

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

(Programa del año 2022)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUIMICA ANALITICA	ING.EN MINAS	6/15	2022	2° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
ESCUDERO, LUIS ARIEL	Prof. Responsable	P.Adj Exc	40 Hs
BAZAN, CRISTIAN ROBERTO	Prof. Colaborador	P.Adj Exc	40 Hs
BONFIGLIOLI, TRISTAN ADOLFO	Responsable de Práctico	JTP Exc	40 Hs

III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico Teóricas Prácticas de Aula Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc. 7		Total		
Hs	2 Hs	2 Hs	1 Hs	5 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
08/08/2022	18/11/2022	15	75

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 diferentes fuentes) 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

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. Submuestreo. 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.

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

Difracccion 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 geoquínicas - 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

TRABAJOS PRÁCTICOS DE AULA

Resolución de problemas. Cálculo de concentraciones, expresión de resultados.

Preparación de patrones.

TRABAJOS PRÁCTICOS DE LABORATORIO:

Trabajo Práctico Nº 1: Determinación potenciométrica del pH en extracto de suelo.

Trabajo Práctico Nº 2: Análisis de carbonatos en suelos por métodos gaseométricos

Trabajo Práctico Nº 3: Análisis volumétrico.

Trabajo Práctico Nº 4: Análisis espectrométrico de absorción molecular UV- Visible.

Trabajo Práctico Nº 5. Análisis espectrométrico de emisión atómica.

Trabajo Práctico Nº 5. Análisis espectrométrico de absorción atómica.

Trabajo Práctico Nº 6: Análisis espectrométrico de Fluorescencia de rayos X.

Trabajo Práctico Nº 7: Análisis por Difractometría de rayos X.

Trabajo Práctico Nº 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

Examinaciones Parciales.

El /la estudiante será evaluado mediante dos evaluaciones parciales, las cuales deben ser aprobadas con siete (7) para obtener la regularidad. Tendrá derecho a dos recuperaciones por parcial (Ord. CS-32/14).La modalidad del examen parcial puede ser oral, escrito y/o de preguntas de opción múltiple y definida por la cátedra. También deberá realizar un seminario de uno de los temas propuestos en el presente programa

Examen Final

Los alumnos regulares deberán rendir un examen final oral, escrito y/o de preguntas de opción múltiple, según lo estipule oportunamente la cátedra.

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 tener el 100% de los trabajos prácticos aprobados al final de la cursada.
- 3. Para la aprobación de los parciales el alumno deberá contestar correctamente el 80% de las preguntas realizadas
- 4. Tendrá derecho a recuperar como máximo uno de los parciales y con el mismo porcentaje de aprobación.
- 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] [1] -Fundamentos de química analítica. Skoog D. A., West, D. M., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2015). 9na edición. Ed.
- [2] Cengage learning. México.
- [3] [2] -Analytical Chemistry for Technicians. Kenkel, J. (2010). Ed. CRC Press.
- [4] [3] -Análisis Químico Cuantitativo. Kolthoff, Y M; Sandell, E B; Bruchenstein S, Meehan, E.J. (1979). 6ta Edición. Ed.
- [5] Nigar.
- [6] [4] Química Analítica Cuantitativa. Day, R. A. Jr. Al. Underwood. (1989). 5ta. Edición. Editorial Prentice Hall
- [7] Hispanoamericana SA. México.
- [8] [5] -Bertin, E. P., 1975. Principles and practice of X-ray Spectrometric Analysis, Plenum Press, New York, 485 pág.
- [9] [6] -Bertin, E. P., 1978. Introduction to X-ray Spectrometric Analysis, Plenum Press, New York, 485 pág.
- [10] [7] -Van Grieken, R. E. y Markowicz, A.A., 1993. Handbook of X-Ray Spectrometry, Practical Spectroscopy Series, Vol. 14,
- [11] Dekker.
- [12] [8] -E.Perino, J. Gasquez, L. Martínez, E. Marchevsky y R.Olsina. 1995. "Determinación Rápida y Sencilla de P, K, Ta, Rb.
- [13] Sr, Ca, Ba y Ga, en pequeñas cantidades de feldespatos potásicos y muscovitas por FRX" "Avances en Análisis por Técnicas
- [14] de Rayos X"; 8, 107,. Chile.

- [15] [9] -Bob B. He, TWO-DIMNESINAL X-RAY DIFFRACTION, John Wiley and Sons, 2009.
- [16] [10] -Principios de Análisis Instrumental, Skoog, Holler, Nieman. 5°Ed. McGraw-Hill Interamericana, 2001.
- [17] [11] -Willard, Merritt, Dean y Settle Jr: Instrumental Methods of Analysis. 7°Ed. Wadsworth Publishing Co. New York, [18] 1988.
- [19] [12] -Christian, G.D. y O'Reilley, J.E.: Instrumental Analysis. 2° Ed.Allyn and Bacon Inc. USA. New York, 1986.
- [20] [13] -D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo", Ed Iberoamericana. New York, 1992
- [21] [14] -D. Skoog y D. West, "Análisis Instrumental", Ed.Mc Graw Hill. New York, 1993.
- [22] [15] -D. Skoog y J.J. Leary. Análisis Instrumental. Ed.Mc Graw Hill. Madrid, 1996
- [23] [16] David Harvey. "Modern Analytical Chemistry". Ed. McGraw-Hill Higher Education. 2005
- [24] [17] -Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Nieman, Timothy A., Martín Gómez, María del Carmen, Principios de análisis
- [25] [18] -instrumental, 5^a ed. McGraw-Hill, 2003
- [26] [19] -Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Stanley R Principles of instrumental analysis 6a ed. Thomson
- [27] [20] -Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Principio del Análisis Instrumental 6ª ed.CEncage Learning, 2011.
- [28] [21] -M. Valcárcel, "Principios de Química Analítica", Springer-Verlag Ibérica, 1999.

X - Bibliografia Complementaria

- [1] [1] -P.W.J.M. Boumans. Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy. Part I and Part II. John Wiley & Sons, Inc. [2] New York, 1987.
- [3] [2] -A. Montaser and D. Golightly, Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry, VCH Publisher. New
- [4] York, 1992.
- [5] [3] -R. Winge, V. Fassel, V. Peterson and M. Floyd, Inductively pled Plasma-Atomic Emission Spectrometry, Elsevier. New
- [6] York, 1993.
- [7] [4] -L. H. J. Lajunen, "Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission", The Royal Society of Chemistry, [8] The Science Park, Cambridge, 1992.
- [9] [5] -Martinez, L. D., Perino, E., Gásquez, J. A., Masi, A. y Olsina, R. A., 1993. Fluorescencia de RX Teoría Aplicaciones
- [10] Analíticas, ALDEQ, pp 91-99.
- [11] [6] -Martinez, l. d., y otros, 1993. preparación de discos fundidos destinados a mediciones en fluorescencia de rayos X, [12] ALDEQ, PP 79-89.
- [13] [7] -Perino E., J. Gasquez, L. Martínez, E. Marchevsky y R.Olsina. "Determinación Rápida y Sencilla de P, K, Ta, Rb, Sr,
- [14] Ca, Ba y Ga, en pequeñas cantidades de feldespatos potásicos y muscovitas por FRX", Avances en Análisis por Técnicas de
- [15] Rayos X; 8, 107,. Chile. 1995.
- [16] [8] -M. Thompson and J. N. Walsh, "Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry", Chapman and Hall, New [17] York, (1989).
- [18] [9] -Z. Fang, Flow Injection Separation and Preconcentration, VCH. New York, 1993.
- [19] [10] -Z. Fang, Flow Injection Atomic Absorption Spectrometry, Wiley & Sons. New York, 1995.
- [20] [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

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

Los imprevistos, como así también las situaciones no contempladas en el presente programa, serán resueltos con las aplicaciones de las normativas vigentes para la Universidad Nacional de San Luis, en cada caso en particular

XIV - Otros