REGISTRADO
AZUCENA PERALTA
DIRECTORA APOYO CONSEJO SUPERIOR



*Ministerio de Educación*
*Universidad Tecnológica Nacional*
*Rectorado*

**APRUEBA CURSOS DE POSGRADO DE ACTUALIZACIÓN**

San Rafael, 25 de Noviembre de 2009

VISTO la presentación de la Facultad Regional Córdoba, a través de la cual solicita la aprobación y autorización de implementación de los Cursos de Posgrado de Actualización "Caracterización química y física de superficies y nanoestructuras de catalizadores, alambres moleculares y composites con propiedades específicas" y "Avances en el diseño de experimentos y optimización de procesos", y

CONSIDERANDO:

Que los Cursos propuestos responden a la necesidad de brindar a docentes y graduados de la Universidad conocimientos actualizados acerca de los métodos para caracterizar diversos materiales a escala nanoscópica y en la aplicación de la metodología de diseño de experimentos para la optimización de procesos.

Que la Facultad Regional Córdoba cuenta con un plantel de profesores de elevado nivel académico y profesional, además de una prolongada y amplia experiencia en el dictado de cursos y seminarios vinculados al propuesto.

Que la Comisión de Posgrado de la Universidad ha analizado los antecedentes que acompañan la solicitud y avala la presentación.

Que la Comisión de Ciencia, Tecnología y Posgrado recomienda su aprobación.

Que el dictado de la medida se efectúa en uso de las atribuciones otorgadas por el Estatuto Universitario.

REGISTRADO
P/A
AZUCENA PERALTA
DIRECTORA APOYO CONSEJO SUPERIOR

*"2009 – Año de Homenaje a Raúl Scalabrini Ortiz"*

*Ministerio de Educación*
*Universidad Tecnológica Nacional*
*Rectorado*

Por ello,

EL CONSEJO SUPERIOR DE LA UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA NACIONAL

ORDENA:

ARTÍCULO 1°.- Aprobar los curriculos de l os Cursos de Posgrado de Actualización "Caracterización química y física de superficies y nanoestructuras de catalizadores, alambres moleculares y composites con propiedades específicas" y "Avances en el diseño de experimentos y optimización de procesos", que figuran en el Anexo I y es parte integrante de la presente Ordenanza.

ARTÍCULO 2°.- Autorizar el dictado del mencionado Curso en la Facultad Regional Córdoba con el Cuerpo Docente que figura en el Anexo II y es parte integrante de la presente Ordenanza.

ARTÍCULO 3°.- Regístrese. Comuníquese y archívese.

ORDENANZA Nº 1247

Ing. HÉCTOR CARLOS BROTTO
RECTOR

A. U. S. RICARDO F. O. SALLER
Secretario del Consejo Superior

REGISTRADO
AZUCENA PERALTA
DIRECTORA APOYO CONSEJO SUPERIOR



*Ministerio de Educación*
*Universidad Tecnológica Nacional*
*Rectorado*

**ORDENANZA Nº 1247**

**ANEXO I**

## CURSOS DE POSGRADO DE ACTUALIZACIÓN

## I. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA Y FÍSICA DE SUPERFICIES Y NANOESTRUCTURAS DE CATALIZADORES, ALAMBRES MOLECULARES Y COMPOSITES CON PROPIEDADES ESPECÍFICAS

### 1. FUNDAMENTACIÓN

En años recientes los físicos, químicos e ingenieros han enfocado su interés hacia el diseño de nuevos materiales funcionales cuyas características dependen de la organización específica de las moléculas en su interior. Esto ha abierto un nuevo tipo de química-física. Los métodos son todos diferentes a los clásicos, donde un cambio en las propiedades puede ser obtenido introduciendo nuevos grupos funcionales, las características se pueden modificar en función del cluster o del grano, por la organización en diversas fases, y por la alineación molecular supramolecular y nanoscópica. Por lo tanto es de importancia tener conocimiento sobre métodos para caracterizar diversos materiales a escala nanoscópica.

### 2. OBJETIVOS

- Preparar a los estudiantes de doctorado en la caracterización de materiales con propiedades específicas mediante métodos de fisisorción y quimisorción, así como también métodos espectroscópicos de FTIR y métodos específicos basados en radiación sincrotrón (XAFS).

- Determinar características tales como área superficial del material y área superficial activa de los materiales con sitios activos específicos o sitios de anclaje en la preparación de composites a través de métodos basados en tests de adsorción química y física.
- Reconocer características del material a nivel de enlaces y sitios determinados por adsorción de moléculas sonda, a partir de las caracterizaciones espectroscópicas por FTIR.
- Proporcionar la base teórica y experimental necesaria para los estudios estructurales, electrónicos y magnéticos típicos, para la elección de las técnicas disponibles en los laboratorios de radiación de sincrotrón.

**3. CONTENIDOS**

*Tema 1:* Caracterización fisicoquímica superficial, fisisorción y quimisorción de materiales sólidos

- Determinación del área superficial de materiales sólidos micro y mesoporosos, por medio del método BET (S. Brunauer, P.H. Emmet, and E. Teller): determinación del área en un solo punto (Single-point surface area), determinación del área superficial por múltiples puntos (Multipoint surface area).
- Determinación del Volumen total de poros (Total pore volume).
- Análisis de quimisorción de gases por pulsos: determinación del área superficial activa, porcentaje de dispersión metálica y el tamaño medio de partícula activa adsorbiendo cantidades determinadas de gases reactantes tales como $H_2$, $O_2$, CO, $CO_2$, $NH_3$, $He_2$, $CH_4$, $C_2H_6$, $C_2H_8$, $C_4H_{10}$, sobre la muestra.
- Desorción a temperatura programada (TPD, Temperatura-programmed Desorption): determinación del número, tipo y fuerza de sitios activos disponibles sobre la superficie

de catalizadores a través de la cantidad de gas desorbido a varias temperaturas. Determinación de sitios ácidos, básicos y bifuncionales.

- Reducción a temperatura programada (TPR, Temperatura-programmed Reduction): determinación del número de especies reducibles presentes en el catalizador e identificación de la temperatura de reducción.

- Oxidación a temperatura programada (TPO, Temperatura-programmed Oxidation): examinar el alcance en que los sitios del catalizador pueden ser oxidados.

- Operación de un equipo Micromeritics Chemisorb 2720. Análisis y procesamiento de datos por medio de una PC empleando un software particular del equipo.

*Tema 2:* Caracterización de materiales sólidos por medio de espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) y Didracción de Rayos X (XRD)

- Estudio Fisicoquímico de materiales microporosos, mesoporosos y nanomateriales con diferentes propiedades de aplicación por medio de espectroscopia FTIR

- Mitos y Certezas de la Caracterización de sólidos por espectroscopia Infrarroja de Transmisión.

- Adecuación del tratamiento de las muestras a los instrumentos convencionales. Diseño del portamuestra adecuado. Tratamientos previos de las muestras.

- Preparación de los materiales: preparación de pastillas con KBr. Ventajas en la determinación de la huella dactilar del espectro empleando celda de alto vacío con ventanas de KBr, respecto de las determinaciones en condiciones normales de presión temperatura y humedad. Pastillas autosoportadas.

- Determinación de estructuras cristalinas. Determinación de tipo, naturaleza y fuerza de sitios activos en materiales. Determinación de las bandas características de absorción y

de los coeficientes de extinción molar de moléculas preadsorbidas. Determinación del tipo de interacción adsorbato-catalizador.

- Seguimiento de bandas FTIR por tratamiento de desorción al vacío a diferentes temperaturas. Acidez y basicidad de materiales sólidos catalíticos por adsorción de moléculas sonda y seguimiento de bandas FTIR.

- Difracción de Rayos X por aplicación de Radiación Sincrotón. Introducción a la determinación de estructura cristalina. Empleo de las distancias interplanares. Determinación de parámetros de red, espesor de paredes, tamaño de poros, etc. Determinación de % de cristalinidad por standar intemo/ sin standar interno. Comparación de resultados con los obtenidos por FTIR

- Aplicación en la determinación de la cinética de cristalización de sólidos.

*Tema 3:* Estrategias para el procesamiento de datos generados por FTIR y XRD

- Operación de un equipo FTIR Jasco 5300. Análisis y procesamiento de datos por medio de una PC empleando un software Especial para tratamiento de datos generados por el equipo.

- Ajuste y suavizado de curvas por Saviztky-Golay, Adjacent Averaging, FFT filter.

- Deconvolución de espectros para la caracterización y cuantificación relativa de bandas.

- Estrategias para la separación de bandas superpuestas por medio de deconvoluciones para su posterior asignación y cuantificación.

- Determinación de tamaño a escala nanométrica de especies activas, clusters, metales, óxidos, por aplicación de la ecuación de Scherrer y comparación con resultados obtenidos por Microscopia de transmisión electrónica de alta resolución HRTEM

- Ventajas y precauciones en el procesamiento de datos obtenidos por XRD-sincrotrón para la determinación de Sistemas de Simetría (índices de Miller) de sólidos nanométricos.

- Aplicaciones especiales de deconvolución, empleando análisis polinomial de orden superior, Gausianas, Lorenzianas, etc, a señales múltiples tanto para FTIR como para XRD

*Tema 4:* Absorción de rayos X

- Introducción, aspectos históricos y del desarrollo de las técnicas de absorción. Interacción de la radiación con la materia, el proceso de absorción. Características generales de las técnicas, fundamentos, instrumentación, usos y aplicaciones.

- Teoría EXAFS. Derivación de la ecuación EXAFS, consideraciones adicionales: vida media, desorden térmico y estructural, dependencia angular. Amplitud y corrimiento de fase. Correcciones al modelo simple >propuesto. Dispersión múltiple. Efecto de muchos cuerpos. Camino libre medio. Transferibilidad de fases y amplitudes.

- Teoría XANES: Teoría general y cálculos numéricos. Teoría de dispersión múltiple. Aproximación por teoría de orbitales moleculares. Esquema de un electrón. Relación entre longitud de enlace y energías resonantes. Teoría del campo ligante. Hibridización de niveles moleculares.

- Medidas XAFS: Instrumentación. La línea XAFS: rayos X duros y blandos. Modos de detección. Diseño de un experimento. XAFS in situ: importancia, limitaciones y nueva instrumentación.

*Tema 5*: Espectroscopia foto-electrónica (XPS)

- Introducción y principios básicos. Camino libre medio del >electrón. Electrones vs. Fotones. Técnicas basadas en electrones como sondas. Aspectos experimentales. Teoría de fotoemisión. Derivaciones de la teoría.
- Análisis cuali y cuantitativo: aspectos relacionados con la estructura electrónica del sólido. Niveles profundos y estados finales. Picos satélites. Efectos de superficie. Transiciones Auger. Satélites de "Shake-up". Estados químicos. Desdoblamiento múltiple. Plasmones de superficie.
- Aspectos instrumentales. XPS en el sincrotrón. Diseño de un analizador XPS. Aspectos y partes de un laboratorio de XPS. Análisis de profundidad. Resolución espacial. Aplicaciones y nueva instrumentación. XPS in situ.

**4. DURACIÓN**

El Curso tendrá una carga horaria de CIEN (100) horas

**5. METODOLOGÍA**

El régimen de cursado previsto es presencial.

El cursado prevé la combinación de clases teóricas - expositivas y actividades prácticas, y la realización de experimentos virtuales.

**6. EVALUACIÓN Y PROMOCIÓN**

Para la aprobación del curso se requerirá, además de la asistencia, la ejecución de los trabajos prácticos, la aprobación de una prueba final escrita y la defensa oral de un trabajo científico individual.

## II. AVANCES EN EL DISEÑO DE EXPERIMENTOS Y OPTIMIZACION DE PROCESOS

### 1. FUNDAMENTACION

La mejora de un proceso representa un reto para las industrias, éstas invierten una cantidad importante de capital con ese fin. El destino de esos recursos se orienta a la compra de nueva maquinaria, a la capacitación del personal, y al esfuerzo por alcanzar estándares de calidad más competitivos. Sin embargo, en los países emergentes, se destina poco dinero al desarrollo de tecnología, aunque en la actualidad existe un promisorio acercamiento entre las universidades y las empresas para alentar la investigación con el fin de propiciar el desarrollo y la innovación tecnológica. En resumen, la finalidad principal de muchas empresas es desarrollar nuevos procesos y productos o la mejora continua de éstos. La calidad global de los productos está representada por numerosas características y éstas a la vez, son función de un conjunto de factores a ser controlados. Para obtener el valor de respuesta de esas características se recurre a una estrategia experimental. El tipo de diseño que se utiliza, involucra los factores de interés con el fin de encontrar la combinación que corresponda de la mejor forma a todas las características. Este proceso se le conoce como un diseño de optimización.

Los orígenes del diseño experimental se remontan a las primeras décadas del siglo XX, cuando Ronald Fisher, en su libro *"The Design of Experiments"* introduce el concepto de aleatorización y el análisis de varianza. En estos últimos años, la teoría y aplicaciones del diseño de experimentos se consolidaron y expandieron, aplicándose con éxito particularmente, por la contribución *"Quality Engineering in Production Systems"* de Genichi Taguchi.

Existe una gran variedad de situaciones donde es de vital importancia el desarrollo de metodologías para la optimización de respuestas, como son la maximización de un

rendimiento, la minimización de una función de costos o sujeto a un presupuesto específico, la minimización de un tiempo de ejecución, la optimización de una característica de calidad de un producto, etc., teniendo así aplicaciones en áreas tan diversas como ciencias físicas, químicas, biológicas, sociales, clínicas, ingeniería, economía e investigación de mercados.

La metodología superficie de respuesta (RSM, por sus siglas en inglés, Response Surface Methodology) es un modelo útil para estudiar el efecto de varios factores que influencian la respuesta variándolos simultáneamente. La metodología superficie de respuesta fue formulada originalmente por Box y Wilson [G. Box, K. Wilson, J. R. Stat. Soc., Ser. B 13 (1951)]. RSM es un modelo útil para estudiar con pocas experiencias el efecto de varios factores sobre la respuesta.

Específicamente, el diseño superficie de respuesta se clasifica como un método simultáneo, siendo utilizado en la etapa de la optimización [R. Kuehl, Design of Experiments, second ed., Duxbury, 2000]. Su aplicación permite seleccionar la combinación óptima de niveles, para obtener la mejor respuesta para una condición específica [D. Montgomery, Design and Analysis of Experiments, John Wiley & Sons, Inc., 1991]. En la RSM, se realizan los diseños factoriales y los resultados se ajustan usando modelos matemáticos. Estas etapas se conocen respectivamente como etapas de *desplazamiento* y de *diseño*, éstas se repiten varias veces, definiendo la superficie de respuesta obtenida en la dirección de la región del punto óptimo. La superficie de respuesta examina la respuesta permitiéndonos:

- Determinar la combinación de los niveles de factores que proporciona una conveniente condición operativa.
- Encontrar la combinación de niveles que proporcionen mejoras económicas.

- Investigar la influencia conjunta de los factores en la/s variable/s de respuesta/s.

El método diseño de experimentos es eficiente para proveer información con alta performance para ser aplicados, por ejemplo, a la síntesis de catalizadores y al desarrollo de nuevos materiales para ser empleados en procesos específicos, ya que los numerosos parámetros de síntesis, pueden ser investigados aplicando las técnicas de diseño de experimentos teniendo en cuenta todas sus variables y sus interacciones. En este contexto, las metodologías basadas en superficie de respuesta juegan un papel fundamental en la estimación de condiciones de operación óptimas para la ejecución del experimento o proceso particular, ya que han mostrado ventajas respecto a otros métodos, por el hecho de tener medidas en términos de significancia estadística de la bondad de los modelos propuestos [Mohan Sen and H. Shan, Robot. and Comp.-Integ. Manufact., 23 (2007)].

Las redes de neuronas artificiales (denominadas habitualmente como RNA o en inglés como: "ANN") son un paradigma de aprendizaje y procesamiento automático inspirado en la forma en que funciona el sistema nervioso de los animales. Se trata de un sistema de interconexión de neuronas en una red que colabora para producir un estímulo de salida. En inteligencia artificial es frecuente referirse a ellas como redes de neuronas o redes neuronales.

Las redes neuronales consisten en una simulación de las propiedades observadas en los sistemas neuronales biológicos a través de modelos matemáticos recreados mediante mecanismos artificiales (como un circuito integrado, un ordenador o un conjunto de válvulas). El objetivo es conseguir que las máquinas den respuestas similares a las que es capaz de dar el cerebro que se caracterizan por su generalización y su robustez [P. D.

Wasserman, Neural Computing. ANZA Research, inc. Van Nostrend Reinhold 1989. - M Rochaa, P. Cortezb and J Neves, Neurocomputing 70 (2007) 2809–2816].

Una red neuronal se compone de unidades llamadas neuronas. Cada neurona recibe una serie de entradas a través de interconexiones y emite una salida. Con un paradigma convencional de programación en ingeniería del software, el objetivo del programador es modelar matemáticamente (con distintos grados de formalismo) el problema en cuestión y posteriormente formular una solución (programa) mediante un algoritmo codificado que tenga una serie de propiedades que permitan resolver dicho problema. En contraposición, la aproximación basada en las RNA parte de un conjunto de datos de entrada suficientemente significativo y el objetivo es conseguir que la red aprenda automáticamente las propiedades deseadas. En este sentido, el diseño de la red tiene menos que ver con cuestiones como los flujos de datos y la detección de condiciones, y más que ver con cuestiones tales como la selección del modelo de red, la de las variables a incorporar y el preprocesamiento de la información que formará el conjunto de entrenamiento. Asimismo, el proceso por el que los parámetros de la red se adecuan a la resolución de cada problema no se denomina genéricamente programación sino que se suele denominar entrenamiento neuronal.

## 2. OBJETIVOS

- Formar profesionales capaces de difundir la aplicación de la metodología estadística en busca de la optimización de procesos y la generación de productos de alta complejidad.
- Fomentar el uso de la Metodología de Diseño de Experimentos a procesos de interés científico-tecnológico.

**3. CONTENIDOS**

1. Diseño de Experimentos:

Principios básicos del diseño de experimentos. Etapas en el diseño de experimentos. Consideraciones prácticas sobre el uso de métodos estadísticos. Clasificación y selección de los diseños experimentales.

2. Definiciones Básicas:

Población y muestra, parámetros y estadísticos. Distribuciones de probabilidad. Conceptos básicos de prueba e hipótesis. Planteamiento de una hipótesis estadística. Prueba para la media. Prueba para la varianza. Criterios de rechazo o aceptación equivalentes. Hipótesis para dos medias: comparación de dos tratamientos. Prueba para la igualdad de varianzas. Uso de un software estadístico.

3. Experimentos de un solo factor (análisis de varianza):

Diseño completamente al azar y ANOVA. Verificación de los supuestos de modelo. Elección del tamaño de la muestra.

4. Diseños de bloques:

Conceptos básicos. Diseño de bloques completos al azar.

5. Diseños factoriales:.

Conceptos básicos en diseños factoriales. Experimentación factorial vs. mover un factor a la vez. Tipos de diseños factoriales

6. Planeamiento de un experimento.

Experimentación: una estrategia para comprobar supuestos y generar aprendizaje. El diseño de experimentos y el ciclo de Deming. Etapas y actividades de la planeación y análisis de un experimento.

7. Redes Neuronales:

Definición, Principios básicos y Fundamentos. Funcionamiento. Ventajas. Tipología de las RNA: Modelos, Topología, Aprendizaje, Tipo de entrada. Aplicaciones.

**4. DURACIÓN**

El Curso tendrá una carga horaria de SESENTA (60) horas

**6. METODOLOGÍA**

El régimen de cursado previsto es presencial.

El cursado prevé la combinación de clases teóricas - expositivas y actividades prácticas, y la realización de experimentos virtuales.

**7. EVALUACIÓN Y PROMOCIÓN**

Para la aprobación del curso se requerirá, además de la asistencia, la aprobación de una prueba final escrita e individual y la elaboración y presentación de un diseño de experimentos grupal.

REGISTRADO
AZUCENA PERALTA
DIRECTORA APOYO CONSEJO SUPERIOR



*Ministerio de Educación*
*Universidad Tecnológica Nacional*
*Rectorado*

**ORDENANZA Nº 1247**

**ANEXO II**

**CURSOS DE POSGRADO DE ACTUALIZACIÓN**

**EN LA FACULTAD REGIONAL CÓRDOBA**

## I. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA Y FÍSICA DE SUPERFICIES Y NANOESTRUCTURAS DE CATALIZADORES, ALAMBRES MOLECULARES Y COMPOSITES CON PROPIEDADES ESPECÍFICAS

***Cuerpo Docente***

- Oscar ANUNZIATA

Doctor en Ciencias Químicas, Universidad Nacional de Córdoba

Licenciado en Ciencias Químicas, Universidad Nacional de Córdoba

Profesor Titular en Universidad Tecnológica Nacional

Investigador Principal del CONICET

Docente Investigador Categoría I del Programa de Incentivos del Ministerio de Educación

Director del Doctorado en Ingeniería, Mención Química, UTN - FRC

Dirección de tesis de maestría y doctorado

Dirección de becarios e investigadores formados y en formación

Miembro de jurado de tesis de posgrado

- Félix REQUEJO

Doctor en Física, Universidad Nacional de La Plata

Licenciado en Física, Universidad Nacional de La Plata

Profesor Adjunto Ordinario, Universidad Nacional de La Plata

Investigador Independiente del CONICET

Dirección y Co-Dirección de Tesis Doctorales

- Marcos GÓMEZ COSTA

Doctor en Ingeniería, Mención Química, UTN – Facultad Regional Córdoba

Ingeniero Químico, Universidad Tecnológica Nacional – FRC

Profesor Adjunto Interino, DS, Universidad Tecnológica Nacional – FRC

Investigador Asistente del CONICET

- José RAMALLO LÓPEZ

Doctor en Física, Universidad Nacional de La Plata

Licenciado en Física, Universidad Nacional de La Plata

Jefe de Trabajos Prácticos Interino, Universidad Nacional de La Plata

Docente Investigador Categoría III del Programa de Incentivos del Ministerio de Educación

Investigador Adjunto del CONICET

**II. AVANCES EN EL DISEÑO DE EXPERIMENTOS Y OPTIMIZACION DE PROCESOS**

***Cuerpo Docente***

- Oscar ANUNZIATA

- Jorgelina CUSSA

Doctora en Ingeniería, Mención Química, UTN – Facultad Regional Córdoba

Especialista en Ingeniería en Calidad, UTN – Facultad Regional Córdoba

Ingeniera Química, UTN – Facultad Regional Córdoba

Jefe de Trabajos Prácticos Interino, UTN – Facultad Regional Córdoba

Investigadora Asistente del CONICET

Docente Investigador Categoría V del Programa de Incentivos del Ministerio de Educación