

PROGRAMA CURSO: LABORATORIO DE INSTRUMENTACIÓN Y TÉCNICAS MODERNAS DE ANÁLISIS
I Semestre, 2014

Datos Generales

Sigla: LQ-0055

Nombre del curso: Laboratorio de Instrumentación y Técnicas Modernas de Análisis

Tipo de curso: Práctico

Número de créditos: 2

Número de horas semanales presenciales: 4

Número de horas semanales de trabajo independiente del estudiante: 2

Requisitos: LQ-0029, LQ-0030

Correquisitos: LQ-0050

Ubicación en el plan de estudio: VII Ciclo

Horario del curso: L: 8:00 a 11:50 am

Suficiencia: No

Tutoría: No

Datos del Profesor

Nombre: M.Ing. Esteban Pérez López

Correo Electrónico: estebanperezlopez@gmail.com

Horario de Consulta: L: 1:00 a 2:50 pm

1. Descripción del curso

Es un curso práctico e investigativo, donde al estudiante le corresponde poner en práctica lo aprendido a lo largo de la carrera, para proceder a investigar, razonar, decidir con criterio y así proponer métodos de análisis instrumentales, de cualquier tipo de productos de consumo diario (alimentos, medicamentos, bebidas alcohólicas, productos de limpieza, cosméticos, suelos y foliares, etc.) para analizar por Cromatografía Líquida de Alta Resolución, Cromatografía de Gases, Espectrofotometría de Absorción Atómica y Espectrofotometría Ultra Violeta Visible, según corresponda, además de una práctica final por Cromatografía de Iones; para ejecutarlos en el laboratorio con previa autorización del profesor y la supervisión del mismo durante el análisis.

2. Objetivo General

Crear en el estudiante un grado mayor de criterio a la hora de efectuar un análisis instrumental, empleando las destrezas aprendidas en cursos anteriores, de forma tal que el educando se pueda

enfrentar en forma efectiva a la elaboración, modificación y ejecución de métodos de análisis diversos empleando técnicas instrumentales analíticas.

3. Objetivos específicos

- a. Ayudar al estudiante a crear la experticia necesaria para garantizarle el éxito en su desenvolvimiento, en la ejecución de un análisis instrumental fino.
- b. Que el estudiante pueda identificar y controlar los factores críticos de cada una de las técnicas instrumentales en estudio, de forma tal, que tenga las herramientas necesarias para enfrentarse a la exigencia en investigación, desarrollo y control de calidad, de la industria de hoy en día.
- c. Aplicar y correlacionar, la tecnología de análisis instrumental de laboratorio, con el diario vivir de la industria en Costa Rica, por medio del análisis de productos de consumo diario.
- d. Identificar las ventajas y las limitaciones de algunos métodos de análisis en los diferentes instrumentos analíticos y buscar posibles soluciones para minimizar las limitaciones.
- e. Permitir al estudiante la interacción eficaz con el instrumento en estudio, para facilitarle la confianza en su manipulación correcta.
- f. Permitir que el estudiante se enfrente a los diversos conflictos que el trabajar con técnicas instrumentales conlleva, de manera que pueda cuestionar y buscar soluciones por sí mismo y así generarle conocimiento.
- g. Generar datos de análisis que demuestren estadísticamente el correcto desempeño del estudiante al frente de un análisis instrumental.

4. Contenidos

Se estudiará en detalle el funcionamiento práctico y el manejo del software respectivo, de las cuatro técnicas instrumentales principales de la industria de hoy en día, por medio de su manipulación en el laboratorio por cada uno de los estudiantes, y se evaluará el desenvolvimiento de cada estudiante a la hora de ejecutar un análisis desde la preparación de las muestras, hasta la etapa de lectura en el instrumento. Las técnicas analíticas a estudiar son:

- a) Cromatografía de Líquidos de alta Resolución (HPLC)
- b) Cromatografía de Gases (CG)
- c) Espectrofotometría de Absorción Atómica (AA)
- d) Espectrofotometría Ultra Violeta Visible (UV-Vis)

e) Cromatografía de Iones (IC)

5. Metodología

El estudiante tendrá tres semanas en cada técnica analítica instrumental para desarrollar sus análisis, hasta haber completado las cuatro técnicas mencionadas. Al final del curso presentarán y expondrán ante sus compañeros un trabajo final sobre alguna de las técnicas en estudio y alguna otra técnica no vista.

Se trabajará en grupos (dos o tres) pero se evaluará en detalle el trabajo desempeñado por cada estudiante en el laboratorio. Se le dará gran valor a la iniciativa del estudiante, a su interés por lo que hace y a su desempeño como analista.

Durante el análisis mediante una técnica, ya el estudiante deberá ir investigando para las siguientes técnicas analíticas, de manera que presente su propuesta inmediatamente finalice con la técnica anterior.

6. Evaluación

<i>Descripción</i>	<i>Porcentaje</i>
Propuestas de Análisis	15%
Informes de Laboratorio	30%
Trabajo en el Laboratorio y Bitácora	15%
Trabajo Final (Exposición)	15%
Examen Final	25%
Total:	100%

Consideraciones sobre la evaluación

INSTRUCCIONES PARA LA PROPUESTA DE ANÁLISIS

Presentar con al menos una semana de anticipación la propuesta de análisis para la técnica correspondiente.

- Primero una propuesta verbal o vía email (previa verificación de existencias en el laboratorio).
- Cuando llegemos a un acuerdo (profesor-estudiante), la propuesta formal por escrito:
 - a) Nombre y carné
 - b) Sustancia a analizar
 - c) Producto comercial en estudio (con etiquetado y especificaciones)
 - d) Técnica a utilizar
 - e) Objetivos (mínimo tres)
 - f) Descripción del método de análisis (paso por paso)
 - Con esquemas de dilución (o cuadros)
 - Nota: para efectos del curso siempre se va a trabajar con curva de calibración (mínimo 6 patrones) y mínimo tres muestras.
 - g) Detalle de los parámetros del equipo (ej: flujo, columna, longitud de onda, fase móvil, etc.)

- h) Reactivos y sus concentraciones
- i) Constantes físico-químicas
- j) Material y equipo requerido
- k) Fuente de donde proviene el método

Nota: cualquier propuesta ya aprobada, podrá ser sometida a cambios (recomendados por el profesor) a la hora de ejecutar el análisis, para asegurarse el cuidado óptimo del equipo y las condiciones ideales para la operación del laboratorio.

INSTRUCCIONES PARA LOS INFORMES (tipo artículo científico)

- a) Título
- b) Autor(es)
- c) Resumen (5%)
Breve reseña de lo realizado y obtenido. (Máximo 200 palabras)
- d) Palabras Clave
- e) Introducción (10%)
Reseña de la sustancia a analizar, importancia, para qué sirve, cuál es su función en el producto, cuál es su efecto o utilidad en el ser humano. Reseña de la técnica a utilizar y su importancia (breve).
- f) Marco Teórico (10%)
Sustento bibliográfico de los temas tratados
- g) Metodología (5%)
Pasos a seguir para la ejecución del análisis (de manera que el análisis pueda ser reproducido por quien desee), incluyendo el procedimiento del mismo y especificaciones del equipo y del producto a analizar. (Escrito en prosa).
- h) Resultados (20%)
De las tres semanas por separado y en conjunto, con análisis estadístico. Cuadros comparativos e individuales. Incluir gráficos si los hay.
- i) Discusión (25%)
De los resultados con respecto a las especificaciones, y análisis objetivo entre los resultados de las diferentes semanas, posibles fuentes de error, aspectos críticos que pudieron influir (lluvia de ideas o inteligencia grupal entre los estudiantes), implicaciones en el mercado y en el ser humano, si el producto incumple por exceso o faltante con respecto a lo etiquetado. Análisis objetivo de acuerdo a lo obtenido, de si, su análisis es confiable o no.
- j) Conclusiones (20%)
Puntuales, acerca de lo obtenido en el análisis, lecciones aprendidas al efectuar el análisis, cosas que es necesario mejorar, conclusiones sobre la técnica y su análisis específico, etc. Mínimo 10 conclusiones.
- k) Bibliografía (2.5%)
Mínimo 5 referencias bibliográficas
- l) Apéndice (2.5%)
Incluir muestras de cálculos, incertidumbres, hojas de cálculo, gráficos, tablas estadísticas, etc.

Notas: Si el informe no se entrega puntual no se califica (Nota 0.0). Aplica también para la propuesta.

INSTRUCCIONES TRABAJO FINAL

- Elaborar una presentación (40 minutos) sobre la primera técnica utilizada en el curso (incluyendo los resultados, con diferentes análisis estadísticos y la discusión de los mismos) y una segunda técnica analítica no vista en el laboratorio; que contenga lo descrito a continuación:
- Contenido de la presentación:

- a. Fundamento **general** de la técnica en estudio
- b. Bondades y limitaciones de la técnica.
- c. Detalle minucioso de los cuidados al operar la técnica analítica
- d. Campos de aplicación de la técnica analítica en la industria tanto nacional como internacional
- e. Detalle de las adaptaciones posibles a la técnica, para:
 - i. Lograr mayor sensibilidad, ampliar el rango de aplicación, hacer más específico un análisis, aumentar la robustez de la técnica, u otros.
 - ii. Mencionar ejemplos de los tipos de industrias que aplican en cada caso.
- f. Investigar en **dos** laboratorios o industrias de nuestro país, que utilicen la técnica:
 - i. Detallar su aplicación específica para la cual se utiliza en ese lugar (si se utiliza para varios productos seleccionar uno),
 - ii. Justificar si dicho análisis solo se puede ejecutar mediante esa técnica, o las razones que justifiquen la inversión inicial y de mantenimiento.
 - iii. Describir que implicaciones tiene sino se controlara dicho producto.
 - iv. Consecuencias legales, ambientales, sociales, etc., si el producto saliera a la venta sin controlar su cumplimiento con las especificaciones, de manera que se deje ver la necesidad de contar con la técnica analítica en dicha industria.
 - v. Mencionar el mantenimiento brindado en ese lugar, para la operación a cabalidad. (incluyendo calibración, mantenimiento, limpieza de partes internas, recambios, etc.)
- g. Mencionar el nombre de las empresas o instituciones, y de las personas que les brindaron la información (puesto que ocupa y grado académico)
- h. Realizar lo mismo con el caso de la técnica no vista en el laboratorio.
- i. Conclusiones personales sobre la técnica en cada caso.
- j. Recomendaciones pertinentes.
- k. Bibliografía

OBSERVACIONES SOBRE LA EVALUACIÓN DEL LABORATORIO.

- a) Es requisito indispensable asistir a todas las sesiones de laboratorio.
- b) Se calificará rigurosamente el llegar puntual a cada sesión programada.
- c) No habrá reposición de prácticas de laboratorio. (solamente hay reposición en casos calificados y bien justificados.)
- d) La nota mínima de aprobación es 70 (setenta, en escala de 1 a 100)
- e) Es obligación del alumno(a), traer al laboratorio, gabacha, anteojos, jabón, encendedor, limpiónes, etiquetas, marcadores y cualquier otro material que se necesite para la realización de las prácticas de laboratorio.
- f) La pérdida de una de las partes de la práctica sin justificación alguna, por alguno de los estudiantes, da por perdido en forma automática el curso.
- g) Al finalizar la sesión de trabajo de laboratorio, el alumno(a), debe tener debidamente firmada por parte del profesor la bitácora que con ese fin se llevará, para cada una de las fechas obligatorias de asistencia.
- h) Ninguna fecha adicional a la práctica, corrige una ausencia a una práctica correspondiente a la fecha obligatoria.
- i) QUEDA TERMINANTEMENTE PROHIBIDO EL USO DE CELULARES ENCENDIDOS DENTRO DEL LABORATORIO, ASÍ COMO COMER, FUMAR Y RECIBIR VISITAS SIN LA AUTORIZACIÓN DEL PROFESOR.

7. Cronograma

SEMANA		ACTIVIDAD
1	10 - 14 marzo	Instrucciones, <i>Presentar Propuesta 1. y propuesta de trabajo final</i>
2	17 - 21 marzo	1ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 1
3	24 - 28 marzo	2ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 1
4	31 marzo - 4 abril	3ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 1 - <i>Presentar Propuesta 2.</i>
5	7 - 11 abril	4ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 2 - <i>Presentar Informe 1.</i>
6	14 - 18 abril	SEMANA SANTA
7	21 - 25 abril	SEMANA UNIVERSITARIA
8	28 abril - 2 mayo	5ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 2
9	5 - 9 mayo	6ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 2 - <i>Presentar Propuesta 3.</i>
10	12 - 16 mayo	7ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 3 - <i>Presentar Informe 2.</i>
11	19 - 23 mayo	8ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 3
12	26 - 30 mayo	9ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 3 - <i>Presentar Propuesta 4.</i>
13	2 - 6 junio	10ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 4 - <i>Presentar Informe 3.</i>
14	9 - 13 junio	11ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 4
15	16 - 20 junio	12ª Sesión de Trab. Invest. - Técnica 4
16	23 - 27 junio	13ª Sesión - Cromatografía de Iones - <i>Presentar Informe 4</i>
17	30 junio - 4 julio	Presentación del Trabajo Final - <i>Presentar Informe 5</i>
18	7 julio - 11 julio	Examen (7 de julio, 8 am)

8. Bibliografía

- Skoog D.A, Holler F.J y Nieman T.A. **Principios de Análisis Instrumental.** 5^{ta} edición. Editorial Mc Graw-Hill. Madrid. 2001.
- Willard Meritt, Dean y Settle. **Métodos Instrumentales de Análisis.** Editorial Iberoamericana. México. 1991.
- Kenneth A Rubinson, Judith F Rubinson. **Análisis Instrumental.** Editorial Pearson educación S.A. Madrid. 2001
- Harris, Daniel C. **Análisis Químico Cuantitativo.** Editorial Iberoamericana. México. 1992.
- Schenk G.H, Hahn R.B, Hartkopf A.V. **Química Analítica Cuantitativo.** Editorial Continental. México. 1984.

Otras referencias

- The United States Pharmacopeia Convention. USP 34 - NF 29: Farmacopea de los Estados Unidos de América. Rockville, Maryland: The United States Pharmacopeial Convention. 2011.
- Métodos de análisis instrumentales, aplicados en las diferentes industrias del país.