



## Calibración de equipo volumétrico (bureta, pipeta y probeta)

### Introducción

El análisis cuantitativo tiene como objetivo determinar la cantidad de cierta sustancia presente en una muestra. Para lograr éste objetivo se tiene que hacer uso de equipo de laboratorio. El equipo puede ser tan simple como un vaso de laboratorio hasta instrumentos analíticos de alto costo. Sin embargo, ya que el objetivo es determinar la cantidad de sustancia, todos estos equipos tienen que estar calibrados previamente. Entre las razones de cumplir con la calibración es que el resultado final que se informa depende de la incertidumbre de los equipos que se usan en el análisis de la muestra. En el laboratorio de Química Analítica 3026 se usará, en gran medida, equipo volumétrico para análisis cuantitativo. La calibración del equipo volumétrico es brindada por la compañía comercial. Es importante tener en consideración que el uso y la manipulación de todo equipo hace que cambie su calibración. Por lo tanto, buenas prácticas de laboratorio (GLP, por sus siglas en inglés) requieren que los equipos de laboratorio se calibren periódicamente. En esta experiencia de laboratorio adquirirá conocimientos básicos del método de calibración para equipo volumétrico. Específicamente en el experimento se contestarán las siguientes dos preguntas con respecto al equipo volumétrico: (1) ¿cumple con las especificaciones que provee la compañía comercial? y (2) ¿cuál es el volumen nominal y su valor de calibración?

### Objetivos

- 1) Desarrollar el uso correcto de equipo común de laboratorio tales como balanza, bureta, pipeta y otros.
- 2) Conocer y aplicar análisis estadístico en la calibración de equipo volumétrico.
- 3) Definir si el equipo volumétrico cumple con las especificaciones comerciales.

### Método

#### Procedimiento

##### A. Preparación de equipo

- 1) Limpie un vaso de laboratorio de 100 mL con agua y jabón. Enjuague el vaso con bastantes porciones de agua de la pluma. Debe asegurarse de que el vaso no tiene rastros de jabón.
- 1) Enjuague el vaso con agua deionizada varias veces. Finalmente, añada aproximadamente 100 mL de agua deionizada al vaso. Tape el vaso con un cristal de reloj. Esta agua será la utilizada para calibrar los equipos.
- 2) Limpie el equipo a calibrar con agua y jabón. Enjuague el equipo con exceso de agua de la pluma. Finalmente,

enjuague el equipo con varias porciones (3-5) de agua deionizada contenida en el vaso.

##### Calibración bureta:

- 1) Añada aproximadamente 40 mL de agua deionizada contenida en el vaso a la bureta. Asegúrese de que la bureta no tenga aire en la punta ni en la llave. En el caso de que la bureta tenga aire, puede abrir la llave y golpear ligeramente con el dedo sobre el orificio superior. Otra forma de eliminar el aire es abriendo la llave y mover la bureta en forma vertical de manera un poco brusca para que el líquido se descargue por presión. Ajuste el nivel del agua en la bureta a 0.00 mL y anote el valor de lectura a dos sitios decimales en su libreta de laboratorio.
- 2) Limpie un matraz cónico de 50 mL con agua y jabón. Enjuague con agua de la pluma con bastantes porciones. Luego enjuague con agua deionizada con varias porciones (3-5). Desde este momento en adelante no puede tocar directamente el matraz con sus manos. Es decir, tiene que manipular el matraz mediante el uso de una servilleta o guante. Finalmente, seque el matraz y tápelo con un tapón de goma.
- 3) Anote la temperatura del agua en el vaso que contiene el agua deionizada. Este valor de temperatura será la temperatura inicial del agua.
- 4) Pese en una balanza analítica el matraz cónico con el tapón y anote en su libreta cada lectura.
- 5) Lea lectura de volumen inicial ( $V_i$ ) en la bureta y anote en su libreta. Descargue aproximadamente **10 mL** del agua deionizada en la bureta en el matraz cónico. Espere unos 30 segundos para leer la lectura de volumen de la bureta. Anote la lectura final de la bureta ( $V_f$ ). Tape el matraz cónico con el tapón de goma.
- 6) Anote en su libreta la lectura de pesada del matraz cónico con el volumen transferido.
- 7) Descarte el agua contenida en el matraz y séquelo lo más que pueda sin usar papel.
- 8) Repita los pasos 5 al 7 al menos dos veces más.
- 9) Finalmente, determine la temperatura del agua en el vaso de laboratorio y anote en su libreta. Este valor de temperatura será el valor final de temperatura.

##### Calibración de pipeta

- 1) Pese en una balanza analítica el matraz cónico con el tapón y anote en su libreta.
- 2) Transfiera el volumen contenido en una pipeta de 10 mL al matraz cónico y pese el matraz. Anote la pesada.
- 3) Descarte el agua del matraz cónico y repita los pasos del 1 al 3 al menos dos veces más.

**Calibración de probeta:**

- 1) Proceda igual que para el caso de la pipeta, pero usando una probeta de 10 mL.

**Datos Experimentales:****Tabla 1:** Datos de lecturas de volumen y pesada matraz cónico para *calibración de bureta*.

	Volumen (mL)		Peso Matraz (g) ± _____ g	Peso Matraz+H <sub>2</sub> O (g) ± _____ g
	Inicial ± ____ mL	Final ± ____ mL		
1				
2				
3				
4				
5				

**Tabla 2:** Datos de lecturas de volumen y pesada matraz cónico para *calibración de pipeta*.

	Volumen (± ____ mL)	Peso Matraz (g) ± _____ g	Peso Matraz+H <sub>2</sub> O (g) ± _____ g
1	10.00		
2	10.00		
3	10.00		
4	10.00		
5	10.00		

**Tabla 3:** Datos de volumen y pesada matraz cónico para *calibración de probeta*.

	Volumen (± ____ mL)	Peso Matraz (g) ± _____ g	Peso Matraz+H <sub>2</sub> O (g) ± _____ g
1			
2			
3			
4			
5			

**Cálculos****A. Calibración Bureta:**

- 1) Calcule el valor promedio de la temperatura inicial y final del agua,  $T_{\text{promedio}}$ .
- 2) Calcule el volumen añadido y anote en Tabla 4 como  $V_{\text{exp}}$ .
- 3) Calcule el peso del agua transferido y escriba el resultado en la Tabla 4.
- 4) Determine el factor de conversión ( $F_{\text{conv}}$ ). El valor de  $F_{\text{conv}}$  permite convertir el volumen medido a cierta temperatura de un gramo de agua al volumen que ocuparía este gramo de agua a 20 °C. El factor  $F_{\text{conv}}$  se determina según se explica en **Anejo 1**.
- 5) Calcule el volumen real ( $V_R$ ):

$$V_R = (X \text{ gramos } H_2O)(F_{\text{conv}})$$

- 6) Calcule el Error de calibración ( $E_{\text{calib}}$ )

$$E_{\text{calib}} = V_R - V_{\text{exp}}$$

Observe que el signo de este resultado posee un significado físico. Por ejemplo, si es positivo implica que el equipo volumétrico descarga mayor volumen que el que dice la lectura experimental.

**Tabla 4:** Cálculos para calibración de bureta

Muestra	$V_{\text{exp}}$ (mL)	Masa Agua (g)	$V_R$ (mL)	$E_{\text{calib}}$ (mL)
1				
2				
3				
4				
5				

- 7) Calcule el promedio de  $V_R$ , su desviación estándar ( $S_{VR}$ ) y los límites de confianza al 95%.

**B. Calibración Pipeta**

- 1) Calcule el peso del agua transferido y escriba el resultado en la Tabla 5.
- 2) Determine el factor de conversión ( $F_{\text{conv}}$ ), los valores de  $V_R$  y  $E_{\text{calib}}$  tal como lo llevó a cabo para la bureta.
- 3) Calcule el promedio de  $V_R$ , su desviación estándar ( $S_{VR}$ ) y los límites de confianza al 95% para la pipeta.

**Tabla 5:** Cálculos para calibración de pipeta

Muestra	$V_{\text{exp}}$ (mL)	Peso Agua (g)	$V_R$ (mL)	$E_{\text{calib}}$ (mL)
1	10.00			
2	10.00			
3	10.00			
4	10.00			
5	10.00			

**C. Calibración Probeta**

- 1) Calcule el peso del agua transferido y escriba el resultado en la Tabla 6.
- 2) Determine el factor de conversión ( $F_{\text{conv}}$ ), los valores de  $V_R$  y  $E_{\text{calib}}$  tal como lo llevó a cabo para la bureta.
- 3) Calcule el promedio de  $V_R$ , su desviación estándar ( $S_{VR}$ ) y los límites de confianza al 95% para la probeta.

**Tabla 6:** Cálculos para calibración de probeta

Muestra	$V_{\text{exp}}$ (mL)	Masa Agua (g)	$V_R$ (mL)	$E_{\text{calib}}$ (mL)
1				
2				
3				
4				
5				

**Resumen:****Tabla 7:** Valores de volumen

Equipo	$\bar{V}_R$ (mL)	$S_{VR}$ (mL)	Límites confianza (95%)
Bureta			
Pipeta			
Probeta			

**Tabla 8:** Valores de calibración comercial del equipo volumétrico

Equipo	V (mL)	± ____ (mL)
Bureta		
Pipeta		
Probeta		

**Anejo 1:** Cálculo de factor de conversión ( $F_{conv}$ )**Caso 1:**  $T_{promedio}$  se encuentra en la Tabla 3.

Imagine que  $V$  es de 9.98 mL y el peso de agua es de 9.9840 gramos. La  $T_{promedio}$  del agua es de 27 °C. El  $V_{ac}$  se calcula de la siguiente manera:

$$V_{ac} = (9.9840 \text{ g})(1.0045) = 10.029 \text{ mL} \quad (1)$$

Observe que el valor de 1.0045 corresponde al factor de corrección a cuando la temperatura del agua es 27 °C. Note que este  $V_{ac}$  significa que se transfirieron 10.029 mL a 20°C. Es decir, se está calibrando el volumen que se transfiere de la bureta a 20 °C de la bureta.

**Caso 2:**  $T_{promedio}$  no se encuentra en la Tabla 3.

En este caso se tiene que calcular  $F_{conv}$  mediante uso de *interpolación matemática*. El fundamento de interpolación es que se asume que los valores de  $F_{conv}$  en la tabla 3 presentan una relación lineal con temperatura.

**Ejemplo:** Calcule el factor de corrección para una temperatura de 26.5 °C.

**Solución:** Definimos los valores de las columnas que vamos a usar para la interpolación. En este caso el valor de temperatura se encuentra entre 26 y 27 °C. La otra variable es la columna de  $F_{conv}$ . Por lo tanto, podemos definir la siguiente relación:

$$\left(\frac{\Delta Y}{\Delta X}\right)_{desconocido} = \left(\frac{\Delta Y}{\Delta X}\right)_{conocido} \quad (2)$$

En el ejemplo se puede establecer la siguiente relación basado en la ecuación 2:

$$\left(\frac{\Delta Y}{\Delta X}\right)_{desconocido} = \left(\frac{F_{conv}^{27} - F_{conv}^{26.5}}{T_{27} - T_{26.5}}\right) \quad (3)$$

$$\left(\frac{\Delta Y}{\Delta X}\right)_{conocido} = \left(\frac{F_{conv}^{27} - F_{conv}^{26}}{T_{27} - T_{26}}\right) \quad (4)$$

$$\left(\frac{F_{conv}^{27} - F_{conv}^{26.5}}{T_{27} - T_{26.5}}\right) = \left(\frac{F_{conv}^{27} - F_{conv}^{26}}{T_{27} - T_{26}}\right) \quad (5)$$

Al sustituir los valores de la Tabla 3 en la ecuación (5) tenemos la ecuación 6.

$$\left(\frac{1.0045 - F_{conv}^{26.5}}{27 - 26.5}\right) = \left(\frac{1.0045 - 1.0042}{27 - 26}\right) \quad (6)$$

Note que la ecuación 6 contiene un solo valor desconocido, el cual se puede determinar mediante algebra.

$$F_{conv}^{26.5} = 1.0045 - \left(\frac{1.0045 - 1.0042}{27 - 26}\right)(27 - 26.5) = 1.0044 \quad (7)$$

Esta variable es el valor de Y mediante interpolación matemática.

**Tabla 3:** Volumen que ocupa 1.000 g de agua como función de temperatura. El volumen calculado corresponde al volumen que se transfiere a cuando la temperatura es de 20 °C. (*Referencia: Quantitative Chemical Analysis, Ch. 2, pag. 32, Harris, D.C, (2007) Wiley-Freeman, USA*)

T (°C)	F <sub>conv</sub>	T (°C)	F <sub>conv</sub>	T (°C)	F <sub>conv</sub>
10	1.0015	17	1.0023	24	1.0038
11	1.0016	18	1.0025	25	1.0040
12	1.0017	19	1.0027	26	1.0042
13	1.0018	20	1.0029	27	1.0045
14	1.0019	21	1.0031	28	1.0047
15	1.0020	22	1.0033	29	1.0050
16	1.0021	23	1.0035	30	1.0053

**Informe:**

1. Informe los resultados estadísticos de volumen para cada equipo volumétrico.
2. Identifique y discuta la relación en incertidumbre de los equipos.