



Ministerio de Cultura y Educación  
Universidad Nacional de San Luis  
Facultad de Ingeniería y Ciencias Agropecuarias  
Departamento: Ciencias Básicas  
Area: Química

(Programa del año 2015)

### I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
Química Analítica Instrumental	Brom.	C.D. N°00 8/11	2015	2° cuatrimestre

### II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
MERINO, NORA ANDREA	Prof. Responsable	P.Adj Exc	40 Hs
HERRERA, PATRICIO ERNESTO	Responsable de Práctico	JTP Exc	40 Hs
MOSCONI, SANDRA MARIELA	Responsable de Práctico	JTP Semi	20 Hs
PONCE, MARIA DEL VALLE	Auxiliar de Práctico	A.1ra Exc	40 Hs
UCELAY, CAMILA BELEN	Auxiliar de Práctico	A.2da Simp	10 Hs

### III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico	Teóricas	Prácticas de Aula	Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc.	Total
Hs	3 Hs	2 Hs	1 Hs	6 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
10/08/2015	20/11/2015	15	90

### IV - Fundamentación

Los métodos instrumentales se refieren al uso de distintas metodologías instrumentales para resolver problemas analíticos, sobre todo en el caso de muestras que posean elementos a nivel trazas, y en el caso de disponer de patrones para realizar curvas de calibración. Análisis de resultados e interpretación de los mismos. La importancia de conocer que instrumentos deben utilizarse según el tipo de determinación a realizar teniendo en cuenta la sensibilidad del equipo y del método y la concentración del analito a determinar.

### V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

- Adquirir un entrenamiento en la selección del método más adecuado para realizar una determinación, teniendo en cuenta el tipo de muestra.
- Entrenar a los alumnos en la interpretación de parámetros instrumentales, que son herramientas que le permitirán obtener información cualitativa y cuantitativa de la composición y estructura de la materia.
- Aprender a valorar dichas herramientas y su utilización en la resolución de problemas analíticos.
- Lograr una comprensión de los principios fundamentales de la física en que se basan los sistemas de medición modernos,

permitirá poder elegir inteligentemente entre las distintas posibilidades de resolver un problema analítico, valorando las dificultades de la mayoría de las mediciones físicas.

- Desarrollar un criterio respecto a las limitaciones de las mediciones en término de sensibilidad, exactitud.
- Adquirir cierta destreza en la manipulación del instrumental, orden en la registro de datos, realización de cálculos y análisis de resultados.
- Identificar los posibles errores que se cometen al realizar un análisis.
- Lograr la comparación de instrumentos y métodos para la elección del más adecuado teniendo en cuenta normas de calidad.
- Practicar resolución de problemas de aula para agilizar el razonamiento y facilitar la aplicación de los conocimientos adquiridos en la resolución de problemas reales.
- Lograr que el alumno adquiera criterios de química analítica, técnicas, tratamiento de datos y aplicación de normas, para el montaje de un laboratorio para realizar diferentes análisis químicos.

Para lograr estos objetivos los alumnos deben asociar conocimientos adquiridos en: Química General, Química Inorgánica, Química Orgánica, Matemática y Química Analítica General, para la comprensión de las distintas técnicas y evaluación de los resultados.

## **VI - Contenidos**

### **UNIDAD 1: ANÁLISIS INSTRUMENTAL**

Introducción. Clasificación de los métodos analíticos: Métodos clásicos y Métodos instrumentales. Clasificación de técnicas instrumentales. Instrumentos para el análisis. Componentes generales de instrumentos analíticos. Selección de un método analítico: criterios, parámetros de calidad y otras características a tener en cuenta. Patrones analíticos. Calibración de los métodos instrumentales: curvas de calibración, método de la adición estándar, método del estándar interno. Señal-ruido.

### **UNIDAD 2: MÉTODOS ESPECTROMÉTRICOS**

Introducción. Radiación electromagnética. Espectro electromagnético. Propiedades ondulatorias: características, descripción matemática. Fenómenos de Difracción, Transmisión, Refracción, Reflexión, Difusión, Polarización. Propiedades mecánico-cuánticas: modelo corpuscular. Fenómenos de Absorción y Emisión. Análisis cuantitativo: Transmitancia, Absorbancia. Ley de Beer.

Espectrometría óptica. Diseños generales de instrumentación. Componentes: fuentes, selectores de longitud de onda, recipientes para las muestras, detectores, procesadores de señal y dispositivos de lectura. Características generales, tipos. Instrumentos ópticos. Mediciones con Transformada de Fourier.

### **UNIDAD 3: ESPECTROSCOPIA ÓPTICA ATÓMICA**

Espectrometría de absorción atómica (AA). Diagramas de nivel de energía: espectros de emisión, absorción y fluorescencia. Anchura de las líneas espectrales. Atomización: métodos, tipos de atomizadores. Instrumentación de AA: fuentes de radiación. Espectrofotómetros. Interferencias físicas, químicas y espectrales. Etapas de un análisis por AA.

Espectrometría de fluorescencia atómica (AFS). Instrumentación. Fuentes. Instrumentos dispersivos y no dispersivos. Interferencias. Aplicaciones.

Espectrometría de emisión atómica (AES). Introducción. Fuente de plasma y con fuente de arco y chispa: aplicaciones, ventajas y desventajas.

### **UNIDAD 4: ESPECTROMETRÍA DE MASAS ATÓMICAS**

Fundamentos. Ventajas y desventajas de la técnica. Aplicaciones. Tratamiento matemático. Fragmentación: generalidades. Espectros de masa. Clasificación de los métodos. Espectrómetros de masa (EM): tipos, etapas del análisis y componentes generales. Espectrometría de masa con plasma de acoplamiento inductivo (ICP-MS). Instrumentos. Espectros. Interferencias. Aplicaciones. Espectrometría de masa con fuente de chispa (SS-MS). Espectrometría de masa con descarga luminiscente.

### **UNIDAD 5: ESPECTROSCOPIA ATÓMICA DE RAYOS X.**

Principios fundamentales. Fenómenos de radiación X: Emisión, Absorción, Fluorescencia, Difracción. Ley de Beer. Ley de Bragg. Método de Fluorescencia de Rayos X (FRX). Método de Absorción de Rayos X (XAS). Método de Difracción de Rayos X (DRX). Microsonda de electrones. Componentes de los instrumentos. Análisis de los resultados. Aplicaciones.

### **UNIDAD 6: ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN MOLECULAR ULTRAVIOLETA Y VISIBLE**

Ley de Beer. Mediciones. Aplicaciones. Desviaciones físicas, químicas e instrumentales. Efecto del ruido instrumental. Regiones del espectro. Orbitales moleculares. Transiciones debidas a la absorción de radiación UV-Visible. Cromóforo. Auxocromo. Efecto batocrómico e hipsocrómico. Componentes de los equipos. Tipos de instrumentos. Aplicaciones.

### **UNIDAD 7: ESPECTROMETRÍA INFRARROJA**

Introducción. Tipos de vibraciones moleculares. Modelos vibracionales. Vibraciones fundamentales. Instrumentación. Espectrofotómetros. Tipos. Aplicaciones.

### **UNIDAD 8: QUÍMICA ELECTROANALÍTICA**

Potenciometría. Introducción. Principios básicos. Instrumentación. Tipos de electrodos. Instrumento Medición y cuantificación. Variables que afectan las medidas. Aplicaciones. Ventajas. Titulaciones potenciométricas. Coulombimetría: directa e indirecta. Clases de titulaciones. Voltametría. Amperometría.

#### UNIDAD 9: CROMATOGRAFÍA GASEOSA

Descripción general. Velocidades de migración de solutos. Ensanchamiento de banda y eficiencia de la columna. Mejoramiento del rendimiento de la columna. Cromatografía de gases. Principios. Principales componentes de los cromatógrafos. Cromatogramas típicos, información brindada. Aplicaciones.

#### UNIDAD 10: CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS

Cromatografía de líquidos de alta eficiencia (HPLC). Tipos. Aplicaciones. Interacciones. Eficacia de las columnas. Sistema de pretratamiento. Sistema de bombeo. Sistema de inyección. Columnas. Detectores. Cromatografía de reparto. Cromatografía de adsorción. Cromatografía iónica. Cromatografía de exclusión por tamaño. Cromatografía en capa fina. Aplicaciones.

#### UNIDAD 11: ELECTROFORESIS

Tipos. Electroforesis capilar. Características. Instrumentación. Fundamentos de la separación. Ventajas. Condiciones. Inyección de la muestra. Tipos. Cromatografía micelar electrocinética capilar. Electroforesis en gel. Clasificación. Aplicaciones.

#### UNIDAD 12: MÉTODOS TÉRMICOS

Métodos Termogravimétricos (TG). Instrumentación. Componentes básicos de un equipo. Análisis de resultados. Aplicaciones. Análisis Térmico Diferencial (DTA). Fundamento. Instrumentación. Análisis de resultados. Aplicaciones. Calorimetría de Barrido Diferencial (DSC). Fundamento. Instrumentación. Análisis de resultados. Aplicaciones. Termogramas.

## VII - Plan de Trabajos Prácticos

Los Trabajos Prácticos de la asignatura consistirán:

- Resolución de problemas: aplicando los conocimientos adquiridos en las clases teóricas. Con estas clases se pretende desarrollar criterio y ejercitar la capacidad de razonamiento.
- Clases de Laboratorio: cuyos objetivos consisten en afianzar los conocimientos adquiridos, y desarrollar la capacidad de trabajar en equipo y seguir metodologías a través de los protocolos de los ensayos experimentales. Además, crear criterios para la elección de la técnica más adecuada, ya sea por la metodología clásica o la instrumental, basados en parámetros tales como tiempo, costo, reactivos, dificultad de análisis, tratamiento de los datos, etc.

Se realizarán los siguientes prácticos de laboratorio:

1. Determinación por Espectrometría Ultravioleta-Visible
  - a) Identificación de especies en solución.
2. Determinaciones Potenciométricas.
  - a) Uso del phmetro y determinación del pH en un producto líquido.
  - b) Curva de titulación ácido-base utilizando el phmetro
3. Determinación por Espectroscopia Infrarroja
  - a) Identificación de los componentes de un catalizador.
4. Determinaciones por Cromatografía Gaseosa.
  - a) Identificación cualitativa de los componentes de un producto comercial.
5. Determinaciones por Métodos Térmicos:
  - a) Análisis de pérdida de masa y calor del ácido benzoico. Curvas de TG-DTA.

En cada uno de los prácticos los alumnos realizarán el acondicionamiento de la muestra y prepararán los reactivos y los patrones que utilizarán en los mismos. Los alumnos confeccionarán un informe de cada trabajo práctico que deberán presentar para aprobar el mismo.

Las fechas para la entrega de los trabajos prácticos son:

- Trabajo individual: 11/11/2015
- Trabajo grupal: 13/11/2015

Las fechas de los exámenes parciales teóricos (para adquirir la condición de Promoción):

- 1° Parcial: 19/08/2015 – Temas: Métodos Instrumentales - Calibración
- 2° Parcial: 16/09/2015 – Temas: Espectroscopías atómicas
- 3° Parcial: 25/09/2015 – Temas: Espectroscopías moleculares

-4° Parcial: 09/10/2015 – Temas: Métodos electroanalíticos

-5° Parcial: 29/10/2015 – Temas: Métodos separativos

-6° Parcial: 03/11/2015 – Temas: Métodos térmicos

Las fechas de los exámenes recuperatorios son:

-1° Recuperatorio: 10/11/2015

-2° Recuperatorio: 19/11/2015

La fecha para la defensa oral de los trabajos prácticos en continuo es: 19/11/2015.

## VIII - Regimen de Aprobación

### REGIMEN DE ALUMNOS REGULARES

Para acceder a la condición de regular, el alumno deberá cumplir los siguientes requisitos:

1. Acreditar el 80% de asistencia a los Prácticos de Aula en el horario establecido para los mismos.

2. Aprobación de los Prácticos de Laboratorio. El alumno:

a) Será interrogado antes, durante o al finalizar la realización del trabajo práctico en forma oral o escrita.

b) Registrará en forma ordenada y prolija los datos obtenidos y los cálculos correspondientes en una libreta, cuaderno o carpeta de laboratorio, no en un papel suelto, que deberá tener al realizar el práctico con el cual elaborará un informe, y sin el cual no se considerará realizado dicho práctico.

c) Al finalizar el trabajo práctico deberá entregar el material en perfectas condiciones de limpieza.

d) Acreditar el 100% de asistencia a los Prácticos de Laboratorio.

3. Recuperación de los Prácticos de Laboratorio:

Tendrán derecho a una primera recuperación aquellos alumnos que hubieran aprobado el 75% de los trabajos realizados durante el cuatrimestre. Esto será posible sólo en algunos TP, ya que la asignatura cuenta con equipos prestados por Proyectos de Investigación, que por tenerlos en uso en forma permanente dificulta la repetición de los TP.

Para aquellos alumnos que acrediten trabajar, se considerará la ordenanza CS 26/97.

4. Evaluaciones prácticas:

Los alumnos deberán aprobar dos trabajos prácticos, uno a realizar de manera individual y otro en forma grupal. El trabajo individual constará en el análisis de las técnicas instrumentales usadas en un trabajo científico y la confección de un cuestionario dado. El trabajo grupal constará en la elaboración de un trabajo para un evento científico simulado de acuerdo a pautas provistas por la asignatura. La aprobación de los trabajos o sus recuperaciones será con un mínimo de 70%. La recuperación de los trabajos será por medio de un coloquio oral o escrito, al final del dictado de la asignatura. Accederán a la recuperación solo aquellos alumnos que hayan realizado los trabajos prácticos. Los alumnos que trabajan y hubieran acreditado esa situación en tiempo y forma, tendrán derecho a un segundo coloquio.

Condición de regular:

Para obtener dicha condición los alumnos deberán aprobar los prácticos de laboratorio y los dos trabajos prácticos.

Condición de promoción:

El alumno promocionará la asignatura si al finalizar el dictado de la misma, hubieran cumplido satisfactoriamente con las siguientes condiciones:

a. Haber cumplido con las exigencias para lograr la condición de alumno regular.

b. Aprobar además seis exámenes parciales, sobre los temas de teoría, que se tomarán en fechas a convenir, las que se aprobarán con un porcentaje superior o igual al 80%. Habrá dos instancias de recuperación, al final del cuatrimestre, de todos aquellos parciales que no hayan sido aprobados. Los recuperatorios se aprobarán con el 80%.

c. Aprobar un coloquio integrador, oral o escrito, y que se tomará en la semana siguiente a la terminación del cuatrimestre.

Examen final: El alumno será examinado en temas del programa en forma oral o escrita.

Examen libre: como los alumnos no disponen fuera de la institución de la posibilidad del uso de instrumental, no existe la posibilidad del examen libre.

## IX - Bibliografía Básica

[1] [1] Principios de análisis instrumental. Skoog, Holler, Crouch. 6ª Ed., Cengage. 2008.

[2] [2] Análisis Instrumental. D. A. Skoog, J. J. Leary. 4ª Ed., Mc. Graw Hill. 1994.

[3] [3] Química Analítica. Skoog, West, Holler. 6ª Ed., Mc Graw Hill. 1998.

[4] [4] Química Analítica Cuantitativa. Day, Underwood. 5ª Ed., Prentice May. 1997.

[5] En el caso de que la biblioteca no disponga de la bibliografía, el profesor brindará a los alumnos una copia de los mismos, así como páginas de internet, CD con material complementario.

## **X - Bibliografía Complementaria**

- [1] [1] Undergraduate Instrumental Analysis. J. W. Robinson, E. M. S. Frame, G. M. Frame II. 7º Ed. CRC Press. 2014.
- [2] [2] A practical Guide to Instrumental Analysis. Erno Pungor, G. Horvai . CRC Press. 1994.
- [3] [3] Análisis Químico Cuantitativo. Daniel Harris. 2ª Ed., Editorial Reverté. 2001.
- [4] [4] Norma ISO 17025.

## **XI - Resumen de Objetivos**

- Entrenar a los alumnos en la interpretación de parámetros instrumentales, como herramientas que les permitirán obtener información cualitativa y cuantitativa de la composición y estructura de muestra a analizar.
- Aprender a valorar dichas herramientas y su utilización en la resolución de problemas analíticos.
- Lograr una comprensión de los principios fundamentales de la Física en que se basan los sistemas de medición modernos, permitirá poder elegir inteligentemente entre las distintas posibilidades de resolver un problema analítico, valorando las dificultades de la mayoría de las mediciones Físicas.
- Desarrollar un criterio respecto a las limitaciones de las mediciones en término de las propiedades analíticas.
- Adquirir cierta destreza en la manipulación del instrumental, orden en la registro de datos, realización de cálculos y análisis de resultados.
- Identificar los posibles errores que se cometen al realizar un análisis.
- Lograr la comparación de instrumentos y métodos para la elección del más adecuado teniendo en cuenta normas de calidad.
- Resolver problemas de aula para agilizar el razonamiento y poder en un futuro aplicarlos a la resolución de problemas reales.

## **XII - Resumen del Programa**

1. Análisis Instrumental. Calibración.
2. Métodos espectrométricos. Radiación electromagnética. Instrumentación.
3. Espectroscopía óptica atómica. Espectrometría de absorción, fluorescencia y emisión atómica.
4. Espectrometría de masa atómica.
5. Espectrometría atómica de rayos X.
6. Espectrometría por absorción molecular ultravioleta y visible.
7. Espectrometría infrarroja.
8. Química electroanalítica.
9. Cromatografía gaseosa.
10. Cromatografía de líquidos.
11. Electroforesis.
12. Métodos térmicos.

## **XIII - Imprevistos**

## **XIV - Otros**