



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

(Programa del año 2022)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUIMICA ANALITICA Y ANALISIS DE MENAS	TEC.PROC.MINER.	11/13	2022	1° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
ESCUDEIRO, LUIS ARIEL	Prof. Responsable	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.	Total
4 Hs	Hs	Hs	Hs	4 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
21/03/2022	24/06/2022	14	60

IV - Fundamentación

--

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

proporcionar a los alumnos conocimientos generales de química analítica aplicada a la minería, el análisis y caracterización de muestras minerales complejas, provenientes de yacimientos minerales metalíferos y no metalíferos, plantas de concentración, productos metalúrgicos, etc., haciendo énfasis en la aplicación de métodos instrumentales de uso actual.

VI - Contenidos

PROGRAMA ANALÍTICO Y DE EXAMEN

Bolilla 1

Química Analítica. Generalidades. Química Analítica Cualitativa y Cuantitativa. Análisis Químico. El proceso analítico total: diferentes etapas. Equilibrio químico. Constante de equilibrio. Concepto termodinámico del equilibrio. Energía libre y constante de equilibrio. Nomenclatura de las distintas constantes de equilibrio: equilibrio ácido-base, equilibrio de complejación, equilibrio redox y equilibrio de precipitación. Concepto de solubilidad y de producto de solubilidad. Factores que afectan al producto de solubilidad. Factores que afectan a la solubilidad. Efecto de ion común. Efecto salino. Influencia

del pH, de la formación de complejos y reacciones redox sobre la solubilidad de electrolitos poco solubles.

Bolilla 2

Reactivos en química analítica. Clasificación de los reactivos: generales y especiales. Sensibilidad y selectividad de las reacciones. Relación entre límite de identificación y concentración límite. Factores que influyen sobre la sensibilidad. Selectividad de las reacciones. Seguridad de una reacción.

Bolilla 3

Mecanismos y factores que influyen en la formación de precipitados. Impurificación de precipitados; coprecipitación y posprecipitación. Eliminación de impurezas: digestión y envejecimiento, redisolución y reprecipitación. Precipitaciones controladas. Precipitación en fase homogénea: fundamentos, ventajas y aplicaciones. El análisis gravimétrico. Fundamentos del análisis gravimétrico. Métodos gravimétricos. Operaciones básicas. Ventajas y desventajas principales de la gravimetría. Aplicaciones.

Bolilla 4

Extracción líquido-líquido. Clasificación de las técnicas de extracción. Ventajas. Campo de aplicación. Equilibrio de extracción líquido-líquido: coeficiente de partición. Cálculos de extracción líquido-líquido. Extracción exhaustiva. Ejemplos de extracciones líquido-líquido en análisis cualitativo. Extracción de quelatos metálicos. Representación gráfica del % E en función del pH.

Bolilla 5

Cromatografía. Fundamentos. Cromatografía de adsorción. Cromatografía de intercambio iónico. Cromatografía de partición en columna. Cromatografía de partición sobre papel: consideraciones generales y metodología. Definición de R_f . Limitaciones del método y campo de aplicación. Métodos operativos. Distintas técnicas. Evaluación cualitativa y cuantitativa.

Bolilla 6

Intercambio iónico. Fundamentos. Clasificación de los intercambiadores iónicos. Resinas intercambiadoras. Tipos de resinas. Propiedades y principios teóricos: capacidad de intercambio, velocidad de intercambio y equilibrio de intercambio iónico. Técnicas de intercambio iónico. Operación en columna. Aplicaciones.

Bolilla 7

Métodos clásicos de análisis. El análisis gravimétrico. Fundamento. Clasificación de los métodos gravimétricos. Operaciones básicas. Ventajas y desventajas. Aplicaciones.

Bolilla 8

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 ácido-base. Selección y valoración de una base y de un ácido. Selección y empleo de indicadores. Curvas de titulación. Aplicaciones.

Bolilla 9

Volumetría de precipitación. Fundamentos, requisitos y limitaciones. Curvas de titulación. Indicadores del punto final. Aplicaciones a la determinación de haluros: método de Mohr. Volumetría de formación de complejos. Fundamentos, requisitos y limitaciones. Curvas de titulación. Indicadores del punto final. Aplicaciones de la quelatometría.

Bolilla 10

Volumetría de óxido – reducción. Fundamentos, requisitos y limitaciones. Curvas de titulación. Indicadores del punto final. Reactivos auxiliares. Usos y aplicaciones de agentes oxidantes fuertes: permanganato de potasio y dicromato de potasio.

Bolilla 11

Métodos instrumentales de análisis. Métodos espectrométricos de análisis. Fundamentos. Métodos absorciométricos. Leyes de la absorción de la radiación: ley de Lambert – Beer. Curva espectral y de calibrado. Limitaciones de la ley de Lambert – Beer. Desviaciones químicas e instrumentales. Instrumental utilizado en UV – visible: fuentes de radiación, celdas, selectores de longitud de onda, detectores, procesadores de señal, dispositivos de lectura. Espectrómetro UV – visible. Formas de operar

en absorciometría molecular UV – visible. Aplicaciones.

Espectrometría de emisión molecular: fluorescencia y fosforescencia. Teoría. Instrumentación en fluorescencia. Aplicaciones.

Bolilla 12

Espectrometría de llama y Absorción Atómica: Introducción. 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). Introducción. Principios y mecanismos. Instrumentación. Aplicaciones.

Bolilla 13

Espectroscopia de rayos X. Excitación atómica. Espectro electromagnético. Radiación X primaria. Radiación X secundaria o fluorescente. Bordes o cantos de absorción. Estudio de la intensidad fluorescente de muestras multicomponentes. Determinación analítica por espectrometría de Rayos X. Fundamentos del método. Instrumentos dispersivos en energía y longitud de onda. Descripción de equipos. Tubos de Rayos X. Detectores de flujo y centelleo - Usos. Colimadores grueso y fino. Filtros. Cristales analizadores-aplicaciones. Sistema de medidas bajo condiciones de vacío. Sistema de medidas bajo condiciones de presurización de cámara en helio. Ventajas y desventajas de la espectrometría de Rayos X. Alcances de la técnica.

Bolilla 14

Métodos electroquímicos. Concepto de celda electroquímica. Potencial de electrodo: su origen. Medida del potencial de electrodo. Signo del potencial de electrodo. Tabla de potenciales. Relación entre potencial y actividad: ecuación de Nernst. Métodos desarrollados en la interfase electrodo-solución: Potenciometrías directas. Distintos tipos de electrodos. Potenciometría directa: pH y su medida. Titulaciones potenciométricas. Aplicaciones. Métodos electrogravimétricos. Aplicaciones. Métodos coulombimétricos. Coulombimetrías a corriente constante y a potencial constante. Titulaciones coulombimétricas. Ventajas. Aplicaciones.

Bolilla 15

Cromatografía líquida de alto rendimiento. Bombas. Sistemas de inyección de la muestra. Columnas. Detectores. Análisis cuali y cuantitativo. Cromatografía gaseosa. Fuentes de gas portador. Sistema de inyección de la muestra. Columnas. Sistemas de detección: distintos tipos. Fase líquida estacionaria. Análisis cuali y cuantitativo. Aplicaciones.

Bolilla 16

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. Toma de muestra de sólidos.

Bolilla 17

Química de la hidrósfera. Química ambiental de los medios líquidos. Contaminación del agua. Procesos químicos. Nutrientes. La composición y química del agua. Toma de muestras. Técnicas de muestreo. Preservación de las muestras. Métodos de medición. Cadena de custodia.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

TRABAJOS PRÁCTICOS DE LABORATORIO:

Trabajo Práctico Nº 1: Volumetría ácido base.

Trabajo Práctico Nº 2: Volumetría de complejación.

Trabajo Práctico Nº 3: Volumetría de precipitación

Trabajo Práctico Nº 4: Análisis espectrométrico de absorción molecular.

Trabajo Práctico Nº 5. Análisis espectrométrico de emisión atómica.

Trabajo Práctico Nº 6: Intercambio iónico

Trabajo Práctico Nº 7: Cromatografía

Trabajo Práctico Nº 8: Métodos electroquímicos: potenciometría directa

NORMAS GENERALES DE HIGIENE Y SEGURIDAD

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.

NORMAS GENERALES DE HIGIENE Y SEGURIDAD

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.

CONCURRENCIA A TRABAJOS PRÁCTICOS DE LABORATORIO:

El alumno que no concurriera perderá el derecho a la realización de la práctica, en ese o en cualquier otro turno, pudiendo recuperarla en la fecha que oportunamente se fijare, siempre que cumpla los requisitos que se fijan más adelante. Será requisito indispensable que todo alumno concurra al laboratorio munido de la correspondiente Guía de Trabajos Prácticos o un esquema sintético de la misma, cuaderno de notas, guardapolvo, guantes de látex descartables, antiparras de material plástico para la protección de los ojos y repasador.

VIII - Regimen de Aprobación

APROBACIÓN DE LOS TRABAJOS PRÁCTICOS DE LABORATORIO:

- 1.- El alumno deberá demostrar un pleno conocimiento de la parte teórica referente a la práctica o experiencia, respondiendo un breve cuestionario en forma oral y/o escrita, antes, durante o a la finalización del Trabajo Práctico.
- 2.-El alumno deberá tener una habilidad manual acorde con el tipo de experiencia que realice.
- 3.- Registrará en un "cuaderno de laboratorio" en forma ordenada los resultados obtenidos y las operaciones numéricas que cada cálculo le demande
- 5.- El alumno deberá obtener en sus determinaciones resultados aceptablemente coincidentes con los reales. El error aceptado dependerá del tipo y técnica de análisis utilizada y será fijado por el Curso en cada caso.
- 5.- A la finalización de cada práctica deberá entregar el material en perfectas condiciones de orden y limpieza. Para la aprobación de cada trabajo práctico, el alumno deberá dar cumplimiento a los cinco requisitos precitados.

REGULARIZACIÓN DEL CURSO.

TRABAJOS PRÁCTICOS: De acuerdo a las reglamentaciones vigentes (Ord. CS-13/030 el alumno deberá aprobar en primera instancia el setenta y cinco (75 %) (o su fracción entera menor) del Plan de Trabajos Prácticos del Curso. Deberá completar la aprobación del noventa por ciento (90%) (o su fracción entera menor) en la primera recuperación. En la segunda recuperación deberá totalizar la aprobación del cien por ciento (100%) del Plan de Trabajos Prácticos.

PARCIALES: El alumno deberá aprobar el 100% de las 2 evaluaciones parciales implementadas. Tendrá derecho a dos recuperaciones por parcial de acuerdo a la ordenanza OCS: 32/14. La nota de aprobación de cada evaluación parcial no será menor que SIETE (7).

APROBACIÓN POR EL REGIMEN DE PROMOCIÓN SIN EXAMEN.

El alumno deberá cumplir con las exigencias de correlatividad que establece el Plan de Estudios de la carrera de Técnico Universitario en Procesamiento de Minerales. Para mantener la condición de PROMOCIONAL el alumno deberá cumplir como mínimo con una asistencia del ochenta por ciento (80%) a las actividades teóricas y a los Trabajos Prácticos programados en el Curso, y deberá tener aprobado el cien por ciento (100%) de los Trabajos Prácticos. El alumno tendrá la posibilidad de aprobar el cien por ciento (100%) de los Trabajos Prácticos programados recuperando no más del veinte por ciento (20%) de los que adeude. El alumno rendirá 3 (tres) exámenes parciales que versarán sobre el contenido temático teórico-práctico desarrollado en el curso. La nota de aprobación de cada evaluación parcial no será menor que ocho (8). En el caso de no satisfacer alguna de las exigencias de promocionalidad, el alumno automáticamente pasará al Régimen de Alumnos Regulares.

IX - Bibliografía Básica

[1] [1] .- Skoog, Douglas A.; Holler, F. James.; Crouch, Stanley R. Fundamentos de Química Analítica. 9ª ed. Editorial Cengage, 2015.

- [2] [2] .- Willard, Merritt, Dean y Settle Jr. "Instrumental Methods of Analysis". 7º Ed. Wadsworth Publishing Co. 1988.
- [3] [3] .- D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo". Ed. Iberoamericana. 1992.
- [4] [4] .- Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Stanley R Principles of instrumental analysis 6ª ed. Thomson
- [5] [5] Brooks-Cole, 2007.
- [6] [6] .- Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Principio del Análisis Instrumental 6ª ed. Cengage Learning, 2011.
- [7] [7] .- D. Skoog y D. West, "Análisis Instrumental". Ed. McGraw-Hill. 1993.
- [8] [8] .- D. Skoog y J.J. Leary. "Análisis Instrumental". Ed. McGraw-Hill. 1996.
- [9] [9] .- Lajunen, L.M.J. "Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission". Royal Society of Chemistry. 1992.
- [10] [10] .- R.J. Henry, D.C. Cannon y J.W. Winkelman. "Química Clínica. Bases y Técnicas". 2da. edición. Editorial JIMS. Tomo I. 1980.
- [11] [11] .- "Manual de Uso del Espectrofotómetro". Metrolab 1600. Versión 1.06 F. Curso de ELISA. Metrolab. 1992.
- [12] [12] .- Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J. "Química Analítica". 6ta. ed. Ed. McGraw-Hill. 1995.
- [13] [13] .- Valcárcel Cases, M., Gómez Hens, A. "Técnicas Analíticas de Separación". Ed. Reverté, S.A. 1988.
- [14] [14] .- Bender, G. "Métodos Instrumentales de Análisis en Química Clínica". Ed. Acribia, S.A. 1987.
- [15] [15] .- Valcárcel, M. "Principios de Química Analítica". Ed. Springer-Verlag Ibérica. 1999.
- [16] [16] .- H. Seiler, A. Sigel, H. Sigel Eds. "Handbook on Metals in Clinical and Analytical Chemistry", Marcel Dekker, Inc. 1994.
- [17] [17] .- Cristian, G. D. "Analytical Chemistry" 6th ed. Ed. John Wiley and Sons, Inc. 2004.
- [18] [18] .- Skoog, West, Holler y Crouch. "Fundamentos de Química Analítica". 8ª edición. Editorial Thomson. 2005.
- [19] [19] .- "Standar Methods for Water and Wastewater" 21st ed. American Public Health Association, Washington D.C. 2005.
- [20] [20] .- Skoog, D. "Química Analítica". 3ª ed. México. Ed. McGraw-Hill. 2001.
- [21] [21] .- Burriel Martí, F. (et al) "Química Analítica Cualitativa". 18ª ed. Australia, España. Ediciones Thomson. 2008.

X - Bibliografía Complementaria

- [1] [1] .- Christian, G. D. y O'Reilly, J. E. "Instrumental Analysis". 2º ed. Ed. Allyn and Bacon Inc. USA. 1986.
- [2] [2] .- Donald T. Sawyer; William R. Heneman; Janice M. Beebe. "Chemistry Experiments for Instrumental Methods". John Wiley and Sons, Inc. 1984.
- [3] [3] .- Georg Schwedt. "The Essential Guide to Analytical Chemistry". John Wiley and Sons, Ltd. 1999.
- [4] [4] .- Harvey, D. "Modern Analytical Chemistry" Ed. McGraw-Hill Education. 2000.
- [5] [5] .- H. Berman. "Ion Selective Microelectrode". Vol. 50. N. Y. Plenum Press. 1974.

XI - Resumen de Objetivos

Adquirir conocimiento sobre los principios básicos de la Química Analítica, el tipo de datos obtenidos, la interpretación de los resultados, la descripción y funcionamiento de los distintos instrumentos.

Aplicar con criterio, las distintas técnicas analíticas en muestras ambientales y minerales.

XII - Resumen del Programa

- Generalidades de la Química Analítica.
- Reactivos.
- Técnicas separativas: intercambio iónico, cromatografía, extracción,
- Análisis volumétrico y gravimétrico.
- Análisis espectrométrico de absorción y emisión atómica y moleculares.
- Métodos electroquímicos: potenciometría directa y electrogravimetría.
- Cromatografía gaseosa y líquida de alto rendimientos (HPLC)
- Toma de muestras de líquidos y sólidos.

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

--