

SEMINARIO 1

CALIBRACIÓN METODOLÓGICA.

A) CALIBRADO POR EL MÉTODO DEL PATRÓN EXTERNO.

B) CALIBRADO POR EL MÉTODO DE ADICIONES PATRÓN.

1) Se quiere analizar Zn por *ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA* en diferentes muestras de agua cercanas a una industria de galvanizado. Para ello se utiliza una calibración metodológica, método del patrón externo, que proporciona los siguientes resultados, Tabla I:

TABLA I

[Zn ²⁺] (mg L ⁻¹)	0,20	0,50	1,00	1,50	2,00	2,50
Señal (UA)	0,056	0,120	0,220	0,333	0,439	0,450

Se mide, diez veces, la señal de un blanco obteniendo los siguientes valores: 0,015; 0,014; 0,016; 0,015; 0,015; 0,017; 0,015; 0,017; 0,017 y 0,015. A continuación, se midieron, por quintuplicado, la señal de un material de referencia certificado (MRC) y tres muestras de agua obtenidas en un muestreo en diferentes zonas cercanas a la industria de galvanizado. Los valores obtenidos se muestran en la Tabla II.

TABLA II

Señales (UA)			
MRC	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3
0,320	0,017	0,174	0,041
0,325	0,018	0,170	0,044
0,323	0,018	0,177	0,045
0,325	0,017	0,175	0,043
0,322	0,017	0,174	0,045

A partir de los datos proporcionados:

- Obtener la ecuación de la recta de calibrado, el coeficiente de correlación y el coeficiente de determinación.
- Obtener los valores de sensibilidad y de los límites de detección y de cuantificación del método analítico. Indicar el intervalo lineal.
- Si la concentración de Zn en el material de referencia certificado es $1,45 \pm 0,01$ mg L⁻¹, ¿qué puede decir de la exactitud del resultado obtenido por el método analítico?
NOTA: utilice un cálculo de errores y el intervalo de confianza para el 99 %.
- ¿Es posible detectar y cuantificar el Zn en las muestras de agua? En caso afirmativo, obtener las concentraciones de Zn con su correspondiente desviación estándar.

2) Se determina Fe (III) por *ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN MOLECULAR* en muestras de un jarabe antihistamínico. Para ello se pipetea alícuotas de 10,00 ml de la muestra en matraces de 50,00 mL. Se adicionan a cada matraz diferentes volúmenes de una disolución patrón que contiene $10,0 \mu\text{g mL}^{-1}$ de Fe (III), excepto para el primer matraz, y un exceso de KSCN para formar el complejo rojo de $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$. Después de diluir con agua destilada, las señales obtenidas para cinco disoluciones se recogen en la siguiente tabla. ¿Cuál es la concentración de Fe (III) en la muestra expresada en mg L^{-1} ?

V_{PATRÓN} (mL)	0,00	5,00	10,0	15,0	20,0
Señal (UA)	0,240	0,437	0,621	0,809	1,010

La estadística necesaria para resolver parte del ejercicio A se encuentra recogida en el documento "Tratamiento básico de datos de laboratorio" correspondiente a la asignatura de 1º curso Operaciones Básicas de Laboratorio, documento subido al Aula Virtual en las carpetas *Material docente Bloque I / Seminarios y material complementario*, de la asignatura Química Analítica I.