

Proyecto de Innovación Docente 2019-2020
Herramienta TAPA
Trabajo de Aplicación Práctica para el Alumnado

Grado: FARMACIA.....
Módulo: GRUPO B.....
Materia: QUÍMICA ANALITICA II.....
Facultad: FARMACIA.....
Curso: SEGUNDO.....
Asignatura: QUÍMICA ANALITICA II.....
TAPA: STRATA.....

TAREA 1. Elección de la técnica instrumental

En el presente trabajo tenemos como objetivo determinar mediante un método analítico un analito específico de la tapa Strata. En primer lugar esta tapa hace referencia básicamente a un pudín de pan salado, con el cual se pueden realizar múltiples versiones. Para la elección del analito nos basamos en analizar aquellos que presentaban una mayor concentración y aportasen algún beneficio a nuestro organismo. Finalmente nos decantamos por el fósforo, puesto que además de que Strata es muy rica en fósforo, este presenta grandes beneficios, como mejorar la memoria y la concentración. Además, gracias a las tablas nutricionales de esta tapa, se ha podido saber que esta contiene huevo, más específicamente la yema de huevo presenta 590mg de fósforo por cada 100g. Con lo cual, la gran cantidad de fósforo en la tapa proviene principalmente de la yema de huevo. Además, el fósforo es muy importante en la dieta y como observamos en la tabla, la tapa tiene un aporte (%AP/IR) considerablemente elevado con respecto a la ingesta recomendada (IR).



Ingredientes por ración:

- Pan
- Mantequilla
- Pimiento rojo
- Calabacín
- Cebolla
- Perejil
- Albahaca
- **Huevo mediano**
- Leche
- Sal
- Pimienta

Cantidad:

- 35 g
- 5 g
- 30 g
- 75 g
- 25 g
- 5 g
- 5 g
- 1 unidad**
- 60 mL
- 0,5 g
- 0,5 g

Nutriente	Unidades	Aporte	IR	% AP/IR
Energía	kcal	294	2690	10,9
Proteínas	g	14,1	54	26,1
Calcio	mg	164	1000	16,4
Fósforo	mg	259	700	37,0
Magnesio	mg	41,3	400	10,3
Hierro	mg	2,8	10	28,0
Zinc	mg	1,9	15	12,7
Yodo	µg	18,2	150	12,1

Sabiendo esto, la técnica instrumental elegida fue la **ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCIÓN MOLECULAR UV-VISIBLE**. Se eligió este método espectrofotométrico basado en la formación del complejo azul de molibdeno para muestras de alimentos dada su excelente sensibilidad y precisión. La espectrofotometría de absorción molecular es una técnica instrumental que encuentra una extensa aplicación en la determinación de especies moleculares y ha sido ampliamente utilizada en las ciencias experimentales para caracterización, identificación y cuantificación de sustancias.

TAREA 2.

Descripción del fundamento de la técnica

La espectrofotometría de absorción molecular se refiere a técnicas donde se mide cuanta luz a una longitud de onda particular es absorbida por una muestra.

Técnicamente, la espectrofotometría de absorción se basa en la absorción de fotones por una o más sustancias presentes en una muestra (que puede ser un sólido, líquido, o gas), y la promoción subsiguiente del electrón (o electrones) desde un nivel de energía a otro en esa molécula.

Aunque la intensidad relativa de las líneas de absorción no varía con la concentración, a cualquier longitud de onda dada la absorbancia medida es proporcional a la concentración molar de las especies que absorben y el grosor de la muestra por la que la radiación pasa. Esto se conoce como ley de Lambert- Beer.

$$A = \epsilon b c$$

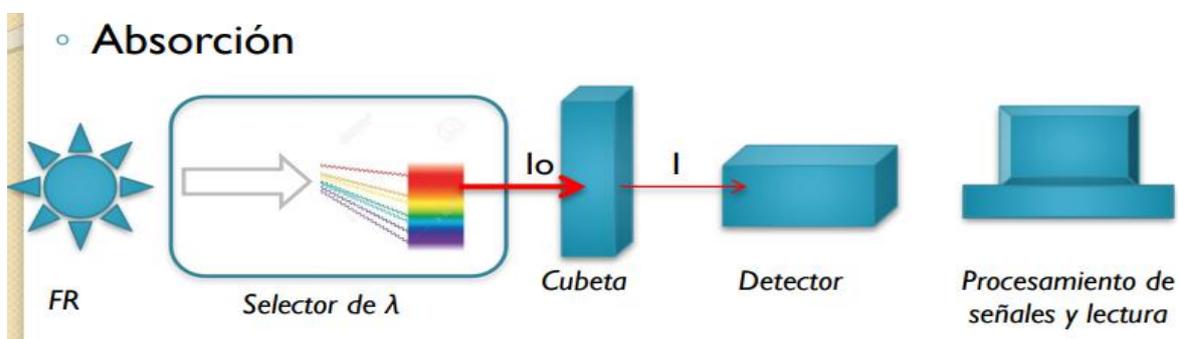
El gráfico de la cantidad de radiación absorbida respecto a la longitud de onda para un compuesto particular se conoce como espectro de absorción.

Es importante la buena elección del material de la cubeta en la espectrofotometría, ya que por ejemplo, en poliestireno y el pyrex absorben la luz ultravioleta por lo que se debe utilizar cuarzo.

Se suele utilizar la espectrofotometría como instrumento analítico ya que podemos obtener las concentraciones relativas de varios compuestos en una mezcla. Para poder realizar esto, se debe construir una recta de calibrado usando concentraciones conocidas de la sustancia a analizar. El gráfico obtenido representa la concentración de la sustancia respecto a la absorbancia medida por el espectrofotómetro. Finalmente, podremos interpolar la absorbancia de nuestra muestra a analizar y cuantificar su concentración.

TAREA 3.

Esquema del equipo instrumental empleado



Como se observa en el anterior esquema los componentes utilizados en esta técnica de espectrofotometría de absorción molecular UV-visible son: una fuente de radiación, un selector de la longitud de onda, una cubeta, un detector y por último un procesador de señales y lectura.

La **fuentes de radiación** utilizadas en EAM son fuentes continuas. Estas permiten emitir REMs de amplio espectro de λ , además de ser instrumentos con una gran versatilidad y con posibilidad de obtener espectros con ellos.

En nuestro caso, el analito en el cual se va a medir su absorbancia va a ser el azul de molibdeno, este presenta su absorción máxima en el rojo a una longitud de onda de unos 750 nm. Por este motivo la fuente de radiación utilizada va a ser la **lámpara de tungsteno/halógeno**, que permite emitir REM con una λ entre 240-2500 nm.



La lámpara de tungsteno/halógeno se caracteriza por estar formada por un componente de cuarzo, permitiendo así una mejor resistencia al calor (generando lámparas de tamaño menor para potencias más altas), un filamento y una pequeña cantidad de gas halógeno en equilibrio térmico en su interior. Si a estas partes se les someten a una elevada temperatura produce la evaporización del gas, depositándose así las partículas de tungsteno de nuevo sobre el filamento, con un resultado de mayor eficiencia y una luz más blanca que la de las bombillas comunes.

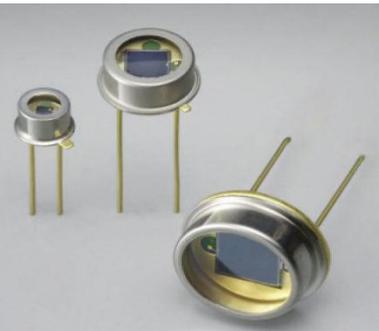
En segundo lugar aparece el **selector de la longitud de onda**, estos permiten seleccionar una banda estrecha de λ del amplio espectro que proporciona la fuente de radiación. En este caso en concreto utilizaremos **monocromadores**, más específicamente una **red de difracción por transmisión**. La dispersión que lleva a cabo esta se realiza mediante fenómenos de difracción. Aunque presenta algunos inconvenientes como la obtención de espectros de distintos órdenes y su coste económico, presentan unas grandes ventajas con respecto al resto puesto que presentan pocas pérdidas de intensidad de REM y un uniforme poder de resolución.

Como nuestro analito (azul de molibdeno) presenta en la longitud de onda un pico bastante ancho y llano, la elección de la longitud de onda no es excesivamente importante y por ello se pueden utilizar rendijas más anchas.

A continuación aparecen las **cubetas portamuestras**, estos dispositivos permiten mantener la muestra en los diferentes estados de la materia. Las cubetas deben ser transparentes a la REM que les atraviesa para que así esta pueda incidir sobre la muestra. En nuestro caso utilizaremos unas cubetas de vidrio de 4 caras transparentes, puesto que no absorben la radiación visible, además de ser económicas y fáciles de manejar.



En siguiente lugar aparece el **detector** que permite detectar la REM, en este caso al ser una medida de absorción antes y después de pasar por la muestra. En nuestro experimento utilizaremos un detector de fotones, basado en el proceso de fotoconducción, el **fotodiodo de silicio** (350nm-1100nm). Este permite convertir la luz en electricidad y esta variación de electricidad es la que se utiliza para informar que hubo un cambio en el nivel de iluminación sobre el fotodiodo.



Entre sus ventajas es importante indicar que estos a diferencia del LDR o fotorresistencia, el fotodiodo responde a los cambios de oscuridad a iluminación y viceversa con mucha más velocidad, y puede utilizarse en circuitos con tiempo de respuesta más pequeño. Además presentan un bajo coste, bajo consumo de potencia, poca generación de calor y larga duración y compacidad

Por último se lleva a cabo la lectura y el procesamiento de la señal de salida (**procesador**). Gracias a un **transductor de salida** se obtiene una medida, en este caso será una **unidad digital**.

TAREA 4.

Descripción teórica de la realización del análisis cuantitativo

Realizamos una solución patrón de 50mg de fósforo/fosfato por litro disolviendo 0,25 gramos de fosfato diácido de potasio en 1000 ml de agua. A partir de esta disolución patrón elaboraremos disoluciones estándar de 10mg/L, 5mg/L, 1mg/L, 0,5mg/L, 0,1mg/L y 0,05mg/L para posteriormente realizar la recta patrón.

Lo primero que tenemos que hacer es pesar una cantidad de muestra que contenga entre 2,5 y 10 miligramos de fósforo. En nuestro caso, vamos a pesar 1g de yema de huevo en un crisol ya que por cada gramo de yema encontraremos 5,9 miligramos de fósforo. Posteriormente, mezclamos nuestra muestra con 1g de carbonato cálcico y lo hacemos cenizas a 550 grados centígrados. Después, pasamos las cenizas a un vaso de 100 ml con 10 ml de agua, lavando el crisol con ácido clorhídrico concentrado, hasta que no haga efervescencia y añadir 10 ml más de ácido (en vitrina extractora) y evaporamos hasta sequedad, mediante calefacción a ebullición suave. (BROMATQUIM. A. Sitio Web de xtec.cat. [Online]. [cited 2019 Diciembre 30. Available from: <http://www.xtec.cat/~ffernan5/castellano/pdf/11001.pdf>).

A continuación tenemos que convertir todo nuestro fósforo en fosfato para poder cuantificarlo. Para ello digerimos nuestra muestra mediante 10 ml de ácido nítrico aproximadamente al 10 %, preparado con una parte de nítrico concentrado y cinco o seis de agua. Lo calentamos unos 5 minutos, llevando a ebullición, pero sin llegar a sequedad en la vitrina extractora. Posteriormente, añadimos agua destilada y filtramos sobre el matraz aforado de 250 ml, lavando el residuo con agua destilada para enrasar y homogeneizar.

El siguiente paso es añadir a la disolución anterior una solución de molibdato de amonio, en la que hemos disuelto 20 gramos de molibdato de amonio en 500 ml de agua. Se producirá una reacción mediante la cual se forma fosfomolibdato ($[\text{PO}_4\text{MoO}_3]^{-3}$). Este fosfomolibdato se reduce con una disolución de ácido ascórbico (1,76g de ácido en 100 ml de agua) para dar azul de molibdeno que es el compuesto responsable de la absorción de la REM a 750nm.

Para llevar a cabo el análisis cuantitativo, las soluciones patrón que hemos preparado previamente se tratan con el molibdato y ácido ascórbico para medir las absorbancias del azul de molibdeno en cubetas de 1cm. Con estos datos dibujamos nuestra recta patrón representando las absorbancias frente a las concentraciones. La pendiente de la recta será el coeficiente de absorción molar del azul de molibdeno según la ley de Lambert-Beer. Por último medimos la absorbancia de nuestra muestra e interpolamos en la recta patrón para calcular la concentración de azul de molibdeno que hará referencia directa a la de fósforo (mg/L)

BIBLIOGRAFÍA:

1. Anónimo. A. Sitio espectrometria. [Online]. [cited 2019 Noviembre 20]. Available from: https://www.espectrometria.com/espectrometra_de_absorcin.
2. Anónimo. A. Sitio Web de alimentos.org.es. [Online]. [cited 2019 Noviembre 17]. Available from: <https://alimentos.org.es/huevos-con-mas-fosforo>.
3. BROMATQUIM. A. Sitio Web de xtec.cat. [Online]. [cited 2019 Diciembre 30]. Available from: <http://www.xtec.cat/~ffernan5/castellano/pdf/11001.pdf>.
4. Anónimo. ugr.es. [Online]. [cited 2019 Noviembre 29]. Available from: [www.ugr.es › ~clinares › webexp › Practicas › fosforo](http://www.ugr.es/~clinares/webexp/Practicas/fosforo).
5. Sanabria D. ideam. [Online].; 2004 [cited 2019 Noviembre 25]. Available from: <http://www.ideam.gov.co/documents/14691/38155/Fósforo+Total+en+Agua+Método+del+Acido+Ascórbico.pdf/bf2f449b-4b9b-4270-b77e-159258d653e2>.
6. D B. A. Sitio Web de bolanosdj. [Online]. [cited 2019 Noviembre 30]. Available from: <http://www.bolanosdj.com.ar/TEORIA/SENSORESOPICOS.PDF>.

7. Valladares S. A. Sitio Web de fao.org. [Online]. [cited 2019 Noviembre 26]. Available from: <http://www.fao.org/3/ab482s/AB482S03.htm>.
8. GOTTAU G. A. Sitio Web de vitonica. [Online]. [cited 2019 Noviembre 20]. Available from: <https://www.vitonica.com/minerales/los-alimentos-mas-ricos-en-fosforo>.
9. Universidad Complutense de Madrid. A. Sitio Web de ucm. [Online]. [cited 2019 Diciembre 1]. Available from: <https://www.ucm.es/data/cont/media/www/pag-106912/TAPA%2013.pdf>.