

**UNIVERSIDAD INTERAMERICANA DE PUERTO RICO**  
**RECINTO \_\_\_\_\_**  
**DEPARTAMENTO DE \_\_\_\_\_**  
**PROGRAMA DE QUÍMICA**

**PRONTUARIO**

**I. INFORMACION GENERAL**

Título del Curso	:	Química Analítica Instrumental
Código y Número	:	CHEM 4240
Créditos	:	5 créditos
Término Académico	:	
Profesor	:	
Lugar y horas de Oficina	:	
Teléfono de la Oficina	:	
Correo Electrónico	:	

**I. DESCRIPCION**

Estudio de los componentes, los fundamentos y las aplicaciones de instrumentación típica usada para separación, identificación y análisis cuantitativo de sustancias químicas. Incluye técnicas espectroscópicas, cromatográficas y electroquímicas. Énfasis en los métodos de optimización, calibración y validación utilizados comúnmente en el análisis instrumental. Discusión de las fortalezas y limitaciones de los diferentes métodos y técnicas de análisis. Requiere 45 horas de conferencia y 75 horas de laboratorio cerrado presencial. Requisitos: CHEM 3230, 3320 y 3330.

**II. OBJETIVOS TERMNALES:**

Se espera que, al finalizar el curso, el estudiante pueda familiarizarse con los conceptos fundamentales de análisis instrumental como medio para:

1. Desarrollar las destrezas para que el estudiante pueda seleccionar la técnica instrumental más apropiada para un análisis químico.
2. Desarrollar las destrezas para que el estudiante pueda seleccionar las condiciones más adecuadas para un análisis químico instrumental.
3. Desarrollar las destrezas para que el estudiante pueda aplicar las técnicas estadísticas para la interpretación y tratamiento de los datos experimentales.
4. Aplicar principios éticos en la resolución de problemas de análisis químico cuantitativo, tanto a nivel teórico como práctico.

**COMPETENCIAS DEL PERFIL DEL EGRESADO QUE SE ATIENDEN EN ESTE**

**CURSO**

1. Aplicar la estadística descriptiva e inferencial en el análisis de resultados experimentales.
2. Realizar correctamente los cálculos más característicos de la química, tales como concentraciones.
3. Conocer los principios, aplicaciones, ventajas y limitaciones de los instrumentos y procedimientos más comúnmente usados en química.
4. Mostrar disposición de trabajar activamente en equipo y en proyectos interdisciplinarios.
5. Mostrar buena disposición hacia el uso de nuevas tecnologías y desarrollos científicos, incluyendo la integración de la computadora al análisis.
6. Concienciar sobre los valores éticos y culturales necesarios para la práctica de la profesión.

**III. OBJETIVOS CAPACITANTES:****1. Tratamiento Estadístico de los Datos Analíticos**

Al concluir el estudio de este tópico el estudiante deberá ser capaz de:

- a. Aplicar la definición de error y explicar su relación con la exactitud.
- b. Reconocer y clasificar los errores determinados e indeterminados asociados al método analítico, la instrumentación, y el analista que realiza la medición.
- c. Explicar el efecto de los errores determinados constante o proporcional en el error relativo del resultado final de análisis.
- d. Identificar vías para corregir, compensar o eliminar los errores determinados del método analítico, aplicando principios éticos en el proceso.
- e. Aplicar la definición de desviación estándar y explicar su relación con la precisión.
- f. Aplicar el método de los cuadrados mínimos para determinar pendiente e intercepto de la línea de regresión, coeficiente de correlación lineal, desviación estándar de la pendiente, desviación estándar de la regresión, y desviación estándar del valor interpolado.

**2. Preparación de soluciones y aplicación de los métodos volumétricos de análisis**

Al concluir el estudio de este t3pico el estudiante deber3 ser capaz de:

- a. Describir la preparaci3n de soluciones en unidades de % masa, % volumen, % masa/volumen, partes por mill3n, Molaridad y concentraci3n anal3tica.
- b. Describir el cambio de unidades de concentraci3n de una unidad a otra incluyendo cambio de % masa a Molaridad, partes por mill3n a Molaridad y viceversa.
- c. Aplicar los conceptos de analito, titulante, soluci3n est3ndar, estandarizaci3n o valoraci3n, punto de equivalencia y punto final, en problemas de an3lisis titrim3trico.
- d. Calcular el contenido o la concentraci3n de analito en una muestra a partir de data experimental obtenida en un an3lisis volum3trico.
- e. Aplicar el concepto de diluci3n de muestra y el de titulaci3n de una al3cuota de soluci3n de muestra, a problemas de determinaci3n de concentraci3n y de contenido.
- f. Distinguir entre titulaci3n directa, indirecta, y retrotitulaci3n, y resolver problemas cuantitativos.

### 3. M3todos de Calibraci3n

Al concluir el estudio de este t3pico el estudiante deber3 ser capaz de:

- a. Describir y calcular el l3mite de detecci3n y l3mite de cuantizaci3n en t3rminos de concentraci3n y de se3al instrumental.
- b. Describir y calcular la sensibilidad de calibraci3n y rango lineal de calibraci3n.
- c. Describir y calcular la raz3n de se3al a ruido "S/N" y explicar su relaci3n con el l3mite de detecci3n.
- d. Describir los diferentes tipos de ruido que afectan la se3al instrumental.
- e. Describir y aplicar el m3todo de calibraci3n de est3ndar externo, su procedimiento, las consideraciones de la matriz de la muestra, sus ventajas y limitaciones.
- f. Describir y aplicar el m3todo de calibraci3n de adici3n de est3ndar, su derivaci3n algebraica, sus ventajas y limitaciones.
- g. Describir y aplicar el m3todo de calibraci3n de est3ndar interno, las caracter3sticas qu3mico-f3sica del est3ndar interno, sus ventajas y limitaciones.

### 4. Instrumentos para Espectroscop3a 3ptica

Al concluir el estudio de este t3pico el estudiante deber3 ser capaz de:

- a. Mencionar los diferentes tipos de fuente de radiación para instrumentos ópticos.
- b. Describir los diferentes tipos de selectores de largo de onda incluyendo filtros de absorbancia y de difracción, monocromadores de prisma y de rejilla de difracción.
- c. Describir el ancho de banda efectivo de los diferentes selectores de largo de onda.
- d. Describir y comparar el poder de dispersión y la pureza espectral del monocromador de prisma y el de rejilla de difracción.
- e. Describir las características de los diferentes recipientes de muestra utilizados en espectroscopía óptica.
- f. Describir los detectores de fototubo y tubo fotomultiplicador, su modo de operación, sensibilidad, ventajas y limitaciones.

## 5. Métodos de Absorción Molecular en la Región Ultravioleta-Visible

Al concluir el estudio de este tópico el estudiante deberá ser capaz de:

- a. Describir el experimento de absorción de radiación y definir la transmitancia y la absorbancia de una solución.
- b. Definir la ley de Beer y cada una de las variables de estas.
- c. Definir las variables que afectan la absorbancia y la absorbtividad.
- d. Describir el método de calibración de estándar externo para determinar uno o más componente en una muestra.
- e. Describir el procedimiento para realizar una titulación espectrofotométrica, y predecir la forma de la curva de titulación utilizando la información espectral del analito, titulante y producto de la reacción.
- f. Describir las desviaciones químicas e instrumentales de las calibraciones y las maneras de minimizarlas o controlarlas.
- g. Describir los instrumentos de un rayo y de dos rayos de luz, y mencionar sus ventajas y limitaciones.
- h. Describir las fuentes de radiación para los instrumentos de absorción UV-Vis.
- i. Describir las transiciones electrónicas más importantes observadas en el UV-visible.
- j. Describir como la conjugación de dobles enlace afectan el espectro de los compuestos orgánicos.
- k. Describir el efecto de sustituyentes en el espectro de compuestos aromáticos.

## 6. Métodos de Fluorescencia, Fosforescencia y Quimioluminiscencia

Al concluir el estudio de este tópico el estudiante deberá ser capaz de:

- a. Describir el estado electrónico singlete, singlete excitado, y triplete excitado.
- b. Describir los mecanismos de deactivación del estado excitado, incluyendo relajación vibracional, conversión interna y externa, cruce entre sistemas, fluorescencia resonante y no-resonante, y fosforescencia.
- c. Describir el efecto del átomo pesado en la fluorescencia y la fosforescencia.
- d. Describir las variables que afectan la fluorescencia, incluyendo temperatura, solvente, rendimiento cuántico, grado de insaturación, y geometría del analito.
- e. Describir el proceso de Quimioluminiscencia y sus ventajas para análisis cuantitativo.
- f. Describir la relación entre concentración y fluorescencia o fosforescencia y discutir el efecto de autoabsorción y de autodeactivación ("self quenching").
- g. Describir los aspectos cualitativos, cuantitativos, y operacionales de las técnicas de emisión molecular.
- h. Describir los componentes y organización de los espectrofluorímetros.

## 7. Métodos de Absorción Atómica en Llama

Al terminar el estudio de este tópico el estudiante deberá ser capaz de:

- a. Describir las características del espectro de emisión atómica, de absorción atómica.
- b. Describir los diferentes tipos de llamas, el mechero de flujo laminar, y las medidas de seguridad necesarias para su operación.
- c. Describir el proceso de nebulización, desolvatación, sublimación, atomización, y excitación termal.
- d. Describir los componentes del instrumento de absorción atómica, incluyendo la geometría y operación de la lámpara de cátodo hueco.
- e. Describir las principales interferencias químicas en solución y en fase gaseosa y los métodos utilizados para minimizarlas.
- f. Establecer la metodología para realizar un análisis cuantitativo, incluyendo selección de llama, altura de mechero, corriente de la lámpara, y alineación del monocromador.
- g. Describir la técnica de atomización electrotermal, sus ventajas y sus desventajas.
- h. Describir los métodos de calibración más comunes y explicar las desviaciones de la linealidad.

## 8. Teoría de Cromatografía de Columna

Al concluir el estudio de este tópico el estudiante deberá ser capaz de:

- a. Describir el mecanismo de separación de columna por elución y definir: fase estacionaria, fase móvil, eluyente, eluato, cromatograma, volumen de retención, volumen muerto de la columna, factor de capacidad, factor de selectividad, resolución de dos sustancias, y eficiencia de columna.
- b. Describir el problema general de elución y describir su solución en términos de gradiente de temperatura, o gradiente en la composición de la fase móvil.
- c. Describir el problema general de resolución de dos compuestos y describir su solución en términos de aumento en eficiencia ( $N$ ) de la columna, selectividad ( $\alpha$ ), o de factor de capacidad ( $k'$ ).
- d. Describir el problema general de detección y describir su solución en términos de selectividad del detector, derivatización del analito, o detección indirecta.
- e. Describir los métodos de calibración más comunes utilizados en cromatografía y la evaluación de la pureza de las bandas.

## 9. Cromatografía de Gases

Al concluir el estudio de este tópico el estudiante deberá ser capaz de:

- a. Describir las diferentes modalidades de la cromatografía de gases.
- b. Describir la gráfica de Van Deemter y relacionarlo a la ecuación de Van Deemter.
- c. Describir la aplicabilidad y limitaciones de la cromatografía de gases.
- d. Describir los componentes y organización del cromatógrafo de gases.

## 10. Cromatografía Líquida

Al concluir el estudio de este tópico el estudiante deberá ser capaz de:

- a. Describir las diferentes modalidades de la cromatografía líquida incluyendo la de fase normal, fase reversa, intercambio de iones, exclusión por tamaño, y formación de par de iones.
- b. Describir la aplicación de la ecuación de Van Deemter a la cromatografía líquida.
- c. Describir los diferentes tipos de fase enlazada y sus aplicaciones.
- d. Describir los componentes y organización de un instrumento de cromatografía líquida de alta presión (HPLC).
- e. Describir la variación del factor de capacidad de un analito en función de la polaridad de la fase móvil y del largo de cadena de

carbono en una columna de fase reversa.

### 11. Métodos de Espectrometría de Masas

Al concluir el estudio de este tópico el estudiante deberá ser capaz de:

- a. Describir los componentes y organización de un espectrómetro de masas con ionización de electrones e ionización química.
- b. Describir la aplicación de espectrometría de masa en análisis cuantitativo incluyendo métodos híbridos de cromatografía y espectrometría de masa.
- c. Describir las ventajas y limitaciones de la espectrometría de masas aplicada a análisis cuantitativo.

### 12. Métodos Potenciométricos

Al concluir el estudio de este tópico el estudiante deberá ser capaz de:

- a. Describir los diferentes tipos de electrodo indicador utilizados para análisis cuantitativo.
- b. Describir los métodos de calibración más comunes y sus aplicaciones.
- c. Describir las ventajas y limitaciones de los métodos potenciométricos.

### 13. Métodos de Espectroscopía Infrarroja

Al concluir el estudio de este tópico el estudiante deberá ser capaz de:

- a. Describir la teoría general de espectroscopía infrarroja, y localizar las bandas más comunes aplicadas a análisis cuantitativo.
- b. Describir los componentes y organización de un espectrofotómetro infrarrojo.
- c. Describir los diferentes tipos de manipulación y calibración del instrumento.
- d. Describir las aplicaciones para análisis cuantitativo, las ventajas, y las limitaciones.

## IV. ACTIVIDADES

### A. Prácticas de Laboratorio

Exp. #	Título del Experimento
--------	------------------------

1	Determinación espectrofotométrica de fósforo en bebidas de cola
2	Determinación potenciométrica de la cantidad de ingrediente activo en un antiácido comercial
3	Determinación de plomo en muestras desconocidas
4	Determinación simultánea de tintes en bebidas comerciales por Espectroscopia Visible
5	Cromatografía de Gas (GC). Experimento teórico (sujeto a cambio)
6	Cuantificación de cafeína por espectrofotometría

### B. Estrategias de Enseñanza

Se recomienda utilizar estrategias como las siguientes:

- (a) Resolución de problemas
- (b) Uso de la calculadora y de programas de computadora para tratamiento de datos
- (c) Trabajo en grupo
- (d) Experiencias de laboratorio
- (e) Preguntas al grupo
- (f) Exámenes con selección múltiple y resolución de problemas.

### V. EVALUACION

Criterios de evaluación	Puntuación	% de la nota final
Parcial 1	100	15
Parcial 2	100	15
Parcial 3	100	15
Examen final	100	15
Presentación oral	100	10
Laboratorio	100	30
Total	600	100 %

Para establecer la nota final del curso se utilizará la que aparece abajo:

<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>F</b>
----------	----------	----------	----------	----------



100-85	84-75	74-65	64-55	54-0
--------	-------	-------	-------	------

**VI. Notas Especiales**

- A. **Servicios auxiliares o necesidades especiales:** Todo estudiante que requiera servicios auxiliares o asistencia especial deberá solicitar los mismos al inicio del curso o tan pronto como adquiera conocimiento de que los necesita, a través del registro correspondiente, en la Oficina de Orientación con \_\_\_\_\_.
- B. **Honradez, fraude y plagio:** La falta de honradez, el fraude, el plagio cualquier otro comportamiento inadecuado con relación a la labor académica constituyen infracciones mayores sancionadas por el Reglamento General de Estudiantes. Las infracciones mayores, según dispone el Reglamento General de Estudiantes, pueden tener como consecuencia la suspensión de la Universidad por un tiempo definido mayor de un año o la expulsión permanente de la Universidad, entre otras sanciones.
- C. **Uso de dispositivos electrónicos:** Se desactivarán los teléfonos celulares y cualquier otro dispositivo electrónico que pudiese interrumpir los procesos de enseñanza y aprendizaje o alterar el ambiente conducente a la excelencia académica. Las situaciones apremiantes serán atendidas, según corresponda. Se prohíbe el manejo de dispositivos electrónicos que permitan acceder, almacenar o enviar datos durante evaluaciones o exámenes.
- D. **Cumplimiento con las disposiciones del Título IX:** La Ley de Educación Superior Federal, según enmendada, prohíbe el discrimen por razón de sexo en cualquier actividad académica, educativa, extracurricular, atlética o en cualquier otro programa o empleo, auspiciado o controlado por una institución de educación superior independientemente de que esta se realice dentro o fuera de los predios de la institución, si la institución recibe fondos federales.

Conforme dispone la reglamentación federal vigente, en nuestra unidad académica se ha designado un(a) Coordinador(a) Auxiliar de Título IX que brindará asistencia y orientación con relación a cualquier alegado incidente constitutivo de discrimen por sexo o género, acoso sexual o agresión sexual. Se puede comunicar con el Coordinador(a) Auxiliar \_\_\_\_\_ extensión \_\_\_\_\_, o al correo electrónico \_\_\_\_\_.

El Documento Normativo titulado **Normas y Procedimientos para Atender Alegadas Violaciones a las Disposiciones del Título IX** es el documento que contiene las reglas institucionales para canalizar cualquier querrela que se presente basada en este tipo de alegación. Este documento está disponible en el portal de la Universidad Interamericana de Puerto Rico ([www.inter.edu](http://www.inter.edu)).

**VII. RECURSOS EDUCATIVOS**

- A. Libro de texto: Principios de análisis instrumental Sexta edición, Douglas A. Skoog, F. James Holler and Stanley R. Crouch, D.R. 2008 por Cengage Learning Editores, S.A.de C.V.,una Compañía de Cengage Learning,Inc.  
ISBN-13:978-607-481-390-6  
ISBN-10:607-481-390-6
- B. Manual de Laboratorio: Preparado por el Departamento
- C. Lecturas suplementarias:
1. Campbell, Oswald L.; "Investigation of experimental parameters"; J.Chem.Educ.; 68(1991)784.
  2. Cohen, Ruben D.; "Why do random samples represents populations so accurately?"; J.Chem.Educ.; 68(1991)902.
  3. Lisesnky, George, Reynolds, Kelly; "Chloride in Natural Waters. An environmental application of a potentiometric titration."; J.Chem.Educ.; 68(1991)334.
  4. Sherren, Anne T. "The use of real life samples for unknowns in analytical chemistry"; J.Chem.Educ.; 68(1991)598.
  5. Abel, Kenton B., Hemmerlin, William M.; "Significant Figures"; J.Chem.Educ.; 67(1990) 213.
  6. Burness, James H.; "An efficient method for the treatment of weak acid/base equilibria"; J.Chem.Educ.; 67(1990)224.
  7. Davis, Edith; "A revised approach to solving redox equations"; J.Chem.Educ.; 67(1990)671.
  8. Ewing, Golen W.; "Safety in the Analytical Laboratory"; J.Chem.Educ.; 67(1990)A158.
  9. Herman, D.P.; Booth, K.K.; Parker, O.J.; Breneman, G.L.; "The pH of any mixture of monoprotic acids and bases"; J.Chem.Educ.; 67(1990)501.
  10. King, D.Whitney; Kester, Dana R.; "A general approach for calculating poliprotic acid speciation and buffer capacity"; J.Chem.Educ.; 67(1990)932.
  11. Logier, Claudia; Olivieri, Alejandro; "Calculation of solubilities of Carbonates and Phosphates in water as influenced by competitive acid-base reactions."; J.Chem.Educ.; 67(1990)934.
  12. Larson, John W.; "Error analysis in spectrophotometric determinations and the environmental consequences of a reduction in the ozone layer"; J.Chem.Educ.; 67(1990)943.
  13. Sharpe, Alan G.; "The solvation of halide ions and its chemical significance"; J.Chem.Educ.; 67(1990)309.
  14. Thompson, Ralph J.; "The extent of acid-base reactions"; J.Chem.Educ.; 67(1990)220.
  15. Dean, R.B.; Dixon, W.J.; "Simplified Statistics for small number of

- observations."; *Anal.Chem.*; 23(1951)636.
16. Gorin, G.; "Indicators and the basis for their use"; *J.Chem.Educ.*; 33(1956)319.
  17. Mac Alpine, R.K.; "Change in pH at the equivalence point"; *J.Chem.Educ.*; 25(1948)694.
  18. Bard, A.J.; Simpsons, S.H.; "The general equation for the equivalence point potential in oxidation-reduction titrations"; *J.Chem.Educ.*; 37(1960)364.
  19. Pumgor, E.; "Theory and applications of anion selective membrane electrode"; *Anal.Chem.*; 39(13)1967 28A.

### VIII. BIBLIOGRAFIA

1. Kenkel, John, *Analytical Chemistry for Technicians*, 3rd Edition, CRC Press, 2003. ISBN: 1-5667-0519-3
2. Sawyer, Donald T. and William R. Heineman, *Chemistry Experiments for Instrumental Methods*, 2nd Edition, John Wiley, 2002. ISBN: 0-471-21496-5
3. Rouessac, Francis and Annick Rouessac, *Chemical Analysis: Modern Instrumental Methods and Techniques*, 1st Edition, John Wiley, 2002. ISBN: 0-471-97261-4
4. Rubinson, Kenneth A. and Judith F. Rubinson, *Contemporary Instrumental Analysis*, 1st Edition, Prentice Hall, 2000. ISBN: 0-13-790726-5
5. Robinson, James W., *Undergraduate Instrumental Analysis*, 5th Edition, Marcel Dekker, 1994. ISBN: 0-8247-9215-7

**Fecha de Revisión: noviembre 2018**