



Ministerio de Cultura y Educación
Universidad Nacional de San Luis
Facultad de Química Bioquímica y Farmacia
Departamento: Química
Area: Qca Analítica

(Programa del año 2019)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUIMICA ANALITICA Y ANALISIS DE MENAS	TEC.PROC.MINER.	11/13	2019	1° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
PERINO, ERNESTO	Prof. Responsable	P.Asoc Exc	40 Hs
MARCHEVSKY, EDUARDO JORGE	Prof. Colaborador	P.Tit. Exc	40 Hs
BONFIGLIOLI, TRISTAN ADOLFO	Auxiliar de Práctico	A.1ra Exc	40 Hs

III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico	Teóricas	Prácticas de Aula	Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc.	Total
4 Hs	Hs	Hs	Hs	4 Hs

Tipificación	Periodo
B - Teoria con prácticas de aula y laboratorio	1° Cuatrimestre

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
13/03/2019	22/06/2019	15	60

IV - Fundamentación

El presente curso pretende dar un conocimiento global de la Química Analítica y su potencial en la resolución de problemas relacionados con la exploración, explotación e industria minera. En esta asignatura se estudiarán, dentro de la Química Analítica, técnicas cualitativa, cuantitativa y separativas; su diferenciación; como así también la aplicación en la industria minera.

Se pretende obtener un tratamiento comprensivo y coherente de los aspectos fundamentales y las aplicaciones prácticas, demostrando la importancia de las diferentes metodologías

Es fundamental que el estudiante adquiera el conocimiento de los principios químicos involucrados en la medida, así como en la selección de la técnica más apropiada para la determinación del analito en estudio, asegurándose el suficiente conocimiento básico para llevar a cabo la experiencia.

Para ello, se enfrentará al alumno a diferentes técnicas desarrolladas en la asignatura, realizando trabajos prácticos de laboratorio en muestras de diferente naturaleza (minerales, rocas, suelos y aguas de diferente naturaleza) que serán provistos por la cátedra y/o por los mismos alumnos.

Finalmente, lo fundamental es lograr que el alumno primero defina el problema analítico que necesita ser resuelto y demuestre que el resultado de un análisis no es meramente un número sino lo que el mismo significa.

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

Los objetivos fundamentales son los siguientes:

- Adquirir por parte de los alumnos de la carrera de Ing. en Minas el conocimiento de los principios de la Química Analítica involucrados en la medida.
- Seleccionar el tipo de tecnología analítica más apropiada para la determinación del analito en estudio.
- Lograr una apertura de criterios para discriminar la utilización de técnicas analíticas en la industria minera.

VI - Contenidos

Análisis de menas: muestreo, disolución y disgregación. Volumetría y complejometría. Titulaciones complejométricas.

Curvas de titulación, determinación de dureza en aguas. Espectroscopía de Absorción y Emisión Atómica.

Espectrofotómetros: AA e ICP-OES; Espectrometría de Fluorescencia y difracción de rayos X (FRX y DRX). Preparación de patrones. Cálculos. Análisis de distintos minerales. Preparación y disolución de las menas más comunes. Distintos métodos de determinación: ventajas y desventajas.

Bolilla 1

Química Analítica. Generalidades. Definición Terminología. Clasificación de la química analítica. Química Analítica Cualitativa y Cuantitativa. Análisis Químico. El proceso analítico total: diferentes etapas. Reactivos en química analítica. Clasificación de los reactivos: generales y especiales. Sensibilidad y selectividad de las reacciones. Relación entre límite de detección y de cuantificación. Seguridad de una reacción. Escalas del análisis químico. Aplicación en el campo de las ciencias de la tierra. Materiales de laboratorio.

Bolilla 2

Disolución de muestras sólidas. Ensayos de solubilidad en agua, ácido clorhídrico, ácido nítrico y agua regia. Disgregación de residuos insolubles en ácidos. Principales agentes disgregantes. Digestión de muestras sólidas: procedimientos por vía seca y procedimientos por vía húmeda. Muestreo. Importancia y errores. Representatividad. Tipos de muestra. Plan y esquemas de muestreo. Tamaño de la muestra. Muestreo de sólidos, líquidos y gases. Sub-muestreo. Transporte, conservación y almacenamiento. Cadena de custodia. Errores de muestreo. Preparación de la muestra para el análisis. Molienda, reducción (cuarteo). Tamizados. Precauciones, contaminaciones.

Bolilla 3

Conceptos fundamentales en química analítica. Concepto de pH. Medida potenciométrica del pH. Instrumentación de medida de pH. Equilibrio químico. Constante de equilibrio. Reacciones de precipitación. Solubilidad y producto de solubilidad. Condiciones de precipitación y disolución. Reacciones Ácido-Base. Reacciones de Oxidación-Reducción. Reacciones de formación de Complejos. Unidades de medición: el sistema internacional. Formas de expresar las concentraciones de las soluciones: molar, normal, porcentaje, partes por millón, partes por billón.

Bolilla 4

El análisis gravimétrico. Fundamento. Clasificación de los métodos gravimétricos. Métodos por precipitación. Métodos por volatilización. Operaciones básicas. Ventajas y desventajas. Materiales utilizados. Aplicaciones.

Bolilla 5

El análisis volumétrico. Términos y conceptos básicos del análisis volumétrico. Cálculos. Clasificación de los métodos volumétricos. Distintos procedimientos volumétricos. Curvas de titulación. Métodos de detección del punto final. Volumetría de precipitación. Volumetría ácido-base. Volumetría de formación de complejos. Volumetría de óxido – reducción.

Bolilla 6

Métodos instrumentales de análisis. Métodos absorciométricos. Fundamentos. Leyes de la absorción de la radiación: ley de Lambert – Beer. Curva espectral y de calibrado. Instrumental utilizado – Espectrómetro UV – visible. Formas de operar en absorciometría molecular UV – visible.

Bolilla 7

Espectroscopia Atómica. Espectrometría de emisión y Absorción Atómica: Espectros de absorción y de emisión. Instrumentación: Fuentes de radiación, atomizadores con y sin llama, monocromadores, modulación de la señal, detector y sistemas de lectura y registro. Sensibilidad y límite de detección. Interferencias: clasificación y modos de eliminación. Modos de evaluación directo, agregado patrón y patrón interno. Aplicaciones analíticas. Espectrometría de Emisión Óptica asociada al Plasma acoplado Inductivamente (ICP-AES). Espectrometría de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-MS). Instrumentación. Aplicaciones.

Bolilla 8

Espectrometría de fluorescencia de rayos X. Excitación atómica. Espectro electromagnético. Radiación X primaria. Radiación X secundaria o fluorescente. Bordes o cantos de absorción. Fundamentos del método. Instrumentos dispersivos en energía y longitud de onda. Descripción de equipos. Tubos de Rayos X. Detectores. Cristales analizadores- Sistema de medidas bajo condiciones de vacío y de presurización de la cámara en helio. Análisis cuali y cuantitativos. Ventajas y desventajas de la espectrometría de Rayos X. Alcances de la técnica.

Bolilla 9

Difracción de rayos X- Fundamentos. Método del polvo cristalino. Instrumentación. descripción. Interpretación y análisis de estructuras cristalinas mediante la utilización de software. Uso de fichas ASTM y bases de datos. Análisis cuali y cuantitativos.

Bolilla 10

Geoquímica analítica minera. Fundamentos de prospección geoquímica- Objetivos – Provincias geoquímicas - Métodos de reconocimiento y detalle – Tipos de muestras – Etapas de la exploración - Anomalías- Tipos de anomalías - mapas geoquímicos- Geoquímica de la hidrósfera, biosfera, atmosfera, suelos, rocas. Contaminantes naturales y antrópicos. Técnicas analíticas aplicadas a la minería. Métodos clásicos - Métodos instrumentales Espectroscópico y No Espectroscópico.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

Trabajo Práctico N° 1: Determinación potenciométrica del pH en extracto de suelo.

Trabajo Práctico N° 2: Análisis de carbonatos en suelos por métodos gaseométricos

Trabajo Práctico N° 3: Análisis volumétrico.

Trabajo Práctico N° 4: Análisis espectrométrico de absorción molecular UV- Visible.

Trabajo Práctico N° 5. Análisis espectrométrico de emisión atómica.

Trabajo Práctico N° 5. Análisis espectrométrico de absorción atómica.

Trabajo Práctico N° 6: Análisis espectrométrico de Fluorescencia de rayos X.

Trabajo Práctico N° 7: Análisis por Difractometría de rayos X.

Trabajo Práctico N° 8. Análisis por ICP OES e ICP MS.

NORMAS DE SEGURIDAD:

NORMAS GENERALES

Usar guardapolvo con puños, entallados y a la altura de la rodilla, de preferencia de algodón.

Usar protección para los ojos tales como lentes de seguridad, guantes apropiados

No se permitirá la entrada al laboratorio con: faldas, pantalones cortos, medias de nylon, zapatos abiertos y cabello largo suelto.

No comer, beber, ni fumar en los lugares de trabajo.

Trabajar con ropa bien entallada y abotonada.

Mantener las mesas siempre limpias y libres de materiales extraños (traer repasador).

Colocar materiales peligrosos alejados de los bordes de las mesas.
Arrojar material roto sólo en recipientes destinados a tal fin.
Limpiar inmediatamente cualquier derrame de producto químico.
Mantener sin obstáculo las zonas de circulación y de acceso a las salidas y equipos de emergencia.
Informar en forma inmediata cualquier incidente al responsable de laboratorio.
Antes de retirarse del laboratorio deben lavarse las manos.

NORMAS PARTICULARES

Para tomar material caliente usar guantes y pinzas de tamaño y material adecuados.
Colocar los residuos, remanentes de muestras, etc. en recipientes especialmente destinados para tal fin.
Rotular los recipientes, aunque sólo se utilicen en forma temporal.
No pipetear con la boca ácidos, álcalis o productos corrosivos o tóxicos

MANEJO DE SOLVENTES, ACIDOS Y BASES FUERTES

Abrir las botellas con cuidado y de ser posible, dentro de una campana.
Los ácidos y bases fuertes deben almacenarse en envases de vidrio perfectamente tapados y rotulados, lejos de los bordes desde donde puedan caer.
No apoyar las pipetas usadas en las mesas.
No exponer los recipientes al calor.
Trabajar siempre con guantes y protección visual.
Para la dilución de ácidos añadir lentamente el ácido al agua contenida en el matraz, agitando constantemente y enfriando si es necesario.
Antes de verter ácido en un envase, asegurarse de que no esté dañado.
Si se manejan grandes cantidades de ácidos tener a mano bicarbonato de sodio.

Si le cae por accidente sobre piel un solvente, ácido o álcali, inmediatamente lávese con abundante agua y busque atención.

VIII - Regimen de Aprobación

Antes, durante o a la finalización del trabajo práctico, el alumno deberá demostrar pleno conocimiento de la parte teórica correspondiente. A tal fin podrá ser interrogado en forma oral o escrita.
El alumno deberá asistir como mínimo a un 75% de los trabajos prácticos.
Los trabajos prácticos que no haya realizado deberá recuperarlos en fecha a convenir.

Examinaciones Parciales.

Se tomarán 3 (tres) exámenes parciales referente a los temas teórico-prácticos, para su aprobación el alumno deberá contestar correctamente el 70% de las preguntas realizadas.
El alumno tendrá derecho a 2 (dos) recuperaciones.

Alumnos Promocionales

Para promocionar la asignatura los alumnos deberán cumplir con los siguientes requerimientos:

1. Las mismas correlatividades establecidas para el examen final
2. Deberá asistir como mínimo a un 80% de las clases teóricas.
3. Deberá tener el 100% de los trabajos prácticos aprobados al final de la cursada
4. Tendrá derecho a recuperar como máximo el 20% de las exámenes parciales.
5. Toda circunstancia especial no contemplada aquí será resuelta por aplicación de la ordenanza correspondiente de la Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia u otra superadora.

IX - Bibliografía Básica

[1] -Fundamentos de química analítica. Skoog D. A., West, D. M., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2015). 9na edición. Ed.

Cengage learning. México.

[2] -Analytical Chemistry for Technicians. Kenkel, J. (2010). Ed. CRC Press.

[3] -Análisis Químico Cuantitativo. Kolthoff, Y M; Sandell, E B; Bruchenstein S, Meehan, E.J. (1979). 6ta Edición. Ed. Nigar.

[4] - Química Analítica Cuantitativa. Day, R. A. Jr. Al. Underwood. (1989). 5ta. Edición. Editorial Prentice Hall Hispanoamericana SA. México.

[5] -Bertin, E. P., 1975. Principles and practice of X-ray Spectrometric Analysis, Plenum Press, New York, 485 pág.

[6] -Bertin, E. P., 1978. Introduction to X-ray Spectrometric Analysis, Plenum Press, New York, 485 pág.

[7] -Van Grieken, R. E. y Markowicz, A.A., 1993. Handbook of X-Ray Spectrometry, Practical Spectroscopy Series, Vol. 14, Dekker.

[8] -E.Perino, J . Gasquez, L. Martínez, E. Marchevsky y R.Olsina. 1995. “Determinación Rápida y Sencilla de P, K, Ta, Rb, Sr, Ca, Ba y Ga, en pequeñas cantidades de feldespatos potásicos y muscovitas por FRX” “Avances en Análisis por Técnicas de Rayos X” ; 8, 107,. Chile.

[9] -Bob B. He, TWO-DIMENSIONAL X-RAY DIFFRACTION, John Wiley and Sons, 2009.

[10] -Principios de Análisis Instrumental, Skoog, Holler, Nieman. 5ªEd. McGraw-Hill Interamericana, 2001.

[11] -Willard, Merritt, Dean y Settle Jr: Instrumental Methods of Analysis. 7ªEd. Wadsworth Publishing Co. New York, 1988.

[12] -Christian, G.D. y O’Reilly, J.E.: Instrumental Analysis. 2ª Ed. Allyn and Bacon Inc. USA. New York, 1986.

[13] -D.C. Harris, “Análisis Químico Cuantitativo”, Ed Iberoamericana. New York, 1992

[14] -D. Skoog y D. West, “Análisis Instrumental”, Ed.Mc Graw Hill. New York, 1993.

[15] -D. Skoog y J.J. Leary. Análisis Instrumental. Ed.Mc Graw Hill. Madrid, 1996

[16] - David Harvey. “Modern Analytical Chemistry”. Ed. McGraw-Hill Higher Education.2005

[17] -Skoog, Douglas A. , Holler, F. James, Nieman, Timothy A., Martín Gómez, María del Carmen, Principios de análisis

[18] -instrumental, 5ª ed. McGraw-Hill , 2003

[19] -Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Stanley R Principles of instrumental analysis 6ª ed. Thomson

[20] -Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Principio del Análisis Instrumental 6ª ed.Cengage Learning, 2011.

[21] -M. Valcárcel, “Principios de Química Analítica”, Springer-Verlag Ibérica, 1999.

X - Bibliografía Complementaria

[1] -P.W.J.M. Boumans. Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy. Part I and Part II. John Wiley & Sons, Inc. New York, 1987.

[2] -A. Montaser and D. Golightly, Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry, VCH Publisher. New York, 1992.

[3] -R. Winge, V. Fassel, V. Peterson and M. Floyd, Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry, Elsevier. New York, 1993.

[4] -L. H. J. Lajunen, “Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission”, The Royal Society of Chemistry, The Science Park, Cambridge, 1992.

[5] -Martinez, L. D., Perino, E., Gásquez, J. A., Masi, A. y Olsina , R. A., 1993. Fluorescencia de RX - Teoría – Aplicaciones Analíticas, ALDEQ, pp 91-99.

[6] -Martinez, l. d., y otros, 1993. preparación de discos fundidos destinados a mediciones en fluorescencia de rayos X, ALDEQ , PP 79-89.

[7] -Perino E., J . Gasquez, L. Martínez, E. Marchevsky y R.Olsina. “Determinación Rápida y Sencilla de P, K, Ta, Rb, Sr, Ca, Ba y Ga, en pequeñas cantidades de feldespatos potásicos y muscovitas por FRX”, Avances en Análisis por Técnicas de Rayos X; 8, 107,. Chile. 1995.

[8] -M. Thompson and J. N. Walsh, “Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry”, Chapman and Hall, New York, (1989).

[9] -Z. Fang, Flow Injection Separation and Preconcentration, VCH. New York, 1993.

[10] -Z. Fang, Flow Injection Atomic Absorption Spectrometry, Wiley & Sons. New York, 1995.

[11] -Apuntes de cátedra

XI - Resumen de Objetivos

Proporcionar a los alumnos conocimientos generales de química analítica aplicada a la minería, el análisis y caracterización de muestras geológicas con interés minero.

XII - Resumen del Programa

Bolilla 1

Química Analítica. Generalidades. Cualitativa y Cuantitativa. El proceso analítico total: etapas. Escalas del análisis químico.

Bolilla 2

Disolución de muestras sólidas. procedimientos por vía seca y procedimientos por vía húmeda. Muestreo. Importancia y errores. Molienda, reducción (cuarteo). Tamizados. Precauciones, contaminaciones.

Bolilla 3

Conceptos fundamentales en química analítica. Concepto de pH. Medida potenciométrica del pH. Equilibrio químico. Unidades de medición: el sistema internacional.

Bolilla 4

El análisis gravimétrico. Fundamento.

Bolilla 5

El análisis volumétrico. Términos y conceptos básicos del análisis volumétrico.

Bolilla 6

Métodos instrumentales de análisis. Métodos absorciométricos. Fundamentos.

Bolilla 7

Espectroscopia Atómica. Espectrometría de emisión y Absorción Atómica. Espectrometría de Emisión Óptica asociada al Plasma acoplado Inductivamente (ICP-AES). Espectrometría de Masas con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-MS).

Bolilla 8

Espectrometría de fluorescencia de rayos X. Ventajas y desventajas. Alcances de la técnica.

Bolilla 9

Difracción de rayos X- Fundamentos.

Bolilla 10

Geoquímica analítica minera. Fundamentos de prospección geoquímica- Técnicas analíticas aplicadas a la minería. Métodos clásicos - Métodos instrumentales Espectroscópico y No Espectroscópico.

XIII - Imprevistos

El desarrollo de la parte práctica de la materia prevé el empleo de instrumental de laboratorio disponible en el Área de Química Analítica.

XIV - Otros