



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
PROCESO ANALITICO TOTAL	ANAL. QUÍMICO	13/12 -CD	2019	2° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
PERINO, ERNESTO	Prof. Responsable	P.Asoc Exc	40 Hs
TELLO, JESICA ALEJANDRA	Responsable de Práctico	JTP Semi	20 Hs
BAZAN, CRISTIAN ROBERTO	Auxiliar de Laboratorio	A.1ra Simp	10 Hs

III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico	Teóricas	Prácticas de Aula	Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc.	Total
2 Hs	2 Hs	1 Hs	5 Hs	10 Hs

Tipificación	Periodo
B - Teoria con prácticas de aula y laboratorio	2° Cuatrimestre

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
05/08/2019	15/11/2019	15	150

IV - Fundamentación

La asignatura Proceso Analítico Total está estructurada para que los alumnos de la licenciatura en Química obtengan una formación integral de la subdisciplina Química Analítica, luego de cursar las asignaturas anteriores relacionadas con Química Analítica. El desarrollo de la asignatura consta de los dos aspectos esenciales:

1. Estudio del Proceso Analítico Integral, con énfasis en muestreo, selección criteriosa de métodos y operaciones, calidad y aseguramiento de la calidad, calibración, validación de métodos, materiales de referencia.
2. Estudio de la Química Analítica de materiales complejos: aguas, suelos, aleaciones ferrosas y no ferrosas, aglomerantes, materiales de naturaleza orgánica.

La aprobación de la asignatura permitirá que el alumno adquiera una actitud racional y crítica en la selección de metodologías, operaciones y desarrollos analíticos, considerando las propiedades analíticas de los sistemas físico-químicos de las diversas muestras. El estudio y comprensión de estas temáticas le permita arribar a resultados analíticos satisfactorios, para que en el desarrollo de su profesión pueda utilizarlos toda vez que deba resolver problemas que involucren el análisis de muestras con matrices complejas.

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

Al aprobar este curso, el alumno será capaz de:

- Integrar los conceptos analíticos adquiridos en los cursos de química analítica anteriores, y en el curso de Estadística, para

la resolución de problemas socio-económicos mediante la aplicación del proceso analítico total.

- Incorporar el concepto de Calidad a todo proceso de medición química, e interpretar los conceptos fundamentales de las Normas de Calidad aplicables a laboratorios analíticos.
- Aplicar criterios analíticos para el desarrollo del Proceso Analítico Total en casos particulares mediante: i) planteo del problema, ii) planificación del muestreo, iii) operaciones previas, iv) proceso de medición Química, v) tratamiento de datos y vi) confección de informes técnicos.

VI - Contenidos

PROGRAMA SINTÉTICO:

- PROPIEDADES Y JERARQUÍAS DE LA QUÍMICA ANALÍTICA
- TRAZABILIDAD
- EL PROBLEMA ANALÍTICO
- EL PROCESO DE MEDIDA QUÍMICA (PMQ)
- SELECCIÓN DEL MÉTODO DE ANÁLISIS Y MUESTREO
- PRETRATAMIENTO DE MUESTRA Y SUBMUESTREO
- PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA LA DETERMINACIÓN DE ANALITOS INORGÁNICOS
- PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA LA DETERMINACIÓN DE ANALITOS ORGÁNICOS
- QUÍMICA ANALÍTICA Y CALIDAD

PROGRAMA ANALÍTICO Y/O DE EXAMEN:

TEMA 1.

PROPIEDADES Y JERARQUÍAS DE LA QUÍMICA ANALÍTICA

Definiciones de Química Analítica. Herramientas e Información Químico-Analítica. Jerarquización Conceptual y Técnica. Las propiedades analíticas supremas. Las propiedades analíticas complementarias. Otras propiedades analíticas.

TEMA 2.

EL PROBLEMA ANALÍTICO

Definición integral del problema analítico. Elementos de un problema analítico. Etapas en la resolución de un problema analítico. Importancia de la calidad de los resultados analíticos. Necesidad de un sistema de calidad. Evaluación de la calidad de los resultados analíticos.

TEMA 3.

EL PROCESO DE MEDIDA QUÍMICA (PMQ)

Concepto de medida química. Etapas generales de un PMQ. Operaciones previas. Medida y transducción de la señal analítica. Adquisición de señales y tratamiento de datos. Validación de un PMQ. Tendencias modernas. Coherencia entre las informaciones requerida y suministrada.

TEMA 4.

TRAZABILIDAD

El concepto de trazabilidad. Trazabilidad Física y Química. Patrones de referencia y su trazabilidad. Estándares Químico-Analíticos. Calibración instrumental y metodológica. Conceptos específicos de Trazabilidad. Trazabilidad de un resultado analítico. Trazabilidad de un instrumento. Trazabilidad de una muestra patrón. Trazabilidad de un método.

TEMA 5.

SELECCIÓN DEL MÉTODO DE ANÁLISIS Y MUESTREO

Métodos de análisis según las muestras implicadas, los analitos, los recursos y el coste. Tipos de métodos. Parámetros de calidad de un método analítico. Validación. Toma de muestra. Representatividad de la toma de muestra. Plan de muestreo. Aspectos estadísticos. Estrategias generales de toma de muestra. Equipos de muestreo. Calidad en el muestreo.

TEMA 6.

PRETRATAMIENTO DE MUESTRA Y SUBMUESTREO

Operaciones de pretratamiento de muestra. Almacenamiento y transporte. Homogeneidad. Estabilidad de las muestras. Inspección y recepción de las muestras.

TEMA 7.**PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA LA DETERMINACIÓN DE ANALITOS INORGÁNICOS**

Tipos de muestras y transformaciones de los analitos. Filtración y centrifugación. Disolución por vía húmeda con y sin reacción química. Descomposición por fusión. Mineralización por vía seca. Técnica de extracción secuencial sólido-líquido: Lixiviación. Técnicas de extracción líquido-líquido y sólido-líquido. Extracción con fluidos supercríticos. Procedimientos de preconcentración y especiación.

TEMA 8.**PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA LA DETERMINACIÓN DE ANALITOS ORGÁNICOS**

Problemática inherente al análisis de compuestos inorgánicos: aspectos críticos y precauciones generales. Extracción. Otras técnicas de separación y preconcentración.

TEMA 9.**QUÍMICA ANALÍTICA Y CALIDAD**

Definición integral de calidad. Aspectos generales de la calidad en química analítica. Sistemas de calidad en los laboratorios analíticos. Actividades para el control y evaluación de la calidad analítica. Sistemas genéricos de gestión de calidad. Serie de normas ISO 9000. Normas ISO 17025 para calidad en laboratorios.

VII - Plan de Trabajos Prácticos**Plan de Trabajos Prácticos**

El alumno deberá realizar:

1. La resolución de trabajos prácticos de aula relacionados con cada una de las temáticas desarrolladas en las clases teóricas. En total serán 4 trabajos prácticos de modalidad teórica con resolución de problemas numéricos, y dos talleres para la confección de la monografía.
2. Una monografía sobre un problema real planteado por el Profesor, la cual deberá incluir un manual de procedimiento para la aplicación de un PMQ para resolverlo. Se deberá realizar el análisis planteado en el laboratorio cumpliendo con todas las etapas del Proceso de Medición Química.

NORMAS GENERALES DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

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 ESPECÍFICAS

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, ácidos 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

REQUISITOS PARA REGULARIZACIÓN Y APROBACIÓN DE LA ASIGNATURA:

1. El alumno deberá aprobar 6 Talleres Teórico-Prácticos. El alumno deberá buscar información sobre los diferentes temas a tratar en cada taller en libros de texto, o realizar búsqueda vía Internet. En cada taller se resolverán problemas y casos concretos alusivos a la temática del día.
2. Deberá confeccionar una monografía sobre el tema seleccionado y un manual de procedimientos. De cada uno de ellos deberá entregar dos copias en la fecha asignada.
3. Una copia de los manuales y monografías se devolverán al alumno debidamente corregidos en la fecha asignada.
4. Se tomarán dos evaluaciones parciales y dos recuperaciones por parcial. La nota de aprobación es 7 puntos.
5. El alumno deberá rendir un examen final de la Asignatura, de acuerdo al programa analítico y de examen; y defenderá su monografía, su manual de procedimientos y el informe final presentado en forma oral.
6. Sólo podrán rendir final de la asignatura aquellos alumnos que hayan aprobado los parciales y hayan realizado el práctico propuesto

REQUISITOS PARA APROBACIÓN DE LA ASIGNATURA POR PROMOCIÓN SIN EXAMEN FINAL:

Los Alumnos regulares que hayan aprobado los parciales en primera instancia, o haciendo uso de una recuperación por parcial, con nota superior a 8; y que además hayan asistido al 80% de las clases teóricas al 100% de clases prácticas, podrán rendir el examen de promoción. En esta instancia el alumno defenderá su monografía, su manual de procedimientos y el informe final presentado en forma oral

ALUMNOS LIBRES - EXAMEN DE ALUMNOS QUE HAYAN PERDIDO SU CONDICIÓN DE REGULARES Y ESTÉN AUTORIZADOS A RENDIR:

Los alumnos serán sometidos a tres tipos de pruebas de conocimientos, todas de carácter eliminatorio.

- 1.- La primera prueba consistirá en la resolución de problemas numéricos, problemas conceptuales y cuestionario sobre temas teóricos alusivos. Esta prueba no tendrá calificación numérica computable a los fines de la nota final; será de carácter eliminatorio, y para su aprobación se requerirá dar satisfacción al 75% de las exigencias solicitadas.
- 2.- La segunda parte será de índole práctica y consistirá en la realización de un Trabajo Práctico donde se aplique un PMQ a un problema real. Para su aprobación deberá demostrarse una aceptable habilidad operativa junto a una clara y racional presentación de los valores determinados, y una coincidencia aceptable entre los últimos y los verdaderos. Al igual que la anterior, esta prueba tampoco tendrá calificación numérica computable a los fines de la nota final y será igualmente de carácter eliminatorio.

3.- La prueba final será oral, y en la misma se procederá del mismo modo que para el caso de alumnos regulares. La calificación de ésta prueba será la única que se asentará en la planilla y libreta respectiva.

IX - Bibliografía Básica

- [1] -M. Valcárcel, “Principios de Química Analítica”, Springer-Verlag Ibérica, 1999.
- [2] -Ramón Campañó, Ángel Ríos, GARANTÍA DE LA CALIDAD EN LOS LABORATORIOS ANALÍTICOS, Ed. Síntesis (2002)
- [3] - Carmen Cámara, P. Fernández, A. Martín-Esteban, C. Pérez-Conde, M. Vidal. Toma y tratamiento de muestras., BIBLIOTECA DE QUÍMICAS, Ed. SINTESIS.

X - Bibliografía Complementaria

- [1] - Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes. United States Environmental Protection Agency, Cincinnati, 1986.
- [2] - K. C. Thompson, C. P. Nathanail, “Chemical Analysis of Contaminated Land”, CRC Press, 2003
- [3] - “Guide to quality in analytical chemistry”, CITAC/EURACHEM GUIDE, 2002
- [4] - S. J. Rosenlund, “The Chemical Laboratory: its design and operation”, Noyes Publications, 1987
- [5] - “Quantifying uncertainty in analytical measurement”, Second Edition, EURACHEM/CITAC Guide CG 4
- [6] - J. Sabater Tobella, A. Vilumara Torrellardona, “Buenas Prácticas de Laboratorio (GLP)”, Díaz De Santos, 2000.
- [7] - L. Nollet, “Handbook of water analysis”, CRC Press, 2007.
- [8] - A.R. Conklin, “Introduction to Soil Chemistry. Analysis and Instrumentation, J. Wiley, 2005.
- [9] - D. Barcelo, “Sample handling and trace analysis of pollutants”, Elsevier BV, 2000.
- [10] - Association of Official Analytical Chemists, AOAC International, 2004
- [11] - Normas de calidad. Normas IRAM

XI - Resumen de Objetivos

Los objetivos esenciales de la asignatura son

- Adquirir y fortalecer criterios para la resolución de problemas socio-económicos mediante la aplicación del proceso analítico total.
- Incorporar e interpretar los conceptos de CALIDAD y NORMA a todo proceso de medición química.
- Manejar cada una de las etapas del Proceso Analítico Total.

XII - Resumen del Programa

TEMA1: PROPIEDADES Y JERARQUÍAS DE LA QUÍMICA ANALÍTICA
TEMA 2: TRAZABILIDAD
TEMA 3: EL PROCESO DE MEDIDA QUÍMICA (PMQ)
TEMA 4: EL PROBLEMA ANALÍTICO
TEMA 5: SELECCIÓN DEL MÉTODO DE ANÁLISIS Y MUESTREO
TEMA 6: PRETRATAMIENTO DE MUESTRA Y SUBMUESTREO
TEMA 7: PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA LA DETERMINACIÓN DE ANALITOS INORGÁNICOS
TEMA 8: PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA LA DETERMINACIÓN DE ANALITOS ORGÁNICOS
TEMA 9. QUÍMICA ANALÍTICA Y CALIDAD

XIII - Imprevistos

El desarrollo de la parte práctica final de la materia prevé el empleo de instrumental de laboratorio disponible en el Área de Química Analítica. En caso de no encontrarse operable alguno de los instrumentos para aplicar las técnicas propuestas, se evaluará reemplazarlas por otras disponibles, o bien por ensayos de química analítica clásica. En todos los casos, los problemas prácticos propuestos, contemplarán la posibilidad de que el alumno pueda optar por más de una alternativa para obtener la información demandada.

XIV - Otros

--