

Diseño de la asignatura electiva Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos enfocada al programa de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander

Andrea Carolina Hernández López y Jorge Arturo Martínez Ortega

Trabajo de Grado para optar por el título de Ingeniero Químico

Director

Diana Paola Duarte Duarte

Doctora en Ingeniería Química

Codirectores

Fernando Viejo Abrante

Dr. Ciencia y Tecnología de Materiales

Keith Sthefany Durán Argüello

Ingeniera Química

Universidad Industrial de Santander
Facultad de Ingenierías Físico-químicas
Escuela de Ingeniería Química
Bucaramanga

2020

Dedicatoria

A Dios por guiarme en cada paso que doy, por acompañarme y darme sabiduría, por ser ese padre que ilumina mi camino para hacer lo correcto y nunca rendirme. A ti amado mío te doy la gloria y te dedico mis logros.

A mi mamá por ser el pilar de mi vida, por creer en mí y darme su amor y apoyo incondicional. Gracias por desvelarte conmigo, por cuidarme cuando me enfermo, por estar en todo momento a mi lado. Te amo y me siento muy bendecida por ser tu hija.

A mi nonita Gloria, por ser mi segunda mamá. Gracias por todo el amor que me has brindado, por enseñarnos a perdonar y a cuidar a quienes amamos.

A mi núcleo familiar por brindarme su amor, apoyo económico, consejos, comprensión y sus oraciones.

A Gabriel, Nicolás y Valeria por inspirarme y motivarme a ser un ejemplo para ustedes. Gracias a Dios por permitirme conocer a cada persona que se ha cruzado en mi camino porque una propósitos y de cada uno he aprendido a crecer como persona.

A Camila, David, Paola, Laura y Amaury por su apoyo en la realización de este trabajo y su amistad sin condición.

-Andrea Hernández López

*En primer lugar, agradecer a Dios por darme la aptitud y serenidad necesaria para
afrontar este reto.*

*A mi madre Cenaida Ortega, por ser mi apoyo incondicional a pesar de todo el tiempo
que ha transcurrido y, ser aquella que me guía y me da fortaleza en todo momento.*

A mi padre Jorge Martínez, por su apoyo y confianza en mí.

A mi hermano, un motivo para ser un buen ejemplo.

*A aquellos compañeros con los cuales compartí y fueron partícipes del poco o mucho
aprendizaje que adquirí en esta etapa.*

*A mis amigos Carlos Ulloa y Cristyan Correa, por ser ejemplos de persona y los más
grandes referentes de empeño y conocimiento desde que nos conocemos.*

-Jorge A Martínez.

Agradecimientos

Agradecemos a los profesores Diana Duarte y Fernando Viejo, por guiarnos en este proceso con sus consejos, correcciones y paciencia con lo cual hoy podemos culminar este trabajo.

A Sthefany Durán, por su acompañamiento, colaboración y guía en el laboratorio.

A don Eduardo y don Wilson del Laboratorio de Procesos por su acompañamiento y respaldo.

Al ingeniero Guillermo Acero de la escuela de Ingeniería Química por su colaboración y paciencia.

A la Universidad Industrial de Santander, y en especial la Escuela de Ingeniería Química, por formarnos como profesionales y brindarnos la oportunidad de conocer personas excepcionales con las que crecimos en este tiempo en los diferentes aspectos.

A todas las personas que contribuyeron para poder culminar el presente proyecto y esta etapa de nuestras vidas.

Tabla de Contenido

	Pág.
Introducción	13
1. Objetivos	16
1.1 Objetivo general	16
1.2 Objetivos específicos	16
2. Marco teórico	17
2.1 Procedimientos básicos en el laboratorio.....	17
2.1.1 Preparación de soluciones.....	17
2.1.2 Titulaciones	17
2.2 Reacciones	19
2.3 Técnicas de separación.....	20
2.3.1 Centrifugación	20
2.3.2 Cristalización.....	20
2.3.3 Destilación.....	21
2.3.4 Extracción líquido-líquido	21
2.3.5 Filtración	21
2.4 Técnicas de análisis instrumental.....	21
2.4.1 Espectrometría infrarroja	22
2.4.2 Espectroscopia UV-vis	23
2.4.3 Cromatografía.....	24
2.4.4 Difracción de rayos X	26
3. Descripción metodológica	27

3.1 Diseño del programa de la asignatura.....	28
3.2 Diseño experimental de las prácticas.....	28
3.3 Desarrollo del Objeto Virtual de Aprendizaje.....	29
3.3.1 Elección del tipo de OVA y herramientas a utilizar	29
3.3.2 Desarrollo y montaje del material	29
4. Resultados	30
4.1 Programa de la asignatura	30
4.2 Diseño experimental de las prácticas.....	33
4.3 Desarrollo del Objeto Virtual de Aprendizaje.....	40
4.3.1 Elección del tipo de OVA y herramientas a utilizar	40
4.3.2 Desarrollo y montaje del material	41
4. Conclusiones	43
5. Recomendaciones	44
Referencias bibliográficas.....	45

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1. Listado de prácticas establecidas para la asignatura Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos.....	30
Tabla 2. Resultados volumen de NaOH gastado para titular una solución de vinagre.	35
Tabla 3. Condiciones y resultados de la cristalización de sulfato de cobre.	36
Tabla 4. Condiciones y resultados de la síntesis de carbonato de calcio.	37
Tabla 5. Condiciones y resultados de la síntesis de aspirina.	37
Tabla 6. Condiciones y resultados de la extracción de cafeína de una bebida gaseosa de cola. ...	38
Tabla 7. Condiciones y resultados de la extracción de cafeína de una infusión de café instantáneo.	38
Tabla 8. Resultados de la destilación de una mezcla acetona-agua-ácido acético	39

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1. Punto de equivalencia y algunos indicadores en una curva de titulación	18
Figura 2. Paso de un Interferograma a un espectro de frecuencia	22
Figura 3. Esquema de una curva de calibración.....	24
Figura 4. Cromatograma característico de una mezcla de dos componentes.....	25
Figura 5. Difractograma del patrón de polvo del NaCl	26
Figura 6. Esquema de la metodología	28
Figura 8. Ejemplo del menú de inicio del OVA referente a la práctica 1	41
Figura 9. Ejemplo del esquema de secciones principales del OVA referente a la práctica 1	42

Lista de Apéndices

“Los apéndices están adjuntos y puede visualizarlos en la base de datos de la biblioteca UIS”

Apéndice A. Carta respuesta comentarios Planeación-CEDEDUIS

Apéndice B. Carta respuesta comentarios Secretaria General

Apéndice C. Acuerdo No. 013 de 2020 Consejo Académico

Apéndice D. Manual de Inducción al laboratorio

Apéndice E. Manual de Práctica 1. Preparación de disoluciones

Apéndice F. Manual de Práctica 2. Titulación Ácido-Base

Apéndice G. Manual de Práctica 3. Medición de pH y curva de titulación

Apéndice H. Manual de Práctica 4. Técnicas básicas de separación: Filtración. Centrifugación y cristalización

Apéndice I. Manual de Práctica 5. Reacciones Químicas: Síntesis Inorgánica

Apéndice J. Manual de Práctica 6. Síntesis orgánica: Aspirina

Apéndice K. Manual de Práctica 7. Extracción líquido-líquido: cafeína

Apéndice L. Manual de Práctica 8. Destilación: Ácido acético y acetona

Apéndice M. Manual de Práctica 9. Recristalización Ácido acetilsalicílico (Aspirina) y caracterización por FT-IR

Apéndice N. Manual de Práctica 10. Caracterización mediante espectrofotometría de absorción ultravioleta visible (UV-VIS)

Apéndice O. Manual de Práctica 11. Caracterización mediante cromatografía

Apéndice P. Manual de Práctica 12. Caracterización mediante difracción de rayos X (DRX)

Apéndice Q. Inventario de materiales y reactivos requeridos

Apéndice R. Objeto Virtual de Aprendizaje de las prácticas

Apéndice S. Actividades evaluativas de las prácticas

Resumen

Título: Diseño de la asignatura electiva Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos enfocada al programa de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander*

Autor: Andrea Carolina Hernández López y Jorge Arturo Martínez Ortega**

Palabras Clave: Asignatura electiva, Química Básica, Laboratorio, Síntesis Orgánica, Síntesis Inorgánica, Técnicas de separación, Técnicas de caracterización.

Descripción: En la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander se hace necesario seguir fortaleciendo las actividades prácticas en el laboratorio de química básica, con el fin de mejorar el programa académico y ofrecer a sus estudiantes la posibilidad de llevar la teoría vista a la experimentación y con ello adquirir las destrezas y conocimientos básicos del trabajo en el laboratorio. Este proyecto consiste en el diseño y aprobación de la asignatura **Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos** empleando el formato aprobado por Consejo Académico en el Acuerdo Académico No. 225 de 2010, así como el diseño de las 12 prácticas que la componen; las cuales pretenden promover y afianzar en el estudiante los conocimientos adquiridos previamente sobre procesos reaccionantes, técnicas de separación y brindar una introducción a las técnicas de caracterización. Además, se elaboró un conjunto de manuales y un objeto virtual de aprendizaje (OVA) que sirvan de complemento y soporte al estudiante como reconocimiento previo a la realización de cada una de las prácticas diseñadas. El proceso de creación, acta de aprobación de la asignatura, resultados del diseño experimental de las prácticas y el desarrollo del objeto virtual de aprendizaje son presentados en este trabajo.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Directora: Dra. Diana Paola Duarte Duarte. Ingeniera Química. Codirectores: Dr. Fernando Viejo Abrante - Keith Sthefany Durán Argüello. Ingeniera Química.

Abstract

Title: Design of the elective subject Basic Chemical Experimentation for Chemical Engineers focused on the Chemical Engineering Program - Universidad Industrial de Santander *

Author: Andrea Carolina Hernández López & Jorge Arturo Martínez Ortega**

Key Words: Elective subject, Basic Chemistry, Laboratory, Organic synthesis, Inorganic synthesis, Separation techniques, Characterization techniques.

Description: At the School of Chemical Engineering – Universidad Industrial de Santander, it is necessary to keep supporting practical activities in the basic chemistry laboratory, in order to improve the academic program and offer its students the chance of taking theory to experimentation, thereby learning the basic skills and knowledge of working in the laboratory. This project consists of the design and approval of the subject "Basic Chemical Experimentation" using the format approved by the Academic Council in the Academic Agreement No. 225/2010, as well as the design of the 12 laboratory practices that comprise it, which are intended to promote and consolidate the previously acquired knowledge about reactive processes and separation techniques in the student, besides providing an introduction to characterization techniques. In addition, a set of manuals and a virtual learning object (VLO) were developed to work as a review prior to the completion of each of the designed practices. The process of creation, certificate of approval, results for the experimental design of the laboratory practices and development of the virtual learning object are presented in this work.

* Degree Work.

** Physical and Chemical Engineering's Faculty. School of Chemical Engineering. Advisor: Dra. Diana Paola Duarte Duarte. Chemical Engineer. Co-directors: Dr. Fernando Viejo Abrante - Keith Sthefany Durán Argüello. Chemical Engineer

Introducción

La Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander (UIS), dentro de sus procesos de mejoramiento continuo de la calidad académica, se encuentra en el reto de ajustar contenidos de las asignaturas presentes en la malla curricular o diseñar nuevas asignaturas con el objetivo de contribuir a mejorar la formación y las competencias de sus egresados. Una de estas competencias por mejorar está relacionada con las habilidades prácticas y el desempeño en el laboratorio.

En la actualidad, es indispensable reformar los procedimientos empleados en el proceso de aprendizaje de los estudiantes, de modo que se incluyan nuevos métodos y herramientas que potencien la enseñanza de las temáticas “que más les cuesta entender” sin dejar de lado la labor de un guía con más experiencia. Dentro de estas temáticas, se han identificado falencias de una buena parte de la población estudiantil al momento de realizar balances de materia, debido a no comprender el objetivo del proceso químico o cómo funciona el mecanismo de separación de sustancias efectuado en una unidad de proceso.

Además, en los últimos años se ha evidenciado la poca experiencia en manipulación de instrumentos y equipos de laboratorio que poseen los actuales estudiantes de niveles superiores, los cuales deben adquirir destreza en los procedimientos básicos de química experimental de manera conjunta con el desarrollo de las prácticas relacionadas con los procesos ingenieriles, lo cual retrasa y no permite el buen desarrollo de los temas impartidos en estas asignaturas.

Uno de los resultados de los procesos de “Acreditación del Programa de Ingeniería Química de la UIS” según la Resolución MEN No.017748 del 15/11/2018 y del “Sistema de Acreditación Regional de Carreras Universitarias de Arcu-Sur” según el Acuerdo de Acreditación

Nº 02 de 2018, fue la recomendación de “seguir fortaleciendo las actividades prácticas en el laboratorio de química básica”. De acuerdo con lo anterior, dentro del Plan de Mejoramiento del Programa se incluyó de forma explícita el proyecto de “Elaboración de propuesta de asignatura electiva en Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos” cuya realización comprende los periodos 2019-II y 2020-I.

Por tanto, se planteó el diseño de la asignatura Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos la cual permitirá a los estudiantes que se encuentran cursando ciclo básico fortalecer la comprensión de los conocimientos científicos relacionados con las temáticas de procesos reaccionantes y separación de sustancias. Adicionalmente, la asignatura permitirá adquirir las destrezas y conocimientos básicos del trabajo de campo (instrumentación, informes, tratamiento de datos, seguridad y manejo de residuos). Lo anterior lleva a preguntarse ¿Qué actividades de laboratorio y materiales complementarios pueden ser implementados en esta asignatura electiva que sirvan de ayuda para los futuros estudiantes que la cursen?

En la Escuela de Ingeniería Química de la UIS se ha realizado un trabajo de grado referente a la elaboración de asignaturas electivas, titulado “Elaboración de la asignatura electiva diseño de equipos de intercambio de calor para el Programa de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander” (Beccerra & Florez, 2015) y tres trabajos de grado recientes referentes a actualizaciones de las asignaturas prácticas de la escuela. Estos fueron “Elaboración de manual y herramienta pedagógica para la práctica difusión de gases como apoyo a la asignatura Laboratorio de Procesos I” (Lizcano & Rangel, 2019); “Elaboración de manual y desarrollo de un aplicativo pedagógico como apoyo a la comprensión de la difusión en líquidos para la asignatura de Laboratorio de Procesos I” (Gómez, 2019), e “Implementación de prácticas de flujos compresibles en tuberías y boquillas para el Laboratorio de Procesos I” (García & Muñoz, 2019).

Con la elaboración de este proyecto denominado “Diseño de la asignatura electiva Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos enfocada al programa de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander”, se hizo el diseño de esta asignatura y un conjunto de prácticas con sus respectivos manuales enfocadas en diversas temáticas como la realización de procedimientos básicos de laboratorios, procedimientos reaccionantes, técnicas de separación y técnicas de caracterización. Adicionalmente, se desarrolló una herramienta virtual que sirve de soporte al estudiante como reconocimiento previo a la realización de cada una de las prácticas diseñadas.

1. Objetivos

1.1 Objetivo General

Diseñar la asignatura “Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos” que permita a los estudiantes que estén cursando el ciclo básico, tener conocimiento práctico de los procesos químicos fundamentales relacionados con la carrera de Ingeniería Química.

1.2 Objetivos Específicos

- ✓ Diseñar el programa de la asignatura “Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos” de acuerdo a la normativa vigente en la UIS.
- ✓ Diseñar las prácticas de laboratorio que serán dictadas en la asignatura electiva junto a sus respectivos entregables (manuales, resultados e inventarios).
- ✓ Desarrollar un Objeto Virtual de Aprendizaje (OVA) que permita un proceso de enseñanza-aprendizaje efectivo.

2. Marco Teórico

Los conceptos generales que se consideraron para los contenidos de la asignatura diseñada se enmarcan a continuación.

2.1 Procedimientos básicos en el laboratorio

2.1.1 Preparación de soluciones.

Las disoluciones (o soluciones) son mezclas homogéneas que constan de dos componentes, soluto (componente minoritario) y solvente (componente mayoritario) (Brown, LeMay Jr, Bursten, Murphy, & Woodward, 2014). Por conveniencia, las sustancias químicas se trabajan como disoluciones concentradas y se les realiza una dilución (agregar más disolvente a una porción de la disolución concentrada) antes de emplearse (McMurry & Fay, 2009). Al realizar este procedimiento las moles de soluto son constantes, por tanto, es posible plantear la siguiente ecuación:

$$M_i * V_i = M_f * C_f \quad (\text{Ec. 1})$$

Siendo M_i y V_i la molaridad y volumen inicial, M_f y V_f la molaridad y volumen final después de la dilución. Para el estudio cuantitativo de una disolución se requiere conocer su concentración, es decir, la cantidad de soluto presente en determinada cantidad de una disolución (Chang, 2010). Existen varias unidades de concentración diferentes siendo las más utilizadas el porcentaje en masa, molaridad y fracción molar.

2.1.2 Titulaciones.

Una disolución estándar (o titulante) es un reactivo de concentración conocida que se utiliza para llevar a cabo una valoración volumétrica (Skoog, West, Holler, & Crouch, 2015). La valoración o también llamada titulación, consiste en añadir poco a poco la disolución titulante

desde una bureta hacia una disolución problema que contiene el analito de interés; se sigue este proceso hasta que la reacción entre los dos reactivos se ha completado (punto de equivalencia). De modo que, al conocerse el volumen utilizado del titulante, es posible calcular la concentración del analito en la disolución problema (Chang, 2010; Skoog et al., 2015). El punto de equivalencia es el punto teórico de una valoración en el cual la cantidad de titulante añadido es equivalente a la cantidad de analito (Skoog et al., 2015). Para el caso de una titulación ácido-base se cumple que:

$$No. eq. \acute{a}cido = No. eq. base \quad (Ec.2)$$

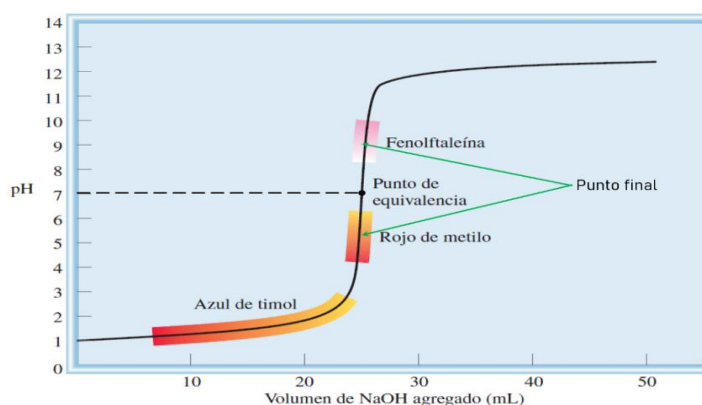
Siendo el número de equivalentes las moles de la sustancia multiplicado por el número de grupos OH^- o H^+ que se pueden intercambiar en la reacción (Skoog et al., 2015, p. A19). Para reacciones equimolares la (Ec. 2) puede expresarse así:

$$M_{Base} * V_{Base} = M_{\acute{A}cido} * V_{\acute{A}cido} \quad (Ec.3)$$

Siendo M la molaridad y V el volumen. Experimentalmente, no es posible determinar el punto de equivalencia, por lo cual se estima un punto cercano donde ocurra algún cambio apreciable asociado a la equivalencia química, este punto se denomina punto final (Figura 1). Para producir este cambio apreciable, generalmente, se agregan indicadores al analito de interés, de modo que al variar su concentración se producen variaciones de color apreciable gracias al indicador agregado (Skoog et al., 2015).

Figura 1

Punto de equivalencia y algunos indicadores en una curva de titulación



Nota: Tomada y adaptada de (Chang, 2010)

Tomando una cantidad de datos de pH a medida que se realiza la titulación, es posible graficarlos en función del volumen de titulante agregado, se puede obtener una curva de titulación similar a la de la figura 1 (Day Jr & Underwood, 1999, p. 169). De modo que es posible observar una estimación gráfica del punto de equivalencia.

2.2 Reacciones

Una reacción química es un proceso en el que una sustancia (o sustancias) cambia para formar una o más sustancias nuevas; la forma estándar para representarlas es por medio de ecuaciones químicas (balanceadas). “Una ecuación química utiliza símbolos químicos para mostrar qué sucede durante una reacción química” (Chang, 2010).

Esta ecuación es necesaria al momento de emplear la estequiometría que es el estudio cuantitativo de las cantidades involucradas de reactivos y de productos en una reacción química (Chang, 2010). A partir de la estequiometría es posible determinar la cantidad de reactivos que en teoría se requieren para obtener la cantidad necesaria de un determinado producto.

Entre los tipos de reacciones existe uno denominado síntesis (también conocido como reacción de combinación en química inorgánica o de adición en química orgánica) y tienen lugar cuando dos o más elementos o compuestos se unen para formar un producto (Skoog et al., 2015).

La ecuación química de una síntesis se representa de la forma:



Para determinar el rendimiento de una reacción específica, se emplea el rendimiento porcentual, que describe “la cantidad de producto que en realidad se forma en una reacción, dividida entre la cantidad teóricamente posible y multiplicada por 100%”. (McMurry & Fay, 2009, p. 79)

$$\%Rendimiento = \frac{\text{Cantidad de producto obtenido}}{\text{Cantidad teórica del producto}} * 100 \quad (\text{Ec.5})$$

2.3 Técnicas de separación

Las separaciones son fundamentales en la ingeniería química. Las materias primas se purifican antes de cualquier reacción (eliminando impurezas que puedan afectar este proceso) y los productos obtenidos igualmente se purifican antes de poder venderlos (Wankat, 2008, p. 1). Algunas técnicas consideradas en el presente trabajo son las siguientes:

2.3.1 Centrifugación.

Es una decantación selectiva de componentes sólidos insolubles de una mezcla que, por motivos de densidad o tamaño de partícula, se encuentran en suspensión. Para su separación se reemplaza la fuerza de gravedad de una decantación normal por una fuerza centrífuga aplicada (Universidad Nacional Autónoma de México, 2009, pp. 6–7).

2.3.2 Cristalización.

Es la formación de partículas sólidas (cristales) a partir de una mezcla homogénea de un soluto en un líquido. Por evaporación de solvente, se genera una disolución saturada que al enfriarse se sobresatura y origina la cristalización del soluto. Este proceso también se emplea para la purificación de sólidos (“recristalización”), disolviendo el sólido impuro en la menor cantidad

de disolvente posible y en caliente, y el proceso permite separar el soluto dejando generalmente las impurezas en la masa líquida o aguas madres (McCabe, Smith, & Harriot, 2007).

2.3.3 Destilación.

Es una operación unitaria que se usa para separar los componentes de una solución líquida, depende de la distribución de estos componentes entre una fase de vapor y una fase líquida y se aplica para casos donde los componentes están presentes en las dos fases. La fase de vapor se origina de la fase líquida por vaporización en el punto de burbuja, de modo que, al final del proceso la fase vapor tendrá alto contenido de los componentes que sean más volátiles (Geankoplis, 2006; Treybal, 1988).

2.3.4 Extracción líquido-líquido.

Consiste en la separación de los componentes de una disolución líquida por contacto con otro líquido inmiscible que disuelva preferentemente un componente de la disolución original, dando lugar a dos capas líquidas inmiscibles de diferentes densidades (Treybal, 1988).

2.3.5 Filtración.

Consiste en la separación de partículas sólidas a partir de un fluido (el cual puede ser un líquido o un gas) mediante el paso del fluido a través de un medio filtrante o pared separadora en el que se depositan los sólidos. La filtración va desde un proceso simple por gravedad (colado) hasta separaciones más complejas donde se emplea vacío o succión para acelerar el proceso (McCabe et al., 2007, p. 1054).

2.4 Técnicas de análisis instrumental

Actualmente hay muchos instrumentos que brindan información cualitativa y cuantitativa sobre la composición y estructura de la materia. Por ello, es necesario que los estudiantes adquieran conocimiento sobre estas herramientas instrumentales y de sus aplicaciones con el fin de resolver

importantes problemas analíticos [15]. Algunas de estas técnicas que son de utilidad para los estudiantes de ingeniería química son:

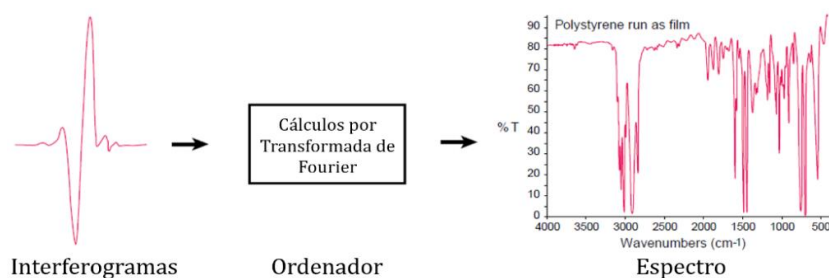
2.4.1 Espectrometría infrarroja.

La espectrometría infrarroja con transformada de Fourier conocida por sus siglas en inglés como FT-IR (Fourier Transform Infrared Spectrometry), consiste en hacer pasar radiación IR a través de una muestra. Parte de la radiación es absorbida por la muestra en longitudes de ondas específicas, conocidas como sus frecuencias de resonancia o vibración y una parte pasa a través de ella (Skoog, Holler, & Crouch, 2008).

La señal resultante de la absorción y transmisión molecular (Interferograma), es captada por un detector y posteriormente, tratada mediante el método matemático computacional de Transformada de Fourier generando un espectro de frecuencia único para la muestra (Figura 2).

Figura 2

Paso de un Interferograma a un espectro de frecuencia



Nota: Tomada y adaptada de (Thermo Nicolet Corporation, 2001)

Como una huella dactilar dos estructuras moleculares únicas no producen el mismo espectro molecular. Lo anterior hace a la espectroscopia infrarroja útil para identificación de materiales, análisis de calidad de una muestra y determinar la cantidad de componentes en una muestra (Thermo Nicolet Corporation, 2001).

Independiente del método de FTIR a utilizar es posible cuantificar un analito, mediante la generación de la curva de calibración que permitirá determinar el contenido de analito en la muestra desconocida. Para esto se producen patrones de concentración conocida y se obtienen los espectros IR y mediante un software de integración, se genera una curva por “zonas” donde al menos tres bandas del IR que muestren evidencia de cambio en el espectro serán las consideradas para la integración. (Salazar, 2013)

Una vez obtenido un coeficiente de correlación aceptable para el método, se evalúa la muestra desconocida bajo la misma metodología que los patrones de la curva y el software indicará la concentración que la muestra contiene. (Salazar, 2013)

2.4.2 Espectroscopia UV-Vis.

Se basa en la medición de la Transmitancia T o de la absorbancia A de soluciones (Skoog et al., 2008). En otras palabras, en el análisis de la cantidad de luz o radiación (en el rango del ultravioleta y visible) que una muestra puede absorber o transmitir. Estas muestras son dispuestas en celdas transparentes que tienen una longitud de trayectoria b en cm y normalmente, la concentración C de un analito absorbente se relaciona en forma lineal con la absorbancia según la ley de Beer (Skoog et al., 2008).

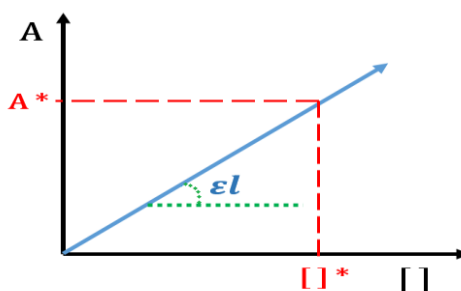
$$A = \varepsilon * b * C \quad (\text{Ec.6})$$

Donde ε es el coeficiente de extinción, siendo característico de una sustancia en condiciones de operación definidas. En general, los valores de ε no se utilizan para análisis cuantitativo, en su lugar, se construye una curva de calibración o curva de trabajo para la sustancia a analizar, a partir de datos de absorbancia frente a concentración de varias disoluciones patrón con concentraciones conocidas del analito (Owen, 2000).

Con esta curva es posible realizar análisis cuantitativos de una muestra, midiendo su absorbancia a la longitud de onda empleada en las muestras patrón y ubicándola en la curva es posible determinar la concentración (Owen, 2000; Skoog et al., 2008).

Figura 3

Esquema de una curva de calibración



2.4.3 Cromatografía.

Es una técnica de separación empleada en investigación como un destacado método de análisis debido a su facilidad para la separación, identificación y cuantificación de diversas especies químicas (Corzo, 2019). La principal característica de la cromatografía es la presencia de dos fases, una estacionaria y otra que se desplaza a lo largo del sistema (fase móvil), y la clave de la separación se basa en la diferencia en la velocidad con la que se mueve cada sustancia debido a la afinidad relativa por ambas fases (Universidad Nacional Autónoma de México, 2007).

El tiempo de retención (t_r) de un compuesto es constante para un sistema cromatográfico dado, por tanto, mediante este elemento es posible identificar un compuesto (Skoog et al., 2008). Esta identificación se realiza mediante la comparación del tiempo de retención de la muestra con los de un patrón conocido, trabajándolos en el mismo sistema cromatográfico (Corzo, 2019).

Aun así, pueden existir sistemas en los cuales dos compuestos coeluyan a los mismos tiempos de retención, por tanto, la cromatografía se combina con otras técnicas selectivas. Esto resulta en métodos acoplados que proporcionan herramientas más potentes para la identificación

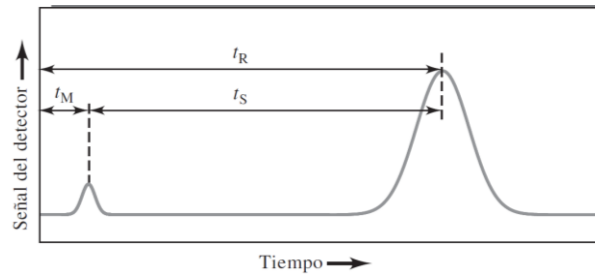
de componentes. El más conocido probablemente sea la cromatografía de gases/espectrometría de masas (GC/MS), donde los compuestos salen del detector no destructivo del cromatógrafo, mediante separación se elimina la mayor parte del gas portador y se ajusta un volumen adecuado de los compuestos para luego pasarlo a un espectrómetro de masas de barrido rápido. (Skoog et al., 2008)

Además, es muy difícil para una corrida cromatográfica de una mezcla multicomponente encontrar el patrón interno único y que este sirva para todas las sustancias de la mezcla, que eluyen en un amplio rango de t_r . Por ello se introdujo un sistema de índices de retención, llamados “índices de Kovàts” (KI), los cuales se basan en la medición de tiempos de retención relativos con respecto a los de una serie homóloga de n-parafinas separadas isotérmicamente, bajo las mismas condiciones cromatográficas experimentales que las de la muestra. Siendo un método más confiable que comparar los t_r convencionales y que permiten la identificación tentativa de analitos. (Stashenko & Martínez, 2010)

Los análisis cuantitativos se realizan con base en los datos proporcionados por el cromatograma (Figura 4), el cual genera unos picos cuando los componentes de una muestra son separados y detectados por el equipo. El proceso de análisis es similar al empleado en espectroscopia UV-vis, elaborando una curva de calibración con soluciones patrón, representando el área de los picos (generalmente calculados mediante software) en función de la concentración y, posteriormente, medir y comparar los datos de la muestra de interés con la curva elaborada (Skoog et al., 2008).

Figura 4

Cromatograma característico de una mezcla de dos componentes



Nota: Tomada de (Skoog et al., 2008)

2.4.4 Difracción de rayos X.

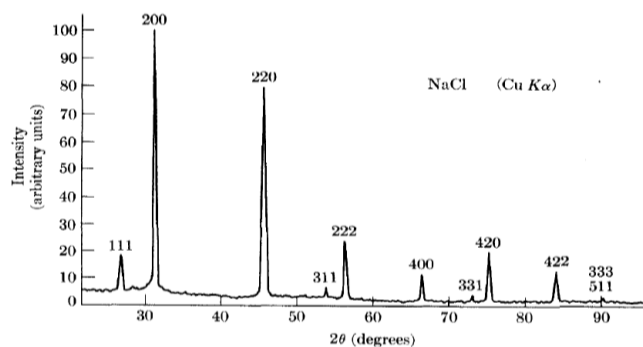
La difracción de rayos X (DRX) es uno de los métodos más importantes para identificar las estructuras de cristales (Skoog et al., 2008). Consiste en la incidencia de un haz de rayos-X en un sólido cristalino en polvo. La interacción de los rayos con el sólido genera que estos se dispersen en todas las direcciones, permitiendo que las ondas dispersadas se encuentren en fase y se refuercen mutuamente. Este fenómeno ocurre cuando las condiciones satisfacen la ley de Bragg (Askeland, Fulay, & Wright, 2012).

$$\sin \theta = \frac{n \cdot \lambda}{2 \cdot d_{hkl}} \quad (\text{Ec.7})$$

De modo que, mediante detectores se obtiene información de la dispersión e intensidad de estos rayos, posteriormente, esta información se representa gráficamente en un difractograma (Figura 5) (Askeland et al., 2012).

Figura 5

Diffractograma del patrón de polvo del NaCl



Nota: Tomada de (Warren, 1990, p. 55)

Puesto que cada sustancia cristalina presenta un patrón de difracción único, los métodos de rayos X de polvo cristalino son los adecuados para la identificación cualitativa. Mediante datos de intensidad I y con la ayuda de la ecuación de Bragg, es posible hallar d (distancia interplanar) y mediante estos datos se puede comparar con una base de datos de difracción (Skoog et al., 2008).

El análisis cuantitativo por difracción, se fundamenta en que la intensidad del patrón de difracción de una fase particular en una mezcla depende de su concentración, por tanto, puede realizarse una curva de calibración de intensidad en función de concentración (Cullity, 1978). También puede efectuarse análisis cuantitativo con la altura o el área del pico, luego se utilizan los patrones de concentración conocida para elaborar una curva de calibración (Skoog et al., 2008).

3. Descripción metodológica

La metodología empleada para el desarrollo de este proyecto es presentada mediante una serie de pasos sucesivos, que permite entender fácilmente el procedimiento realizado. Se establece el paso a paso a seguir para el diseño del programa de la asignatura, la elaboración del piloto experimental de las prácticas y el diseño de un objeto virtual de aprendizaje que sirva de apoyo en el reconocimiento de las prácticas. En la Figura 6 se presenta el diagrama que especifica la serie de etapas y pasos que se siguieron en este trabajo:

Figura 6

Esquema de la metodología



3.1 Diseño del programa de la asignatura

Inicialmente, se realizó una revisión bibliográfica seleccionando los temas tentativos para diseñar el programa de la asignatura, el cual fue elaborado según el formato aprobado por Consejo Académico en el Acuerdo No. 225 de 2010. Este documento fue socializado en el Claustro de Profesores, donde se modificó con base en las sugerencias aportadas y después fue avalado tanto por el Consejo de Escuela de Ingeniería Química como por el Consejo de Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Luego de algunas observaciones y correcciones adicionales, el contenido fue aprobado por Dirección de Planeación y CEDEDUIS, y finalmente, por Vicerrectoría Académica.

3.2 Diseño experimental de las prácticas

Con base en el conjunto de temas planteados para la elaboración del programa de la asignatura, se realizaron los siguientes pasos:

1. Planteamiento de la práctica: Se escogieron cada una de las prácticas teniendo en cuenta la temática aprobada durante el diseño de la asignatura.
2. Diseño del procedimiento experimental: Se elaboraron los procedimientos a realizar para cada práctica según la información bibliográfica consultada.

3. Elaboración del borrador del manual: Definidas las prácticas, se elaboró un borrador del manual con los fundamentos teóricos y sus respectivos procedimientos con base en la bibliografía previamente consultada.
4. Ejecución de la práctica en el laboratorio: Se desarrollaron los procedimientos diseñados en el laboratorio con el propósito de revisar que el diseño funcionara apropiadamente y los resultados obtenidos sean los adecuados según la literatura.
5. Ajustes de la práctica, retroalimentación y mejoras en el manual: Según lo obtenido en la realización de las prácticas se realizaron ajustes en el paso a paso de los procedimientos, tiempos de ejecución y la cantidad de reactivos empleados. Esto se hizo con el fin de garantizar que los estudiantes puedan ejecutar las prácticas en un lapso de 3 horas estimadas para cada sesión.

3.3 Desarrollo del Objeto Virtual de Aprendizaje

3.3.1 Elección del tipo de OVA y herramientas a utilizar.

El objeto virtual de aprendizaje seleccionado busca promover una mejor formación por parte de los estudiantes, a través de un medio digital de fácil acceso que, de manera sencilla, entregue y permita comprender información útil a la hora de realizar las prácticas del laboratorio.

Teniendo en cuenta el “Esquema de telaraña de selección de herramientas digitales para mediar el aprendizaje colaborativo inter-generacional” (Rios, 2018), la herramienta virtual escogida tiene el enfoque de informar y evaluar. Moodle Lección, cumple con estos requisitos, debido a que permite ver presentaciones del contenido a trabajar mediante imágenes, textos, videos y enlaces para profundizar más en el tema que se esté tratando; además permite evaluar los conocimientos previos mediante cuestionarios.

3.3.2 Desarrollo y montaje del material.

A medida que se ejecutaban las prácticas experimentales y los manuales pertinentes, se realizó el Objeto Virtual de Aprendizaje (OVA) de cada práctica con la ayuda de la herramienta, Genially. Estas presentaciones engloban el contenido a trabajar, mostrando definiciones, imágenes y enlaces de videos para profundizar más en el tema correspondiente de cada práctica.

Además, se realizaron diferentes actividades evaluativas de los conocimientos previos, utilizando herramientas virtuales como Educaplay, Kahoot y Quizizz, que permitirán reforzar la retención de la información vista en el OVA y en los manuales correspondientes.

4. Resultados

4.1 Programa de la asignatura

La asignatura fue concertada con 3 créditos académicos; formados por 4 horas de trabajo con acompañamiento directo (4 horas prácticas y 0 horas teóricas) y 5 horas de trabajo Independiente (incluyendo el estudio previo a la práctica, desarrollo de actividades del aula virtual ligadas a dicho estudio previo y la elaboración de informes luego de finalizada cada sesión), tendrá como requisito para ser matriculada es haber cursado y aprobado la asignatura Química III (23217). El programa de la asignatura consiste en una inducción abordada en 4 sesiones iniciales, donde se incluirá una inducción respecto al uso del material en el laboratorio y otra de normas de seguridad y gestión de residuos químicos por parte del docente encargado de la asignatura. El contenido temático se organizó en 12 sesiones (ver Tabla 1) cuya duración aproximada es de 4 horas por sesión.

Tabla 1

Listado de prácticas establecidas para la asignatura Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos

Sesión	Nombre de la práctica
1	Preparación de disoluciones
2	Titulación ácido-base
3	Medición de pH y curva de titulación
4	Técnicas básicas de separación
5	Reacciones químicas: Síntesis inorgánica
6	Síntesis orgánica: Aspirina
7	Extracción líquido-líquido: Cafeína
8	Destilación: Ácido acético y acetona
9	Recristalización ácido acetilsalicílico (aspirina) y caracterización por FT-IR
10	Caracterización mediante espectrofotometría de absorción ultravioleta visible (UV-vis)
11	Caracterización mediante cromatografía
12	Caracterización mediante difracción de rayos x (DRX)

El sistema de evaluación comprende los siguientes aspectos:

- Trabajo personal: Con el fin de evaluar la presentación e interpretación de los resultados, el estudiante elaborará un informe el cual debe ser entregado al docente máximo UN DIA ANTES de realizarse la práctica siguiente. Supondrá un 36% de la evaluación.
- Desempeño en el laboratorio: El docente evaluará el manejo del material y las operaciones básicas en el laboratorio emitiendo una calificación correspondiente al 24% de la evaluación según el desempeño del estudiante durante las prácticas y los resultados de las mismas.
- Controles teórico-prácticos: Se realizarán dos exámenes teórico-prácticos de 120 minutos cada uno al finalizar la sexta y doceava sesión práctica para evaluar la comprensión y desarrollo de ideas y conceptos asociados a las prácticas por parte del estudiante. Cada examen tendrá un valor de 15% de la evaluación.
- Trabajo en equipo: Se evaluará la integración y colaboración del estudiante en su grupo de trabajo como el aporte de ideas que contribuyan a la resolución de problemas que se presenten durante el desarrollo de la práctica emitiéndose una nota equivalente al 5% de la evaluación final.

- Responsabilidad: Se evaluará el compromiso del estudiante con la asignatura teniendo en cuenta su puntualidad en la llegada a las sesiones y en la entrega de los informes. Tendrá una nota equivalente al 5% de la evaluación final.

El conjunto de observaciones y correcciones remitidas por Dirección de Planeación y CEDEDUIS y el Consejo Académico, se enuncian brevemente a continuación:

- El desarrollo del aprendizaje se concertó por competencias, de acuerdo a la observación realizada por CEDEDUIS.
- Modificar el sistema de evaluación vinculando las competencias planteadas.
- En respuesta a las observaciones de Planeación, se estableció que la asignatura conste de 4 sesiones iniciales de inducción (16 h) y 12 experimentales, completando la totalidad de las TAD de la asignatura.
- Se complementó el sistema de evaluación agregando las competencias consideradas en los diferentes puntos que componen dicho sistema, de acuerdo a las observaciones realizadas por CEDEDUIS.
- Especificar cada ítem de la bibliografía del programa como un recurso físico o electrónico, según el caso, de acuerdo a las recomendaciones planteadas por Planeación.
- Con base en las observaciones hechas por Planeación, se aclaró que la asignatura no requiere de software, infraestructura o docentes adicionales.
- Desde el Consejo Académico se estableció la opción de poder ofertar la asignatura de manera transversal siempre y cuando hayan aprobado la asignatura Química III (23217), teniendo exclusividad dentro del programa de Ingeniería Química.

Los detalles de estas observaciones y correcciones proporcionadas por Dirección de Planeación y CEDEDUIS pueden verse en el Apéndice A y las proporcionadas por Consejo

Académico en el Apéndice B. Finalmente, el programa aprobado de la asignatura “Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos” se encuentra en detalle en el Apéndice C.

4.2 Diseño Experimental de las prácticas

El planteamiento y posterior diseño de procedimientos resultó en el conjunto de prácticas enlistadas en el apartado 3.1 (Tabla 1) a las cuales se les elaboró un manual borrador para cada una. Estos manuales contienen los elementos que se especifican, grosso modo, a continuación:

- ❖ **Fundamento Teórico:** Contiene las diferentes ecuaciones y conceptos tomados de la literatura y que son necesarios para entender y realizar la práctica.
- ❖ **Materiales:** Se enlistan los diferentes instrumentos y reactivos que, con base en el desarrollo experimental, cada grupo (pareja) manipulará directamente durante la práctica. Los equipos complejos que son manejados por los técnicos o encargados son mencionados en el procedimiento, pero no se incluyen en la lista.
- ❖ **Objetivos:** Enlista las metas que se quieren lograr mediante el desarrollo de la práctica.
- ❖ **Procedimiento:** Descripción del paso a paso a seguir, basado en el desarrollo experimental para ejecutar los diferentes procedimientos necesarios, para la realización de la práctica y el cumplimiento de los objetivos planteados.
- ❖ **Resultados:** Incluye las tablas e instrucciones de los cálculos y datos que deben entregarse al final de la práctica según la experimentación realizada.
- ❖ **Preguntas y ejercicios:** Se disponen una serie de puntos teóricos y de cálculos adicionales relacionados a los temas de la práctica que sirvan para complementarla y evaluar al estudiante.

- ❖ **Referencias Bibliográficas:** Se disponen de las diferentes fuentes bibliográficas utilizadas para realizar el fundamento teórico de modo que el estudiante pueda remitirse a estas fuentes en caso de requerir profundizar algún tema en particular.

Una vez hecho el manual borrador, se ejecutaron en el laboratorio las prácticas descritas en estos borradores y se realizaron ajustes a los procedimientos diseñados, con el fin de garantizar que los estudiantes puedan ejecutar las prácticas en las 3 horas estimadas de práctica. Se plantearon los procedimientos para un rango de tiempo de hora y media, estimando el doble de este tiempo para que se ejecute cada práctica dado que, para los estudiantes que cursarán esta asignatura es su primer contacto con un laboratorio de química.

Además, se actualizó el contenido de cada uno de los manuales incorporando los cambios realizados en la parte de materiales y procedimiento. A continuación, se presenta el conjunto de prácticas definitivas con su respectiva descripción:

Inducción: Conocimiento del material de laboratorio, normas de seguridad y gestión de residuos. Esta primera sesión tiene como objetivo dar a conocer a los estudiantes los materiales y equipos que encontrarán dentro del laboratorio y la clasificación de los mismos. Adicionalmente, se proporcionan las normas de seguridad que se deben tener en cuenta al momento de trabajar en el laboratorio, así como la correcta eliminación y tratamiento de los residuos que se generan en las experimentaciones.

Práctica 1. Preparación de disoluciones. La práctica se enfoca en la preparación de soluciones de NaOH y diferentes procedimientos de dilución de ácido acético y vinagre, dada la intención de reforzar los conceptos aprendidos en la asignatura de Química II como la concentración y sus diferentes formas de expresarla, a saber: el porcentaje peso a peso y la molaridad, y procedimientos de dilución. Esto le será útil al estudiante para aplicarlo en los

laboratorios de niveles superiores y en su proyecto final. Las soluciones elaboradas serán almacenadas para ser utilizadas en la sesión 2. En el Apéndice E puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Práctica 2. Titulación Ácido-Base. Con el propósito de familiarizar al estudiante con el uso de la bureta, la estandarización de soluciones, titulación ácido-base, el entendimiento de conceptos de neutralización, normalidad y punto de equivalencia, se decidió realizar la estandarización de soluciones de NaOH con ácido oxálico y posteriormente utilizar soluciones de NaOH (que tendrá 2 concentraciones diferentes repartidas entre los grupos) como solución titulante, para trabajar con soluciones de ácido acético y vinagre como soluciones problema.

Se hizo una solución de 250 mL de concentración 20% v/v. Posteriormente se tomaron 4 alícuotas de 30 mL para titularlas empleando una solución de NaOH al 0,2 M obteniéndose:

Tabla 2

Resultados volumen de NaOH gastado para titular una solución de vinagre

Volumen de alícuota (mL)	Concentración % (v/v)	Volumen de NaOH gastado (mL)
30	20	8,1
30	20	8,7
30	20	8,4
30	20	8,7

En el Apéndice F puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Práctica 3. Medición de pH y curva de titulación. Se reemplazó la práctica de calidad de aguas que se había planteado como una titulación de una muestra de agua para determinar la dureza mediante el cálculo de CaCO_3 . En cambio, se realizaron mediciones de pH a diferentes soluciones con papel indicador y posteriormente se tituló una solución de NaOH empleando HCl como titulante, ejecutando múltiples lecturas de pH mediante un pH-metro, de modo que los datos obtenidos permitieran elaborar una curva de titulación, para que el estudiante se pueda relacionar

con los conceptos afines al pH y el uso del pH-metro. En el Apéndice G puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Práctica 4. Técnicas básicas de separación. Centrifugación, cristalización y filtración.

Para que los estudiantes puedan conocer los fundamentos físico-químicos de los métodos de separación de sólidos, deben realizar la cristalización de una solución de sulfato de cobre, saturándola mediante evaporación para cristalizarla en un baño de hielo y así obtener los cristales mediante filtración al vacío y posterior secado, con la ayuda de una estufa. También deben realizar las medidas necesarias de peso y volumen que permitan calcular un estimado de la concentración de la solución inicial y el rendimiento del sulfato recuperado. Además, se hará la separación de sulfato de bario contenido en una solución mediante centrifugación y se deberá calcular el rendimiento de la recuperación.

Se cristalizó una solución de 50 mL de sulfato de cobre al 250 g/L cuyas condiciones de trabajo y resultados obtenidos se muestran a continuación:

Tabla 3

Condiciones y resultados de la cristalización de sulfato de cobre

Temperatura de evaporación (°C)	Tiempo de evap. (min)	Tiempo de cristalización (min)	Peso de cristales secos (g)*	% Rendimiento de la cristalización
200	40	20	6,16	41,07

Nota: *Los cristales luego de la filtración se secaron en una estufa a 100°C por 5 minutos.

En el Apéndice H puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Práctica 5. Reacciones químicas: Síntesis inorgánica. Se realizó la síntesis de carbonato de calcio (CaCO_3) (debido a las características de su obtención al ser más llamativa, y más sencilla su separación que la del CaCl_2), con el propósito de familiarizar al estudiante con el procedimiento de una reacción y los factores que influyen en esta, así como reforzar conceptos de estequiometría

tales como reactivo límite, reactivo en exceso, conversión y rendimiento. Se realizó la reacción de 2,005 g de Na_2CO_3 con aproximadamente 2,78 g de CaCl_2 dihidratado (cantidad estequiométrica), en solución de 25 mL en agua destilada cada una. El precipitado fue filtrado al vacío (utilizando un embudo Büchner y un kitasato) y secado con la ayuda de una estufa. Las condiciones de trabajo y los resultados obtenidos se muestran a continuación:

Tabla 4

Condiciones y resultados de la síntesis de carbonato de calcio

Disolución del NaCO_3	Disolución del CaCl_2	Secado del CaCO_3	Peso del CaCO_3 seco	Rendimiento de la reacción
4 min a 27°C	3 min a 27°C	25 min a 100°C	1,77 g	93,58%

En el Apéndice I puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Práctica 6. Síntesis orgánica: Aspirina. Esta práctica tiene como objetivo aplicar los conocimientos adquiridos en química orgánica, realizando la síntesis de aspirina mediante acetilación del ácido salicílico. También se busca fortalecer los conocimientos básicos de estequiometría como el reactivo límite y eficiencia de una reacción. Se realizó la reacción de aproximadamente 2,5 g de ácido salicílico con 5 mL de anhídrido acético agregando 3 gotas de ácido sulfúrico (H_2SO_4) en un baño de agua a 80°C por 10 minutos. Las condiciones de trabajo y los resultados obtenidos se presentan a continuación:

Tabla 5

Condiciones y resultados de la síntesis de aspirina

Preparación del baño de agua	Enfriamiento de la solución	Cristalización de la aspirina	Secado de la aspirina	Peso de la aspirina seca	Rendimiento de la reacción
25 min a 250 °C	15 min	~40 min en hielo	15 min a 120°C	2,25 g	~69,1%

En el Apéndice J puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Práctica 7. Extracción líquido-líquido: Cafeína. Con la finalidad de adquirir conocimientos acerca de la técnica de extracción líquido-líquido para extraer compuestos de

mezclas y disoluciones, y la familiarización con los equipos de laboratorio como el embudo de decantación y el rotoevaporador, los estudiantes realizarán la extracción de cafeína de 100 mL de una bebida gaseosa de Cola empleando 100 mL de diclorometano como solvente. La fase obtenida se tratará en un rotoevaporador para eliminar el solvente para, posteriormente, secar la cafeína obtenida en una estufa. Las condiciones de trabajo y los resultados obtenidos para extracción de la cafeína de una bebida gaseosa, se presentan a continuación:

Tabla 6

Condiciones y resultados de la extracción de cafeína de una bebida gaseosa de cola

Tiempo de agitación de la bebida	Tiempo de formación de fases	Tiempo de eliminación del solvente	Secado de la cafeína	Peso cafeína seca	Rendimiento de la extracción*
10 min a 500 rpm	10 min por extracción	30 min a 43°C y ~750 mbar	40 min a 60°C	3 mg	30%

Nota: *El rendimiento se calculó tomando como valor teórico el reportado en (cocacola de chile, s/f) que es aproximadamente 10 mg/ 100 mL.

Para extraer cafeína de café instantáneo, se hizo una infusión de 1,5 g de café instantáneo en 100 mL de agua, realizando el mismo procedimiento que la bebida de cola, empleando 80 mL de diclorometano. En este procedimiento las fases no se separaron adecuadamente debido a la producción de una emulsión. Por lo tanto, se optó por filtrar la emulsión al vacío y dejar reposar el filtrado en el balón de decantación, logrando separar la fase de interés adecuadamente en un corto tiempo. Las condiciones de trabajo y resultados obtenidos para la extracción de la cafeína de café instantáneo, se muestran en la Tabla 7:

Tabla 7

Condiciones y resultados de la extracción de cafeína de una infusión de café instantáneo

Tiempo de solución del café	Tiempo de formación de fases post filtrado	Tiempo de eliminación del solvente	Secado de la cafeína	Peso cafeína seca	Cafeína Teórica (Pardo, Alvarez, Barral, & Farré, 2007)
5 min a 250 rpm y 50°C	10 min	40 min a 43°C y ~750 mbar	50 min a 60°C	~85 mg	40-108 mg

En el Apéndice K puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Práctica 8. Destilación: Ácido acético y acetona. Esta práctica tiene como propósito lograr el conocimiento acerca de las técnicas de destilación que se emplean en la purificación de sustancias y visualizar mediante un indicador químico la pureza del líquido destilado. Se efectuará la separación de una mezcla de 50 mL de acetona con 50 mL de ácido acético al 10% v/v mediante un montaje de destilación simple, con ayuda de una manta de calefacción. Los resultados obtenidos se presentan a continuación:

Tabla 8

Resultados de la destilación de una mezcla acetona-agua-ácido acético

Destilado	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Volumen (mL)	Tiempo de recolección (30 min)
Fracción 1	56	60	46	30
Fracción 2	98	101	30	23
Fracción 3	108	118	12,7	10

En el Apéndice L puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Práctica 9. Recristalización del ácido acetilsalicílico y caracterización por FT-IR.

Teniendo como intención vincular al estudiante con el funcionamiento y las utilidades de la técnica de caracterización FT-IR, y buscando que este aprenda a analizar y concluir espectros de frecuencia, se realizó la recristalización de la aspirina anteriormente sintetizada, para su posterior estudio mediante la presente técnica. En el Apéndice M puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Práctica 10. Caracterización mediante espectrofotometría de absorción ultravioleta visible (UV-VIS). El objetivo de esta práctica es familiarizar al estudiante con los fundamentos en los que se basa la espectroscopia UV-visible, mediante la determinación de la concentración de un

analito empleando una curva de calibración. En el Apéndice N puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Práctica 11. Caracterización mediante cromatografía. Se busca que el estudiante se relacione con los fundamentos en los que se basa la cromatografía, sus conceptos básicos, además de los tipos de cromatografía que existen, realizando la identificación y cuantificación de una muestra. En el Apéndice O puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Práctica 12. Caracterización mediante difracción de rayos X (DRX). Con el fin de habituar al estudiante con los fundamentos en los que se basa la técnica de difracción de rayos X, se realizará la identificación de una muestra que les permitirá conocer el equipo con el que se realiza este tipo de caracterización y hacer los análisis cualitativos de esta. En el Apéndice P puede verse el manual con la información detallada de esta práctica.

Adicionalmente a los manuales elaborados, se realizó un inventario general (Ver Apéndice Q) del material requerido para la ejecución de la asignatura, enlistando algunas unidades adicionales para reposición.

4.3 Desarrollo del Objeto Virtual de Aprendizaje

4.3.1 Elección del tipo de OVA y herramientas a utilizar.

En el Objeto Virtual de Aprendizaje (OVA) se reflejó la información pertinente de los temas de cada práctica, para permitirle al estudiante que realizará el curso, tener previo conocimiento de los conceptos que aplicará, los materiales necesarios, los reactivos y sus correspondientes fichas de seguridad, además, del paso a paso para desarrollar cada experimento. En cuanto a la parte evaluativa de cada práctica, las herramientas utilizadas y sus características son mostradas a continuación:

- **Educaplay:** Es una plataforma para la creación de actividades educativas multimedia que permite crear aplicaciones de diversos tipos. Se pueden usar mapas, herramientas para hacer tests, adivinanzas, aplicaciones de dictado, crucigramas, etc.(Polo, 2011).
- **Kahoot:** Es un sistema de respuestas en el aula basado en el juego para escuelas, universidades y empresas. En Kahoot, se crea una prueba o encuesta para que los estudiantes respondan a través de cualquier dispositivo que tenga un navegador web, dentro de sus preguntas se pueden incluir fotos y vídeos (Eduarea, 2015).
- **Quizizz:** Consiste en un juego de preguntas multijugador similar a Kahoot, el cual posibilita en la creación de preguntas la modificación y personalización de las mismas para crear exámenes de manera lúdica. De esta manera, el profesor-docente genera las preguntas, comparte el enlace que las contiene y los alumnos ingresan a la página, introducen un código y participan desde su dispositivo móvil (Velasco, 2018).

4.3.2 Desarrollo y montaje del material.

El contenido del OVA se divide en cinco secciones principales, las cuales son “conceptos”, “materiales”, “reactivos”, “práctica” y “bibliografía”; en este último se adiciona el manual de cada práctica. En la Figura 8 se ejemplifica el menú de inicio de la Práctica 1, y en la Figura 9 se ilustran las secciones principales mencionadas anteriormente. En el Apéndice R se puede visualizar completamente el OVA de la primera práctica.

Figura 8

Ejemplo del menú de inicio del OVA referente a la práctica 1



Figura 9

Ejemplo del esquema de secciones principales del OVA referente a la práctica 1



En la página de la universidad, en el aula virtual de aprendizaje, se abrió un espacio para poder tener los módulos de las prácticas con sus respectivas actividades evaluativas. Estas fueron realizadas en Quizizz, Educaplay y Kahoot; y contienen cuestionarios, sopas de letras, crucigramas, entre otras. En el Apéndice S, se puede visualizar un ejemplo de dichas actividades.

Antes de cada sesión se dará acceso al estudiante en el aula virtual de aprendizaje a las presentaciones correspondientes de cada tema, donde realizará el reconocimiento del contenido asociado a la práctica y completará la actividad evaluativa disponible con la cual se podrá verificar que comprende los fundamentos básicos. En caso de que el estudiante repruebe dicha actividad antes de la práctica debe consultar con el docente alguna alternativa para demostrarle que realizó satisfactoriamente el estudio previo.

4. Conclusiones

- Fue diseñado el programa de la asignatura **Experimentación Química Básica para Ingenieros Químicos**. Como consecuencia de este proceso la creación de esta asignatura y su inclusión como electiva en el plan de estudios del programa de Ingeniería Química fue aprobada según el Acuerdo No. 013 de 2020 expedido el 21 de enero por el Consejo Académico de la Universidad Industrial de Santander.
- Se llevó a cabo un diseño experimental mediante el cual se obtuvo un conjunto de 12 prácticas, cada una con su respectivo manual guía y, se elaboró un inventario de los materiales y reactivos requeridos para el desarrollo de la asignatura para un curso conformado por 8 grupos de trabajo.
- Se realizó el desarrollo de un objeto virtual de aprendizaje (OVA) para respaldar y complementar las prácticas experimentales y sus respectivos manuales. En el OVA se adicionaron conceptos tratados en cada práctica, además, de algunos videos que permiten entender mejor los procesos llevados a cabo. El componente evaluativo incluyó diversas actividades didácticas (crucigramas, cuestionarios, etc.)

5. Recomendaciones

- Realizar la cotización de los diferentes materiales de laboratorio y reactivos con base en el inventario elaborado.
- Poner en marcha una prueba piloto antes de abrir de manera oficial la asignatura para comprobar que los contenidos funcionen adecuadamente para un curso regular de estudiantes y hacer los ajustes necesarios.
- Concertar y adjuntar los reactivos a utilizar y procedimientos a realizar en las prácticas de análisis instrumental.
- Coordinar e introducir cátedras complementarias a los manuales ya elaborados para que los estudiantes tengan una mejor comprensión de las técnicas de análisis Instrumental.
- Actualizar las actividades evaluativas de las plataformas periódicamente.
- Si se realizan cambios en los manuales, modificarlos en las presentaciones de Genially.

Referencias Bibliográficas

- Askeland, D. R., Fulay, P. F., & Wright, W. J. (2012). *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. Cengage Learning.
- Beccerra, P. A., & Florez, Y. F. (2015). *Elaboración de la asignatura electiva “Diseño de equipos de intercambio de calor” para el Programa de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander (Tesis de Pregrado)*. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia.
- Brown, T. L., LeMay Jr, H. E., Bursten, B. E., Murphy, C. J., & Woodward, P. M. (2014). *Química, la ciencia central* (12a ed.). México: Pearson educación.
- Chang, R. (2010). *QUÍMICA* (10a ed.). México, México: McGraw-Hill.
- cocacola de chile. (s/f). Ingredientes. Recuperado el 1 de abril de 2020, de <https://www.cocacoladechile.cl/packages/ingredientes>
- Corzo, A. (2019). *Técnicas de análisis en Química Orgánica : cromatografía* (1a ed.). Santiago del Estero: Universidad Nacional de Santiago del Estero. Recuperado de <https://fcf.unse.edu.ar/archivos/series-didacticas/SD-44-Cromatografia-CORZO.pdf>
- Cullity, B. D. (1978). *Elements of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing.
- Day Jr, R. A., & Underwood, A. L. (1999). *Química Analítica Cuantitativa* (5a ed.). México: Prentice-Hall Hispanoamerica.
- Eduarea. (2015). Aprendizaje Basado en el Juego: Kahoot! Recuperado de <https://eduarea.wordpress.com/2015/02/28/aprendizaje-basado-en-el-juego-kahoot-2/>
- García, H., & Muñoz, H. A. (2019). *Implementación de prácticas de flujos compresibles en tuberías y boquillas para el Laboratorio de Procesos I*. Universidad Industrial de Santander,

Bucaramanga, Colombia.

Geankoplis, C. J. (2006). *Procesos de transporte y principios de procesos de separación (incluye operaciones unitarias)* (4a ed.). México: Compañía editorial continental.

Gómez, T. V. (2019). *Elaboración de manual y desarrollo de un aplicativo pedagógico como apoyo a la comprensión de la difusión en líquidos para la asignatura de Laboratorio de Procesos I*. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia.

Lizcano, J. I., & Rangel, S. J. (2019). *Elaboración de manual y herramienta pedagógica para la práctica difusión de gases como apoyo a la asignatura Laboratorio de Procesos I*. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia.

McCabe, W. L., Smith, J. C., & Harriot, P. (2007). *Operaciones unitarias en ingeniería química* (7a ed.). México: McGraw Hill.

McMurry, J. E., & Fay, R. C. (2009). *Química General* (5a ed.). México: Pearson educación.

Owen, T. (2000). *Fundamentos de la espectroscopía UV-visible moderna Conceptos básicos*. Agilent Technologies.

Pardo, R., Alvarez, Y., Barral, D., & Farré, M. (2007). Cafeína: un nutriente, un fármaco, o una droga de abuso. *Adicciones (revista versión online)*, 19(3), 225–2398.
<https://doi.org/10.20882/adicciones.303>

Polo, J. (2011). EDUCAPLAY – PARA CREAR ACTIVIDADES DE CARÁCTER EDUCATIVO. Recuperado el 2 de abril de 2020, de <https://www.whatsnew.com/2011/07/08/educaplay-para-crear-actividades-de-caracter-educativo/>

Ríos, A. (2018). *Modelo de aplicación de herramientas digitales en el aprendizaje colaborativo presencial*. Colombia. Recuperado de

<https://acis.org.co/archivos/Moodle/2018/Memorias/Conferencias/4.pdf>

Salazar, J. (2013). Método de ensayo para la determinación cualitativa y cuantitativa del contenido de polímero presente en ligantes asfálticos modificados. *Métodos y Materiales*, 3(1), 4–20.
<https://doi.org/10.15517/mym.v3i1.13482>

Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2008). *Principios de análisis instrumental* (6a ed.). México: Cengage Learning.

Skoog, D. A., West, D. M., Holler, J. F., & Crouch, S. R. (2015). *Fundamentos de química analítica* (9a ed.). México: Cengage Learning.

Stashenko, E. E., & Martínez, J. R. (2010). Algunos aspectos prácticos para la identificación de analitos por cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas. *Scientia Chromatographica*, 2(1), 29–47.

Thermo Nicolet Corporation. (2001). *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry*. Recuperado de https://www.chem.uci.edu/~dmitryf/manuals/Fundamentals/FTIR_principles.pdf

Treybal, R. E. (1988). *Operaciones de transferencia de masa*. (A. García Rodríguez, Ed.) (2a ed.). McGraw Hill.

Universidad Nacional Autónoma de México. (2007). *Técnicas Cromatográficas*. México. Recuperado de http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/M.Cromatograficos_6700.pdf

Universidad Nacional Autónoma de México. (2009). *Procesos de Separación I*. México. Recuperado de <http://depa.fquim.unam.mx/procesos/PDF/ProcesosI.pdf>

Velasco, M. (2018). Quizizz - Herramienta para crear juegos de preguntas multijugador. Recuperado de <http://www.ayudaparamaestros.com/2016/03/quizizz-herramienta-para-crear-juegos.html>

Wankat, P. C. (2008). *Ingeniería de procesos de separación* (2a ed.). México: Pearson Educación.

Warren, B. E. (1990). *X-ray Diffraction*. New York: Dover Publications, Inc.