

Material didáctico elaborado por  
Licda. Jannette Sandoval de Cardona  
Unidad de Desarrollo Académico

Universidad de San Carlos de Guatemala  
Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia  
Escuela de Química  
Unidad de Análisis Instrumental –UAI–

De conformidad con lo aprobado por Junta Directiva de la Facultad en el Punto OCTAVO,  
Inciso 8,1 del Acta 14-2014 de sesión celebrada el 24 de abril del año 2014

### A) Información general

Nombre completo del curso Métodos modernos de preparación de muestras para el Análisis Instrumental			Código del curso: OPT 110	Número de créditos: 4
Carrera a la que se le sirve el curso: Química			Nombre y código de los cursos que son requisito de este curso - Análisis Instrumental III (71324) - Química del Estado Sólido (81326)	
Ciclo en el que está ubicado el curso: Noveno	Año en el que se sirve el curso: 2017	Fechas de inicio y finalización del curso: Inicio: 01 de Febrero de 2017 Finalización: Viernes 05 de mayo de 2017	Identificación de aulas y laboratorios en los que se impartirá el curso. Ubicación Teoría: Salón pendiente Laboratorio de la Unidad de Análisis Instrumental, Edificio T-13 Laboratorio de Técnicas Analíticas Nucleares, Edificio T-12	Horarios en los que se desarrollarán las actividades académicas: Miércoles: 15:00 a 17:00 horas Viernes: 13:00 a 15:00 horas
Nombre de catedrático(s) responsable(s) del curso. Nombre de Auxiliares de cátedra.	Dr. Juan Francisco Pérez Sabino y Licda. Elisandra Hernández Hernández			

**B) Valores y principios éticos que se desee formar en el estudiante: responsabilidad, respeto, honestidad, excelencia, servicio, creatividad, independencia y perseverancia.**

**C) Descripción del curso:**

El curso está diseñado para que el estudiante egresado de la carrera de Química adquiera los conocimientos y obtenga la experiencia en la preparación de distintas clases de muestras para su posterior análisis en Espectrometría UV, Cromatografía de Gases, Cromatografía Líquida de alta Resolución, Cromatografía Iónica y Espectrometría de Absorción Atómica incluyendo la validación del método por el que se proceda.

**D) Objetivos generales y específicos**

Al finalizar el curso, el estudiante deberá contar con las siguientes competencias:

**Objetivo General**

- Selecciona la combinación apropiada de métodos de preparación de muestra y sistemas instrumentales de análisis para resolver problemas analíticos.

**Objetivos Específicos**

- Conoce y aplica los principios fundamentales de cada una de las técnicas de Extracción, Separación y Cuantificación de analitos en muestras de diferentes tipos.
- Determina la logística de la marcha analítica, con énfasis en el tipo de situaciones que se presentan durante los análisis para las muestras ambientales, de alimentos, productos naturales y medicamentos.
- Profundiza con propiedad en la aplicación de técnicas moderas en aspectos de preparación y el manejo de muestras en la investigación de problemas analíticos.

**E) Metodología**

- Clases Magistrales
- Análisis de artículos científicos
- Presentaciones de los estudiantes
- Proyecto de investigación
- Estudios de casos

- Prácticas de laboratorio
- Exámenes escritos: cortos parciales y final

**F) Programación de las actividades académicas**

Unidades	Contenido detallado de cada unidad	Actividades a realizar	calendarización de las actividades a realizar	Modalidad de evaluación
Unidad I	<p><b>Fundamentos de preparación de muestras</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. El proceso general analítico</li> <li>2. El proceso de medición               <ol style="list-style-type: none"> <li>a) Análisis cualitativo y cuantitativo</li> <li>b) Métodos de cuantificación</li> </ol> </li> <li>3. Errores en análisis Cuantitativo: Exactitud y Precisión               <ol style="list-style-type: none"> <li>a) Exactitud</li> <li>b) Precisión</li> <li>c) Aspectos estadísticos de la preparación de muestras.</li> </ol> </li> <li>4. Desempeño y Validación del Método               <ol style="list-style-type: none"> <li>a) Sensibilidad</li> <li>b) Límite de Detección</li> <li>c) Rango de cuantificación</li> <li>d) Otros parámetros de importancia</li> <li>e) Validación del Método</li> </ol> </li> <li>5. Preservación de la muestra               <ol style="list-style-type: none"> <li>a) Volatilización</li> <li>b) Escogencia de los recipientes adecuados</li> </ol> </li> </ol>	<p>7 sesiones de teoría Estudios de caso</p> <p>Práctica de laboratorio “Determinación de cloro en hipoclorito de calcio comercial”</p>	01 al 15 de febrero	Exámenes cortos Planificaciones e Informes de laboratorio.

	<ul style="list-style-type: none"> <li>c) Absorción de gases de la atmósfera</li> <li>d) Cambios químicos</li> <li>e) Preservación de sólidos inestables</li> </ul> <p>6. Procedimientos Post-extracción</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) Concentración de extractos de la muestra “Cleanup”</li> </ul> <p>7. Aseguramiento y control de la calidad durante la preparación de la muestra</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) Determinación de la Exactitud y precisión</li> <li>b) Control estadístico</li> <li>c) Control de la matriz</li> <li>d) Control de la contaminación</li> </ul> <p>8. Principios de la extracción</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) Volatilización</li> <li>b) Hidrofobicidad</li> <li>c) Equilibrio ácido-base</li> </ul> <p>9. Muestreo y almacenamiento</p>			
Unidad II	<p><b>Extracción</b></p> <p>1. <b>Tipos comunes de extracción</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) Partición solvente- solvente</li> <li>b) Extracción líquido-Líquido en Macro escala</li> <li>c) Extracción Líquido-Líquido en Microescala</li> <li>d) Extracción Sólido-Líquido, hidrodestilación, Extracción-destilación</li> </ul>	<p>7 sesiones teóricas (total de sesiones de la unidad) Estudios de caso Análisis y discusiones de artículos</p> <p>Práctica de laboratorio “Comparación de la extracción con ultrasonido y extracción con hidrodestilación”</p>	<p>17 de febrero al 01 de marzo</p>	<p>Exámenes cortos Planificaciones e Informes de laboratorio.</p>

	<ul style="list-style-type: none"> <li>e) Extracción en contracorriente</li> <li>f) Extracción Líquido-Líquido en línea (extractor continuo)</li> <li>g) Soxhlet</li> <li>h) Extracción asistida por ultrasonido</li> </ul>			
Unidad III	<p><b>2. Extracción asistida por microondas</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) Fundamentos teóricos</li> <li>b) Instrumentación</li> <li>c) Transformación de la energía en microondas en calor</li> <li>d) Procedimiento</li> <li>e) Ventajas y Desventajas</li> <li>f) Aplicaciones</li> </ul> <p><b>3. Extracción en fase sólida</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) Fundamento</li> <li>b) Aparatos para la SPE</li> <li>c) Tipos de fases sólidas</li> <li>d) Propiedades de las fases utilizadas en SPE</li> <li>e) Interacción adsorbente/analito</li> <li>f) Aplicaciones de la SPE</li> </ul> <p><b>4. Microextracción de fase sólida</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a) Introducción</li> <li>b) Principios básicos. Modo de extracción</li> <li>c) Tipos de recubrimientos</li> <li>d) Parámetros que afectan al proceso de extracción</li> <li>e) Tipos de fases sólidas</li> <li>f) Automatización de la extracción en fase sólida</li> <li>g) Aplicaciones</li> </ul> <p><b>5. Extracción de Headspace</b></p>	<p>Extracción asistida por microondas: 02 periodos</p> <p>Extracción en Fase Sólida: 03 periodos Análisis y discusiones de artículos Práctica de laboratorio: "Extracción en fase sólida"</p> <p>Microextracción en fase sólida: 03 periodos Análisis y discusiones de artículos Práctica de laboratorio: "Microextracción en fase sólida"</p> <p>Extracción de Headspace: 1</p>	<p>03 de marzo</p> <p>Del 08 al 10 de marzo</p> <p>15 al 17 de marzo</p> <p>17 de marzo</p>	<p>Exámenes cortos Planificaciones e Informes de laboratorio.</p>

	<p>a) Extracción de Headspace Estático b) Extracción de Headspace dinámico</p> <p><b>6. Extracción con fluidos supercríticos</b></p> <p>a) Propiedades generales de los fluidos supercríticos b) Instrumentación c) Componentes básicos de un extractor de FS d) Modos de extracción. Métodos on-line y off-line e) Aplicaciones</p> <p><b>7. Extracción acelerada con Disolventes</b></p> <p>a) Fundamento teórico b) Instrumentación c) Procedimiento d) Parámetros del proceso e) Aplicaciones f) Ventajas y Desventajas</p>	<p>período</p> <p>Extracción con fluidos supercríticos: 03 períodos Práctica de laboratorio: “Extracción con Fluidos Supercríticos”</p> <p>Extracción acelerada con disolventes: 1 período</p>	<p>17 a 22 de marzo</p> <p>24 de marzo</p>	
Unidad IV	<p><b>Preparación de muestras para análisis de metales</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Métodos de Digestión Húmeda</li> <li>2. Incineración</li> <li>3. Extracción en Fase Sólida para Preconcentración</li> <li>4. Preparación de la muestra para muestras de agua</li> <li>5. Métodos de precipitación</li> <li>6. Preparación de Slurries para Análisis Directo por EAA</li> <li>7. Métodos de generación de hidruros</li> <li>8. Especiación de metales</li> <li>9. Contaminación durante el análisis de metales</li> </ol>	<p>04 períodos de teoría Estudios de caso Análisis y discusiones de artículos Práctica de laboratorio “Determinación de metales por Absorción Atómica”</p>	29 de marzo a 21 de abril	Exámenes cortos Planificaciones e Informes de laboratorio.

Unidad IV	<p><b>Separación y Cuantificación</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Cromatografía de gases             <ol style="list-style-type: none"> <li>a) Generalidades</li> <li>b) Problemas más comunes</li> <li>c) Aplicaciones</li> </ol> </li> <li>2. Cromatografía Líquida de alta Resolución             <ol style="list-style-type: none"> <li>a) Generalidades</li> <li>b) Problemas más comunes</li> <li>c) Aplicaciones</li> </ol> </li> <li>3. Validaciones de métodos             <ol style="list-style-type: none"> <li>a) Objetivos de la validación</li> <li>b) Selectividad o especificidad</li> <li>c) Linealidad</li> <li>d) Precisión</li> <li>e) Exactitud</li> <li>f) Sensibilidad</li> <li>g) Robustez</li> </ol> </li> <li>4. Técnicas Nucleares</li> </ol>	<p>04 sesiones teóricas Estudios de caso Análisis y discusiones de artículos Prácticas de laboratorio</p> <p>“Extracción y análisis del aceite esencial de una planta aromática”.</p> <p>“Determinación de penicilina en antibióticos inyectables y tabletas”.</p> <p>ó</p> <p>“Determinación de radionucleidos por espectrometría alfa”.</p>	Del 26 de abril al 05 de mayo	Exámenes cortos Planificaciones e Informes de laboratorio.
-----------	--	---	-------------------------------	---

G) Ponderación de las actividades de Evaluación. Descripción de la modalidad de evaluación	Punteo Neto	Porcentaje
<p><b>Zona</b> Exámenes parciales (3)</p> <p style="padding-left: 40px;">Primer Parcial</p> <p style="padding-left: 40px;">Segundo Parcial</p> <p style="padding-left: 40px;">Tercer Parcial</p> <p>Laboratorio (8 prácticas)</p>	<p>11 pts</p> <p>12 pts</p> <p>13 pts</p> <p>16 pts</p>	<p>36%</p> <p>16%</p>

Proyecto de laboratorio	12 pts	12%
Protocolo	03pts	
Trabajo de laboratorio	03pts	
Informe	04pts	
Presentación del proyecto	02pts	
Tareas y Lecturas de Artículos	08 pts	8%
Exámenes cortos	03 pts	3%
<b>Examen Final</b>	25 pts	25%
<b>Total</b>	100 pts	100%

#### H) Bibliografía:

Jassie, L.B. (1988). *Introduction to microwave Sample Preparation. Theory and Practice*. ACS Professional Reference Book. Washington, Estados Unidos: American Chemical Society –ACS–

Harris D. C. (2001). *Análisis Químico Cuantitativo*. Barcelona, España. Ed. Reverté

Harris, H., Hopkins, D. A. (1976). *Handbook of enzyme electrophoresis in Human Genetics*. Netherlands: Elsevier North-Holland Biomedical Press

Skoog, D. A. (1999). *Análisis Instrumental*. Madrid, España: Editorial Mc Graw-Hill

Skoog, D. A. (2000). *Principios de Análisis Instrumental*. Madrid, España: Editorial Mc Graw-Hill.

Skoog, D. A., West D. M.; Holler, F. J., Crouch R. (2005). *Fundamentos de Química Analítica*. 8ª ed. Madrid, España: Editorial Thomson-Paraninfo

Quattrochi, O. A., Abelaira, S., y Laba, R. (1992). *Introducción a la Cromatografía Líquida de Alta Resolución HPLC. Aplicaciones y Práctica*. Argentina.

Artículos científicos de las revistas: *Journal of Chromatography, Trends in Analytical Chemistry, Analytical Chemistry, Food Chemistry*





UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA  
*Centro de Desarrollo Educativo –CEDE–  
Unidad de Desarrollo Académico*

---

