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
QUIMICA ANALITICA III	LIC. EN QUIMÍCA	3/11	2023	2° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
GIL, RAUL ANDRES	Prof. Responsable	SEC U EX	20 Hs
BAZAN, CRISTIAN ROBERTO	Prof. Colaborador	P.Adj Exc	40 Hs
GONZALEZ, SILVIA PATRICIA	Prof. Colaborador	P.Tit. Exc	40 Hs
GUIÑEZ, MARIA EVANGELINA	Prof. Colaborador	P.Adj Exc	40 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
5 Hs	Hs	Hs	3 Hs	8 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
07/08/2023	17/11/2023	15	120

IV - Fundamentación

Las técnicas instrumentales de análisis basados en la absorción (molecular y atómica),la emisión de radiación (molecular y atómica), como también las técnicas electroquímicas tienen actualmente su mayor aplicación al análisis de trazas debido a su elevada sensibilidad y precisión. Consideramos de vital importancia el conocimiento de los principios teóricos que la sustentan por parte de los alumnos que cursan la Licenciatura en Química.

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

El objetivo del curso es que el estudiante adquiera los principios básicos, características de funcionamiento y principales aplicaciones de las técnicas instrumentales basadas en la absorción y emisión de la radiación electromagnética, como también las técnicas electroquímicas. Conocer sus aplicaciones al análisis de trazas, los efectos interferentes y el equipamiento actualmente disponibles en el mercado.

VI - Contenidos

Tema 1

Introducción al análisis químico instrumental. Clasificación de los métodos analíticos. Tipos de métodos instrumentales. Instrumentos de análisis químico. Señal y ruido. La relación señal-ruido. Fuentes de ruido en el análisis instrumental.

Tema 2

Calibración de métodos instrumentales. La regresión lineal como herramienta de calibración. Selección de un método instrumental. Límite de detección y cuantificación.

Tema 3

Métodos Electroanalíticos. Definición de celda electroquímica. celdas galvánicas y electrolíticas. Representación esquemática de celda. Potenciales de celdas. El potencial de electrodo. Potencial estándar de electrodo. Medidas de potencial. Potencial de junta liquida. Relación del potencial con la concentración de las especies electroactivas. Ecuación de Nerst. Tipos de electrodos. Electrodos de referencia. Electrodos indicadores. Electrodos metálicos de primera, segunda y tercera especie. Electrodos redox. Electrodos de membrana, electrodos selectivos de iones. Electrodos sensibles a moléculas. Electrodo de gases. Biosensores.

Tema 4

Corrientes en las celdas electroquímicas. Corrientes faradaícas y no faradaícas. Transporte de masa en la celda electroquímica. Curvas corriente-potencial. Polarizacion por concentración. Métodos Electroanalíticos. Clasificación. Potenciometrías directas. Titulaciones potenciométricas. Aplicaciones.

Tema 5

Conductimetrías. Medida de conductividad. Titulaciones conductimétricas. Aplicaciones. Métodos electrogravimétricos Aplicaciones. Métodos coulombimétricos . Coulombimetrías a corriente constante y a potencial constante. Aplicaciones. Titulaciones coulombimétricas. Ventajas. Aplicaciones.

Tema 6

Voltamperometrías. Celdas voltamétricas. Electrodos indicadores: gotero de mercurio, sólidos, químicamente modificados, de enzimas y ultramicroelectrodos. Voltametría a corriente contínua: de barrido lineal (polarografía) y cíclica. Aplicaciones. Voltamperometrias que aplican pulsos de potencial: onda cuadrada, pulso normal y pulso diferencial. Aplicaciones. Voltamperometría de redisolución anódica y catódica. Aplicaciones .Titulaciones amperométricas. Aplicaciones.

Tema 7

Espectroscopía de absorción molecular. Propiedades de la radiación electromagnética. Propiedad ondulatoria. Interacción de la radiación con la materia. Absorciometría: teoría. Ley de Lambert-Beer. Desviación de la Ley de Beer. Errores. Aplicaciones. Espectrometría UV-Visible. Instrumentación. Fuentes de error y precauciones operacionales. Métodos de evaluación. Aplicaciones en el análisis químico.

Tema 8

Emisión molecular. Fluorescencia y fosforescencia. Principios. Variables que afectan a la fluorescencia y a la fosforescencia. Medición de fluorescencia. Instrumentos. Fluorímetros y espectrofluorímetros. Aplicaciones.

Tema 9

Turbidimetría y nefelometría. Aplicaciones. Polarimetría: Principios generales. Refracción doble. Compuestos ópticamente activos. Variables que afectan la rotación óptica. Polarímetros. Aplicaciones.

Tema 10

Espectroscopía atómica. Generalidades. Origen de los espectros de emisión y absorción. Leyes que los rigen. Leyes que vinculan la energía radiante con la longitud de onda de la radiación. Fuentes de radiación. Espectroscopía de Absorción Atómica. Fuentes de atomización. Horno de Grafito y Llama, monocromadores, modulación de la señal, detector y sistemas de lectura y registro. Sensibilidad y límite de detección. Interferencias: clasificación. Métodos de corrección. Técnicas analíticas. Aplicaciones al análisis de vestigios. Ventajas y limitaciones. Modos de evaluación directo, agregado patrón y patrón interno. Aplicaciones analíticas.

Tema 11

Espectroscopía de emisión por llama. Generalidades. Equipos. Estructura de la llama. Emisión de los gases de la llama. Espectros de emisión metálicos: atómicos, iónicos y de banda. Interferencias. Uso de solventes orgánicos. Técnicas determinativas. Aplicaciones.

Tema 12

Espectroscopía de Emisión Óptica asociada al Plasma acoplado Inductivamente (ICP-OES). Introducción. Principios y mecanismos. Instrumentación. Técnicas determinativas. Aplicaciones. Análisis de trazas.

Tema 13

Fluorescencia atómica. Fundamentos. Origen y tipos de espectros. Instrumentación. Fuentes. Instrumentos dispersivos. Instrumentos no dispersivos. Aplicaciones.

Tema 14

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.

Análisis cualitativo. Interpretación de espectros. Identificación de líneas espectrales (picos). Análisis semicuantitativo. Análisis cuantitativo. Distintos métodos de análisis. Precisión de las determinaciones. Límites de determinación y detección - Distintos niveles de confianza. Aplicaciones y ejemplos.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

1.- Celdas electroquímicas. Pilas de corrosión.(3 h)
2.- Potenciometrías. Potenciometrías directas: medidas de pH, pIon.(3h).Titulaciones potenciométricas.(3 h)
3.- Conductimetría. Titulaciones Conductimétricas. (3 h)
4.- Voltamperometrías. Voltametría cíclica.Voltametrías de pulso de potencial.(3 h)
5.- Absorciometría espectrofotométrica I: Trazado de la curva espectral y de la curva de calibración. Aplicaciones analíticas (3 h)
6.- Fluorescencia molecular. Trazado de espectros de excitación y de emisión. Aplicaciones analíticas.(3 h)
7.- Determinación del contenido de sodio y potasio en una muestra de agua isotónica por espectroscopía de emisión por llama.(3 h)
8.- Determinación del contenido porcentual de níquel en una muestra de acero por espectroscopía de absorción atómica.(3 h)
9.- Análisis de elementos trazas en una muestra compleja mediante espectroscopía de emisión por plasma de inducción.(3 h)
10.- Análisis de distintos elementos presentes en una muestra de origen mineral por fluorescencia de rayos X.(3 h)

NORMAS GENERALES Y ESPECIFICAS DE SEGURIDAD SEGUN LO ESTABLECIDO POR RESOLUCION 156/08:
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

Aprobación de trabajos prácticos
Antes, durante o a la finalización del trabajo práctico, el estudiante deberá demostrar pleno conocimiento de la parte teórica correspondiente. A tal fin podrá ser interrogado en forma oral o escrita.
El alumno deberá asistir como mínimo a un 75% de los trabajos prácticos.
Los trabajos prácticos que no haya realizado deberá recuperarlos en fecha a convenir.

Examinaciones Parciales.
Se tomarán 3 (tres) exámenes parciales referente a los temas téorico-prácticos, para su aprobación el alumno deberá contestar correctamente el 70% de las preguntas realizadas.
El alumno tendrá derecho a 2 (dos) recuperaciones por parciales de acuerdo a la normativa vigente.

Alumnos Promocionales
Para promocionar la asignatura los alumnos deberán cumplir con los siguientes requerimientos:
1. Las mismas correlatividades establecidas para el exámen final.
2. Deberá asistir como mínimo a un 80% de las clases teóricas.
3. Deberá tener el 100% de los trabajos prácticos aprobados al final de la cursada.
4. Tendrá derecho a recuperar como máximo el 20% de las examinaciones parciales.
5.Toda circunstancia especial no contemplada aquí será resuelta por aplicación de normativas vigentes de la UNSL.

Dadas las características del curso y considerando que la realización de la parte experimental resulta esencial para la formación de los estudiantes, se podrá rendir en condición de estudiante libre si el estudiante realiza y aprueba los trabajos prácticos de laboratorios y problemas que el Profesor Responsable estime conveniente.

IX - Bibliografía Básica

[1] Williard, Merritt, Dean y Settle, Jr.: Instrumentales Methods of Analysis.7º Ed. Wadsworth Publishing Co. 1988
[2] Pecsok, S.: Métodos Modernos del Análisis Químico. Ed. Limusa Wiley S.A. Mexico.1974
[3] Christian, G.D. and O'Reilley, J.E. Instrumental Analysis. 2º Ed. Allyn and
[4] Skoog D.A. y Lery J.J. Analisis Instrumental - 4º Ed.Mc Grauw-Hill.1994.
[5] Bard J., Faulker Electrochemical Methods. Fundamentals and Aplications. J. Wilwy & Sons. 1980
[6] Settle, F. Hand Book of Instrumental Techniques For Analytical Chemistry. 2004
[7] Skoog, Douglas A. , Holler, F. James, Nieman, Timothy A., Martín Gómez, María del Carmen, Principios de análisis instrumental, 5ª ed. McGraw-Hill , 2003
[8] Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Stanley R Principles of instrumental analysis 6ª ed. Thomson Brooks-Cole, 2007.
[9] Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Principio del Análisis Instrumental 6ª ed.CEncage Learning, 2011.

X - Bibliografia Complementaria

[1] Robinson J.W.: Principios de Analisis Instrumental. Ed. Marcel Dekker, Inc. New York
[2] Strobel H.A.: Instrumentación Química. Estudio Sistemático del Análisis Instrumental. Ed. Limusa. Mexico.1974
[3] Sanchez Botanero, P. Química Electroanalítica. Fundamentos Y Aplicaciones. Ed. Alhambra, 1984.
[4] G. Ewing, “Instrumental Methods of chemical analysis”, McGraw Hill, Inc., 1985.
[5] P.W.J.M. Boumans. Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy. Part I and Part II. John Wiley & Sons, Inc. New York, 1987.
[6] A. Montaser and D. Golightly, Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry, VCH Publisher. New York, 1992.
[7] R. Winge, V. Fassel, V. Peterson and M. Floyd, Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry, Elsevier. New York, 1993.
[8] L. H. J. Lajunen, “Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission”, The Royal Society of Chemistry, The Science Park, Cambridge, 1992.
[9] M. Thompson and J. N. Walsh, “Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry”, Chapman and Hall, New York, (1989).

XI - Resumen de Objetivos

Presentar al estudiante técnicas intrumentales de análisis basadas en la interacción materia-energía radiante y técnicas electroquímicas de análisis.

XII - Resumen del Programa

-Los Métodos Instrumentales. Generalidades.
-Métodos electroquímicos de análisis: Concepto e importancia.Celdas electroquímicas.
-Potenciometría.Potenciometría directa. Titulaciones potenciométricas -Conductimetría.Titulaciones Conductimétricas
-Electrogravimetría. coulumbimetría.
-Voltamperometría.Voltametría de barrido líneal. Polarografía.
-Titulaciones Amperométricas.
-Voltametrías de pulso: pulso normal, pulso diferencial y pulso de onda cuadrada.
-Voltamperometría de redisolución anódica y catódica.
-Voltametría Cíclica.
-Propiedades de la radiación electromagnética. Interacción de la radiación con la materia.
-Absorciometría Molecular.
-Fluorescencia y fosforescencia molecular
-Refractometría. Polarimetría.
-Espectrometría de Emisión (Llama e ICP-OES).
-Absorción Atómica (horno de grafito y llama).
-Fluorescencia atómica.
-Fluorescencia de Rayos X.

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 Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia y Universidad Nacional de San Luis, en cada caso en particular.

XIV - Otros