

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

(Programa del año 2023)

I - Oferta Académica

| Materia | Carrera | Plan | Año | Período |
|----------------------|-----------------|------|------|-----------------|
| QUÍMICA ANALÍTICA IV | LIC. EN QUIMÍCA | 3/11 | 2023 | 1° cuatrimestre |

II - Equipo Docente

| Docente | Función | Cargo | Dedicación |
|--------------------------|-------------------------|-----------|------------|
| GUIÑEZ, MARIA EVANGELINA | Prof. Responsable | P.Adj Exc | 40 Hs |
| BAZAN, CRISTIAN ROBERTO | Prof. Colaborador | P.Adj Exc | 40 Hs |
| GIL, RAUL ANDRES | Prof. Colaborador | SEC U EX | 20 Hs |
| CINA, MARIEL | Responsable de Práctico | JTP 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 | 3 Hs | 8 Hs |

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

| Duración | | | | |
|------------|------------|---------------------|-------------------|--|
| Desde | Hasta | Cantidad de Semanas | Cantidad de Horas | |
| 13/03/2023 | 24/06/2023 | 15 | 120 | |

IV - Fundamentación

La asignatura Química Analítica IV está estructurada para que los estudiantes de la Licenciatura en Química adquieran 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 Química Analítica IV 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 I, II y III, 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 PROCESO DE MEDIDA QUÍMICA (PMQ)
- * SELECCIÓN DEL MÉTODO DE ANÁLISIS
- * 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 VERDE
- * 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. 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 un metodo.

TEMA 3. EL PROBLEMA ANALÍTICO - EL PROCESO DE MEDIDA QUÍMICA (PMQ)

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. Evaluación de la calidad de los resultados analíticos. 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. SELECCIÓN DEL MÉTODO DE ANÁLISIS

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.Química Analítica Verde. Certificado Verde.

TEMA 5.TOMA DE MUESTRA

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. 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 VERDE

Historia y evolución del pensamiento en química analítica. Definición y principios. Química Verde en el proceso de medida química. Métricas de la Química Verde. Tendencias actuales.

TEMA 10. 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

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 6 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. Y al final se realizará la defensa oral del trabajo presentado.

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, 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

REQUSITOS 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 8 puntos.
- 5. El alumno deberá rendir un examen final de la Asignatura, de acuerdo al programa analítico y de exámen; y defenderá su monografía, su manual de procedimientos y el informe final presentado.
- 6. Sólo podrán rendir final de la asignatura aquellos estudiantes que hayan aprobado los parciales y hayan realizado el práctico propuesto.

EXAMEN DE ESTUDIANTES QUE HAYAN PERDIDO SU CONDICIÓN DE REGULARES Y ESTÉN AUTORIZADOS A RENDIR:

Los estudiantes 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 estudiantes regulares. La calificación de ésta prueba será la única que se asentará en la planilla y libreta respectiva.

ESTUDIANTES LIBRES

Para aprobar en condición de libres, el alumno deberá realizar una práctica de laboratorio del tipo de las realizadas durante la cursada. Se deberá rendir un exámen oral donde se evaluarán temas teóricos y se deberán explicar los conceptos del Proceso de Medida Química tal cual se aplicaron en la práctica.

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 - Bibliografia 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 Torrallardona, "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, "Saple handling and trace analysis of pollutants", Elsevier BV, 2000.
- [10] Association of Oficial Analytical Chemists, AOAC International, 2004
- [11] Normas de calidad. Normas IRAM
- [12] Kurowska-Susdorf, A. et al. "Green analytical chemistry: Social dimension and teaching". TrAC Trends in Analytical Chemistry, 2019.
- [13] Armenta, S. et al. "The role of green extraction techniques in Green Analytical Chemistry". TrAC Trends in Analytical Chemistry, 2015.
- [14] de la Guardia, M.eta al. Handbook of green analytical chemistry. John Wiley & Sons, 2012.
- [15] Keith, L. H.et al. "Green analytical methodologies". Chemical reviews, 2007.

XI - Resumen de Objetivos

Los objetivos esenciales de la asignatura Química Analítica IV 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, NORMA y QUIMICA VERDE a todo proceso de medición química.
- Manejar cada una de las etapas del Proceso Analítico Total.

XII - Resumen del Programa

TEMA 1: PROPIEDADES Y JERARQUÍAS DE LA QUÍMICA ANALÍTICA

TEMA 2: TRAZABILIDAD

TEMA 3: EL PROCESO DE MEDIDA QUÍMICA (PMQ)

TEMA 4: SELECCIÓN DEL MÉTODO DE ANÁLISIS

TEMA 5: TOMA DE MUESTRA

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 VERDE

TEMA 10: QUÍMICA ANALÍTICA Y CALIDAD

XIII - Imprevistos

El desarrollo de la parte práctica final de la materia prevé el empleo de instrumental de laboratorio y reactivos disponible en el Área de Química Analítica. En caso de no encontrarse operable alguno de los instrumentos para aplicar las técnicas propuestas, se evaluará reemplazar las técnicas propuestas 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.

Asimismo, para asegurar la disponibilidad de los contenidos de la asignatura, se prevé la carga del material teórico/práctico en plataformas virtuales tales como Google Classroom, Google Sites, YouTube y Aulas virtuales de la UNSL.

XIV - Otros