

Universidad de Los Andes
Facultad de Ciencias
Departamento de Química
Mérida - Venezuela

Prof(a): *Maria Angélica Sánchez Palacios*
webdelprofesor.ula.ve/ciencias/angelisa/

Lugar de ubicación: *Laboratorio de Espectroscopia Analítica, Facultad de Ciencias, 3er piso.*

Horario de Consultas: *Lunes 10 am.*

Generalidades, Evaluación, Presentación de Informe y Prácticas programadas de la Asignatura Laboratorio de Análisis Instrumental

Generalidades

1. Objetivos del curso

Este curso se propone que el estudiante de la licenciatura de química se familiarice con el trabajo que se realiza en un laboratorio de análisis instrumental. Aprobado el curso el estudiante estará en capacidad de:

- Distinguir los diferentes equipos, las partes básicas de los instrumentos y función de cada parte.
- Calibrar y manejar equipos.
- Optimizar las condiciones experimentales para un análisis.
- Seleccionar el calibrado adecuado y el tratamiento de la muestra según sus características .
- Presentar y evaluar resultados experimentales.

2. Justificación

El laboratorio de Análisis Instrumental, como complemento del curso teórico de Análisis Instrumental permite al estudiante adiestrarse en el análisis cualitativo y cuantitativo de compuestos orgánicos e inorgánicos, en diferentes tipos de muestras (suelos, muestras biológicas, agua potable, alimentos, medicamentos, etc.)

El estudio de las ventajas y limitaciones de las diferentes técnicas de análisis, le proporcionará al estudiante herramientas para seleccionar la técnica de análisis mas adecuada, según el tipo de muestra, analito a determinar, y concentración del analito.

Una vez obtenidos los resultados deberá presentar el informe haciendo uso de hojas de cálculo y graficadores como Excel, entre otras.

3. Metodología

Previo a la realización de la práctica el estudiante deberá revisar los aspectos teóricos básicos, relacionados con la técnica de análisis, tratamiento de la muestra, preparación de patrones de tal forma que tenga claro los objetivos y planificar las actividades a realizar.

Las prácticas serán llevadas a cabo por un grupo conformado por dos estudiantes, que se ayudarán mutuamente en el desarrollo experimental y presentación del informe.

Antes de cada práctica se realizará una evaluación corta (30–45 minutos). El pre-informe individual, debe presentarse antes de la realización de la práctica. El informe individual, de una práctica debe entregarse en la siguiente sesión de práctica, conjuntamente con el pre-informe de la práctica que realizará ese día.

4. Reglamento del laboratorio

- Se exige puntual asistencia para el comienzo de cada práctica.
- Al entrar al laboratorio se exige vestir con la bata de laboratorio. Esta debe ser con mangas largas, que cubra mas abajo de la rodilla y debe estar limpia.
- Cada estudiante debe llevar **Gafas de Seguridad** durante su permanencia en el laboratorio.
- Traer el cabello recogido, pantalones largos y zapatos cerrados. No deben traer gorras, ni comer chicles.
- Cada estudiante debe tener un cuaderno de laboratorio.
- Un número de inasistencias injustificadas superior al 20 % del total de los trabajos previstos para el semestre (dos trabajos prácticos) implica la pérdida del curso.
- El material roto ó perdido debe ser reparado ó repuesto por los responsables (con factura en caso de reposición). Por tal motivo, antes de cada práctica cada grupo debe revisar el material y verificar que este en buen estado.
- No se aceptan visitas y el uso de teléfonos celulares durante el desarrollo de las prácticas
- Para salir del laboratorio debe notificarlo al personal autorizado (profesor, técnico ó preparador).

Evaluación

Para asignar la nota a un estudiante, se tomará como base los criterios de evaluación por práctica siguientes:

<i>Evaluación de entrada</i>	40 %
<i>Pre-Informe</i>	15 %
<i>Informe</i>	20 %
<i>Técnica, cuaderno, tareas, etc.</i>	10 %
<i>Proyecto</i>	15 %
<i>Total</i>	100 %

Presentación de Pre-Informe, Informe y Cuaderno

El pre-informe e informe deben ir redactado en forma impersonal (que no pertenece ni se aplica a una persona en particular; no hay sujeto) hecho a mano, letra legible, sin enmendaduras. Las representaciones gráficas impresas según el graficador usado.

El Cuaderno de tapa dura y en el cual registrarán los objetivos, cálculos necesarios, resultados y las observaciones del trabajo experimental. **Se entregará al finalizar el laboratorio.**

Desarrollo de las partes de un Pre-Informe ó Informe de laboratorio.

TITULO

Indicar el número y el título de la práctica realizada. Seguidamente, debe indicar el nombre de los integrantes del grupo que realizaron la experiencia y en la afiliación se coloca la dependencia a la cual pertenecen los autores (en este caso es el Departamento de Química, Laboratorio de Análisis Instrumental (Mérida-Venezuela). Fecha de realización de la práctica.

RESUMEN

Corresponde a una descripción muy corta acerca del experimento que se llevo a cabo, que incluye marco teórico en que se fundamenta la experiencia y los resultados obtenidos y conclusiones. No debe especificar el procedimiento experimental, en esta parte del informe. **Con un máximo de 10 líneas.**

INTRODUCCIÓN

Breve y clara revisión bibliográfica acerca de los fundamentos teóricos en los cuales se basa el experimento que se llevará a cabo. Indicando las aplicaciones del mismo, definición de términos, importancia, ecuaciones matemáticas y/o leyes que

describan el fenómeno estudiado. Para ello, consultar la bibliografía recomendada en el punto 4. Las ecuaciones que se muestren en la introducción deberán estar enumeradas e indicarse a que se refiere cada término de dicha ecuación.

OBJETIVOS

Indicar claramente los objetivos de la práctica, señalando los objetivos específicos y los generales.

PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS

Presentar en una sola tabla; Formula molecular, Masa molecular, Punto de fusión y de Ebullición, Solubilidad, Densidad, Estado de agregación y Color de todos los reactivos utilizados, cada propiedad con sus respectivas unidades.

TRATAMIENTO DE PRIMEROS AUXILIOS

Se presenta en una sola tabla, indicando para cada reactivo químico empleado, sus efectos tóxicos y como deben tratarse los mismos en caso de un accidente.

EXPERIMENTAL

Enumerar los materiales y reactivos necesarios para el desarrollo del trabajo experimental. Los instrumentos y/o equipos utilizados (especificando Marca, modelo y características técnicas del mismo). Procedimiento experimental en forma de esquema (forma en que se preparan los patrones, rango de concentración de las soluciones para la curva de calibración, tratamiento aplicado a la muestra, etc.). También señalar el tipo muestra, lugar y fecha del muestreo, naturaleza y aspecto de la muestra. Sustancias analizadas cualitativa y cuantitativamente

OBSERVACIONES

Indicar todas las observaciones acerca del experimento que se llevo a cabo tales como: variaciones químicas o físicas de las soluciones de trabajo (cambio de color, variación de la temperatura, efervescencia, precipitación de algún sólido), fallas instrumentales, que influya sobre la precisión y exactitud de los resultados entre otras.

MUESTRA DE CÁLCULOS

Mostrar claramente todos los cálculos realizados a partir de datos teóricos y/o experimentales, que conllevan a la obtención de un resultado final. Incluyendo cálculo de concentración de patrones, promedios de lecturas en los equipos y su respectiva desviación estándar, exactitud y precisión del análisis, límite de detección, desviación estándar de la muestra, etc. Se muestran solo un ejemplo, por tipo de cálculo.

RESULTADOS

En general, los resultados deberán presentarse debidamente ordenados en tablas y/ó gráficas donde sea necesario. En las tablas debe identificarse cada variable y su unidad, deben estar enumeradas, con su respectivo título arriba en el que se señale el contenido de dicha tabla. Ver ejemplo tabla 1.

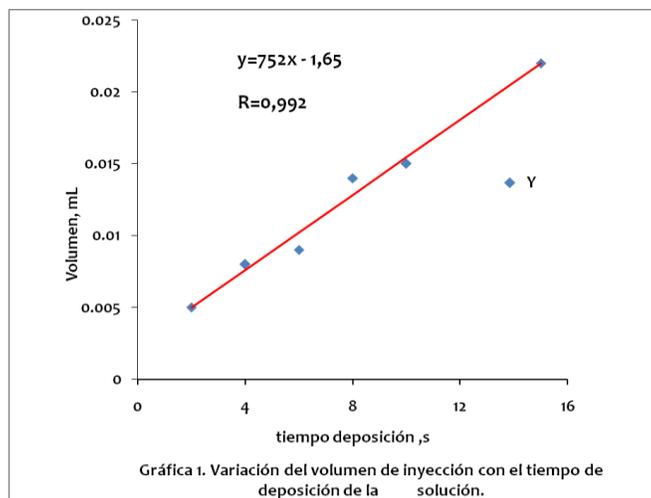
En cuanto a las gráficas al igual que las tablas, todas deberán estar perfectamente identificadas y tener un título. El título de las gráficas se pone debajo de la misma y deberá empezar con la palabra Gráfica seguido del número que le corresponda y el título de la misma. En cada coordenada de una gráfica señalar el nombre completo de la variable y la unidad.

En las curvas de calibración se presenta la ecuación de la recta correspondiente y el valor de R (Ej. $y=1,25x + 0,09$).

Tabla 1. Señales de absorbancia obtenidas para los patrones de Cu y la muestra de agua potable.

Nº Estándar	1	2	Muestra 1
Concentración, ppm	0,1	0,2	x
Absorbancia	0,10 (error)	0,2 (error)	0,15 (error)

Ejemplo de presentación de una gráfica



ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En esta sección, se analizan los resultados finales obtenidos y se comparan de ser posible con los valores teóricos, explicando el porque de la diferencia entre el valor teórico y el valor experimental. Luego se justifican los resultados obtenidos con posibles fuentes de error durante el experimento debidas al experimentador ó como consecuencia de la metodología empleada.

CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos y de la discusión de los resultados finalmente, se concluye sobre las partes del experimento que se consideren de mayor relevancia

BIBLIOGRAFÍA

Debidamente enumerada de acuerdo a como se va utilizando en el texto. Se presentara de la forma siguiente:

Libros: indicar nombre del autor, titulo, editorial, país, año y páginas o capítulos consultados.

R. B. Fisher y D. G. Peters, "Compendio de Análisis Químico Cuantitativo" Interamericana S.A. México, 1971, pp. 75-80.

Revistas científicas: indicar autor, revista, año, volumen y páginas.

B. Welz y col. Spectrochim. Acta B.2010, 55, 215-225.

Páginas Web: indicar dirección electrónica completa y fecha de consulta.

Contenido del pre-informe (P) e Informe (I).

Elementos	P	I
1. Portada	✓	✓
2 Resumen		✓
3 Introducción		✓
4. Objetivos		✓
5. Tabla propiedades fisicoquímicas de reactivos.	✓	
6. Tratamiento de primeros auxilios para accidentes ó intoxicaciones con los reactivos	✓	
7. Experimental:		
7.1 Materiales y Reactivos	✓	
7.2 Instrumentación		✓
7.3 Esquema de trabajo	✓	
8. Tabla de datos		✓
9. Observaciones		✓
10. Muestra de cálculos		✓
11. Resultados		✓
12 Análisis y discusión de resultados		✓
13. Cuestionario	✓	
14. Conclusiones		✓
15. Bibliografía.	✓	✓

Bibliografía Recomendada

D. Skoog, F. J. Holler y T. A. Nieman, “Principios de Análisis Instrumental”, 5ta Ed., McGraw-Hill, España, 2001.

J. C. Miller, y J. N. Miller, “Estadística Para Química Analítica”, 2da Edición, Addison-Wesley Iberoamericana S. A., USA, 1993.

G. D. Christian, “Química Analítica”, 6ta Ed., McGraw-Hill, México, 2009.

D. C. Harris, “Quantitative Chemical Analysis”, 7ma Edición, W. H. Freedman and Company, USA, 2007.

D. Harvey, “Química Analítica Moderna”, McGraw-Hill, USA, 2000.

H. F. Walton y J. Reyes, “Análisis Químico e Instrumental Moderno”, Reverté S.A. Barcelona, 1978.

D. A. Skoog, D. M. West, F. J. Holler y S. R. Crouch, “Fundamentos de Química Analítica”, 8ta Ed., Thomson, México, 2005.

R. B. Fisher y D. G. Peters, “Compendio de Análisis Químico Cuantitativo” Interamericana S.A. México, 1971.

R. A. Day, A. L. Underwood, “Química Analítica Cuantitativa”, 5ta Ed., Pearson Educación, Mexico, 1989.

IMPORTANTE: No se repetirán prácticas debido a la limitación en reactivos y gases.

Tabla 1. Prácticas Programadas para el Área de Espectroscopía.

	Experimento	Objetivo	Muestra	Preparación Muestra
Absorción Molecular	N° 1. DETERMINACIÓN SIMULTÁNEA DE Mn Y Cr EN UNA MEZCLA	<p>Obtener el espectro de absorción y calcular los valores de ϵ de las especies absorbentes.</p> <p>Seleccionar la λ para determinar Mn y Cr en una muestra problema.</p> <p>Estudiar la aplicabilidad de la ley de Lambert-Beer en la resolución de mezclas.</p>	Muestra sintética	Dilución
	N° 2. DETERMINACIÓN DE Fe Y DE LA RELACIÓN Fe(III)-1,10-FENANTROLINA POR EL MÉTODO DE LA RAZÓN MOLAR	<p>Determinar Fe en una muestra.</p> <p>Determinar la estequiometría del complejo.</p>	Medicamento, suelo agrícola ó abono	Según muestra
EA- Llama	N° 3. DETERMINACIÓN DE Ca EN ANALGÉSICOS	<p>Optimizar parámetros instrumentales (altura del quemador, relación combustible/aire).</p> <p>Determinar Ca en analgésicos.</p>	Medicamento	Pulverizar Disolver
	N° 4. DETERMINACIÓN DE Na EN AGUA POTABLE USANDO BUFFER DE IONIZACIÓN	<p>Optimizar parámetros instrumentales (altura del quemador, relación combustible/aire).</p> <p>Comparar curva calibrado sencillo con la calibración con adición de buffer de ionización.</p>	Agua potable o mineral	Filtrar, adecuar pH, dilución
AA- Llama	N° 5. DETERMINACION DE Ca EN SUERO POR EAA EN LLAMA	<p>Optimizar parámetros instrumentales (altura del quemador, relación combustible/aire).</p> <p>Usar un agente liberador Sr para minimizar interferencias .</p> <p>Comparar curva calibrado sencillo con la calibración con adición de estándar.</p>	Suero ó Plasma sanguíneo	Obtención suero sanguíneo Precipitado de proteínas en suero Dilución de la muestra
IR	N° 6. DETERMINACIÓN DE UNA MEZCLA DE ISÓMEROS DE XILENO	Determinar m-xileno y p-xileno en una mezcla usando o-xileno como patrón interno.	Muestra sintética	Dilución