

1. IDENTIFICACION

Materia: *LABORATORIO DE ANALISIS INSTRUMENTAL*
Códigos: *SIRE: 6107 EIQ: IQ-5059*
Prelación: *IQ5053, IQ5047, IQ5068*
Ubicación: *Noveno Semestre*
TPLU: *0-0-3-1*
Condición: *Obligatoria*
Departamento: *Química Industrial y Aplicada*

2. JUSTIFICACION

En el curso de Análisis Instrumental el estudiante de Ingeniería Química recibe formación teórica sobre las técnicas de análisis cualitativo y cuantitativo más importantes de la Química Analítica. Como un complemento de esta formación, en el curso Laboratorio de Análisis Instrumental el estudiante debe realizar la aplicación práctica de dichas técnicas para el estudio de situaciones de interés científico, industrial y ambiental como los ensayos de control de calidad de productos, los ensayos de caracterización de efluentes industriales, entre otros.

Así mismo, con la finalidad de enriquecer su formación como posible investigador o ingeniero en el área de Laboratorio, se busca además instruir al estudiante en la aplicación de las técnicas comunes para el análisis y tratamiento de datos, de manera tal de permitirle presentar, comparar y analizar adecuadamente los resultados de sus experimentos en un formato acorde a los lineamientos nacionales e internacionales.

Al final del curso se pretende que el estudiante no sólo sea capaz de seleccionar, entre el conjunto de técnicas disponibles, la técnica analítica más adecuada a una situación de interés; sino también se busca que sea capaz de fijar las condiciones óptimas para la aplicación de la misma en aras de lograr precisión y exactitud en sus resultados.

3. REQUERIMIENTOS

El estudiante debe tener conocimientos básicos de:

- Química General*
- Laboratorio de Química General*
- Laboratorio de Física General*
- Química Analítica*
- Estadística*

4. OBJETIVOS

Generales

- *Complementar la formación recibida en el curso “Análisis Instrumental” con la aplicación práctica de las técnicas de análisis cualitativo y cuantitativo a situaciones de interés en el área industrial, de evaluación ambiental y de investigación científica.*

- *Lograr que el estudiante seleccione la técnica más adecuada para la realización del análisis de una muestra, y las condiciones óptimas para su aplicación, con el fin de alcanzar la mayor precisión y exactitud en sus resultados.*
- *Lograr que el estudiante, en su futuro desempeño profesional, tenga la capacidad de aplicar estas técnicas y principios utilizando el instrumental del que disponga.*

Específicos

Al finalizar el Laboratorio los estudiantes habrán cumplido con los siguientes objetivos correspondientes a cada una de las prácticas:

Práctica 1 “Redacción de Artículos Científicos”

- *Lograr que el estudiante recuerde y aplique las normas más comunes para la redacción de informes científicos.*

Práctica 2 “Tratamiento Estadístico de Datos”

- *Instruir al estudiante en el uso y aplicabilidad de las técnicas estadísticas más importantes para el tratamiento y análisis de datos provenientes de experiencias de laboratorio*

Práctica 3 “Titulaciones Potenciométricas de Neutralización”

- *Determinar la concentración de soluciones problema de electrolitos fuertes y débiles por medio de titulaciones potenciométricas*
- *Aplicar la potencimetría en la titulación de neutralización para determinar las constantes de disociación del ácido fosfórico*
- *Conocer la aplicabilidad de la titulación potenciométrica para determinar la acidez total en muestras de vino.*

Práctica 4 “Titulaciones Conductimétricas de Neutralización y Precipitación”

- *Determinar la concentración de soluciones problema de electrolitos fuertes y débiles por medio de titulaciones conductimétricas*
- *Verificar la variación de la conductividad de la solución debido al intercambio de los iones presentes durante una titulación de neutralización y una titulación de precipitación.*
- *Aplicar la conductimetría para determinar la concentración de cloruros en una muestra de agua de mar por titulación con nitrato de plata*

Práctica 5 “Determinación de Cromo en Soluciones Acuosa por Espectrometría de Absorción de Luz Visible”

- *Determinar la longitud de onda óptima para el análisis por espectrometría del cromo a partir del espectro de absorción*
- *Determinar la concentración de cromo en una solución problema por el método espectrométrico de absorción de luz visible*
- *Comprobar la aplicabilidad de la Ley de Lambert-Beer para describir la variación de la absorbancia con la concentración de iones metálicos en solución.*

- *Elaborar y comprender el uso de una curva de calibración para la determinación de la concentración de un analito.*
- *Conocer la aplicabilidad de la espectrometría de luz visible en el análisis de soluciones coloreadas de iones metálicos*

Práctica 6 “Determinación Colorimétrica de Hierro en Soluciones Acuosas por Espectrometría de Absorción de Luz Visible”

- *Determinar la concentración de hierro en una solución problema mediante la formación de un complejo medible en el campo espectral Visible y su posterior titulación espectrofotométrica con solución de orto-fenantrolina..*
- *Determinar el efecto del tiempo, pH y composición de la matriz de la solución sobre la precisión del análisis colorimétrico para la determinación de hierro en soluciones acuosas.*
- *Conocer la aplicabilidad de los ensayos espectrométricos en el análisis de sustancias no coloreadas luego de su reacción con grupos cromóforos.*

Práctica 7 “Determinación del Punto Isobéptico o Isoabsortivo del azul de bromotimol por Espectrometría de Luz Visible”

- *Estudiar el espectro de absorción de luz visible del azul de bromotimol como ejemplo de un sistema con múltiples especies absorbentes*
- *Determinar el punto Isobéptico del azul de bromotimol*
- *Conocer la aplicabilidad de la espectrometría para la determinación de las constantes de disociación de electrolitos débiles*

Práctica 8 “Identificación de sustancias por espectrometría en el infrarrojo (IR)”

- *Determinar el espectro IR de una serie de muestras problema en estado líquido y sólido*
- *Ubicar las señales características de los grupos orgánicos e inorgánicos más comunes en los espectros IR para la identificación de las muestras problema*
- *Conocer las técnicas de preparación de muestras para su análisis por espectrometría en el IR*
- *Conocer la aplicabilidad de la espectrometría en el infrarrojo en el análisis de identificación de sustancias orgánicas e inorgánicas*

Práctica 9 “Determinación de Hierro y Níquel en Soluciones Acuosas por Espectrometría de Absorción Atómica”

- *Determinar la concentración de hierro en una muestra problema por el método espectrométrico de absorción atómica*
- *Determinar la concentración de níquel en una muestra problema por el método espectrométrico de absorción atómica*
- *Elaborar y comprender el uso de una curva de calibración para la determinación de la concentración de un analito.*
- *Conocer la aplicabilidad de la espectrometría de absorción atómica para el análisis elemental de metales en muestras*

Práctica 10 “Determinación de Sodio y Potasio en Soluciones Acuosas por Fotometría de Llama”

- *Determinar la concentración de sodio en una muestra de agua de río usando la fotometría de llama*
- *Determinar la concentración de potasio en una muestra de agua de lluvia usando la fotometría de llama*
- *Elaborar y comprender el uso de una curva de calibración para la determinación de la concentración de un analito.*
- *Usar el método de adición de estándar para comprobar la determinación real de la concentración de la muestra*
- *Conocer la aplicabilidad de la fotometría de llama en el análisis elemental de metales alcalinos y metales alcalinotérreos*

Práctica 11 “Separación de los pigmentos de un extracto de tomate y zanahoria por cromatografía en columna”

- *Separar por cromatografía en columna los principales carotenos y licopenos presentes en un extracto de tomate y zanahoria*
- *Seleccionar la fase estacionaria que optimiza la separación de los pigmentos en la columna cromatográfica*
- *Seleccionar la serie de solventes que optimiza la separación de los pigmentos en la columna cromatográfica*
- *Estudiar las diferencias moleculares y en propiedades fisicoquímicas del sistema “fase estacionaria/analito/fase móvil” que se aprovechan para la separación cromatográfica de los pigmentos de la zanahoria de los del tomate*
- *Conocer la aplicabilidad de la cromatografía en la preparación y análisis de productos de la industria de los alimentos*

Práctica 12 “Determinación de la concentración de cafeína de una muestra problema por cromatografía líquida de alta precisión (HPLC)”

- *Separar una serie de compuestos aromáticos (tolueno, fenol y cafeína) presentes en una muestra problema por cromatografía líquida de alta precisión*
- *Seleccionar la condiciones de flujo y composición de la fase móvil que optimizan la separación de los analitos en la columna cromatográfica*
- *Estudiar las diferencias moleculares y en propiedades fisicoquímicas que se aprovechan para la separación cromatográfica del tolueno, fenol y cafeína*
- *Conocer la aplicabilidad de la cromatografía líquida (HPLC) en el control de calidad de los productos en la industria y en la caracterización de efluentes industriales y determinación del impacto ambiental.*

Práctica 13 “Caracterización de los productos de combustión de una muestra de crudo por cromatografía en fase gas (GC)”

- *Separar por cromatografía en fase gaseosa los principales productos de combustión de una muestra de crudo*
- *Seleccionar la condiciones de flujo de la fase móvil y temperatura que optimizan la separación de los analitos en la columna cromatográfica*

- *Conocer la aplicabilidad de la cromatografía en fase gas (GC) en la caracterización de productos de la industria petrolera y petroquímica*

5. CONTENIDO PROGRAMATICO

Práctica 1 “Redacción de Informes Científicos”

Partes de un informe científico. Normas más comunes para la redacción de un informe científico.

Práctica 2 “Tratamiento Estadístico de Datos”

Distribución Normal. Determinación de los estimadores de una población muestral. Evaluación de la precisión y exactitud de los resultados. Estimación del intervalo de confianza de muestras grandes y pequeñas. Comparación de una media con un valor conocido. Comparación de medias de poblaciones muestrales con igual varianza y con distinta varianza. Comparación de varianzas de poblaciones muestrales. Comparación de datos emparejados. Contraste de Dixon para el análisis de puntos anómalos. Errores. Tipos de Errores. Propagación. Análisis de Varianza de un solo factor. Regresión Lineal.

Práctica 3 “Titulaciones Potenciométricas de Neutralización”

Principios básicos de una titulación de neutralización. Uso de la Potenciometría para estudiar las titulaciones de neutralización. Relaciones de equilibrio químico que definen la forma de la curva de titulación potenciométrica. Comportamiento particular del ácido fosfórico, como modelo de un ácido poliprótico. Equilibrio químico de los sistemas buffer formados en las cercanías de los puntos de equivalencia. Validez de las suposiciones hechas para determinar las constantes de disociación del ácido fosfórico a partir de la variación del pH en función del volumen de solución titulante. Utilidad de la Potenciometría en el análisis de la acidez total de los vinos. Descripción del funcionamiento y partes de un medidor de pH.

Práctica 4 “Titulaciones Conductimétricas de Neutralización y Precipitación”

Principios básicos de una titulación conductimétrica. Funcionalidad entre la conductancia de una solución y la conductividad iónica equivalente de los portadores de carga en ella. Diferencia entre el mecanismo de transferencia de carga de los iones hidrógeno y los iones hidroxilo en comparación con el resto de iones. Relaciones de sustitución iónica que definen la forma de la curva de titulación conductimétrica. Utilidad de la Conductimetría en el análisis de soluciones de electrolitos fuertes y débiles. Descripción del funcionamiento y partes de conductímetro.

Práctica 5 “Determinación de Cromo en Soluciones Acuosas por Espectrometría de Absorción de Luz Visible”

Explicación del fenómeno de absorción de radiación electromagnética por parte de las soluciones de los iones de los metales de transición. Razones que explican la apariencia coloreada de las soluciones de hierro, cromo, cobre, y níquel. Definiciones de absorbancia y transmitancia. Explicación y aplicabilidad de la ley de Lambert-Beer al estudio de soluciones coloreadas. Factores que ocasionan desviaciones de la Ley de

Lambert-Beer. Descripción del funcionamiento y partes de un espectrofotómetro de luz UV-Visible.

Práctica 6 “Determinación Colorimétrica de Hierro en Soluciones Acuosas por Espectrometría de Absorción de Luz Visible”

Explicación del fenómeno de absorción de radiación electromagnética por parte de las soluciones de los grupos cromóforos. Fundamentos de las titulaciones colorimétricas. Forma esperada para las curvas de titulación colorimétrica. Tipos de ensayos usados para la determinación de la concentración de hierro en soluciones acuosas. Importancia y aplicabilidad de la técnica colorimétrica para la determinación de la concentración de hierro.

Práctica 7 “Determinación del Punto Isobéptico o Isoabsortivo del azul de bromotimol por Espectrometría de Luz Visible”

Aplicación de la Ley de Beer para la determinación de la absorbancia de soluciones con más de una especie absorbente. Equilibrio de ionización del azul de bromotimol. Consideraciones matemáticas usadas para la determinación del pKa del indicador a partir de la absorbancia de sus soluciones a distintos pH. Aplicaciones prácticas de la técnica de análisis en otros campos de la ciencia.

Práctica 8 “Identificación de sustancias por espectrometría en el infrarrojo (IR)”

Características de la radiación en la región del infrarrojo. Zonas de la región infrarroja. Relación entre las vibraciones moleculares y las frecuencias de absorción de grupos funcionales característicos. Descripción de la región del I.R. Fundamental. Zona de los grupos funcionales (tensión, deformación) y región Dactilar. Componentes Básicos de un espectrofotómetro IR. Aplicaciones prácticas más importantes de la técnica de análisis en otros campos de la ciencia.

Práctica 9 “Determinación de Hierro y Níquel en Soluciones Acuosas por Espectrometría de Absorción Atómica”

Fundamentos de la espectroscopia de absorción atómica (EAA). Componentes de un equipo de espectroscopia de absorción atómica. Función de cada componente. Tipo de llama. Funcionamiento y componentes de la lámpara de cátodo hueco. Parámetros de operación. Descripción detallada de la lámpara de cátodo hueco a utilizar durante la determinación de la concentración de Hierro y Níquel. Diferencias entre las lámparas de cátodo hueco individuales y multi-elementos. Aplicaciones prácticas de la técnica de análisis en Ingeniería Ambiental. Concepto de límite de detección, blanco y solución estándar. Elaboración de una curva de calibración.

Práctica 10 “Determinación de Sodio y Potasio en Soluciones Acuosas por Fotometría de Llama”

Fundamentos de la Fotometría de Llama. Diferencias entre espectroscopia de absorción atómica y espectroscopia de emisión de llama. Componentes de un equipo de Fotometría de Llama. Función de cada componente. Tipo de llama. Parámetros de operación. Aplicaciones prácticas de la técnica de análisis en Ingeniería Ambiental.

Práctica 11 “Separación de los pigmentos de un extracto de tomate y zanahoria por cromatografía en columna”

Fundamentos de la cromatografía de adsorción. Concepto de coeficiente de reparto. Tipos de fuerzas intermoleculares que dominan el proceso de adsorción en la cromatografía. Parámetros físico-químicos que las determinan (polaridad, polarizabilidad, tamaño molecular, etc). Características de la cromatografía en fase reversa y en fase normal. Tipos de fases estacionarias. Estructura Molecular y propiedades físico-químicas de la alúmina y el gel de sílice (tamaño de poro, polaridad, etc.) Concepto de Poder Eluyente. Parámetros a considerar para la selección de la serie de eluyentes en la experiencia de laboratorio a realizar (polaridad, polarizabilidad, etc.) Aplicabilidad de la cromatografía preparativa en la industria de alimentos, y en otros procesos analíticos.

Práctica 12 “Determinación de la concentración de cafeína de una muestra problema por cromatografía líquida de alta precisión (HPLC)”

Principios fundamentales de la cromatografía en fase líquida. Características básicas de la cromatografía HPLC (fase móvil, fase estacionaria). Variables que pueden modificarse para optimizar este proceso de separación cromatográfica (caudal, eluyente, etc). Aplicaciones de los ensayos HPLC en el control de calidad de los productos en la industria petrolera y alimenticia.

Práctica 13 “Caracterización de los productos de combustión de una muestra de crudo por cromatografía en fase gas (GC)”

Principios fundamentales de la cromatografía en fase gaseosa (adsorción, desorción). Características básicas de la cromatografía GC (fase móvil, fase estacionaria). Variables que pueden modificarse para optimizar el proceso de separación cromatográfica en fase gas. Tipo de detector usado para los análisis cromatográficos en fase gas. Características de la columna usadas (tipo de fase estacionaria, longitud y diámetro de columna).

6. METODOLOGIA.

- *Se realizarán 3 horas de prácticas a la semana.*
- *Durante los primeros 20 minutos se realizará una evaluación escrita corta, donde se explora los conocimientos del estudiante sobre los conceptos fundamentales necesarios para la realización de la experiencia práctica.*
- *En las siguientes 2 horas con 40 min, se llevará a cabo la práctica respectiva.*

7. RECURSOS.

Laboratorio de química.

Equipos y materiales de laboratorio: balanza de alta precisión, pipetas volumétricas, buretas, vasos de precipitado, cilindros graduados, vidrios de reloj, tubos de ensayo, fiolas, papel de filtro, estufa, etc.

Reactivos

8. **EVALUACION**

*Un (1) Quiz de entrada en todas las prácticas
Dos (2) parciales prácticos*

9. **BIBLIOGRAFIA.**

- *González, A. y S. Calderon. Guía de Laboratorio de Análisis Instrumental. Publicaciones de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de Los Andes (ULA)*
- *Harris DC. "Análisis Químico Cuantitativo". Ed. Reverté. Barcelona. (2001).*
- *Skoog, D. A., West D. M.; Holler, F. J., Crouch R. "Fundamentos de Química Analítica". 8ª ed. Ed. Thomson-Paraninfo. Madrid. (2005).*
- *Rousseac F. y A. Rousseac (2000) Análisis Químico: Métodos y Técnicas Instrumentales Modernas. McGraw-Hill Interamericana de España, S.A.U. Madrid, España.*
- *Kellner, R., J.M. Mermet, M. Otto, H.M. Widmer (Editores) (1998) Analytical Chemistry. Wiley-VCH, Verlag- Alemania.*
- *Skoog, D. A., D. M. West, F. J. Holler, S. R. Crouch. (2001) Química Analítica. Séptima Edición. McGraw-Hill Interamericana Editores S.A. de C.V. México. p.p. 459-460, 614-630*
- *Skoog, D. A., F. J. Holler, T. A. Nieman (2001) Principios de Análisis Instrumental. Quinta Edición. McGraw-Hill Interamericana Interamericana de España S.A. U. Madrid, España*
- *Bruttel, P. A. (2004) Conductometry – Conductivity Measurement: Metrohm Monograph. Metrohm Ltd. Herisau, Suiza. p. 48*
- *Skoog, D. y D. West (1975) Introducción a la Química Analítica. Editorial Reverte, S.A. Madrid, España. p.p. 38-63*
- *Kellner, R., J.M. Mermet, M. Otto, H.M. Widmer (Editores) (1998) Analytical Chemistry. Wiley-VCH, Verlag- Alemania. p.p. 1-40*
- *Calderón, S.M. (2008). Redaccion de Informes Cientificos. Extraido el 07 de Septiembre del 2008 de <http://webdelprofesor.ula.ve/ingenieria/silvimar/RedacciInformes.pdf>*
- *Freiser H. Concepts & Calculations in Analytical Chemistry. A Spreadsheet Approach. CRC Press, Inc. 1992.*
- *Butler J.N. Cálculos de pH y de solubilidad. Fondo Educativo Interamericano. 1968.*
- *Kolthoff, Sandell, Meehan y Bruckenstein. Análisis Químico Cuantitativo. 4ta. Edición. Ed. Nigar. 1969.*
- *Miller J.C., Miller J.N. Estadística para Química Analítica. Addison-Wesley Iberoamericana. USA. 2da. Ed. 1993.*
- *Fischer R.B., Peters D., Compendio de Análisis Químico Cuantitativo. Ed. Interamericana. Primera Edición. 1971*

10. **Vigencia**

Desde: Semestre B-2008