

PROGRAMA CURSO: TÉCNICAS MODERNAS DE ANÁLISIS I Semestre, 2022

Datos Generales

Sigla: LQ-0050

Nombre del curso: Técnicas Modernas de Análisis

Modalidad: Bajo virtual

Tipo de curso: Regular

Número de créditos: 3

Número de horas semanales presenciales: 4 horas

Número de horas semanales de trabajo independiente del estudiante: Necesarias

Requisitos: QU-0200 Química Analítica (Teoría); QU-0201 Laboratorio de Química Analítica.

Co-requisitos: Laboratorio de Técnicas Modernas de Análisis.

Ubicación en el plan de estudio: VII Ciclo

Horario del curso: viernes de 17:00 am a 21:00 pm

Suficiencia: No

Tutoría: No

Datos del Profesor

Nombre: MBa. Diego Guerrero Oviedo

Celular: 87120786

Correo Electrónico: diego.guerrero@ucr.ac.cr o dguerrero.o@gmail.com

Horario de Consulta: Viernes de 3 a 5 pm

1. Descripción del curso

Este es un curso teórico práctico, con clases magistrales y trabajos de investigación desarrollados por los estudiantes los cuales serán presentados durante el semestre. Se empleará hasta donde sea posible multimedia para que el alumno pueda apreciar el funcionamiento virtual de los diferentes equipos en sus partes internas.

En cada tema se hará un recorrido desde los aspectos teóricos de la técnica, pasando por los principios de funcionamiento del instrumento, donde se emplearan medios de multimedia para que el alumno pueda apreciar el funcionamiento virtual de los diferentes componentes internos y externos, hasta la manejo e interpretación de los datos generados y analizando la manera de resolver las interferencias químicas e instrumentales que se presentan en cada técnica, sin dejar de lado las aplicaciones de cada técnica y el mantenimiento preventivo necesario de cada uno de los equipos, que en muchos casos cuentan miles de dólares.

2. Objetivo General

Brindar al estudiante los conocimientos teóricos necesarios para su desenvolvimiento en laboratorios de alta tecnología, con técnicas de última generación para el análisis cuantitativo y cualitativo de diversas sustancias en

la industria de la investigación, desarrollo y producción industrial de bienes y servicios. Brindándole al estudiante, la capacitación teórica para estar al frente de la operación de estos instrumentos analíticos.

3. Objetivos específicos

- ✓ Describir las técnicas modernas más comunes de análisis instrumental.
 - ✓ Comprender la importancia de conocer técnicas modernas de última generación de análisis instrumental.
 - ✓ Establecer los distintos principios de operación de instrumentos analíticos utilizados para la cuantificación y caracterización de distintas sustancias químicas.
 - ✓ Indicar las ventajas y las limitaciones de los distintos métodos de análisis instrumental moderno.
 - ✓ Describir los principales componentes de los instrumentos analíticos.
 - ✓ Adquirir conocimientos sobre la operación, funcionamiento e interpretación de los resultados en las distintas técnicas modernas de análisis.
-

4. Contenido del Curso

Se desarrollarán clases magistrales de técnicas modernas de mayor complejidad y clases donde se expondrán técnicas complementarias modernas de menor complejidad que serán expuestas por grupos de alumnos mediante un trabajo escrito. Se contará con ilustraciones por computadora de los diferentes equipos.

En cada uno de los distintos temas se estudiarán puntos como; principios básicos de la técnica, desviaciones, interferencias, partes de los instrumentos, uso adecuado y cuidados con los equipos manejo e interpretación de los datos analíticos, aplicación y metodología.

Temas magistrales

- Validación de Métodos Analíticos
- Microondas
- Detectores de Masas
- Detectores de Arreglo de Diodos
- Espectroscopia de Fluorescencia
- Rayos X

Temas de exposición

1. Analizadores de Nitrógeno Dumas, para TOC, S, O₂ y H₂ en la industria alimentaria, suelos
2. Analizadores de Nitrógeno por Kendall automáticos – semiautomáticos.
3. Karl Fischer Coulombimétricos, Conductímetros
4. Analizadores de DBO automáticos.
5. Espectroscopia RAMAN
6. Analizadores por NIR de Humedad, proteína y cenizas (industria alimentaria)
7. Fotometría de emisión
8. Reología en la industria del plástico

9. Bombas Calorimétricas en la industria de cemento e hidrocarburos
10. Escaneo diferencial (DSC) en la industria del plástico
11. Análisis Termo-gravimétrico (TGA) en la industria del plástico
12. Flash point, contadores de partículas
13. Viscosímetros en la industria de aceites y combustibles.
14. Derivatización postcolumna (pikering)
15. Cromatografía de electroforesis capilar

5. Metodología

Los temas que el profesor brindará se desarrollarán de forma magistral abarcando todos los lineamientos indicados en la descripción del curso y objetivos.

Para el trabajo de que presentaran los grupos de alumnos se llevaran a cabo las siguientes pautas:

5.1 Trabajo Escrito:

Los grupos de estudiantes propondrán un tema para desarrollar, sobre una técnica vanguardista de análisis químico. Estos serán aprobados por el profesor. La investigación del tema se podrá realizar en empresas u casas comerciales representantes de las marcas de los equipos analíticos en el país.

El trabajo escrito se presentará mediante un documento que constará de tres partes bien definidas en los títulos. En la redacción del contenido deben estar mencionadas las citas necesarias para soportar la información que se brinda, por ejemplo (autor o autores, año), si se presenta bibliografía y no hay citas indicadas se rebajaran puntos.

Este documento será expuesto ante los compañeros mediante una exposición bien estructurada y atractiva.

5.1.2 **Portada:**

5.1.2.1 Institución y fecha de presentación.

5.1.2.2 Título del trabajo.

5.1.2.3 Nombre y sigla del curso.

5.1.2.4 Nombres de los estudiantes.

5.1.2.5 Índice del trabajo

5.1.3 **Primera Parte: "Fundamento de la Técnica".**

5.1.3.1 Descripción de la técnica.

5.1.3.2 Principio físico-químico de la técnica.

5.1.4 **Segunda Parte: "Instrumento".**

5.1.4.1 Tipos de instrumentos existentes.

5.1.4.2 Componentes del equipo y la función de cada uno.

5.1.4.3 Interpretación analítica de los datos generados.

5.1.4.4 Nota de aplicación (se refiere a alguna aplicación promocionada por alguno de las marcas fabricantes de los equipos).

5.1.5 **Tercera Parte: "Conclusiones, Bibliografía y Anexos".**

5.1.5.1 Conclusiones (mínimo cinco).

5.1.5.2 Bibliografía (debe contar con por lo menos dos libros).

5.1.5.3 Anexos.

5.2 Exposición del Trabajo Escrito:

- 5.2.1 *Portada*
- 5.2.2 *Introducción al Tema.*
- 5.2.3 *Presentación en orden de cada una de las partes del trabajo escrito.*
- 5.2.4 *Utilización de ilustraciones e imágenes que describan de la mejor manera posible cada punto con creatividad.*
- 5.2.5 *El equipo deberá presentar un Kahoot u otra herramienta a la semana siguiente con no menos 10 preguntas para ser respondidas por los demás compañeros*

Evaluación

Para la evaluación de los conocimientos se realizarán exámenes escritos y pruebas cortas cada semana de los temas vistos hasta ese momento y que no han sido evaluados.

6.1 Evaluación General del Curso:

<i>Descripción</i>	<i>Porcentaje</i>
Primer Parcial	25%
Segundo Parcial	25%
Tercer Parcial	25%
Trabajo de investigación escrito	10%
Exposición del Trabajo de investigación	5%
Kahoot o herramientas similares (% de aciertos)	3%
Pruebas cortas	7%
TOTAL	100%

6.2 Evaluación del trabajo escrito:

<i>Descripción</i>	<i>Porcentaje</i>
Contenido con todas sus partes	7%
Resumen y mapa conceptual	2%
Turnitin la nota depende del reporte de mediacion	1%
Valor menor a 30 nota 1%	
30 a 40 nota 0,75%	
40 a 50 nota 0,5 %	
50 a 60 nota 0,25%	
Mayor a 60 no se recibe	
TOTAL	10%

6.1 Evaluación de la Exposición:

<i>Descripción</i>	<i>Porcentaje</i>
Estructura de la presentación	0.5%
Presentación profesional (diseño, transiciones, infografías y recursos visuales)	0.5%
Dominio y manejo del tema	2%
Contenido y profundidad	2%
TOTAL	5%

6.2 Consideraciones sobre la evaluación

- 6.2.1 El estudiante que pierda por no asistir a un examen corto, parcial o cualquier forma de evaluación se le adjudicará un uno (1.0) de nota. Salvo casos de fuerza mayor debidamente comprobados, se repetirá la prueba.
- 6.2.2 La nota mínima de aprobación del curso será de 70 en la escala de 1 - 100.
- 6.2.3 El examen de ampliación abarcará toda la materia vista en el curso.
- 6.2.4 El trabajo de investigación y la exposición se subirá a mediación virtual debidamente estructurado con el tema y los integrantes el día de la presentación del trabajo.
- 6.2.5 El trabajo escrito y la exposición deberán contener todas las partes establecidas en el apartado "Contenido del Trabajo Escrito"
- 6.2.6 En la exposición del trabajo todos los estudiantes deberán manejar todas las partes del tema y quedará a criterio del profesor la designación de que estudiante expondrá y que parte del trabajo.
- 6.2.7 Antes de cada exposición el grupo deberá suministrar un resumen se deberá subir un resumen del trabajo y el mapa conceptual.
- 6.2.8 Se realizarán pruebas cortas de los temas expuestos durante el curso, el cual se avisará con una semana de anticipación.

6. Cronograma

<i>DIA</i>	<i>TEMA</i>
01 abril	<i>Presentación, lectura del programa y formación de grupos (sesión Virtual)</i>
08 abril	<i>Tema #1: Validación de Métodos Analíticos</i> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Tipos de métodos a validar ➤ Precisión (repetibilidad y reproducibilidad) ➤ Veracidad o participación en ensayos de aptitud o rondas de comparación ➤ Linealidad ➤ Límite de detección (LD) ➤ Límite de cuantificación (LC) ➤ Sensibilidad ➤ Especificidad ➤ Falsos positivos o negativos ➤ Recuperación ➤ Estimación de la incertidumbre ➤ Robustez ➤ Sensibilidad ➤ Efecto de matriz ➤ Trazabilidad de las mediciones ➤ Incertidumbre de las mediciones
15 abril	<i>SEMANA SANTA</i>
22 abril	<i>Tema #2: Microondas</i> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Teoría del calentamiento por microondas ➤ Estructura y partes del equipo Microondas ➤ Sistema de control de calentamiento ➤ Sistemas de Control y monitoreo de la reacción y presiones ➤ Grado de porcentajes de recuperación en la técnica ➤ Clasificación de ácidos para reacciones de digestión ➤ Como escoger el material de los recipientes ➤ Aspectos de seguridad instrumental ➤ Aplicaciones de los sistemas de microondas
29 abril	<i>Tema #3: Sistemas de detección por Arreglo de Diodos</i> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Mecanismos de Detección ➤ Tipos de detectores según el principio de detección ➤ Parámetros de especificación de los detectores de arreglo de diodos ➤ Principios de operación del detector de arreglo de diodos ➤ Diseño interno del detector ➤ Interpretación del índice de pureza ➤ Interpretación del factor de pureza

06 mayo	<p>Tema #4: Detectores de Masas Parte I</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Definición de la técnica de medición de masas ➤ Sistemas de fragmentación de masas ➤ Ventajas y desventajas de la técnica ➤ Tipos de sistemas de Introducción de la Muestra ➤ Tipos de sistemas de Ionización ➤ Tipos de sistema de Separación Iónica ➤ Tipos de sistemas de detección ➤ Interpretación de espectros masicos ➤ Aplicaciones de la técnica ➤ Métodos de Masas Acoplados a otras técnicas
13 mayo	<p>Tema #4: Detectores de Masas Parte II</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Definición de la técnica de medición de masas ➤ Sistemas de fragmentación de masas ➤ Ventajas y desventajas de la técnica ➤ Tipos de sistemas de Introducción de la Muestra ➤ Tipos de sistemas de Ionización ➤ Tipos de sistema de Separación Iónica ➤ Tipos de sistemas de detección ➤ Interpretación de espectros masicos ➤ Aplicaciones de la técnica ➤ Métodos de Masas Acoplados a otras técnicas
20 mayo	<p>Examen Parcial I (Validación, Microondas y Arreglo de Diodos)</p>
27 mayo	<p>Equipo #1:</p> <p>Temas Analizadores de Nitrógeno Dumas, para TOC, S, O₂ y H₂ en la industria alimentaria, suelos Analizadores de Nitrógeno por Kendall automáticos – semiautomáticos.</p> <p>Contenido</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Fundamento de la Técnica, descripción de la técnica, principio fisicoquímico de la técnica, estructura del Instrumento, tipos de instrumentos existentes, componentes del equipo y la función de cada uno, interpretación analítica de los datos generados y nota de aplicación (se refiere a alguna aplicación promocionada por alguno de las marcas fabricantes de los equipos. <p>Equipo #2:</p> <p>Temas Karl Fischer Columbimetricos, Volumetricos, Conductímetros Analizadores de DBO automáticos.</p> <p>Contenido</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Fundamento de la Técnica, descripción de la técnica, principio fisicoquímico de la técnica, estructura del Instrumento, tipos de instrumentos existentes, componentes del equipo y la función de cada uno, interpretación analítica de los datos generados y nota de aplicación (se refiere a alguna aplicación promocionada por alguno de las marcas fabricantes de los equipos.

<p>03 junio</p>	<p>Equipo #3: Temas Espectroscopia RAMAN Analizadores por NIR de Humedad, proteína y cenizas (industria alimentaria) Contenido</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Fundamento de la Técnica, descripción de la técnica, principio fisicoquímico de la técnica, estructura del Instrumento, tipos de instrumentos existentes, componentes del equipo y la función de cada uno, interpretación analítica de los datos generados y nota de aplicación (se refiere a alguna aplicación promocionada por alguno de las marcas fabricantes de los equipos. <p>Equipo #4: Temas Espectroscopia de emisión óptica https://www.thermofisher.com/search/browse/category/cr/en/90207089/optical+emission+spectroscopy Espectrómetros de difracción de retrodispersión de electrones https://www.thermofisher.com/search/browse/category/cr/en/90207071/electron+backscatter+diffraction+spectrometers Contenido</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Fundamento de la Técnica, descripción de la técnica, principio fisicoquímico de la técnica, estructura del Instrumento, tipos de instrumentos existentes, componentes del equipo y la función de cada uno, interpretación analítica de los datos generados y nota de aplicación (se refiere a alguna aplicación promocionada por alguno de las marcas fabricantes de los equipos.
<p>10 junio</p>	<p>Equipo #5: Temas Reología en la industria del plástico Bombas Calorimétricas en la industria de cemento e hidrocarburos Contenido</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Fundamento de la Técnica, descripción de la técnica, principio fisicoquímico de la técnica, estructura del Instrumento, tipos de instrumentos existentes, componentes del equipo y la función de cada uno, interpretación analítica de los datos generados y nota de aplicación (se refiere a alguna aplicación promocionada por alguno de las marcas fabricantes de los equipos. <p>Equipo #6: Temas Escaneo diferencial (DSC) en la industria del plástico Análisis Termo-gravimétrico (TGA) en la industria del plástico Contenido</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Fundamento de la Técnica, descripción de la técnica, principio fisicoquímico de la técnica, estructura del Instrumento, tipos de instrumentos existentes, componentes del equipo y la función de cada uno, interpretación analítica de los datos generados y nota de aplicación (se refiere a alguna aplicación promocionada por alguno de las marcas fabricantes de los equipos.

17 junio Examen Parcial II (Grupos 1, 2, 3, 4, 5 y Masas)	
24 junio	<p>Equipo #7: Temas Flash point, contadores de partículas Viscosímetros en la industria de aceites y combustibles. Contenido</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Fundamento de la Técnica, descripción de la técnica, principio fisicoquímico de la técnica, estructura del Instrumento, tipos de instrumentos existentes, componentes del equipo y la función de cada uno, interpretación analítica de los datos generados y nota de aplicación (se refiere a alguna aplicación promocionada por alguno de las marcas fabricantes de los equipos. <p>Equipo #8: Temas Sistemas de UHPLC de alto rendimiento https://www.thermofisher.com/cr/en/home/industrial/chromatography/chromatography-learning-center/liquid-chromatography-information/liquid-chromatography-resources/vanquish-hplc-uhplc-resource-library.html# Cromatografía de electroforesis capilar. https://www.fishersci.es/es/es/products/I9C8L50Q/electrophoresis-systems.html#nav=28819 Contenido</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Fundamento de la Técnica, descripción de la técnica, principio fisicoquímico de la técnica, estructura del Instrumento, tipos de instrumentos existentes, componentes del equipo y la función de cada uno, interpretación analítica de los datos generados y nota de aplicación (se refiere a alguna aplicación promocionada por alguno de las marcas fabricantes de los equipos.
01 julio	<p>Tema #5: Espectroscopia de Fluorescencia</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Estados excitados que producen Fluorescencia ➤ Principio de exclusión de Pauli ➤ Estados singulete y triplete ➤ Niveles de energía para moléculas Fotoluminiscentes ➤ Velocidades de absorción y emisión ➤ Procesos de relajación (desactivación) no radiante ➤ Procesos de relajación fluorescente ➤ Definición de fosforescencia ➤ Variables que afectan la Fluorescencia y la Fosforescencia ➤ Componentes estructurales de los instrumentos de fluorescencia y la fosforescencia ➤ Clasificación en fluorímetros, espectrofluorímetros y fosforímetros ➤ Aplicaciones de los métodos de fluorescencia
08 julio	<p>Tema #6: Rayos X Generalidades de la espectroscopía de rayos X Propiedades de la radiación de rayos X Fuentes y tipos de radiación de rayos X Espectro continuo y discontinuos de rayos X Procesos de absorción de rayos X</p>

	Discontinuidades de rayos X Desarrollo de los conceptos de fluorescencia y difracción Componentes de los instrumentos de rayos X: Tipos de fuente, dispositivos para selección de longitud de onda, soporte para muestra, tipos de detectores de radiación, sistemas de procesador de señal y tipos de dispositivos de lectura Tipos de Instrumentos dispersivos de longitud de onda (WDXRF), dispersivos de energía (EDXRF) y no dispersivos Efectos de matriz Calibración frente a estándares Utilización de estándares internos Dilución de la muestra y de los estándares Aplicaciones de la técnica
15 julio	Examen Parcial III (Grupos 6, 7, 8, 9, 10, Fluorescencia y rayos X)
22 julio	Entrega de notas
29 julio	Examen Ampliación

7. Bibliografía

- Skoog D.A, Holler F.J y Nieman T.A. **Principios de Análisis Instrumental**. 5^{ta} edición. Editorial Mc Graw-Hill. Madrid. 2001.
- Kenneth A Rubinson, Judith F Rubinson. **Análisis Instrumental**. Editorial Pearson educación S.A. Madrid. 2001
- Willard Meritt, Dean y Settle. **Métodos Instrumentales de Análisis**. Editorial Iberoamericana. México. 1991.
- 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

Manuales de cada equipo cuando están disponibles.