



**UNIVERSIDAD DE COSTARICA
BACHILLERATO Y LICENCIATURA EN
LABORATORISTA QUÍMICO**



PROGRAMA DEL CURSO: LABORATORIO DE INSTRUMENTACIÓN Y TÉCNICAS MODERNAS DE ANÁLISIS
I Semestre, 2016

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 de 8:00 a 11:50

Suficiencia: No

Tutoría: No

Datos del Profesor

Nombre: MSc. Andrea Mariela Araya Sibaja

Correo Electrónico: andrea.araya@ucr.ac.cr

Horario de Consulta: L de 13:00 a 15:00

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, en 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, Espectroscopía 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 de mayor 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 las técnicas instrumentales de análisis disponibles.

3. Objetivos específicos

- a. Ayudar al estudiante a crear experticia, para su desenvolvimiento en la ejecución de análisis con alta sensibilidad.
- b. Orientar al estudiante a que pueda identificar y controlar los factores críticos de cada una de las técnicas instrumentales en estudio, y así darle herramientas para enfrentarse a la exigencia en investigación, desarrollo y control de calidad propios de la industria actual.
- c. Aplicar y correlacionar la tecnología del análisis instrumental de laboratorio, con su aplicación industrial en el país, por medio del análisis en 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 directa con los instrumentos, con el fin de propiciarle la confianza necesaria para que los manipule de manera correcta.
- f. Permitir que el estudiante enfrente diversos conflictos inherentes al trabajo analítico instrumental, de manera que mediante razonamiento analítico, busque sus propias soluciones y genere conocimiento.
- g. Generar datos de análisis que demuestren estadísticamente el correcto desempeño del estudiante en la ejecución de un análisis instrumental.

4. Contenidos

Se estudiará en detalle el funcionamiento práctico y el manejo del software, de algunas de las técnicas instrumentales con mayor demanda en la industria del país. En las sesiones de laboratorio se enfatizará en la manipulación de los instrumentos por parte de los estudiantes, y se evaluará el desenvolvimiento particular del alumno a la hora de ejecutar un análisis, evaluando desde la preparación de las muestras, hasta la etapa de análisis en el instrumento.

Las técnicas analíticas que se van a estudiar son:

1. Cromatografía de Líquidos de alta Resolución (HPLC)
2. Cromatografía de Gases (CG)
3. Espectroscopía de Absorción Atómica (AA)
4. Espectrofotometría Ultra Violeta – Visible (UV-Vis)
5. Cromatografía de Iones (IC)

5. Metodología

El estudiante dispondrá de tres semanas de trabajo para cada una de las técnicas analíticas y deberá desarrollar en todas, un mismo método de análisis con el instrumento asignado; repitiendo el proceso hasta haber completado las técnicas de HPLC, GC, AA y UV-Vis. Además, se tendrá una única semana de análisis grupal en IC, por lo que esta sesión será al culminar la rotación en las otras técnicas.

Al final del cronograma se dispondrá de dos semanas, de las cuales, en la primera cada grupo debe presentar y exponer ante sus compañeros un trabajo final sobre una de las técnicas en estudio y alguna otra técnica no trabajada en el laboratorio, y en la última cada estudiante debe realizar un examen, conformado por una parte teórica y otra sesión práctica de interacción y evaluación de conocimientos generales sobre el equipo instrumental utilizado.

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

De manera simultánea, a las semanas de análisis, el estudiante deberá ir investigando sobre las siguientes técnicas analíticas, de manera que presente su propuesta inmediatamente finalice con la técnica correspondiente.

6. Evaluación

<i>Descripción</i>	<i>Porcentaje</i>
Propuestas de Análisis	15%
Informes de Laboratorio	30%
Trabajo en el Laboratorio y Bitácora	20%
Trabajo Final (Exposición)	10%
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).
- Una vez en 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, solventes, etc.)
 - h) Reactivos y sus concentraciones
 - i) Constantes físico-químicas
 - j) Material y equipo requerido
 - k) Literatura consultada para el método

Nota: cualquier propuesta ya aprobada, podrá ser sometida a cambios (autorizados por el profesor) en el momento 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 (máximo 5)
- 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, sobre la confiabilidad de los resultados del análisis.

j) Conclusiones (20%)

Puntuales, acerca de lo obtenido en el análisis, lecciones aprendidas al efectuar el análisis, conclusiones sobre la técnica y su análisis específico, etc. Mínimo 5 conclusiones.

k) Bibliografía (2.5%)

Mínimo 5 referencias bibliográficas, preferiblemente en inglés y de no más de 5 años de antigüedad.

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 PARA LA EXPOSICIÓN FINAL

- Elaborar una presentación (40 minutos), sobre la primera técnica utilizada en el curso y una segunda técnica analítica complementaria no vista en el laboratorio. Dicha técnica podrá ser escogida por los estudiantes o asignada por el profesor(a). El contenido de la presentación se describe a continuación:

Contenido de la presentación:

- Fundamento **general** de la técnica en estudio.
- Bondades y limitaciones de la técnica.
- Detalle minucioso de los cuidados al operar la técnica analítica.
- Campos de aplicación de la técnica analítica en la industria tanto nacional como internacional.
- Detalle de las adaptaciones posibles a la técnica, para:
 - Lograr mayor sensibilidad, ampliar el rango de aplicación, hacer más específico un análisis, aumentar la robustez de la técnica, u otros.
 - Mencionar ejemplos de los tipos de industrias que aplican las adaptaciones.
- Investigar en un laboratorio o industria de nuestro país, que utilicen la técnica:
 - Detallar su aplicación específica en ese lugar (si se utiliza para varios productos seleccionar uno).
 - Justificar si dicho análisis solo se puede ejecutar mediante esa técnica, o las razones que justifiquen la inversión inicial y de mantenimiento.
 - Describir qué implicaciones tiene sino se controlara dicho producto (consecuencias legales, ambientales, sociales, etc., que se acarrearán si el producto sale 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).
 - Mencionar el mantenimiento brindado en ese lugar, para la operación a cabalidad. (incluyendo calibración, mantenimiento, limpieza de partes internas, recambios, etc.)
- Mencionar el nombre de las empresas o instituciones, y de las personas que les brindaron la información (puesto que ocupa y grado académico)
- Conclusiones personales sobre la técnica.
- Recomendaciones pertinentes.
- Bibliografía
- Realizar lo mismo con el caso de la técnica no vista en el laboratorio

OBSERVACIONES SOBRE LA EVALUACIÓN DEL LABORATORIO

- Es requisito indispensable asistir a todas las sesiones de laboratorio.
- 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, limpiones, 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, en 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	7 - 11 marzo	Instrucciones - <i>Presentar Propuesta 1 y de trabajo final</i>
2	14 - 18 marzo	1ª Sesión de Trabajo propuesta 1 (Técnica 1)
3	21 - 25 marzo	SEMANA SANTA
4	28 marzo - 1 abril	2ª Sesión de Trabajo propuesta 1 (Técnica 1)
5	4 - 8 abril	3ª Sesión de Trabajo propuesta 1 (Técnica 1)- Presentar Propuesta 2.
6	11 - 15 abril	FERIADO
7	18 - 22 abril	1ª Sesión de Trabajo propuesta 2 (Técnica 2)- Entregar Informe 1.
8	25 - 29 abril	SEMANA UNIVERSITARIA -2ª Sesión de Trabajo propuesta 2 (Técnica 2)
9	2 - 6 mayo	3ª Sesión de Trabajo propuesta 2 (Técnica 2)- Presentar Propuesta 3.
10	9 - 13 mayo	1ª Sesión de Trabajo propuesta 3 (Técnica 3)- Entregar Informe 2.
11	16 - 20 mayo	2ª Sesión de Trabajo propuesta 3 (Técnica 3)
12	23 - 27 mayo	3ª Sesión de Trabajo propuesta 3 (Técnica 3)- Presentar Propuesta 4.
13	30 mayo - 3 junio	1ª Sesión de Trabajo propuesta 4 (Técnica 4)- Entregar Informe 3.
14	6 - 10 junio	2ª Sesión de Trabajo propuesta 4 (Técnica 4)
15	13 - 17 junio	3ª Sesión de Trabajo propuesta 4 (Técnica 4)
16	20 - 24 junio	Sesión única - Cromatografía de Iones - Entregar Informe 4
17	27 junio - 1 julio	Presentación del Trabajo Final - Entregar Informe 5
18	4 julio - 8 julio	Examen (4 de julio, 8:00 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.