

## OBJETIVOS:

- Adquirir destreza básica relacionadas con la calibración del material

de trabajo.

- Comprender el concepto de calibración y su importancia.
- Manejar fluidamente las técnicas.

## INTRODUCCIÓN:

Cuando se quiere la máxima exactitud en un determinado análisis debemos empezar por la calibración suele hacerse midiendo el agua vertida por el recipiente o contenida en el, también se puede utilizar la densidad de ese líquido para convertir la masa en volumen o con un factor de corrección que veremos mas adelante, tomando en cuenta que el líquido usado sea agua destilada, la cual se expande 0.02% por grado en la vecindad de los 20°C.

El vidrio se expande o se contrae ya sea las condiciones de la temperatura, si sometemos el material de vidrio a temperaturas muy elevadas las moléculas del vidrio se expanden, mientras que si lo sometemos a muy bajas temperaturas las moléculas del vidrio se contraen, descalibrando de esta manera el material de vidrio. Es por eso que se debe trabajar a temperaturas relativas a la cual fue hecho el material. Es por eso que algunas piezas de vidrio vienen marcadas a la temperatura que se deben utilizar.

## PROCEDIMIENTO:

### a.- calibración de una pipeta volumétrica. (en nuestro caso una pipeta de 10ml).

Debe determinarse la masa de un frasco X vacío, luego transferir el volumen de agua total a temperatura ambiente de la pipeta volumétrica a calibrar (10ml) al frasco X, y volver a pesar el frasco X con el volumen transferido. Calcular la masa de agua transferida por diferencia de masa, el paso a seguir es calcular el volumen con ayuda de la tabla N° 1. Repetir lo antes mencionado por triplicado. **(ver tabla N° 1 en anexos.)**

### b.- calibración de un matraz aforado. ( en nuestro caso un matraz de 50 ml).

Debe determinarse la masa del matraz a calibrar (50ml), el cual debe estar bien seco, luego llenar el matraz con agua destilada a temperatura ambiente hasta la marca del aforo y pesar de nuevo el matraz con el volumen de agua. Por diferencia de masa se calculará la masa del agua y con la ayuda de la tabla N° 1 calcular el volumen medido. Realizar lo antes mencionado por triplicado. **(ver tabla N° 1 en anexos.)**

### c.- calibración de una bureta (en nuestro caso una bureta de 25 ml).

La bureta debe ser llenada con agua destilada a temperatura ambiente, sin dejar ninguna burbuja o espacio de aire desde la parte inferior hasta la parte superior, luego enrasarla en 0.00ml, tomar en cuenta que la bureta no este goteando, es decir el paso de agua o la llave debe estar bien ajustada. Tomar un frasco X que este bien seco y pesarlo vacío, luego transferir 25ml de agua que contiene la bureta al frasco X, y pesar de nuevo pero ahora con el volumen de agua trasferido, por diferencia de masa se calcula la masa transferida, y con la ayuda de la tabla N° 1, convertir la masa en volumen. Realizar lo antes mencionados pero para volúmenes de 20ml, 15ml, 10ml y 5ml. **(ver tabla N° 1 en anexos.)**

La calibración de la bureta debe estar en un margen de error de 0.02ml.

Realizar una gráfica de la corrección que debe aplicarse como una función de volúmenes transferidos, a partir de esta gráfica se puede determinar la corrección asociada con cualquier intervalo.

## RESULTADOS OBTENIDOS

**TABLA N° 1: Datos obtenidos para la calibración de una pipeta de 10ml.**

• n° de medidas	frasco x, vacío(g)	frasco x, lleno (con agua)(g)
1	75.5143	85.4743
2	75.5702	85.5316
3	75.5982	85.5300

**TABLA N° 2: Datos obtenidos para la calibración de un matraz aforado de 50ml.**

• n° de medidas	frasco x, vacío(g)	frasco x, lleno (con agua)(g)
1	33.9116	83.7563
2	33.9180	83.7423

**TABLA N° 3: Datos obtenidos para la calibración de una bureta de 25ml.**

• n° de medidas	frasco x, vacío(g)	frasco x, lleno (con agua)(g)
V = 25ml	52.4580	77.3227
V = 20 ml	52.4526	72.3860
V = 15 ml	52.4559	67.3830
V = 10 ml	52.4560	62.3471
V = 5 ml	52.4562	57.4854

## CALCULOS Y RESULTADOS:

### 1.) Cálculos para la calibración de una pipeta

#### volumétrica de 10ml.

	frasco x vacío(g)	frasco x lleno (g)	frasco (lleno - vacío)(g)	(x - x) (g)	(x - x)² (g)
1	75.5143	85.4743	9.9600	$8.90 \times 10^{-3}$	$7.92 \times 10^{-5}$
2	75.5702	85.5316	9.9614	$10.3 \times 10^{-3}$	$10.6 \times 10^{-5}$
3	75.5982	85.5300	9.9318	$19.3 \times 10^{-3}$	$37.2 \times 10^{-5}$
			• $\bar{x} = 9.9511$	"(x - x) = $38.5 \times 10^{-3}$	"(x - x)² = $55.72 \times 10^{-5}$

#### a.- desviación estándar:

$$ds = \frac{\sum (X - \bar{X})^2}{n - 1}$$

$$n - 1$$

$$ds = 55.72 \times 10^{-5} \text{g}^2 \quad ds = 0.01669 \text{g} \pm 0.0167 \text{g}$$

$$3 - 1$$

$$(9.9511 \pm 0.0167) \text{g}$$

b.- cálculos del promedio y la desviación estándar en ml.

Masa total(g)	Masa total x factor de correlación a 22°C (1.0033ml/g) (ml)	(X - X̄) (ml)	(X - X̄)² (ml)
9.9600	9.9929	9x10 <sup>-3</sup>	8.1x10 <sup>-5</sup>
9.9614	9.9943	10.4x10 <sup>-3</sup>	10.8x10 <sup>-5</sup>
9.9318	9.9646	19.3x10 <sup>-3</sup>	37.2x10 <sup>-5</sup>
	• X̄ = 9.9839	"(X-X̄)= 38.7x10 <sup>-3</sup>	"(X-X̄)²= 56.1x10 <sup>-5</sup>

Desviación estándar:

$$ds = 56.1 \times 10^{-5} \text{ml}^2 \quad ds = 0.0167 \text{ml}$$

$$3 - 1$$

$$(9.9839 \pm 0.0167) \text{ml}$$

c.- transformación de la masa en volumen con la ayuda de la tabla N° 1 ( ver tabla en anexos).

Temperatura del agua en el laboratorio = 22°C.

Factor de correlación para 22°C = 1.0033 ml/g

Factor de correlación para 20°C = 1.0032 ml/g (corregida)

Masa promedio = 9.9511g.

$$\text{a } 22^\circ\text{C: } V = (9.9511 \text{g}) \times (1.0033 \text{ml/g})$$

$$V = 9.9839 \text{ ml}$$

$$\text{a } 20^\circ\text{C: } V = (9.9511 \text{g}) \times (1.0032 \text{ml/g})$$

$$V = 9.9829 \text{ ml}$$

2.)Cálculos para la calibración de un matraz aforado de 50 ml

FRASCO X VACÍO(g)	FRASCO X LLENO (g)	Frasco	(X - X̄) (g)	(X - X̄)² (g)
-------------------	--------------------	--------	--------------	---------------

			(lleno – vacío) (g)		
1	33.9116	83.7563	49.8447	0.0102	1.0404x10 <sup>-4</sup>
2	33.9180	83.7423	49.8243	0.0102	1.0404x10 <sup>-4</sup>
			• X = 49.8345	"(X – X)= 1.0204	"(X – X)2= 2.0808 x10 <sup>-4</sup>

a.- desviación estándar:

$$ds = 2.0808 \times 10^{-4} \quad ds = 0.0144 \text{ g.}$$

$$2 - 1$$

$$(49.8345 \pm 0.0144) \text{ g}$$

b.- cálculos del promedio y la desviación estándar en ml.

Masa total(g)	Masa total x factor de correlación a 22°C (1.0033ml/g) (ml)	(X – X) (ml)	(X – X)2 (ml)
49.8447	50.0091	0.0102	1.0404x10 <sup>-4</sup>
49.8243	49.9887	0.0102	1.0404x10 <sup>-4</sup>
	• X = 49.9989	"(X-X)= 0.0204	"(X-X)2= 2.0808 x10 <sup>-4</sup>

Desviación estándar:

$$ds = 2.0808 \times 10^{-5} \text{ ml}^2 \quad ds = 0.0144 \text{ ml}$$

$$2 - 1$$

$$(49.9989 \pm 0.0144) \text{ ml}$$

c.- transformación de la masa en volumen con la ayuda de la tabla N° 2 ( ver tabla en anexos).

Temperatura del agua en el laboratorio = 22°C.

Factor de correlación para 22°C = 1.0033 ml/g

Factor de correlación para 20°C = 1.0032 ml/g (corregida)

Masa promedio = 49.8345 g.

$$\text{a } 22^\circ\text{C: } V = (49.8345 \text{ g}) \times (1.0033 \text{ ml/g})$$

$$V = 49.9989 \text{ ml}$$

$$\text{a } 20^\circ\text{C: } V = (49.8345 \text{ g}) \times (1.0032 \text{ ml/g})$$

$$V = 49.9840 \text{ ml}$$

### 3.- Cálculos para la calibración de una bureta de 25 ml

• N°	FRASCO X VACÍO(g)	FRASCO X LLENO(g)	FRASCO X (lleno- vacío)(g)	Valor (verdadero-experimental)(g)
V=25ml	52.4580	77.3227	24.8647	0.1353
V=20ml	52.4526	72.3860	19.9334	0.0666
V=15ml	52.4559	67.3830	14.9271	0.0729
V=10ml	52.4560	62.3471	9.8911	0.1089
V=5ml	52.4562	57.4854	5.0292	0.0292
			• X = 14.9291	

a.- transformación de la masa en volumen con la ayuda de la tabla N° 3 ( ver tabla en anexos).

Temperatura del agua en el laboratorio = 22°C.

Factor de correlación para 22°C = 1.0033 ml/g

Factor de correlación para 20°C = 1.0032 ml/g (corregida)

$$\diamond \text{ masa} = 24.8647\text{g}$$

$$\text{a } 22^\circ\text{C: } V = (24.8647 \text{ g}) \times (1.0033\text{ml/g})$$

$$V = 24.9467 \text{ ml}$$

$$\text{a } 20^\circ\text{C: } V = (24.8647 \text{ g}) \times (1.0032\text{ml/g})$$

$$V = 24.9442 \text{ ml}$$

$$\diamond \text{ masa} = 19.9334 \text{ g}$$

$$\text{a } 22^\circ\text{C: } V = (19.9334 \text{ g}) \times (1.0033\text{ml/g})$$

$$V = 19.9991 \text{ ml}$$

$$\text{a } 20^\circ\text{C: } V = (19.9334 \text{ g}) \times (1.0032\text{ml/g})$$

$$V = 19.9971 \text{ ml}$$

$$\diamond \text{ masa} = 14.9271\text{g}$$

$$\text{a } 22^\circ\text{C: } V = (14.9271 \text{ g}) \times (1.0033\text{ml/g})$$

$$V = 14.9763 \text{ ml}$$

$$\text{a } 20^\circ\text{C: } V = (14.9271\text{g}) \times (1.0032\text{ml/g})$$

$$V = 14.9748 \text{ ml}$$

$$\diamond \text{ masa} = 9.8911\text{g}$$

a 22°C:  $V = (9.8911\text{g}) \times (1.0033\text{ml/g})$

$V = 9.9237\text{ ml}$

a 20°C:  $V = (9.8911\text{g}) \times (1.0032\text{ml/g})$

$V = 9.9138\text{ ml}$

◇ masa = 5.0292g

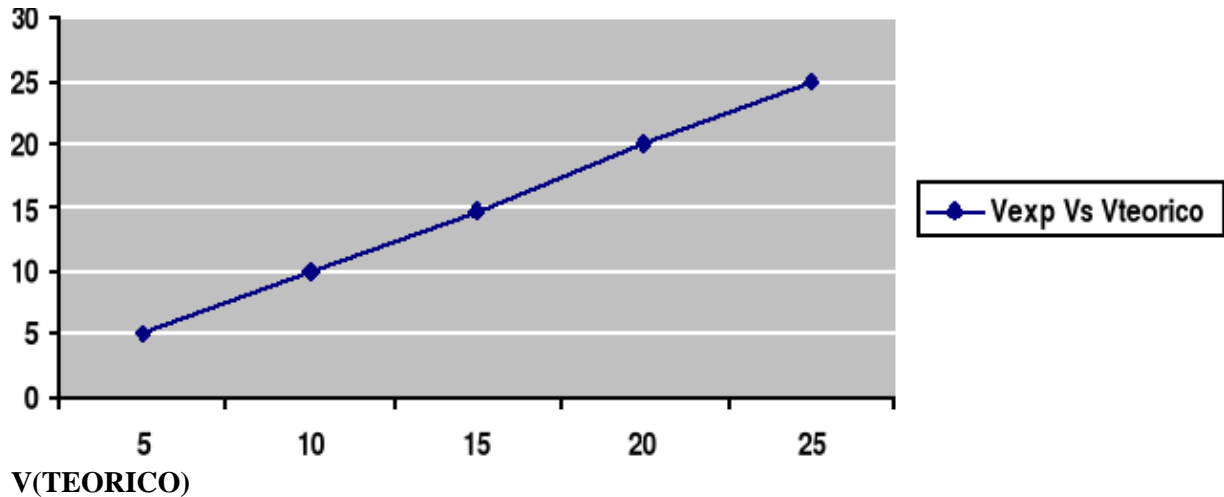
a 22°C:  $V = (5.0292\text{g}) \times (1.0033\text{ml/g})$

$V = 5.0457\text{ ml}$

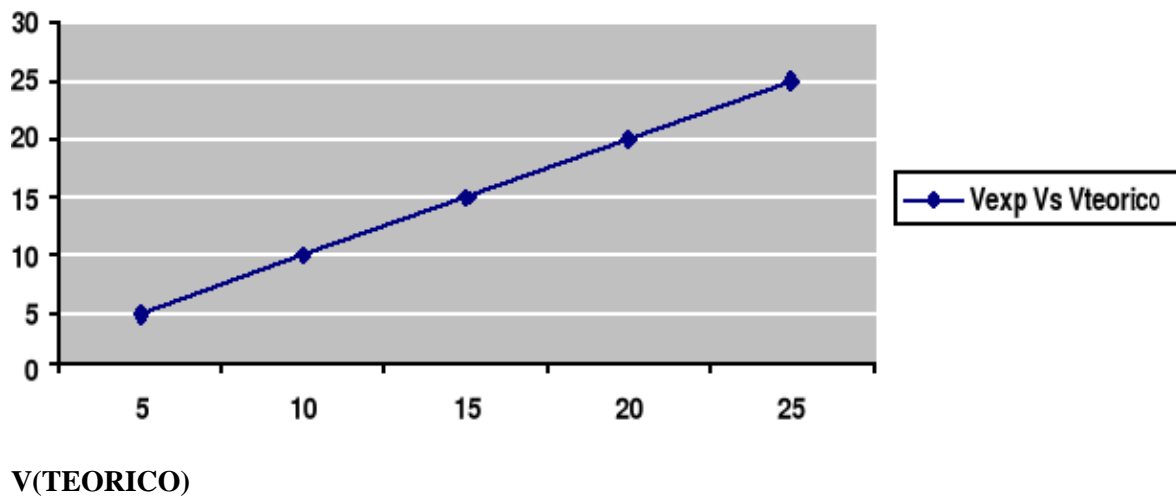
a 20°C:  $V = (5.0292\text{g}) \times (1.0032\text{ml/g})$

$V = 5.0452\text{ ml}$

**GRAFICA N° 1: Volumen experimental con factor de correlación a 22°C, vs volumen teorico para la calibración de la bureta de 25ml**



**GRAFICA N° 2: Volumen experimental con factor de correlación a 20°C, vs volumen teorico para la calibración de la bureta de 25 ml**



## DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El volumen medido en cada uno de los instrumentos de vidrio a calibrar (Pipeta volumétrica de 10 ml, matraz aforado de 50 ml y la bureta de 25 ml), cada uno de ellos tiene una diferencia muy insignificante entre los volúmenes experimentales medidos y lo que realmente debe medir, afectando las medidas que se hicieren con el instrumento dentro del margen de error del mismo, lo cual nos indica que el instrumento tiene una alta precisión, tomando en cuenta que se deben trabajar a temperatura ambiente. También hay que tomar en cuenta que las balanzas utilizadas tienen un error asociado a la calibración.

## CONCLUSIONES

Se debe tomar en cuenta que para un análisis determinado, el estudiante debe tomar en cuenta muchos factores para no cometer muchos errores si no los necesarios arrojados por el mismo equipo utilizado y por supuesto por la manipulación de los mismo, por tanto antes de comenzar a trabajar se debe calibrar el material a utilizar, para saber si el mismo esta apto para su utilización .

También hay que tomar en cuenta que el material de vidrio no debe ser sometido a temperaturas muy altas ni muy bajas, ya que el factor temperatura afecta radicalmente el material, es decir, si sometemos el material a temperaturas muy elevadas con respecto a la temperatura ambiente las moléculas del material de vidrio se expanden (dilatan), o si se somete el material de vidrio a temperaturas muy bajas las moléculas del material se contraen, de esta manera el material va perdiendo la calibración con que fue hecho.

## · ANEXO

### VOLUMEN OCUPADO POR 1.000 g DE AGUA PESADA EN AIRE CONTRA PESAS DE ACERO INOXIDABLE

TEMPERATURA, T, °C	VOLUMEN , ml.	
	EN T	CORREGIDA A 20°C
10	1.0013	1.0016
11	1.0014	1.0016
12	1.0015	1.0017
13	1.0016	1.0018
14	1.0018	1.0019
15	1.0019	1.0020
16	1.0021	1.0022
17	1.0022	1.0023
18	1.0024	1.0025
19	1.0026	1.0026
20	1.0028	1.0028
21	1.0030	1.0030
22	1.0033	1.0032
23	1.0035	1.0034
24	1.0037	1.0036
25	1.0040	1.0037
26	1.0043	1.0041
27	1.0045	1.0043
28	1.0048	1.0046

29	1.0051	1.0048
30	1.0054	1.0052

**NOTA:** Tabla extraída del skooog west holler crouch. septima edición, pagina 51.

◆ **V = MASA DE AGUA x FACTOR DE CORRELACIÓN**

$$ds = \sum (X - \bar{X})^2$$

$$n - 1$$

$$ds = \sum (X - \bar{X})^2$$

$$n - 1$$

$$ds = \sum (X - \bar{X})^2$$

$$n - 1$$

◆ **V = MASA DE AGUA x FACTOR DE CORRELACIÓN**

◆ **V = MASA DE AGUA x FACTOR DE CORRELACIÓN**