

GUÍA DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL



Elaborada por:

**Dra. Magda Olivia Pérez Vázquez
Dra. Ma. Remedios Mendoza López
M.C. Araceli Reyes Tellez
QFB Guadalupe Magaña Pérez**

Año de elaboración 2015

Año de actualización: 2020

ÍNDICE DE PRÁCTICAS

1. MANEJO DEL ESPECTROFOTÓMETRO UV. VIS
2. CALIBRACIÓN DEL ESPECTROFOTÓMETRO UV. VIS
3. DETERMINACIÓN COLORIMÉTRICA DE HIERRO CON 1,10 FENANTROLINA
4. DETERMINACIÓN SIMULTÁNEA DE MEZCLAS DE DOS COMPONENTES (BINARIAS)
5. IDENTIFICACIÓN DE SUSTANCIAS ORGÁNICAS POR EXAMEN ULTRAVIOLETA.
6. PRÁCTICA DEMOSTRATIVA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN VISITA ACADÉMICA
7. MANEJO DEL ESPECTROFOTÓMETRO INFRARROJO
8. CALIBRACIÓN DEL ESPECTROFOTÓMETRO IR DISPERSIVO
9. ANÁLISIS DE MUESTRAS LÍQUIDAS (NUJOL Y FLUORUBE) Y DE UN SÓLIDO POR LA TÉCNICA EN SUSPENSIÓN
10. ANÁLISIS DE UN SÓLIDO CON LA TÉCNICA EN PASTILLA Y PELÍCULA
11. ANÁLISIS CUANTITATIVO POR IR
12. PRÁCTICA DEMOSTRATIVA DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR EN VISITA ACADEMICA
13. MANEJO DEL CGL Y ANÁLISIS CUALITATIVO
14. PRÁCTICA DEMOSTRATIVA ACOPLAMIENTO GASES-MASAS EN VISITA ACADÉMICA
15. ANÁLISIS CUALITATIVO DE UN COMPUESTO ORGÁNICO POR HPLC

ANEXOS

ESPECTROSCOPIA UV-VIS	
PRÁCTICA No. 1	DURACIÓN: 4 HORAS
USO DEL ESPECTROFOTÓMETRO UV. VIS	

Objetivos:

- Que el alumno opere correctamente un espectrofotómetro UV-VIS de un solo haz.
- Registrar el rango de transparencia de los materiales de diferentes celdas

Material:

Celdas de cuarzo, vidrio y plástico visible y UV

EQUIPO:

Espectrofotómetro UV-VIS.

Procedimiento:

A. USO DEL INSTRUMENTO

- I. El estudiante consultará el manual o instructivo de operación del instrumento y procederá en dos etapas: primero identificará los controles del mismo y después procederá a aplicar los pasos para la puesta en marcha del instrumento, consultar anexo 1.
- II. Identificación de los controles
- III. Procedimiento de operación
- IV. Con blanco de aire, procederá a registrar los espectros de absorción de las diferentes celdas

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno del laboratorio y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica, a fin de mantener la

seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

Arenas, I. (2004). Métodos de Laboratorio. Espectrofotometría de absorción. Instituto de Biotecnología. UNAM.

ESPECTROSCOPIA UV-VIS	
PRÁCTICA No. 2	DURACIÓN: 4 HORAS
CALIBRACIÓN DEL ESPECTROFOTÓMETRO UV. VIS	

Objetivo:

- Que el alumno verifique que el espectrofotómetro opera adecuadamente determinando la linealidad y la exactitud espectrofotométricas.

Material:

8 frascos pequeños (gerber)	un soporte
8 matraces aforados de 100 ml.	Unas pinzas para bureta
Un vaso de precipitados de 100 ml	una bureta
Una varilla de vidrio de 20 cm	una pipeta de 5mL
Un embudo de 5 cm de diámetro	
Un pesafiltro	
Un desecador	
Piceta	
Papel higiénico	
Un vaso de precipitados de 250 ml	
Papel para hacer pesadas	

Reactivos:

Dicromato de potasio grado reactivo
 Ácido sulfúrico 0.01 N
 Agua destilada

Equipo:

Espectrofotómetro UV-VIS.
 Celda de cuarzo

Procedimiento:

A. LINEARIDAD Y EXACTITUD ESPECTROFOTOMÉTRICAS

Linealidad espectrofotométrica:

1. Pesar en un pesafiltros aproximadamente 0.5 g de dicromato de potasio y secar a 110° C mínimo 4 horas.
2. Pesar 100 mg de dicromato de potasio, disolver cuidadosamente en un vaso de precipitados, con aproximadamente 50 ml de ácido sulfúrico 0.01 N, transvasar al matraz aforado de 100 ml y llenar hasta el aforo con ácido.
3. Tomar alícuotas adecuadas para obtener las concentraciones correspondientes de 25, 50, 75, 100, 125, 150 y 175 µg / ml., preparando 100 mL de cada una.
4. Leer en el espectrofotómetro a 350 nm
5. Con los datos obtenidos elaborar una gráfica absorbancia contra concentración. **Se debe obtener linealidad.**

Exactitud espectrofotométrica:

Con los valores de concentración de las soluciones anteriores, la absorptividad de 10.72 L/ g-cm y el camino óptico de 1 cm, construir una tabla, calcular la absorbancia real para cada solución y restar este valor a la lectura obtenida, para visualizar las desviaciones existentes.

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno del laboratorio y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica a fin de mantener la seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

Flores, I. (1998). Manual de Prácticas de Laboratorio de Análisis Instrumental. 1998: Universidad Veracruzana.

ESPECTROSCOPIA UV-VIS	
PRÁCTICA No. 3	DURACIÓN: 4 HORAS
DETERMINACIÓN COLORIMÉTRICA DE HIERRO CON 1,10 FENANTROLINA	

Objetivo:

1. Obtener la curva de calibración a partir de cuatro concentraciones de una solución de Fe^{2+}
2. Aplicar el modo de factor
3. Calcular la concentración de Fe^{2+} en una solución problema

Material:

- Matraces aforados de 100 ml
- Pipetas volumétricas
- Pipetas graduadas
- Vasos de precipitados de 250 ml
- Bureta
- Matraz volumétrico de un litro (sólo para un equipo)
- Agitador
- soporte, pinzas
- celda de vidrio

Equipo:

- Un espectrofotómetro UV-Visible .

Reactivos:

- a). Solución de fenantrolina: Disolver 0.200 g de 1,10 fenantrolina monohidratada $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ en 100 ml de agua, agitando y calentando a $80^\circ C$. **NO HERVIR**. Desechar la solución si se oscurece.
- b). Solución de hidroxilamina (reductora): Disolver 10 g de clorhidrato de hidroxilamina en 100 ml de agua.
- c). Solución de acetato de sodio pH 3.0: Mezclar 16.5 g de acetato de sodio trihidratado con 11.5 mL de ácido acético glacial y diluir a 100 mL.
- d). Solución patrón de hierro 100 ppm: Pesar 0.702 g de sulfato ferroso amoniacal ($FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ de peso fórmula 392.14 g) disolviéndolo en agua, adicionando aproximadamente 0.1 mol de ácido sulfúrico y diluyendo a 1000 ml .El ácido se agrega para evitar que precipite el óxido férrico, cuando la solución entra en contacto con el aire.
- e). Papel indicador de pH.

Procedimiento:

Elaboración de la curva de calibración:

- 1). A partir de la solución estándar se prepara por dilución con agua destilada una serie de soluciones tipos cuya concentración sea de 0,0.05,0.1,0.5,0.7 mg de Fe en 100 mL.
- 2). Una vez realizada la serie se tratará cada solución tipo con 2 mLde solución amortiguadora , 2 mL de solución reductora y 2 mL de solución 1-10 fenantrolina.
- 3). La muestra problema se prepara de la misma forma.

- 4). Después de agregar los reactivos se agitan todas las soluciones y se dejan reposar 10 minutos.
- 5). Se leen las absorbancias de todas las soluciones y la muestra problema a 516 nm.
 NOTA: Las soluciones con el color desarrollado son estables largo tiempo.
 Calcular la concentración del problema a partir de la curva de calibración y también utilizando en el equipo el modo de factor, introduciendo en el equipo el factor obtenido utilizando la ley de Beer a partir de los estándares preparados.
 Discutir las ventajas y desventajas de cada método.

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno del laboratorio y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica a fin de mantener la seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

Skoog, D.A., West, D.M.,Holler, F.J. & Crouch, S.R.. (2001). Química Analítica. México: McGraw Hill.

Skoog, D.A., Holler, F.J.& Crouch, S.R.. (2008). Principios de Análisis Instrumental. México: Cengage Learning.

Skoog, D.A., West, D.M.,Holler, F.J. & Crouch, S.R. Novena Edición. Fundamentos de Química Analítica.

https://www.academia.edu/34474929/Libro_Fundamentos_Analitica_Skoog_9ed

ESPECTROSCOPIA UV-VIS	
PRÁCTICA No. 4	DURACIÓN: 2 HORAS
DETERMINACIÓN SIMULTÁNEA DE MEZCLAS DE DOS COMPONENTES (BINARIAS)	

Objetivos:

- Comprobar experimentalmente la propiedad aditiva de la absorbancia en un sistema binario y su aplicación para el análisis de mezclas.
- Obtener los espectros de absorción de cada una de las sustancias en soluciones separadas.
- Obtener el espectro de una solución mezcla y comprobar la condición aditiva.
- Calcular la concentración de cada una de las especies en una solución problema.

Material:

- Vaso de precipitado de 250 ml
- Piceta
- Pipeta pasteur de plástico
- Celda de vidrio

Equipo:

- Un espectrofotómetro con rango de trabajo en UV-visible

Reactivos:

- KMnO_4 5×10^{-4} M
- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 5×10^{-4} M
- Agua destilada

Procedimiento:

- Obtener el espectro de absorción de las soluciones de KMnO_4 5×10^{-4} M y $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 5×10^{-4} M en el rango de 350-600 nm y determinar la λ máx para cada uno de los compuestos y se registran de la siguiente manera:
 λ máx $\text{KMnO}_4 = \lambda$ máx 1
 λ máx $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \lambda$ máx 2
- Se determina la absorbancia de una solución estándar de KMnO_4 5×10^{-4} M a λ máx 1 y λ máx 2 y se calcula el coeficiente de extinción (constante de absorptividad molar) a cada longitud de onda (aplicando la ecuación de Lambert- Beer).
- Se procede de la misma manera con una solución de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 5×10^{-4} M. y se calcula el coeficiente de extinción a cada longitud de onda (aplicando la ecuación de Lambert- Beer).
- A continuación se lee a las longitudes de onda ya mencionadas (λ máx 1 y λ máx 2) la solución problema y se anotan las absorbancias.

DATOS:

	λ máx 1	λ máx 2
KMnO_4 5×10^{-4} M	A:	A:

$K_2Cr_2O_7$ $5 \times 10^{-4} M$	A:	A:
PROBLEMA	A:	A:
	E λ máx 1	E λ máx 2
KMnO ₄		
K ₂ Cr ₂ O ₇		

- Con los datos y las lecturas obtenidas, se plantean y resuelven las ecuaciones simultáneas que deberán tener la siguiente forma:

$$A_p^{\lambda_{\max 1}} = E_{KMnO_4}^{\lambda_{\max 1}} l C_{KMnO_4} + E_{K_2Cr_2O_7}^{\lambda_{\max 1}} l C_{K_2Cr_2O_7}$$

$$A_p^{\lambda_{\max 2}} = E_{KMnO_4}^{\lambda_{\max 2}} l C_{KMnO_4} + E_{K_2Cr_2O_7}^{\lambda_{\max 2}} l C_{K_2Cr_2O_7}$$

Donde :

A_p es la absorbancia del problema

l = longitud de la celda en cm

C = concentración

RESULTADOS: Entregar :

- Los espectros de absorción indicando las λ máx
- Las ecuaciones simultáneas y las concentraciones de permanganato de potasio y dicromato de potasio de la muestra problema.

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno del laboratorio y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica a fin de mantener la seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

Flores, I. (1998). Manual de Prácticas de Laboratorio de Análisis Instrumental. 1998: Universidad Veracruzana.

Calvo, J. (1999). Manual de Prácticas de Química Analítica II. Laboratorio de Química Avanzada. UAM. Unidad Iztapalapa.

ESPECTROSCOPIA UV-VIS	
PRÁCTICA No. 5	DURACIÓN: 4 HORAS
IDENTIFICACIÓN DE SUSTANCIAS ORGÁNICAS POR EXAMEN ULTRAVIOLETA.	

Objetivo:

El alumno aprenderá a realizar un análisis cualitativo por espectrofotometría ultravioleta y visible.

Reactivos:

- Hexano, benceno, tolueno, etanol.
- Paracetamol.
- NaOH 0.1 N, HCl 0.1N.

Materiales y equipo:

- Celdas de cuarzo
- Pipeta pasteur con bulbo
- Espátula
- Espectrofotómetro uv-vis

Procedimiento:

a) Obtención del espectro UV de disolventes con electrones, sigma, pi y n.

- Seleccione un rango de longitud de onda de 200 a 400 nm en el espectrofotómetro UV disponible.
- Ajuste a cero con una celda vacía.
- Coloque unas gotas del disolvente por analizar y obtenga su espectro.
- Analice el espectro obtenido y explique teóricamente las bandas de absorción observadas, indicando el tipo de transiciones electrónicas que ocurren en cada disolvente.

b) Efecto del disolvente en el espectro ultravioleta del paracetamol

- Seleccione un rango de longitud de onda de 200 a 400 nm en el espectrofotómetro UV disponible.
- Ajuste a cero con una celda con NaOH 0.1N.
- Disuelva una pequeña cantidad de paracetamol en NaOH y obtenga su espectro.
- Repita el procedimiento pero empleando HCl 0.1N.
- El espectro de paracetamol en medio básico debe tener una banda de absorción máxima a 257nm y en medio ácido en 245 nm.
- Analice los espectros obtenidos y explique teóricamente la razón de los resultados.

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno del laboratorio y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica a fin de mantener la seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

Skoog D.,Holler, F., Nieman T. Principios de análisis instrumental. 6a. Ed. Madrid: McGraw-Hill, 2008

ESPECTROSCOPIA ATÓMICA	
PRÁCTICA No. 6	DURACIÓN: 4 HORAS
PRÁCTICA DEMOSTRATIVA DE ABSORCIÓN ATÓMICA EN VISITA ACADÉMICA	

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Tareas	1.6
Reporte de visita	5
Examen	3.4

Bibliografía:

Valls O. Espectroscopía infrarroja. Valls O & Castillo B. Técnicas instrumentales en Farmacia y Ciencias de la Salud. Colegio Nacional de Químicos Farmacéuticos Biólogos México, AC. (2002).

Skoog DA, Holler FJ & Crouch TA. (2011). Principios de Análisis Instrumental. 6ª Ed, CENGAGE Learning, México.

Bases de datos de la biblioteca virtual de la UV

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	
PRÁCTICA No. 7	DURACIÓN: 2 HORAS
MANEJO DEL ESPECTROFOTÓMETRO INFRARROJO	

Objetivo:

El alumno aprenderá el manejo de los espectrofotómetros infrarrojos 1310 y Spectrum Two.

Materiales:

Accesorios de proceso de muestras por espectroscopía infrarroja.

Procedimiento:

Instrucciones para el manejo

A) ESPECTROFOTÓMETRO DE INFRARROJO PERKIN ELMER MODELO 1310.

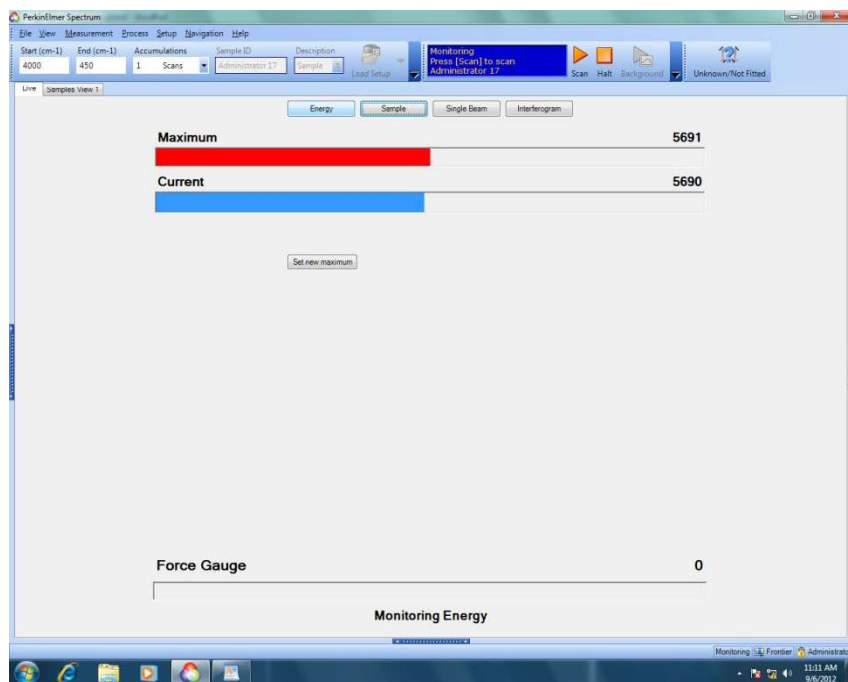
1. Presionar el botón Chart para ajustar el papel a 4000 cm^{-1} con las flechas \uparrow \downarrow
2. Presionar el botón de tiempo de corrida del espectro, hay dos opciones 3min o
3. 12 min.
4. Presionar el botón de expansión del espectro en el papel, hay dos opciones 1 (papel completo) o 0,5 (mitad del papel).
5. Presionar el botón Scan para empezar a correr el espectro, el número de onda empieza en 4000 cm^{-1} automáticamente.
6. Si se quiere parar la corrida del espectro antes de que termine se hace lo siguiente: Presionar Scan.
7. Presionar el botón Wave Number hasta 4000 cm^{-1} Presionar las flechas para ajustar el valor deseado.



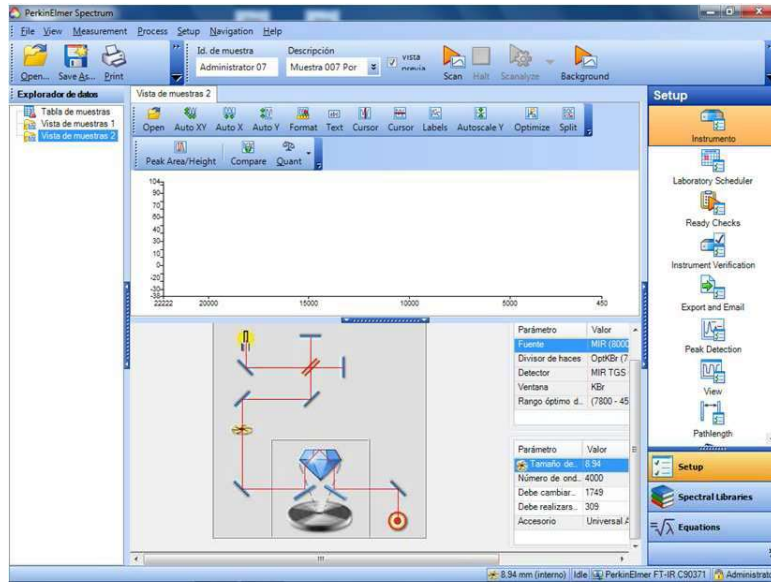
Figura: Espectrofotómetro de Infrarrojo Perkin Elmer Modelo 1310

B) ESPECTROFOTÓMETRO DE INFRARROJO PERKIN ELMER MODELO SPECTRUM TWO.

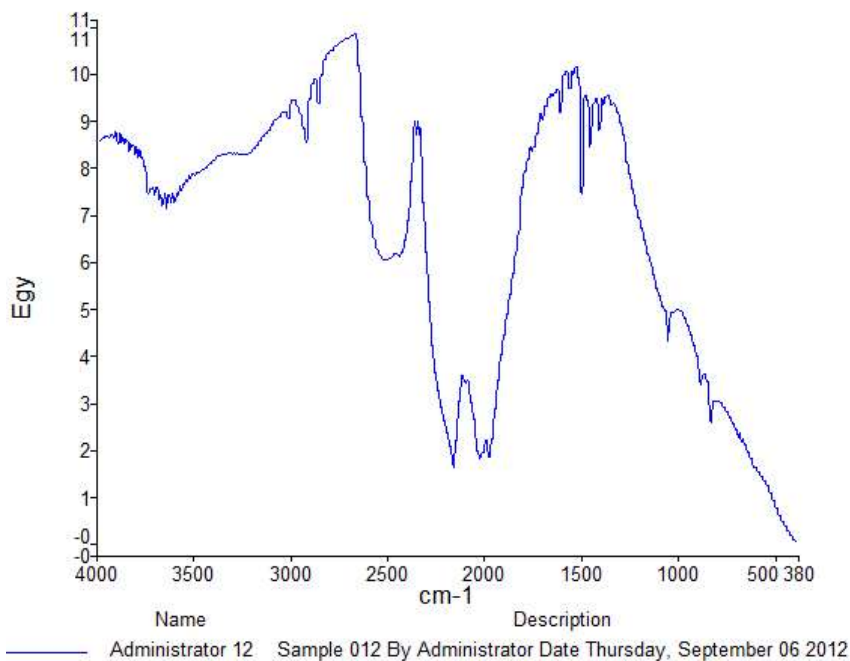
1. En Inicio doble click en el logo SPECTRUM
2. Ingresar clave de acceso: nombre de usuario (administrator) y password (administrator)
3. Verifique la energía dependiendo el accesorio (ATR O TRANSMITANCIA).
 - a. Ir a la pestaña de MEASUREMENT
 - b. Dar clic en MONITOR y
 - c. Realizar lectura de energía max y actual.
 - d. Finalmente se detiene en la tecla HALT
 - e. NOTA: VERIFICAR LA ENERGÍA CON Y SIN ACCESORIO.



4. Verificar en SETUP . INSTRUMENTO, en la pestaña Configurar ruta óptica del instrumento

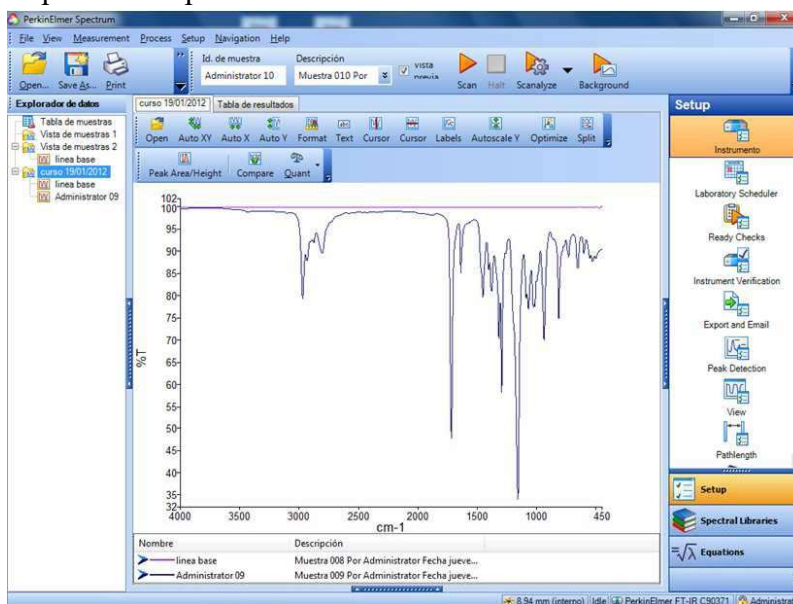


5. Checar las condiciones de humedad de equipo (debe estar en color verde). En la barra de menú en Measurement seleccionar Humidity Shield y registrar los valores en bitácora.
6. Si no se ha realizado el Background aparece la pantalla siguiente con los dos iconos de Scan y Background iguales. Se realiza el Background al iniciar la jornada y si fuera necesario entre lecturas de muestras, si las condiciones ambientales del laboratorio cambian.
 - a. NOTA: ES NECESARIO REALIZAR EL BACKGROUND SI SE CAMBIAN LAS CONDICIONES (NUMERO DE BARRIDOS, ACCESORIO O CONDICIONES AMBIENTALES).



7. Se obtiene la línea base del aire (ejercicio alternativo) realizando el background del aire y después se obtiene el espectro del mismo aire pero ahora como muestra. Si se marca la casilla Vista Previa, junto al icono Scan, se obtendrá el perfil del espectro de la muestra, con un segundo clic en el icono Scan, se registrará el espectro. En el modo de Vista Previa puede servir para verificar si está contaminado el accesorio.
8. Es posible organizar los espectros generados creando una carpeta desde la ventana Explorador de Datos.
 - a. Dando clic derecho en el mouse y renombrando la carpeta deseada.
 - b. Finalmente, se arrastran los espectros que se quieren organizar en la nueva carpeta.

NOTA. Las carpetas creadas, como se describió anteriormente, son virtuales, es decir, solo son visibles durante la sesión de trabajo.
9. Se empiezan a realizar las lecturas de las muestras, poniendo el ID DE MUESTRA y DESCRIPCIÓN después se coloca la muestra deseada y se selecciona el icono SCAN para generar el espectro completo.



- a.
 10. En la barra de menú, seleccionar VIEW desglosando opciones como las siguientes:
 - a. Adicionar texto
 - b. Adición de valores de las bandas (cm-1 o %T)
 - c. Propiedades de gráfico: podemos cambiar los colores de textos y líneas.
 - d. Ajuste automático de escalas
 - e. Se selecciona los valores de X y Y,
 - f. Los cursores verticales y horizontales para dar valores a las bandas manualmente.
 - g. Para optimizar las bandas a diferente %T
 11. De las opciones que se encuentran en el menú View (o en la barra de herramientas) está la opción Labels. Con esta opción, el programa etiqueta automáticamente los picos encontrados en el espectro. Las condiciones para etiquetar picos pueden

cambiarse desde el menú Setup, en la opción Peak Detection. NOTA: por lo general se manejan los valores de X (cm-1).

12. En el menú View esta la opción Text, aparecerá una ventana con el título Propiedades del texto, en donde se podrá dar una breve descripción de la muestra analizada.
13. De ser necesario se corrige la línea base de cada muestra desde la opción Baseline Correction, en el menú Process.
14. Puede usar el proceso Corrección de la línea de base para eliminar pendientes en la línea de base de los espectros. Las pendientes generalmente son causadas por la dispersión del haz infrarrojo de la muestra.
15. Es recomendable corregir la línea de base de un espectro de muestra antes de compararlo con los espectros de referencia o de medir las intensidades del pico.
16. Según se requiera se pueden realizar los siguientes procesos (manú Process):
 - a. Smooth. El Smooth es una forma de filtrado que reduce el ruido, pero además degrada la resolución del espectro a fin de ampliar sus características. Si utiliza un alto grado de Smooth, las bandas se ensanchan demasiado y se pierde la resolución. El Smooth no debe cambiar las áreas de bandas ni la posición de las bandas simétricas.
 - b. Arithmetic.
 - c. Baseline Correction.
 - d. Normalization. Utilice el comando de proceso Normalización para establecer un pico común en uno o más espectros al mismo límite de ordenada, lo que le permitirá comparar otros picos en estos espectros.
 - e. Para restar o sumar 2 muestras vamos al menú process se da clic en arithmetic se seleccionan los parámetros aritméticos y damos aceptar.
 - f. La imagen siguiente muestra como comparar dos muestras pulsando el icono de superposición.
17. Al final se retira la muestra y se limpia el material usado.

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno del laboratorio y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica a fin de mantener la seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

- Manual del espectrofotómetro infrarrojo Perkin Elmer 1310.
- Manual del espectrofotómetro infrarrojo Perkin Elmer Spectrum Two.

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	
PRÁCTICA No. 8	DURACIÓN: 2 HORAS
CALIBRACIÓN DEL ESPECTROFOTÓMETRO IR DISPERSIVO	

Objetivo:

El alumno aprenderá a calibrar un espectrofotómetro de luz infrarroja.

Materiales:

Película de poliestireno.

Procedimiento:

1. Obtenga el espectro de la película de poliestireno suministrada en el equipo.
2. Analice la posición de las bandas en el espectro obtenido, comprobando este con el de referencia (ver figura)
3. Determine si el equipo se encuentra en condiciones adecuadas para procesar una muestra. Considere los siguientes factores:
 - Resolución: Las bandas A y B deben aparecer al mismo nivel y resolución.
 - Posición de los números de onda: las bandas mostradas en la siguiente tabla deben aparecer en los números de onda indicados y no deben desviarse en una cantidad mayor a la tolerancia indicada.

BANDA No	NÚMERO DE ONDA	TOLERANCIA
1	3027	$\pm 6 \text{ cm}^{-1}$
2	2851	$\pm 6 \text{ cm}^{-1}$
3	1944	$\pm 3 \text{ cm}^{-1}$
4	1601	$\pm 3 \text{ cm}^{-1}$
5	1181	$\pm 3 \text{ cm}^{-1}$
6	1028	$\pm 3 \text{ cm}^{-1}$
7	907	$\pm 3 \text{ cm}^{-1}$
8	699	$\pm 3 \text{ cm}^{-1}$
9	540	$\pm 3 \text{ cm}^{-1}$

- Exactitud de la ordenada: Las bandas que aparecen entre 80% y 10% de transmitancia no deben variar más de 2% de la transmitancia entre prueba y prueba.
- Contorno general: El espectro de prueba debe tener la misma forma general y apariencia que la ilustrada en la figura.

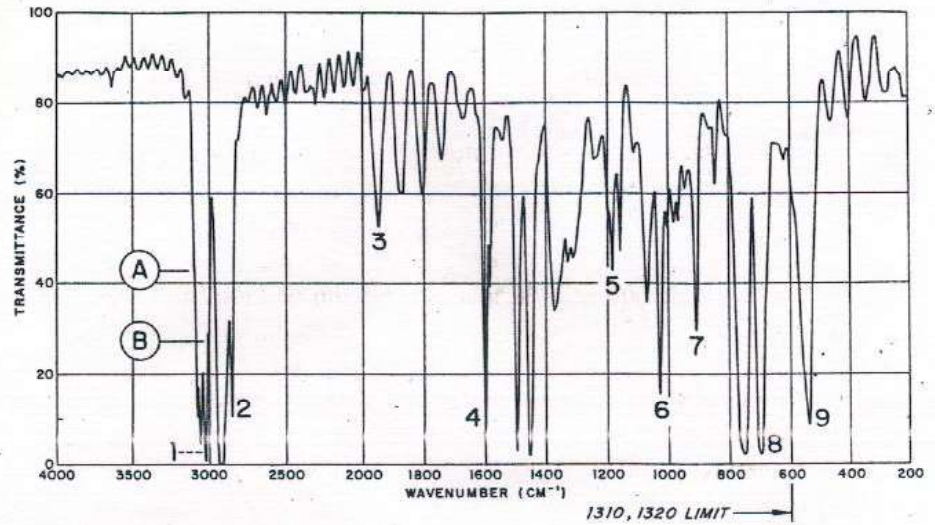


FIG. 23: ESPECTRO DE POLIESTIRENO

NOTA: Investigue la fórmula del poliestireno y justifique las bandas obtenidas en el espectro a partir de los grupos funcionales de la molécula.

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica a fin de mantener la seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

- Manual del espectrofotómetro 1310

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	
PRÁCTICA No. 9	DURACIÓN: 2 HORAS
ANÁLISIS DE MUESTRAS LÍQUIDAS (NUJOL Y FLUORUBE) Y DE UN SÓLIDO POR LA TÉCNICA EN SUSPENSIÓN	

Objetivo:

El alumno aprenderá a obtener espectros de muestras líquidas y de un sólido por la técnica en suspensión.

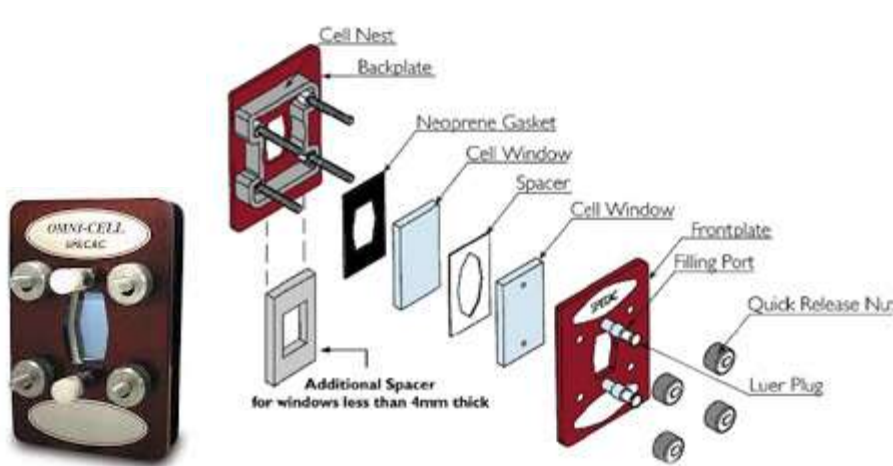
Materiales:

- Kit de manejo de muestra
- Nujol y Fluorube
- Benzocaína

Procedimiento:

a) Para el análisis de muestras líquidas.

- Verifique que las ventanas de KBr se encuentren en buenas condiciones.
- Deposite una gota de Nujol o Fluorube en una de las ventanas y cúbrala con otra celda como de indica en la figura.
- Coloque las ventanas en el portacelda metálico, cuidando que queden sujetadas correctamente.
- Obtenga el espectro de la muestra



b) Análisis de un sólido por la técnica en suspensión

- En el mortero se muele una pequeña cantidad de benzocaína (aproximadamente 2 mg) y se agrega nujol o fluorube hasta que adquiera una consistencia como de la vaselina y con un color ligeramente blanquesino.
- Coloque la suspensión entre 2 celdas de KBr.
- Obtenga el espectro

NOTA IMPORTANTE SOBRE EL USO DE LAS CELDAS PARA EL IR

Es indispensable tener presente que el mantenimiento de las placas de KBr y NaCl es vital para la obtención del espectro apropiado. Entre las particularidades de estas placas están su elevado costo, su fragilidad y su fácil deterioro. Para su empleo apropiado deben seguirse las siguientes instrucciones:

- Las placas deben limpiarse siempre antes y después de ser empleadas. Para ello se colocan sobre la mesa en un material seco, suave, liso y sin pelusas (por ejemplo, una servilleta seca y limpia). Encima se coloca la celda y se limpia con un pedazo de papel humedecido en un disolvente ej. cloroformo, frotándose con movimientos en forma de ocho sobre el material liso para que el desgaste de la celda sea uniforme. Se realiza este procedimiento por ambas caras de la placa, la cual debe quedar limpia y transparente.
- Al terminar cada sesión de IR, las placas deben ser limpiadas exhaustivamente. Si es necesario se usa un pedazo de papel con disolvente y un material de pulido como pasta de dientes o limpiador de metales. Las placas se deslizan con movimientos en forma de ocho de manera que la limpieza sea homogénea. Los restos de la pasta limpiadora se limpian con un disolvente ej. cloroformo, frotando las placas en una servilleta limpia y seca sobre una superficie plana. Las placas deben guardarse en su caja dentro de un desecador.
- Es importante que el disolvente empleado en la limpieza de las celdas esté libre de agua, así como evitar el contacto de las placas con todo aquello que contenga humedad.
- No debe olvidar colocar los separadores de goma entre la parte metálica del portamuestras y las placas.
- La presión sobre las placas de vidrio debe ser suave y uniforme tanto para limpiarlas como para ajustar los tornillos del portamuestras, de lo contrario las placas pueden fracturarse.
- Para cerrar apropiadamente el portamuestras para líquidos, se colocan los tornillos en su posición y se ajustan de manera alternada hasta que las placas no se muevan. No ajuste demasiado los tornillos.
- Si no tiene claro cómo usar o limpiar las placas o se presenta algún inconveniente llame al preparador o al profesor.

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno del laboratorio y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica a fin de mantener la seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

Manual del espectrofotómetro 1310

Valls O. Espectroscopía infrarroja. Valls O & Castillo B. Técnicas instrumentales en Farmacia y Ciencias de la Salud. Colegio Nacional de Químicos Farmacéuticos Biólogos México, AC. (2002).

Rubinson K. & Rubinson, J. (2001). Análisis Instrumental. Madrid: Prentice hall.

Skoog DA, Holler FJ & Crouch TA. (2011). Principios de Análisis Instrumental. 6ª Ed, CENGAGE Learning, México.

Harris, D.. (1992). Análisis Químico Cuantitativo. México: Grupo Editorial Iberoamericana, S.A.

Lide, D.R. & Frederikse, H.P.R.. (1994). CRC Handbook of Chemistry and Physics. BocaRaton, Fla: CRC Press.

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	
PRÁCTICA No. 10	DURACIÓN: 2 HORAS
ANÁLISIS DE UN SÓLIDO CON LA TÉCNICA EN PASTILLA Y PELÍCULA	

Objetivo:

- El alumno analizará una muestra sólida elaborando una pastilla de bromuro de potasio (KBr).
- El alumno aprenderá a obtener espectros en la región IR empleando películas.

Duración:

2 horas.

Materiales:

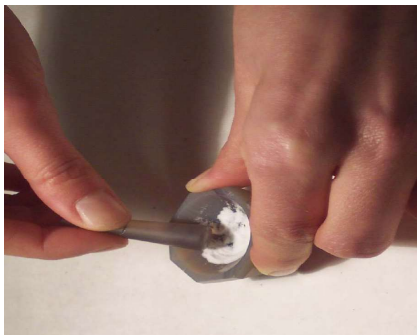
- Tubo de ensaye.
- Pipeta pasteur.
- Benzocaína.
- Cloroformo.
- Prensa hidráulica 25000 lb/plg.
- Dado (nota: mantener en desecador, evitar el contacto con corrosivos, cuidar de no rallar el acabado espejo).
- Bomba de vacío (para eliminar humedad y aire en el dado).
- KBr.
 - Grado espectroscópico.
 - Pureza 99.5%.
 - Humedad máxima de 0.5% (almacenar en desecador).
 - Molienda 100 a 200 mallas.
 - Ser prensable.



Procedimiento:

- a) Análisis de un sólido por la técnica en pastilla

- a. .Pesar la cantidad de muestra requerida, colocarla en el mortero de ágata y molerla, el tamaño de las partículas debe ser fino para disminuir la dispersión del haz.



- b. Adicionar el KBr y mezclar con el pistilo (sin triturar). La mezcla deberá ser homogénea y de poca humedad.
c. Trasferir la mezcla al dado en donde se procura que quede uniforme.



- d. Conectar la bomba de vacío al adaptador (a 2 mm de Hg) y mantenerlo durante medio a 5 min. Un bombeo prolongado ayuda a eliminar la humedad.



- e. Prensar la mezcla durante un minuto a 18 a 20,000 lb/plg².



- f. Quitar el vacío y colocar la pastilla en el portapastilla, para obtener el espectro.

Notas importantes:

- La concentración de la muestra en el KBr puede ser de 0.1 a 0.5 %. Generalmente la mezcla de 3 mg de muestra en 100 a 200 mg de KBr es adecuada. Si el espectro presenta bandas pequeñas, incrementar el grosor de la pastilla con el uso de cantidades mas grandes de la mezcla, esto es mejor que aumentar la concentración. Si las bandas son demasiado grandes, seccionar la tableta y a una porción de esta adicionar más KBr. No intentar preparar una tableta adicionando más polvo o mezcla, esto no es conveniente, pulverice la tableta y vuelva a presionar.
- El dado y el mortero se pueden limpiar con cloroformo o acetona, NO lavar con agua y jabón.
- En caso de no obtener una pastilla adecuada consulte la siguiente tabla:

FALLA	CAUSA	REMEDIO
Poca visibilidad de objetos distantes	Impurezas del KBr	Usar KBr puro
Apariencia irregular del KBr	Humedad o agregado	Secar el polvo y mezclar bien
Disco con manchas blancas	Gránulos de muestra	Moler bien
Apariencia de nubes	Humedad	Mas tiempo de vacío o secar la muestra
Discos opacos	Presión insuficiente o no homogénea	Moler la pastilla. Presionar más. Distribuir la mezcla.
Disco transparente y después opaco	Vacío defectuoso	Prolongar el vacío
Área nublada al centro	Caras de pernos rayadas	Cambiar los pernos o repulir

b) Análisis de un sólido por la técnica en película

- Coloque una pequeña cantidad de benzocaína en un tubo de ensaye y agregue unas gotas de cloroformo.
- Deposite unas gotas de la mezcla en una celda de KBr.
- Evapore el cloroformo a sequedad.
- Obtenga el espectro IR

Nota: En caso de que la película quede blanca y no deje pasar la luz, repita el procedimiento con menos muestra. En caso de que los picos sean de poca intensidad, concentrar la mezcla y agregar algunas gotas a la celda.

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
------------------------	-----------------

Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno del laboratorio y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica a fin de mantener la seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

- <http://www.ugr.es/~mclopezm/PDF/P4.pdf>
- Manual del espectrofotómetro 1310
- Valls O. Espectroscopía infrarroja. Valls O & Castillo B. Técnicas instrumentales en Farmacia y Ciencias de la Salud. Colegio Nacional de Químicos Farmacéuticos Biólogos México, AC. (2002).
- Skoog DA, Holler FJ & Crouch TA. (2011). Principios de Análisis Instrumental. 6ª Ed, CENGAGE Learning, México.
- Lide, D.R. & Frederikse, H.P.R.. (1994). CRC Handbook of Chemistry and Physics. BocaRaton, Fla: CRC Press.

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	
PRÁCTICA No. 11	DURACIÓN: 4 HORAS
ANÁLISIS CUANTITATIVO POR IR.	

Objetivo:

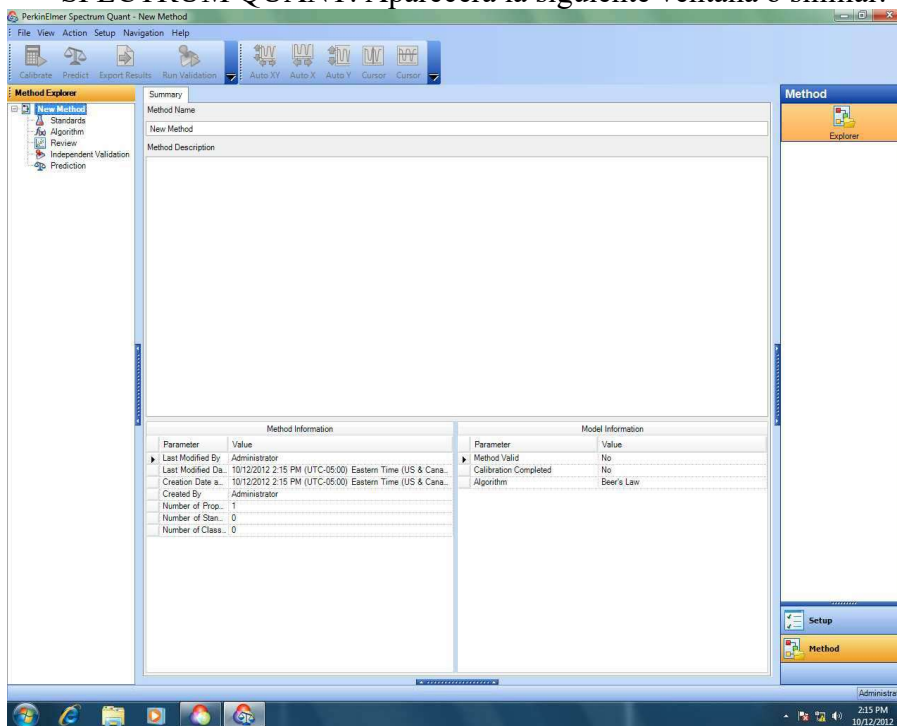
El alumno aprenderá a realizar un análisis cuantitativo por espectrofotometría infrarroja.

Materiales:

Kit de manejo de muestras por IR.

Procedimiento:

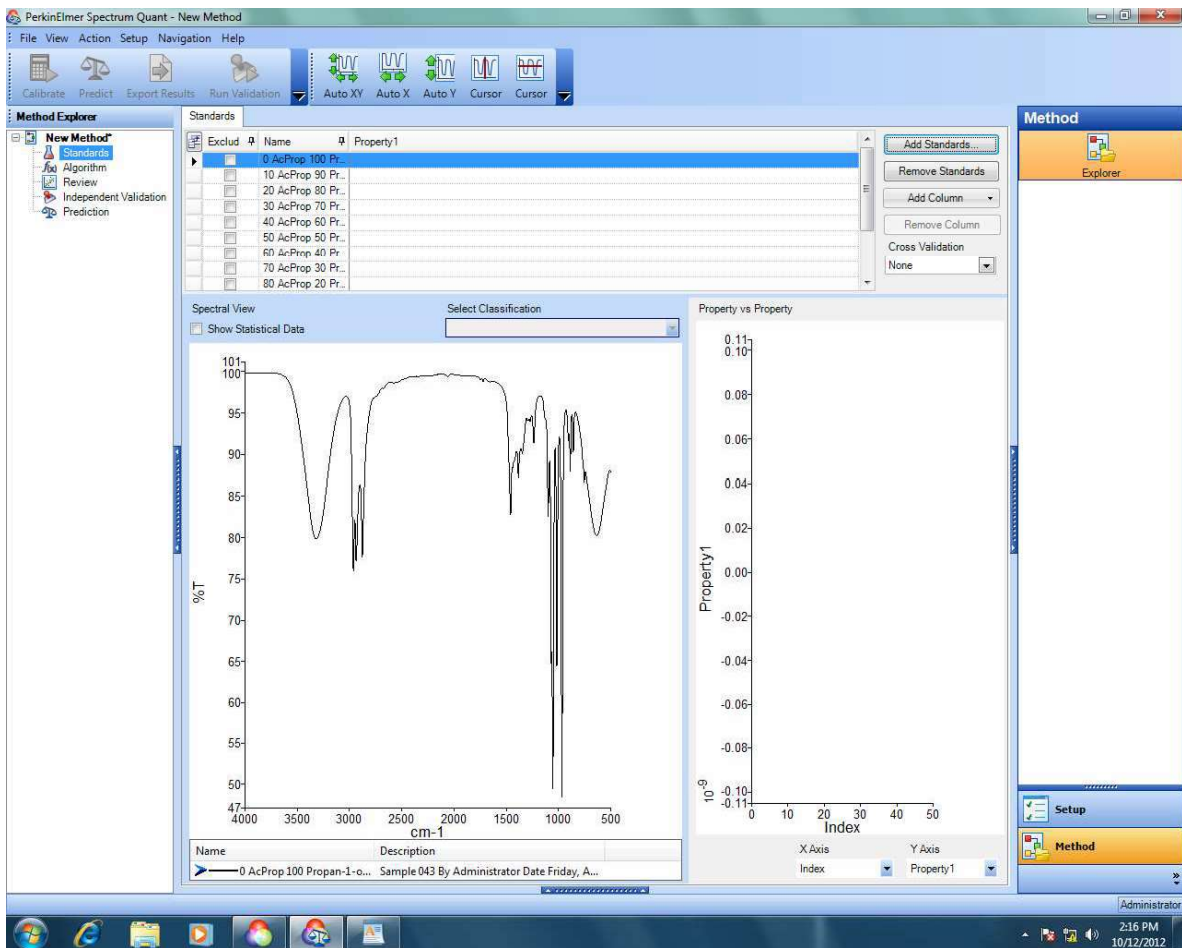
1. Preparar los estándares con los que se construirá la curva de calibración. Cada uno de los estándares se consideraran como muestras independientes, es decir, se obtendrá el espectro de cada uno mediante el programa SPECTRUM, tal como se hace con cualquier muestra.
2. Ya que se tiene el espectro de cada estándar, abrimos el programa SPECTRUM QUANT. Aparecerá la siguiente ventana o similar.



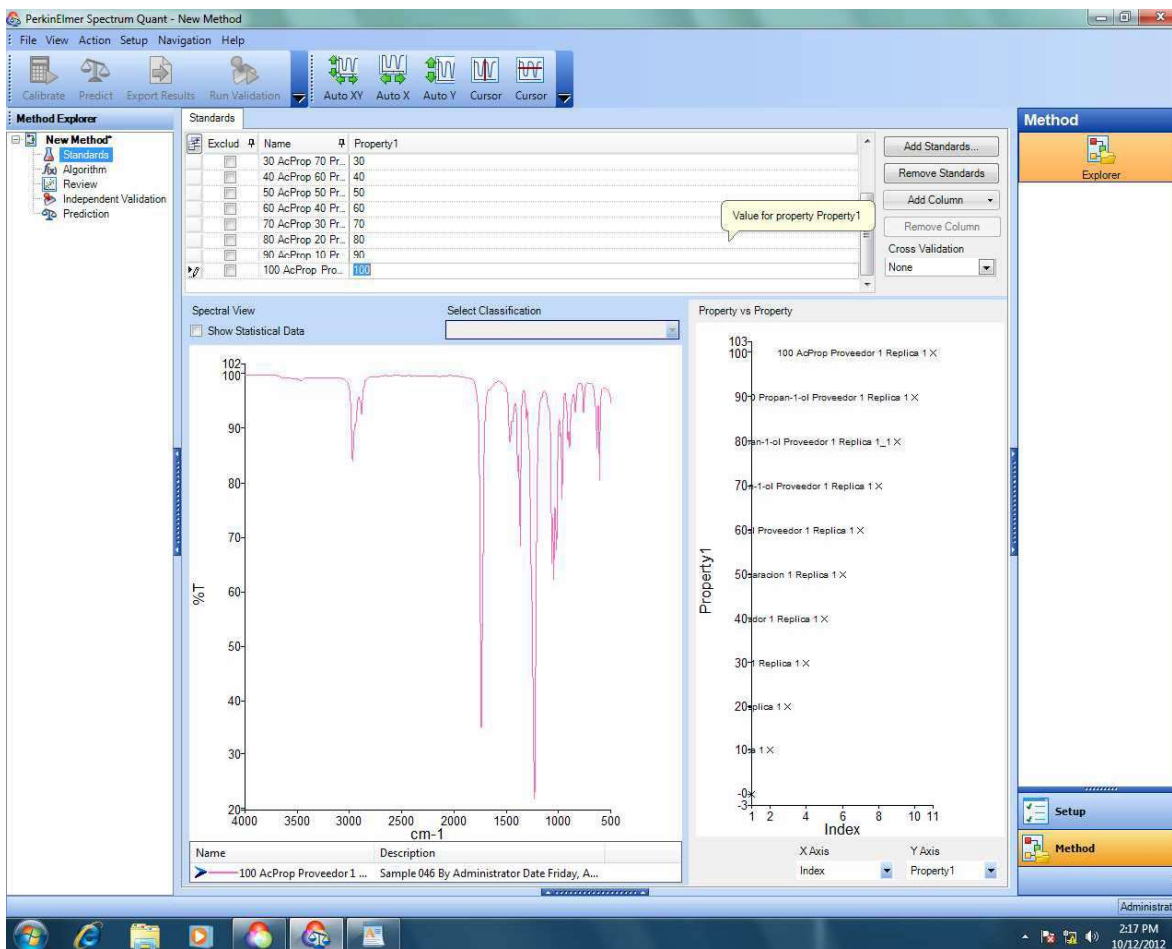
El panel de la izquierda es el que se utilizará para la configuración del método para cuantificación. En el renglón donde dice “New Method”, le asignamos un nombre al método. Acepta nombres largos y con espacios.

3. Seleccionar “Standards”. En la parte central de la ventana que apareció se habilitarán los espectros de los estándares que, previamente, se obtuvieron los espectros. Para esto, se debe seleccionar “Add Standards”. Se abrirá una nueva ventana, la cual servirá para seleccionar los archivos de los espectros

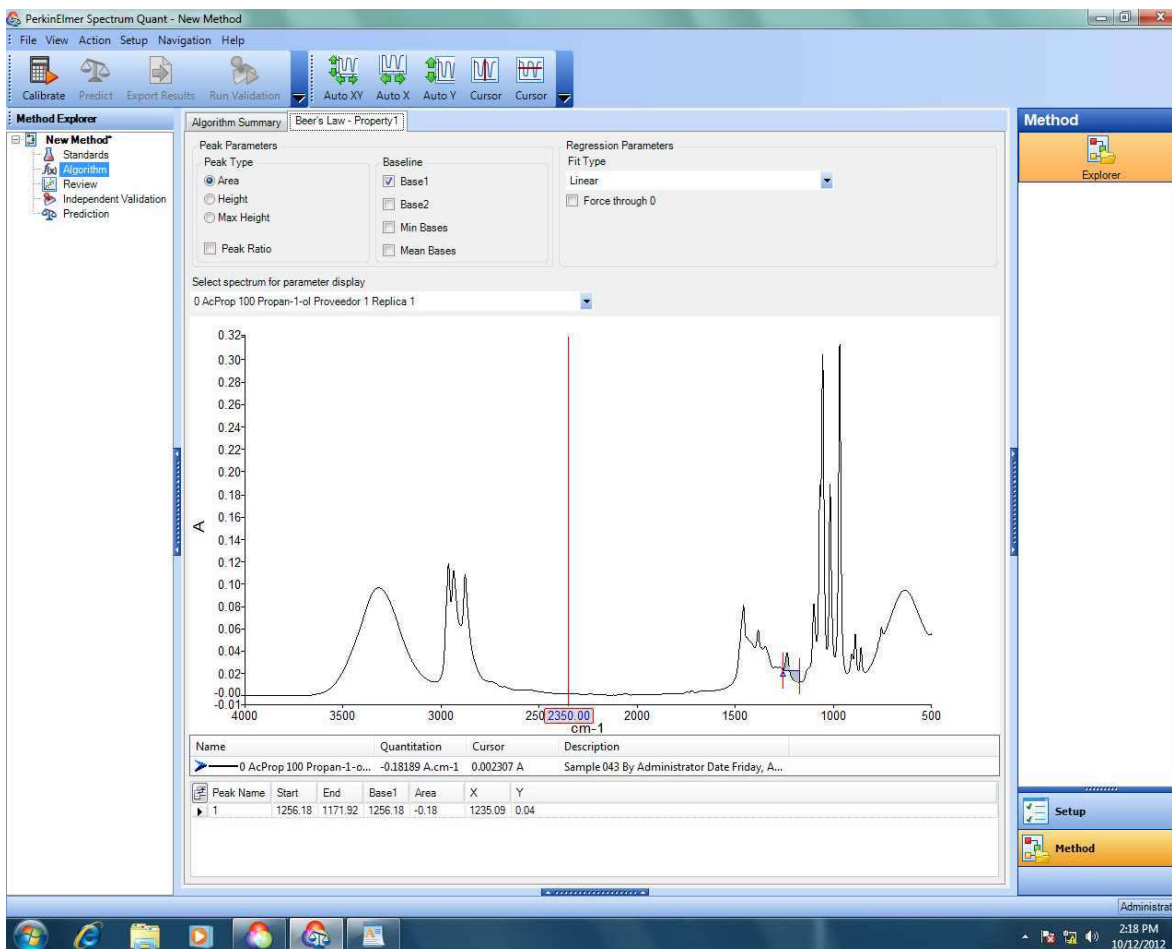
de los estándares. Después seleccionar “Abrir”. Si todo se hizo correctamente, aparecerá el listado de los estándares y su correspondiente espectro. Tal como se observa en la imagen de abajo.



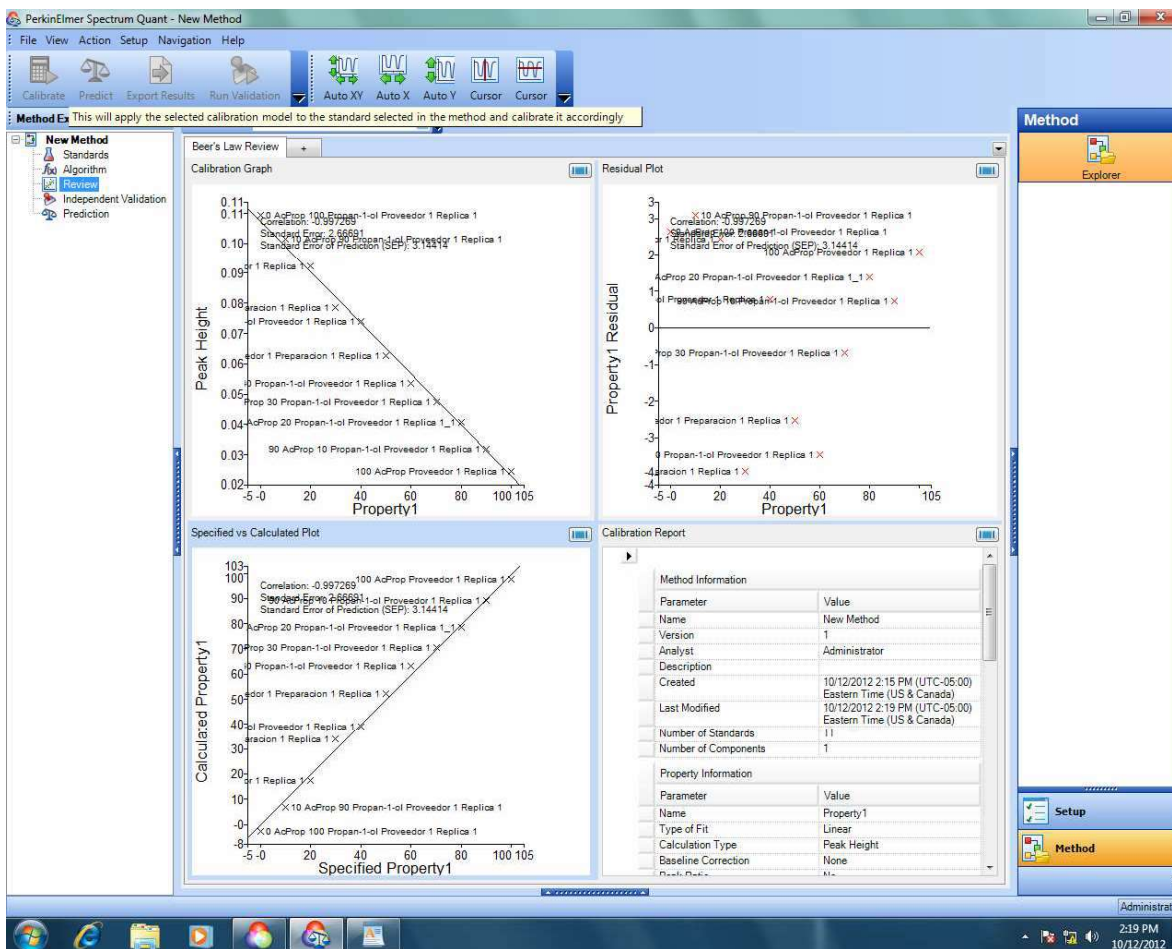
4. Colocar el cursor en el título de la columna “Property” y, con el botón secundario, seleccionar “Rename Property”. Esto se hará con el objetivo de asignarle el nombre a la propiedad que se cuantificará y asignarle las unidades. Seleccionar Ok. En esa misma columna se especificara para cada estándar su correspondiente concentración, tal como se muestra. Automáticamente el programa considerará cada estándar para la curva de calibración.



5. Seleccionar "Algorithm", en el panel de la izquierda. Aparecerá una ventana con dos pestañas. Una de ellas tendrá como nombre la propiedad que especificamos en la ventana "Standards". En la ventana "Algorithm" se especificaran las condiciones para elaborar la curva de calibración tales como: banda de cuantificación y corrección de línea base (esta última, en caso de ser necesario). Primero se especificará el modo de cuantificación: área o altura. Después, arrastrar el cursor vertical (línea roja vertical) hacia la banda con la que se vaya a cuantificar y colocarlo en la posición del pico. Luego, hacer doble clic sobre el cursor para que el programa lo identifique como la banda de cuantificación. Simultáneamente, en la tabla inferior al espectro aparecerá la posición de cada extremo de la banda.

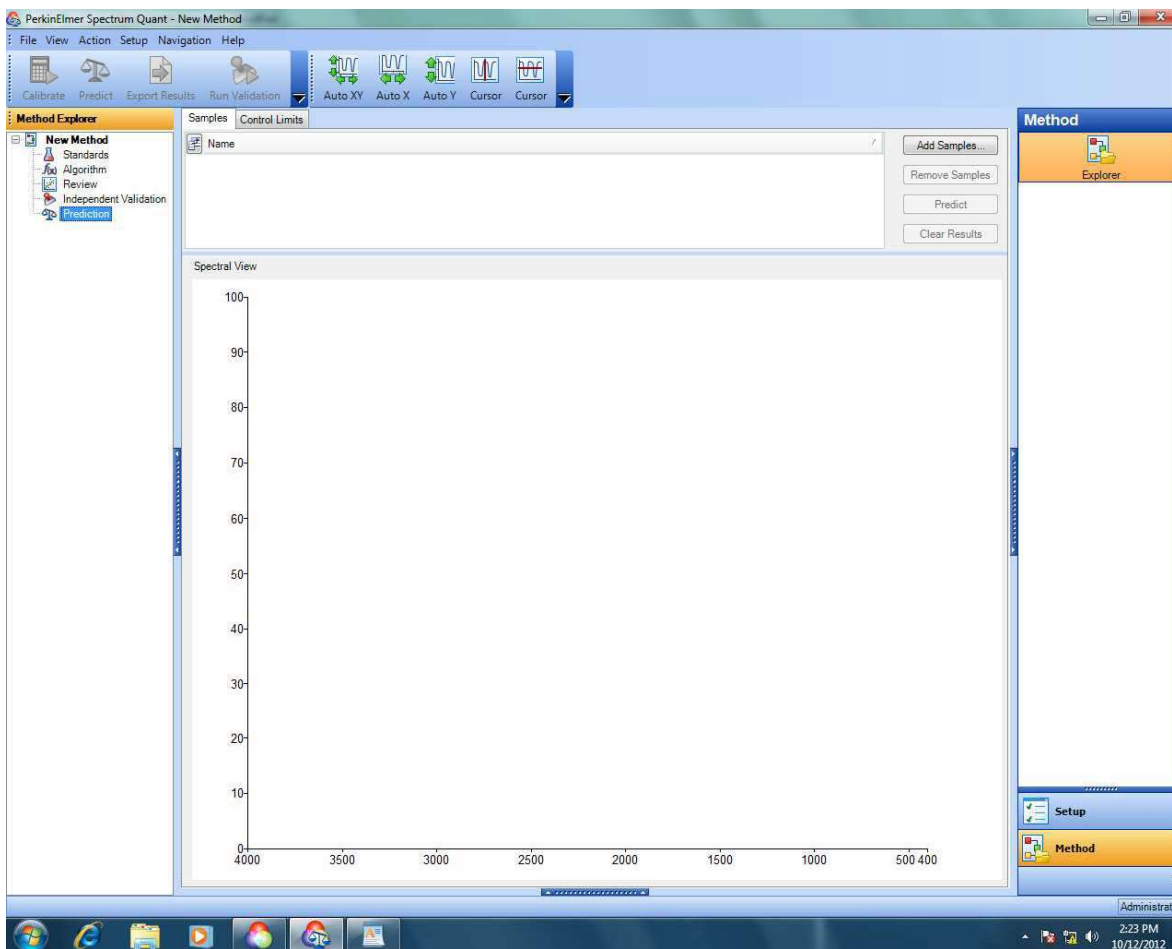


- Ya que se hicieron todas las especificaciones anteriores, seleccionar el icono "Calculate" que está en la esquina superior izquierda. Inmediatamente aparecerá la ventana que se muestra abajo.



Cada una de las ventanas proporciona información específica y son el resultado de la calibración en base a los estándares y las especificaciones dadas. Cada una de las gráficas puede maximizarse seleccionando el recuadro azul que está en la esquina superior derecha de cada gráfica, y se minimiza de igual forma. En el último recuadro aparece la tabla de resumen. En ella se especifican el nombre de la propiedad, # de estándares, ecuación de la curva y sus constantes así como los valores teóricos y calculados de la concentración de los estándares.

7. Para determinar la concentración de X número de muestras es necesario que obtengan el espectro de las mismas mediante el programa Spectrum. Después, en el panel de la izquierda se selecciona "Predict" y se abrirá la siguiente ventana.



8. En esta nueva ventana se selecciona “Add samples...” y se abre el espectro de las muestras a las que se desee calcular la concentración mediante el método creado. Finalmente, se selecciona la opción “Predict”, localizada en la ventana central debajo de la opción “Add samples...”.

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno del laboratorio y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica a fin de mantener la seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

- <https://law.resource.org/pub/ec/ibr/ec.nte.2322.2002.pdf> CERVEZA
- Manual del espectrofotómetro 1310
- Valls O. Espectroscopía infrarroja. Valls O & Castillo B. Técnicas instrumentales en Farmacia y Ciencias de la Salud. Colegio Nacional de Químicos Farmacéuticos Biólogos México, AC. (2002).
- Rubinson K. & Rubinson, J. (2001). Análisis Instrumental. Madrid: Prentice hall.
- Skoog DA, Holler FJ & Crouch TA. (2011). Principios de Análisis Instrumental. 6ª Ed, CENGAGE Learning, México.
- Lide, D.R. & Frederikse, H.P.R.. (1994). CRC Handbook of Chemistry and Physics. BocaRaton, Fla: CRC Press.
- Bases de datos de la biblioteca virtual de la UV.

RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR	
PRÁCTICA No. 12	DURACIÓN: 4 HORAS
PRÁCTICA DEMOSTRATIVA EN VISITA ACADÉMICA	

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Tareas	1.6
Reporte de visita	5
Examen	3.4

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Bibliografía:

1. Pedro Joseph Nathan, Eduardo Díaz Torres. Introducción a la Resonancia Magnética Nuclear, Limusa-Wiley, 1970.
2. Luis Espinoza Catalán. Introducción a la Resonancia Magnética Nuclear del Alta Resolución 1D y 2D. Universidad Federico Santa María, 2004
3. Gerge C. Levy, Gordon L. Nelson. Resonancia Magnética Nuclear de Carbono-13 para Químicos Orgánicos. Editor: Bellaterra, 1976. ISBN: 8472900150, 9788472900158
4. V. Gómez Gil. Aplicación de la resonancia magnética nuclear al análisis cuantitativo de agua pesada. Editor: Junta de Energía Nuclear, 1975
5. Günther, H.: NMR Spectroscopy: Basic Principles, Concepts, and Applications in Chemistry. 3a Edición, Wiley-VCH, 2013. ISBN: 9783527330003.
6. Sanders, J. K. M. y Hunter B. K.: Modern NMR Spectroscopy. 2a Edición, Oxford University Press, 1993. ISBN: 9780198558125.
7. Charles P. Poole, Horacio A. Farach. Teoría de la resonancia magnética 1976 Editorial reverté, S.A.
8. Pretsch, E.; Bühlmann, P.; Affolter, C.; Herrera, A.; Martínez, R.: Determinación estructural de compuestos orgánicos (Libro + CD-ROM). Ed. Masson, 2002, (2005 reimpresión). ISBN: 9788445812150
9. Claridge, T. D. W.: High-Resolution NMR Techniques in Organic Chemistry, 2a Edición, Elsevier Science, 2009. ISBN: 9780080548180

CROMATOGRAFÍA	
PRÁCTICA No. 13	DURACIÓN: 6 HORAS
MANEJO DEL CGL Y ANÁLISIS CUALITATIVO.	

Objetivo general:

El alumno aprenderá el manejo de un cromatógrafo gas líquido, mediante la realización de un análisis cualitativo.

Objetivos Específicos:

- a) El alumno se familiarizará con la instrumentación de la CGL y la operación del equipo.
- b) El alumno realizará un análisis cualitativo de un compuesto desconocido.
- c) El alumno medirá los parámetros fundamentales de los métodos cromatográficos.

Materiales:

- Jeringa para inyección en el CGL
- Disolventes
- Paracetamol
- Nitrógeno, aire e hidrógeno, grado cromatográfico

Procedimiento:

a) Manejo del CGL Perkin Elmer Autosystem.

- Localice y observe los componentes del sistema: cilindros de gas, reguladores de presión, válvulas de control de flujo, interruptores de corriente, inyector, horno, columna, detector y en el software las ventanas de control de temperatura del detector e inyector, observe también el registrador o integrador de datos.
- Con la ayuda del instructor encienda el equipo y observe la estabilidad de la línea base.
- Complete la siguiente hoja de trabajo.

<u>EQUIPO</u>	MARCA _____	MODELO _____
	DETECTOR _____	
<u>COLUMNA</u>	MATERIAL _____	LONGITUD _____
	DIÁMETRO _____	TEMP. MAX. _____
	FASE ESTACIONARIA _____	GROSOR _____

CONDICIONES DE OPERACIÓN

LECTURAS DE REGULADORES
PRESIÓN DE GAS DE ARRASTRE
TEMPERATURA DEL INYECTOR
TEMPERATURA DE LA COLUMNA
TEMPERATURA DEL DETECTOR
ATENUACIÓN

NOTA: ANOTE LAS INDICACIONES DADAS POR EL INSTRUCTOR:

- Haga un diagrama del sistema cromatográfico e investigue la función de cada componente.

b) Análisis cualitativo.

- Ajuste las condiciones del sistema cromatográfico a los valores que indica el instructor.
- Inyecte 1 µL de la muestra problema y obtenga un cromatograma con los picos bien resueltos y dentro de la escala.
- Bajo las mismas condiciones inyecte 1 µL de las soluciones patrón (estándares de identidad conocida).
- Determine los tiempos de retención de los picos más importantes de la muestra problema y de los patrones de referencia.
- Identifique los componentes de la mezcla.

c) Parámetros fundamentales de los métodos cromatográficos.

- Inyecte 1 µL de la muestra de la muestra.
- Repita la inyección 5 veces.
- Complete los siguientes datos:

CROMATOGRAMA	TR	Wb	ÁREA	ALTURA	N	H Altura equivalente a un plato teórico
MEDIA						
DESVIACIÓN ESTÁNDAR						
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %						

$$N = 16(TR/Wb)^2$$

$$H = L/N$$

Donde:**TR= Tiempo de retención****Wb= Ancho de base****L= Longitud de la columna****N= Número de platos teóricos****Mecanismo de evaluación:**

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno del laboratorio y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica a fin de mantener la seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

1. Douglas A. Skoog, F. James Holler, Timothy A. Nieman. Principios de Análisis Instrumental. Edición: 5, ilustrada, reimpresión, Editor: McGraw-Hill, 2000. ISBN: 8448127757, 9788448127756.
2. Lucas Hernández, Claudio González Pérez. Introducción al Análisis Instrumental. Editor: Grupo Planeta (GBS), 2002. ISBN: 8434480433, 9788434480438.
3. A. Braithwaite, J.F. Smith. Chromatographic Methods. Editor: Springer Netherlands, 1995. ISBN: 0751401587, 9780751401585.
4. E. KATZ. Quantitative Analysis Using Chromatographic Techniques. Editor: CBS Publishers & Distributors, 2009. ISBN: 812651972X, 9788126519729.

5. R. Grob, E. Barry. Modern Practice of Gas Chromatography. 4th Ed. John Wiley, New York, 2004.

CROMATOGRAFÍA	
PRÁCTICA No. 14	DURACIÓN: 2 HORAS
PRÁCTICA DEMOSTRATIVA ACOPLAMIENTO GASES-MASAS EN VISITA ACADÉMICA.	

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Tareas	1.6
Reporte de visita	5
Examen	3.4

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Bibliografía:

1. Tania Portolés Nicolau. Uso de Técnicas Avanzadas Cromatografía de Gases/Espectrometría de Masas con analizadores de triple cuadrupolo y tiempo de vuelo en análisis medioambiental y biológico. Editor: Universitat Jaume I, Departament de Química Física i Analítica, 2010.
2. T. A. Lee. A Beginner's Guide to Mass Spectral Interpretation. John Wiley & Sons, Inc., New York, 1998.
3. F. G. Kitson, B. S. Larsen, C. N. McEwen. Gas Chromatography and Mass Spectrometry. A Practical Guide. Academic Press, San Diego, California, USA, 1996.
4. H.-J. Hübschmann. Handbook of GC/MS. Fundamentals and Applications. 2d Ed. WILEY-VCH, Weinheim, 2009.
5. W. L. Budde. Analytical Mass Spectrometry. Strategies for Environmental and Related Applications. Oxford University press, ACS, Washington, D.C., 2001.
6. R. P. Adams. Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry. 4th Ed., Allured Publishing, Carol Stream, IL, USA, 2007.

CROMATOGRAFÍA	
PRÁCTICA No. 15	DURACIÓN: 6 HORAS
ANÁLISIS CUALITATIVO DE UN COMPUESTO ORGÁNICO POR HPLC	

Objetivo: .Estudiar el efecto de la modificación de algunos parámetros cromatográficos en una separación por cromatografía de líquidos, utilizando un simulador

Materiales y equipo:

- Equipo de cómputo con acceso a internet .

Procedimiento:

- El alumno deberá investigar previamente la información que indica el ejercicio.
- El ejercicio se llevará a cabo en el centro de cómputo de la facultad.

Explorar los efectos de la estructura del soluto y fase móvil orgánica en la retención y resolución.

- 1) Investigue las fórmulas estructurales de los siguientes compuestos

Acetofenona
Benzofenona
Butilparabeno
Propiofenona
Etilparabeno
Propilparabeno
Ketoprofeno
Fenoprofeno.
Ibuprofeno

- 2) Investigue la definición de tiempo de retención y resolución en cromatografía.

- 2) Basado en sus estructuras, predecir su orden de retención de menos a más retenidos en RPLC (cromatografía líquida en fase reversa)

Escriba aquí su predicción:

En primer lugar a eluir:

El último a eluir: _____

- 3) Abrir el simulador (<http://www.hplcsimulator.org/>)

4) Confirmar que la velocidad de flujo de fase móvil esté a 2,0 ml/min y la temperatura está en 25 °C.

- Fijar el disolvente metanol al 50%.
- Quitar todos los compuestos que se encuentren en la lista bajo el cromatograma.
- Agregar _____ a la lista en una concentración de 50 μ molar.
- Anote su tiempo de retención: ____
- Anote el tiempo vacío: ____
- Escriba la ecuación para el factor de retención aquí: _____
- Calcular el factor de retención del _____: ____
- Comparar con el que figura en la tabla en el cromatograma. ¿conducen? ____

Ahora agregue todos los otros compuestos anteriores, uno a la vez, *registrando el factor de retención para cada a medida que los agrega*. Mantenga una tabla clara y organizada de ellos, incluyendo el _____ en su libreta.

5) Ahora cambie el solvente a 50% de acetonitrilo. Registre los factores de retención para cada uno de ellos en la tabla en tu cuaderno.

6) Explicar por qué los picos se hacen más cortos en la medida que son más retenidos, aunque todos los solutos participaron con la misma concentración. Observe que esto es cierto en ambas fases móviles.

¿7) Al inspeccionar los factores de retención que usted registró, cuál fase móvil es más fuerte (es decir, hace que los solutos eluyan más rápido), metanol o acetonitrilo?

8) Anteriormente hemos hablado acerca de una fase móvil con 50% metanol o acetonitrilo de 50%. ¿Cuál es el otro componente en estas fases móviles? _____

Efecto de modificador % de fase móvil en la retención y la resolución

- 1) Eliminar todos los solutos de la lista compuesto.
- 2) Fijar el caudal a 1,00 mL/min.
- 3) Seleccione el metanol como el modificador de la fase móvil y póngala al 95% (es decir, 5% de agua).
- 4) Ajuste la temperatura a 25 °C.
- 5) Dibujar las estructuras de _____ y _____ en el espacio de abajo:

6) Añadir _____ y _____ a la lista de compuestos, ambos a 30 uM.

7) Anote el tiempo de retención de ambas especies:

También anote el tiempo vacío: _____ tenga en cuenta que no hay mucha retención de cualquier compuesto.

8) Utilice la barra deslizante de modificador orgánico para agregar más agua a la fase móvil (es decir, disminuir el % de metanol). Sigue aumentando el porcentaje de agua hasta que los solutos estén resueltos en la línea base.

Anote lo siguiente;

% de metanol: ___ por ciento de agua: ___

Tiempo de retención y factor de retención del _____

Tiempo de retención y factor de retención de _____

9) Calcular la resolución, R_s para los dos compuestos _____

10) Ahora cambiar el modificador a 95% de acetonitrilo.

11) Anotar el tiempo de retención de ambas especies:

También anote el tiempo vacío: ___ tenga en cuenta que no hay mucha retención de cualquier compuesto.

12) Utilice la barra deslizante de modificador orgánico para agregar más agua a la fase móvil (es decir, disminuir el % acetonitrilo). Siga aumentando el porcentaje de agua hasta que los solutos estén resueltos en su línea base

Nota siguiente;

Acetonitrilo %: ___ por ciento del agua: ___

Tiempo de retención y factor de retención de: _____

Tiempo de retención y factor de retención de : _____

13) Calcular la resolución, R_s para los dos compuestos _____

14) Comparando los resultados de metanol y acetonitrilo, si usted estuviera trabajando en un laboratorio en el que tuviera que cuantificar _____ y _____ en cientos de muestras día tras día, cuáles de las composiciones finales que registró anteriormente para MeOH y ACN usted utilizaría? Explique su elección:

Resultados :

Entregar resuelta la hoja de ejercicios.

Mecanismo de evaluación:

Criterio de evaluación	Valor en puntos
Observación de las actividades realizadas por el alumno de acuerdo a rúbrica de evaluación	4
Tareas	1
Reporte de práctica	3
Examen	2

Rúbricas de evaluación en los anexos 2 y 3, guía de examen en el anexo 4.

Medidas de seguridad y salud ocupacional:

- El alumno deberá consultar el reglamento interno del laboratorio y las hojas de seguridad de los reactivos utilizados durante la práctica a fin de mantener la seguridad y salud en la utilización de productos químicos y el manejo responsable de instrumentos.

Disposición de residuos:

- El alumno deberá obtener información previa de las características de los residuos a fin de separarlos y desecharlos correctamente, de acuerdo con la normatividad vigente. Como documentos de apoyo, consultar el anexo 5 de esta guía y el plan de manejo de residuos de la Facultad de Química Farmacéutica Biológica.

Bibliografía:

- <http://www.hplcsimulator.org>
- Cunico, R., Gooding K. y Wehr T. (1998). Basic HPLC and CE of Biomolecules. Library of Congress Preassigned Card Number Data. U.S.A.

Evaluación del desempeño

Evidencia (s) de desempeño	Criterios de desempeño	Ámbito(s) de aplicación	Porcentaje
Observación de las actividades realizadas por el alumno	Cumplimiento de las reglas de trabajo y de seguridad. Preguntas elaboradas por el profesor en el curso de la práctica. Desempeño individual y en equipo a través de un registro en una guía	Laboratorio	40%
Tareas	Resolución acertada de problemas Elaboración de resúmenes o cuadros sinópticos que demuestren la comprensión adecuada de reportes o textos técnicos. Puntualidad en la entrega	Laboratorio	10%
Reportes	Observancia de los requisitos establecidos para su elaboración. Orden Claridad Limpieza Puntualidad en la entrega	Laboratorio	30%
Examen teórico y/o teórico práctico	Resolución acertada de reactivos y/o de problemas prácticos en el laboratorio	Laboratorio/aula	20%
TOTAL			100%

ANEXOS

Anexo 1 INSTRUCCIONES DE OPERACIÓN DE LOS DIFERENTES ESPECTROFOTÓMETROS ULTRAVIOLETA DEL LABORATORIO DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL.

INSTRUCCIONES DE OPERACIÓN DEL ESPECTROFOTÓMETRO UNICO

1. PREPARACIÓN E INICIALIZACIÓN

- Encender el espectrofotómetro oprimiendo el switch de encendido en la parte posterior del instrumento. El instrumento automáticamente corre el chequeo de autoinicialización. La pantalla despliega secuencialmente el estatus del chequeo:

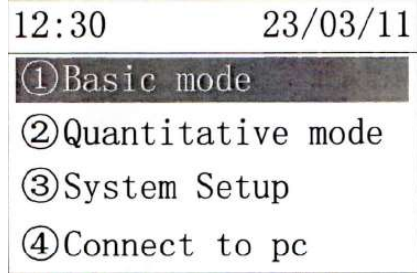
```
Initializing
Booting System:
Check clock .....
UNICO Instrument Ltd.
```

```
Initializing
Booting System:
Check colck ..... ✓
Locating filter...
UNICO Instrument Ltd.
```

```
Initializing 15:00
Booting System:
Locating filter... ✓
Warm up 15 min...
Press ESC to skip...
```

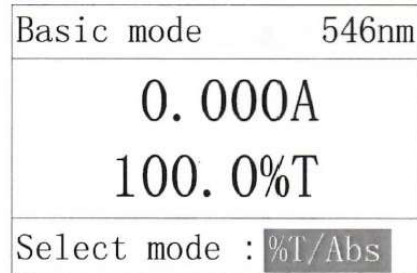
```
Initializing
Booting System:
Warm up 15 min... ✓
System calibration.
Please Select : No
```

- Después de 15 minutos de calentamiento, seleccione NO y el instrumento usará la calibración guardada previamente y la pantalla se moverá al menú principal y estará listo para su uso y se muestra de la siguiente manera:

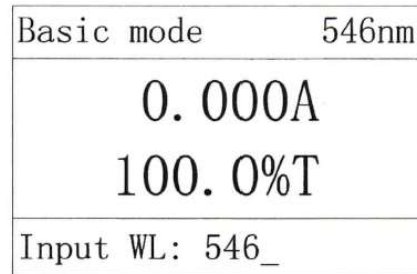


- **MODO BÁSICO:**

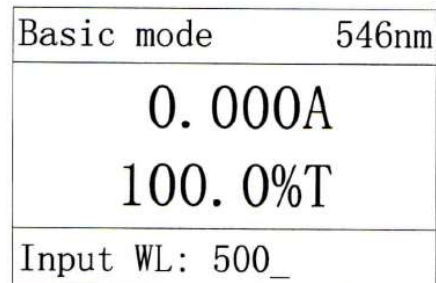
- Ubicarse en la línea de Basic Mode usando la tecla de flecha y presionar ENTER para seleccionar Basic Mode.
- Usar la tecla MODE para seleccionar el modo de trabajo: %T/Abs.



- Para refijar la longitud de onda, presionar SET λ , la pantalla mostrará el valor actual :



- Ingresar el valor deseado. La pantalla se muestra de la siguiente manera:



- Presionar la tecla **ENTER** para confirmar. El instrumento irá de la longitud de onda previa a la longitud de onda deseada y automáticamente llevará a 0 de Abs. Está listo para usarse.

Basic mode	500nm
0.000A	
100.0%T	

INSTRUCCIONES DE USO DEL ESPECTROFOTÓMETRO UV-VIS GENESYS 10

1. CONECTAR EL REGULADOR.
2. ENCENDER EL INSTRUMENTO OPRIMIENDO EL INTERRUPTOR DE ENCENDIDO EN LA PARTE INFERIOR POSTERIOR IZQUIERDA(I=ENCENDIDO O=APAGADO)



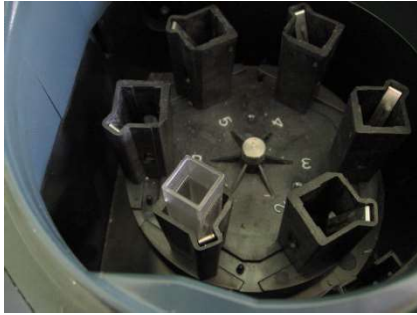
1. LA SECUENCIA DE ENCENDIDO APARECERÁ EN LA PANTALLA Y EL INSTRUMENTO REALIZARÁ LOS AUTODIAGNÓSTICOS, PROCESO QUE DURA APROXIMADAMENTE 5 MINUTOS. CUANDO LA SECUENCIA DE ENCENDIDO SE HAYA COMPLETADO, EL INSTRUMENTO ESTÁ LISTO PARA SU USO. LA LÁMPARA DE XENÓN DEL GENESYS 10-UV NO REQUIERE CALENTAMIENTO PREVIO.
3. ELEGIR EL MODO DE TRABAJO: ABSORBANCIA, TRANSMITANCIA, CONCENTRACIÓN O FACTOR, EN “CAMBIAR MODO”



4. PULSE **AJUSTAR NM** O CUALQUIER TECLA NUMÉRICA PARA PROGRAMAR LA LONGITUD DE ONDA. EN EL TECLADO INTRODUZCA EL VALOR DESEADO



5. COLOQUE EL **BLANCO** EN EL PORTACELDAS. ASEGÚRESE DE COLOCAR EL BLANCO EN LA POSICIÓN B.
6. PULSE **MEDIR BLANCO** PARA MEDIR EL BLANCO. CUANDO EL INSTRUMENTO TERMINE DE MEDIRLO, EL MENSAJE DESAPARECE.
7. SI EL INSTRUMENTO ESTÁ EQUIPADO CON EL PORTACELDAS DE 6-POSICIONES, COLOQUE LA MUESTRA DESCONOCIDA QUE QUIERE MEDIR EN UNA DE LAS POSICIONES Y PRESIONE EL BOTÓN A LA POSICIÓN CORRESPONDIENTE PARA MOVER EL PORTACELDAS A DICHA POSICIÓN.LA MEDIDA DE ABSORBANCIA (ABS) O TRANSMITANCIA(%T) APARECE EN LA PANTALLA. (YA NO SE PULSA NINGUNA TECLA)



(a)

(b)



(c)

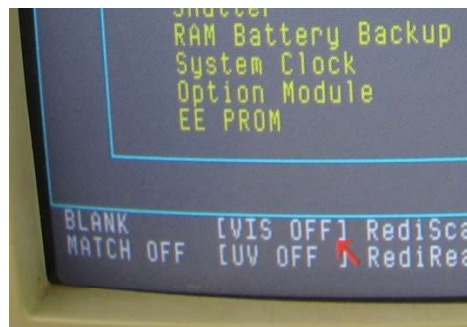
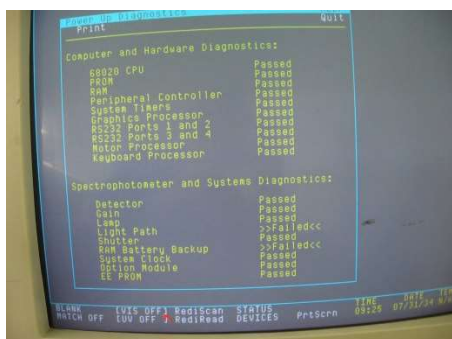


INSTRUCTIVO DE USO DEL ESPECTROFOTÓMETRO UV-VIS BECKMAN D-7500

1. CONECTAR EL REGULADOR.
2. ENCENDER EL INSTRUMENTO. EL BOTÓN DE ENCENDIDO SE ENCUENTRA EN LA PARTE POSTERIOR INFERIOR DERECHA



3. ESPERAR A OIR TRES CLICK ANTES DE ENCENDER EL MONITOR.
4. ENCENDER EL MONITOR.
5. ELEGIR LA LÁMPARA A UTILIZAR, ENCENDIÉNDOLA EN LA BARRA INFERIOR. DEJAR LA LÁMPARA EN CALENTAMIENTO MÍNIMO 15 MINUTOS ANTES EMPEZAR EL ANÁLISIS.



6. CERRAR EL CUADRO DE DIÁLOGO QUE SE MUESTRA AL INICIO
7. DEPENDIENDO DEL ANÁLISIS A REALIZAR PUEDE ELEGIR LAS SIGUIENTES OPCIONES:
 - I. ABRIR READI READ EN LA BARRA INFERIOR SI VA A TRABAJAR A UNA LONGITUD DE ONDA FIJA.
 - II. ABRIR READI SCAN EN LA BARRA INFERIOR SI DESEA OBTENER EL ESPECTRO UV-VIS
 - III. ABRIR FIXED WAVELENGTH SI REQUIERE MÁS DE UNA LONGITUD DE ONDA



8. USO DE READI READ:

- I. DAR CLICK EN LA LONGITUD DE ONDA QUE APARECE Y MARCAR EN EL TECLADO LA LONGITUD DE ONDA DE TRABAJO. DAR OK.



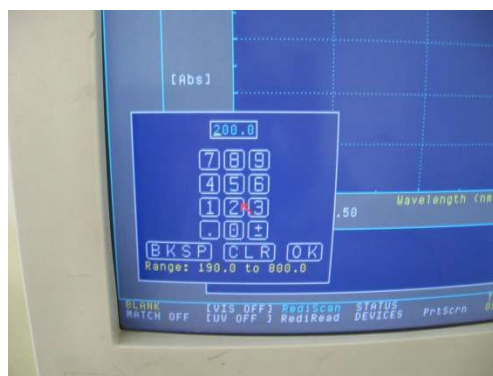
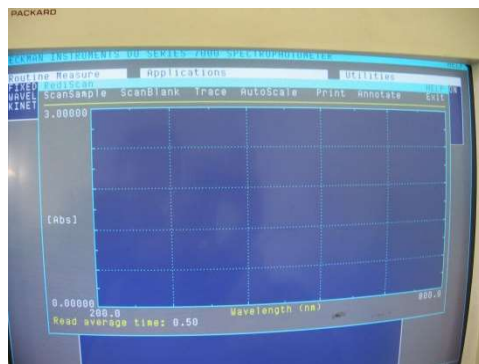
- II. ELEGIR MODO DE LECTURA: ABSORBANCIA O TRANSMITANCIA
- III. ELEGIR LA CELDA A UTILIZAR, LLENARLA CON EL BLANCO, LIMPIARLA CON PAPEL SUAVE, COLOCARLA EN EL PORTACELDA (PAREDES OPACAS HACIA EL USUARIO).
- IV. CLICK EN READ BLANK DEL CUADRO DE DIÁLOGO DE READY READ.



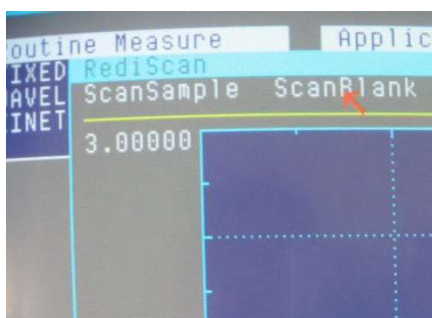
- V. LLENAR LA CELDA CON LA DISOLUCIÓN PARA ANÁLISIS, COLOCARLA EN EL PORTACELDA Y DAR CLICK EN **READ SAMPLE**, PARTE SUPERIOR DEL CUADRO DE DIÁLOGO.
 - VI. CONTINUAR LAS LECTURAS, QUE SE IRÁN DESPLEGANDO EN LA PANTALLA.
 - VII. PARA TERMINAR CERRAR EL CUADRO DE READI READ, DANDO CLICK EN **EXIT**.
- ## 9. PARA APAGAR EL INSTRUMENTO:
- I. APAGAR LA(S) LÁMPARA(S) DANDO CLICK EN LA BARRA CORRESPONDIENTE.
 - II. APAGAR EL MONITOR.
 - III. APAGAR EL INSTRUMENTO CON EL BOTÓN POSTERIOR.
 - IV. DESCONECTAR EL REGULADOR.

10. USO DE READI SCAN

- I. ABRIR READI SCAN . EL EJE HORIZONTAL MUESTRA LOS DOS EXTREMOS DE LONGITUDES DE ONDA ENTRE LAS CUALES SE PUEDE HACER EL BARRIDO. SI SE DESEA CAMBIAR ESTOS VALORES DAR CLICK EN CADA EXTREMO Y EN EL TECLADO QUE APARECE EN PANTALLA MARCAR LOS VALORES QUE SE DESEAN. CERRAR EL TECLADO.



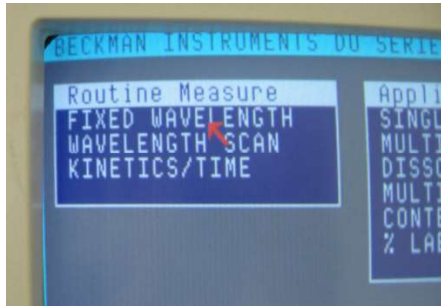
- II. ELEGIR LA CELDA A UTILIZAR, LLENARLA CON EL BLANCO, LIMPIARLA CON PAPEL SUAVE, COLOCARLA EN EL PORTACELDA (PAREDES OPACAS HACIA EL USUARIO).
- III. LEER EL BLANCO DANDO CLICK EN SCANBLANK EN LA BARRA SUPERIOR.



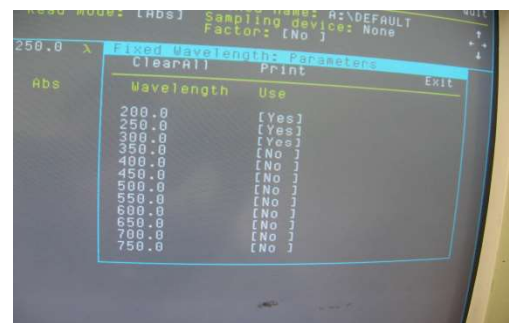
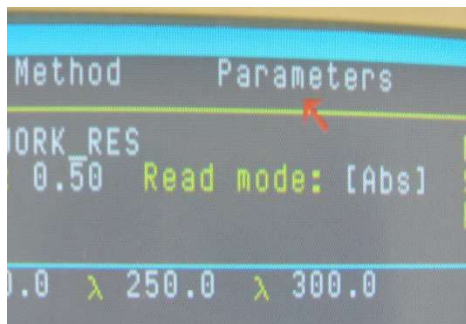
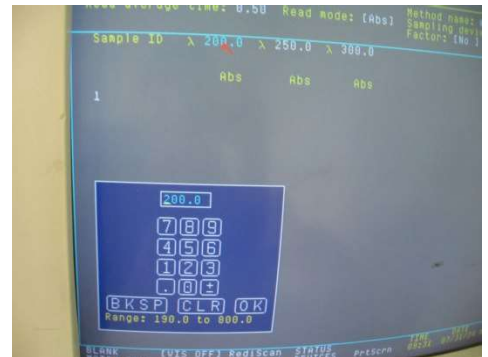
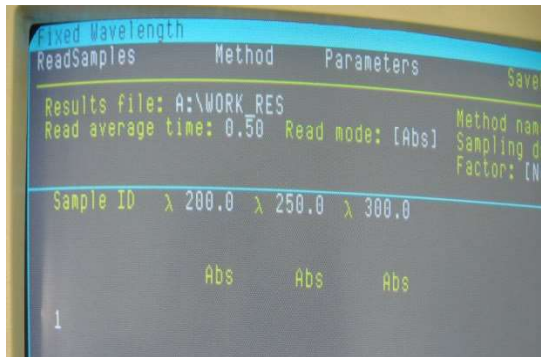
- IV. LLENAR LA CELDA CON LA DISOLUCIÓN PARA ANÁLISIS, COLOCARLA EN EL PORTACELDA Y DAR CLICK EN SCAN SAMPLE EN LA BARRA SUPERIOR.
- V. SE OBTIENE EL ESPECTRO DE ABSORCIÓN. PREGUNTAR A LA COORDINADORA DE LABORATORIO SI SE DESEA IMPRIMIR.

11. USO DE FIXED WAVELENGTH

- I. ABRIR FIXED WAVELENGTH EN EL CUADRO SUPERIOR IZQUIERDO DE OPCIONES QUE APARECE EN LA PANTALLA DE INICIO.



- II. LA PANTALLA MUESTRA EN FORMA HORIZONTAL VARIAS LONGITUDES DE ONDA. YA SEA QUE SE REQUIERA TRABAJAR CON UNA LONGITUD DE ONDA O CON VARIAS SE PUEDEN CAMBIAR LOS VALORES DANDO CLICK DIRECTAMENTE EN LAS LONGITUDES QUE APARECEN Y SE ABRE EL TECLADO PARA CAMBIAR DICHOS VALORES. OTRA FORMA ES DAR CLICK EN **PARAMETERS** Y SE DESPLIEGA UN CUADRO DE DIÁLOGO DONDE DANDO CLICK EN (YES) O (NOT) DE LA COLUMNA DERECHA SE PUEDEN ELEGIR NUEVAS LONGITUDES DE ONDA O ELIMINAR LAS QUE NO SE VAYAN A USAR.SALIR CON QUIT.



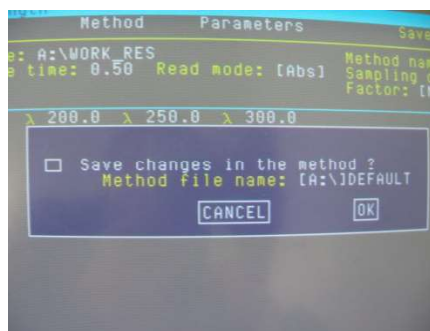
- I. ELEGIR LA CELDA A UTILIZAR, LLENARLA CON EL BLANCO, LIMPIARLA CON PAPEL SUAVE, COLOCARLA EN EL PORTACELDA (PAREDES OPACAS HACIA EL USUARIO).
- II. LEER EL BLANCO DANDO CLICK EN BLANK EN LA BARRA INFERIOR DE LA PANTALLA.



- III. LLENAR LA CELDA CON LA DISOLUCIÓN PARA ANÁLISIS, COLOCARLA EN EL PORTACELDA Y DAR CLICK EN READ SAMPLE EN LA BARRA SUPERIOR. CONTINUAR CON LAS LECTURAS



- IV. PARA SALIR, DAR CLICK EN **QUIT**(EXTREMO SUPERIOR DERECHO) APARECE UN CUADRO DE DIÁLOGO, **NO MARCAR** NADA EN EL PEQUEÑO CUADRO DE LA IZQUIERDA. DAR CLICK EN OK Y SALIR.



- V. APAGAR EL INSTRUMENTO CON LAS INSTRUCCIONES DADAS ANTERIORMENTE.

Anexo 2 RÚBRICA DE EVALUACION DE LAS ACTIVIDADES REALIZADAS EN EL LABORATORIO.

Nombre:				
Equipo:				
Práctica	1	2	3	4
1.- Usa la bata de manera adecuada (Cerrada, con botones, manga larga, etc.), realizando la práctica de manera segura empleando el equipo de protección personal				
2.- Se organiza para disponer de todo el material indicado por el profesor y mantiene ordenado su espacio de trabajo.				
3.- Etiqueta el material a usar.				
4.- Usa correctamente equipo, materiales y reactivos.				
5.- Aplica los fundamentos en la toma de decisiones.				
6.-Integra los conocimientos de experiencias educativas en el laboratorio.				
7.-Registra las actividades realizadas en la bitácora, con su observaciones, cálculos, resultados.				
8.-En la práctica de laboratorio muestra actitudes de disponibilidad de trabajo en equipo, compromiso, tolerancia, responsabilidad y autonomía.				
9.-Dispone adecuadamente los residuos generados.				
10.-Al terminar la práctica ordena y limpia el material y área empleada.				

Anexo 3: RÚBRICA DE EVALUACIÓN DE LOS REPORTES.

Nombre:				
Equipo:				
Práctica	1	2	3	4
1.-Puntualidad en la entrega.				
2.- El reporte está completo con el título, objetivos, fundamento, material, cálculos, observaciones, resultados, discusión y conclusión, bibliografía.				
3.- El fundamento es acorde con el objetivo y resultados de la práctica.				
4.- En las observaciones se registran todas las actividades realizadas.				
5.- Los resultados son correctos acordes a lo que se esperaba, incluyendo las tablas, graficas o resultados de los cálculos.				
6.- Explica en la discusión los resultados, aplicando los fundamentos de la práctica.				
7.- La conclusión es acorde a los objetivos y a los resultados.				
8.- La bibliografía esta en formato APA y está actualizada.				
9.- La redacción es clara, sin errores ortográficos y en el orden indicado.				

Anexo 4: GUÍA DE EXAMEN.

1. Explique el fundamento del método instrumental empleado.
2. Tipos de instrumentos.
3. Esquema de los componentes del instrumento y su función.
4. Indique como se realiza el análisis cualitativo.
5. Indique como se hace un análisis cuantitativo.
6. Mencione cuales son las ventajas del método instrumental empleado.
7. Indique cuales son las desventajas del método instrumental empleado.
8. Explique cuales son las aplicaciones del método.
9. Escriba la secuencia de manejo del instrumento.
10. Explique que cuidados deben tenerse durante el uso del instrumento.

ANEXO 5: REGLAMENTACIÓN-SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

SEGURIDAD:

- NOM-018-STPS-2015.- Sistema armonizado para la identificación y comunicación de peligros y riesgos por sustancias químicas peligrosas en los centros de trabajo.
- NOM-005-STPS-1998.- Condiciones para el manejo, transporte y almacenamiento de sustancias químicas peligrosas.
- NOM-010-STPS-1999.- Condiciones de seguridad en higiene en los centros de trabajo donde se manejen, procesen, o almacenen sustancias químicas capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral.
- NOM-017-STPS-2001.- Selección, uso y manejo de equipo de protección personal en los centros de trabajo.
- NMX-S-039-SCFI-2000.- Guantes de protección contra sustancias químicas. Especificaciones y métodos de prueba.

ECOLOGÍA:

- NOM-052-SEMARNAT-2005.- Establece las características de los residuos peligrosos, el listado de estos y los límites que hacen peligroso a un residuo por su toxicidad al ambiente.
- NOM-054-SEMARNAT-1993.- Establece el procedimiento para determinar la incompatibilidad entre dos o más residuos considerados como peligrosos por la NOM-052-SEMARNAT-1993.