial) es uno de los desecantes de uso más frecuente en desecadores. Actúa por adsorción, o sea, superficialmente. Es eficaz y relativamente barato, sobre todo si se tiene en cuenta que se puede regenerar por calentamiento. Los gránulos de gel de sílice suelen contener una sal de cobalto (de color azul en forma anhidra y rosa cuando está hidratada), cosa que permite observar su estado de hidratación.

### **Desecantes para disoluciones**

El sulfato de sodio anhidro ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) tiene una gran capacidad deshidratante (forma una sal heptahidratada) y es económico, pero lento. Por encima de los  $30\text{ }^\circ\text{C}$  el heptahidrato se rompe y su capacidad para secar se reduce a la mitad. Presenta la ventaja, en primer lugar, de que al ser granular se puede decantar y no hace falta filtrar y, en segundo lugar, por su aspecto se puede saber la cantidad que se ha de añadir (tiene tendencia a aglomerarse en el fondo del recipiente cuando hay un exceso de agua). Se utiliza para secar disoluciones de productos orgánicos.

El cloruro de calcio anhidro ( $\text{CaCl}_2$ ) es un deshidratante barato a pesar de que no es demasiado eficaz y es bastante lento. Puede reaccionar con alcoholes, fenoles, amidas y compuestos que contienen carbonilos, propiedad que se utiliza a veces para eliminar trazas de alcohol de un disolvente. El cloruro de calcio dentro de un tubo de vidrio se utiliza también para evitar la entrada de humedad y mantener la atmósfera seca durante el transcurso de una reacción.

El sulfato de magnesio anhidro ( $\text{MgSO}_4$ ) se utiliza prácticamente igual que el sulfato de sodio. También es económico, rápido y de gran capacidad deshidratante. La principal diferencia entre los sulfatos de sodio y de magnesio es que este último reacciona como un ácido de Lewis y que la rapidez de secado es más grande que la del sulfato de sodio.

### **Otros desecantes**

El óxido de bario ( $\text{BaO}$ ) o el de calcio ( $\text{CaO}$ ) con agua forman  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  o  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . No se pueden utilizar con disolventes sensibles a las bases. Son lentos pero eficientes.

El hidruro de calcio ( $\text{CaH}_2$ ) forma  $\text{H}_2$  y  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  con el agua. Es un deshidratante muy eficaz para secar disolventes, pero no se puede utilizar con los compuestos halogenados o con aquellos que contienen grupos reactivos como los aldehídos.

La drierita o sulfato de calcio anhidro ( $\text{CaSO}_4$ ) es un desecante rápido, pero de poca capacidad desecante (se agota rápidamente). Se puede regenerar por calentamiento.

La anhídrona o perclorato de magnesio anhidro [ $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ ] se aplica sobre todo en química inorgánica, a pesar de que es bastante caro.

El carbonato de potasio ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) es también un deshidratante eficaz que tiene una alta capacidad desecante y es relativamente barato. Como es un reactivo básico no puede emplearse para secar sustancias ácidas.

### **Tamices moleculares**

Un tamiz molecular es una sustancia que contiene poros de medida precisa y uniforme que se utiliza como adsorbente de gases y líquidos. Moléculas suficientemente pequeñas, como el agua, pueden entrar en los poros y quedar adsorbidas, mientras que las más grandes no. Por eso una de las aplicaciones de los tamices moleculares es como deshidratante y para mantener los disolventes secos.

Los tamices moleculares más habituales son aluminosilicatos de calcio y sodio, especialmente tratados y que tienen poros de tamaño definido, siendo los más comunes los de 3, 4 y 5 Å. Los tamices de 3 Å, por ejemplo, adsorben helio, neón, nitrógeno y agua. Los de 4 Å adsorben argón, kriptón, xenón, amoníaco, monóxido de carbono, dióxido de carbono y alcanos pequeños, como el eteno, mientras que los de 5 Å retienen alcanos más grandes, con esqueletos C<sub>3</sub>-C<sub>14</sub>.

Son muy eficaces y de alta capacidad desecante, pero son relativamente lentos y más caros que otros deshidratantes. Generalmente se pueden regenerar calentando a 350 °C al vacío.

### **Secado de líquidos**

Normalmente los líquidos a secar son disolventes o disoluciones orgánicas que contienen agua como contaminante.

### **Secado de disoluciones**

Para eliminar el agua de las disoluciones se trata la solución con un agente deshidratante. A la hora de escogerlo se ha de tener en cuenta que no reaccione con el material que se quiere secar, su capacidad de absorción de agua, la rapidez con la que seca la disolución y el precio.

Secado de líquidos puros o disolventes

Un procedimiento eficaz para obtener un disolvente anhidro es añadir un deshidratante al disolvente, llevarlo a reflujo y destilarlo después. Este proceso depende de la naturaleza del disolvente y se encuentra descrito para cada uno de ellos en diferentes manuales.

### **Secado de gases**

Los gases pueden secarse haciéndolos pasar a través de columnas que contienen un agente desecante (gel de sílice, CaO, KOH, tamices moleculares, etc.). También se pueden secar haciéndolos burbujear a través de ácido sulfúrico concentrado. [21]

## **BIBLIOGRAFÍA**

[1] OPERACIONES BÁSICAS EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA. Consultado abril lunes 20 de 2020 en: <http://www.ub.edu/oblq/oblq%20castellano/index1.html#>

[2] BALANZA DE PRECISION. Consultado martes 21 de abril de 2020 en: <https://www.femto.es/balanza-de-precision>

[3] Mufla de laboratorio. Consultado Lunes 20 de abril de 2020. <https://www.tplaboratorioquimico.com/laboratorio-quimico/materiales-e-instrumentos-de-un-laboratorio-quimico.html>

[4] BALANZA GRANATARIA. Consultado jueves 23 de abril de 2020 en: <https://www.instrumentodelaboratorio.info/balanza-granataria/>



[5] Tipos de vidrio utilizado en el laboratorio. El crisol consultado abril 25 de 2020 en: <https://elcrisol.com.mx/blog/post/tipos-de-vidrio-utilizados-en-el-material-de-laboratorio>

[6] MILLAN FERNANDO. Manual de Prácticas de Laboratorio para Química I. Instituto Universitario Politécnico Santiago Muriño. Agosto 2016. Pág 22-25.

[7] CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS CSIC. Manual de buenas prácticas de laboratorio. Ministerio de educación y ciencia. Sevilla, España. Pag 16. (2007).

[8] MATERIAL VOLUMETRICO. Consultado abril 20 de 2020 en: [https://amyd.quimica.unam.mx/pluginfile.php/4509/mod\\_resource/content/0/MATERIAL-VOLUMETRICO.pdf](https://amyd.quimica.unam.mx/pluginfile.php/4509/mod_resource/content/0/MATERIAL-VOLUMETRICO.pdf)

[9] MERCK Millipore. Limpieza manual con EXTRAN. Consultado mayo 5 de 2020 en <https://www.merckmillipore.com/>

[10] Información sobre la medición del volumen F I R S T C L A S S · B R A N D

[11] TRUJILLO, CARLOS ALEXANDER, SÁNCHEZ ROJAS, JOSÉ EDILBERTO. Técnicas y medidas básicas en el laboratorio de Química. Universidad Nacional de Colombia, Sede Bogotá, Facultad de ciencias, Departamento de Química.

[12] MATERIAL VOLUMETRICO EN EL LABORATORIO. Consultado abril 20 de 2020 en: <https://www.franrzm.com/material-volumetrico-en-el-laboratorio-clinico/>

[13] LOS PRINCIPALES TIPOS DE PAPEL DE FILTRO. Consultado 30 de abril de 2020, en: <https://www.quiminet.com/articulos/los-principales-tipos-de-papel-filtro-2655440.htm>

[14] PAPEL FILTRO: Características y tipos. Consultado 30 de abril de 2020, en: <https://www.lifeder.com/papel-filtro/>

[15] OPERACIONES BÁSICAS EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA. Consultado abril lunes 27 de 2020 en: <http://www.ub.edu/oblq/oblq%20castellano/index1.html#>

[16] FILTRACION. Consultado 30 de abril de 2020 en: <https://quimica.laquia2000.com/general/filtracion>

[17] CONCEPTO DE FILTRACION. Consultado 27 de abril de 2020. En ECURED. <https://concepto.de/filtracion/#ixzz6L1aXcesM>

[18] López, Raymond Chang, Kenneth A. Goldsby ; revisión técnica, Rodolfo Álvarez Manzo, Silvia Ponce (2013). *Química* (11a. ed. edición). México; Madrid [etc.]: MacGraw-Hill. ISBN 978-607-15-0928-4.

[19] DETERMINACIÓN DE pH. Consultado el martes 5 de mayo de 2020 en: [http://www.drcalderonlabs.com/Metodos/Analisis\\_De\\_Aguas/Determinacion\\_del\\_pH.htm](http://www.drcalderonlabs.com/Metodos/Analisis_De_Aguas/Determinacion_del_pH.htm)

[20] MEDIDA DE pH. Consultado el martes 5 de mayo de 2020 en:  
<http://www.ehu.eus/biomoleculas/ph/medida.htm>

[21] Operaciones Básicas en el Laboratorio de Química. Consultado 4 de mayo de 2020.  
En <http://www.ub.edu/oblq/oblq%20castellano/filtracio.html>