Ministerio de Cultura y Educación **(Programa del año 2009)**
Universidad Nacional de San Luis
Facultad de Química Bioquímica y Farmacia
Departamento: Quimica
Area: Qca Analitica

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
TECNICAS INSTRUMENTALES I	ANAL. QUIMICO	07/04	2009	1° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
MARTINEZ, LUIS DANTE	Prof. Responsable	P.Tit. Exc	40 Hs
FERNANDEZ, LILIANA PATRICIA	Prof. Colaborador	P.Asoc Exc	40 Hs
SOMBRA, LORENA LUJAN	Responsable de Práctico	JTP Exc	40 Hs
GIL, RAUL ANDRES	Auxiliar de Práctico	A.1ra Semi	20 Hs

III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico	**Teóricas**	**Prácticas de Aula**	**Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc.**	**Total**
5 Hs	3 Hs	2 Hs	3 Hs	8 Hs

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

Duración			
Desde	**Hasta**	**Cantidad de Semanas**	**Cantidad de Horas**
09/03/2009	19/06/2009	15	120

IV - Fundamentación

Introducir al alumno de la carrera de Analista Químico en las técnicas instrumentales utilizadas en Química Analítica, en particular en aquellas que estudian la interacción de la energía radiante con la materia. Se tratan en particular las técnicas de absorción y emisión de radiación electromagnética como ICP-OES, AAS, AES y FRX. Adicionalmente se tratan las metodologías de preconcentración en sistemas de flujo contínuo. Todas estas técnicas están orientadas a la determinación de elementos minoritarios y vestigios.

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

El alumno podrá adquirir durante este curso amplios conocimientos sobre las técnicas analíticas instrumentales, tanto de aquellas técnicas tradicionales (por ejemplo aquellas que utilizan llama como fuente de atomización/excitación) como de otras de última generación (como el ICP-OES). Adicionalmente, el acoplamiento de metodologías de preconcentración “on-line” le permitirá determinar analitos en concentraciones del orden de los vestigios, lo que a su vez puede ser aplicado a muestras de interés ambiental/humano, con la importancia que esto implica en la Química Analítica Moderna. El conjunto de los aspectos teóricos y prácticos de este curso es de vital importancia en la formación integral del analista químico actual.

VI - Contenidos

Bolilla 1.-

Introducción a la Química Analítica Instrumental. Clasificación de los métodos analíticos. Métodos clásicos - Métodos instrumentales. Tipos de métodos instrumentales. Instrumentos. Selección de un método analítico. Precisión. Exactitud.

Sensibilidad. Límite de detección. Intervalo de concentración de aplicabilidad. Selectividad.

Bolilla 2.-
Espectrometría de absorción molecular UV- visible (I). Naturaleza de la energía radiante. Unidades y factores de conversión. Espectro electromagnético. Naturaleza del fenómeno de absorción. Leyes de la absorción de la energía radiante (Ley de Lambert - Beer). Desviaciones de la Ley de Lambert - Beer, desviaciones reales y aparentes (causas químicas e instrumentales). Error fotométrico. Introducción a la Fluorescencia Molecular Teoría. Instrumentación. Aplicaciones Analíticas.

Bolilla 3.-
Espectrometría de absorción molecular UV- visible (II). Instrumentación. Fuentes de error y precauciones operacionales. Aplicaciones al análisis químico, farmacéutico y biológico. Titulaciones fotométricas. Figuras de mérito

Bolilla 4.-
Espectrometría de emisión atómica por llama. Generalidades. Equipos. Espectros de emisión. Características y estructura de la llama. Interferencias: clasificación y modos de eliminación. Métodos de evaluación : a)directo, b) del patrón interno, c) del agregado patrón. Aplicaciones. Figuras de mérito.

Bolilla 5.-
Espectrometría de absorción atómica (AAS). Teoría. Principios. Equipos: fuente de radiación, la lámpara de cátodo hueco. Sistemas de atomización: llama y electrotérmico(ETA). Interferencias. Técnicas analíticas. Aplicaciones al análisis de vestigios. Ventajas y limitaciones.

Bolilla 6.-
Espectrometría de emisión óptica asociado al plasma acoplado inductivamente (ICP-OES). Introducción. Fundamentos. Mecanismos de transferencia de energía. Instrumentación: antrochas, técnicas de introducción de muestra. Ventajas y desventajas. Interferencias. Selección de la línea de trabajo. Aplicaciones. Figuras de mérito.

Bolilla 7.-
Generación de hidruros y nebulización ultrasónica. Generación de hidruros: principios, instrumentación (sistemas discontínuos y sistemas contínuos), pre-reducción, interferencias y modos de eliminación, ventajas y desventajas. Aplicaciones. Nebulización ultrasónica: principios, instrumentación, ventajas y desventajas, aplicaciones.

Bolilla 8.-
Fluorescencia de Rayos X. Principios y Fundamentos. Instrumental. Tubo de Rayos X. Absorción de Rayos X. Espectros de líneas y contínuo. Interferencias. Preparación de muestra. Aplicaciones Cualitativas y Cuantitativas.

Bolilla 9.-
Preconcentración en sistemas de flujo contínuo (I). Principios básicos de Análisis por inyección de flujo (FIA). Dispersión. Factores que afectan la dispersión. Aspectos fundamentales de separación y preconcentración por inyección de flujo: clasificación de separación/preconcentración, factor de enriquecimiento, factor de refuerzo, eficiencia de concentración, factor de transferencia de fase, carga de muestra basada en el tiempo y el volumen, evaluación de la eficiencia de sistemas de preconcentración.

Bolilla 10.-
Preconcentración en sistemas de flujo contínuo (II). Instrumentación. Micro-columnas: distintos empaquetamientos. Reactores Anudados (Knotted). Acoplamiento a técnicas como Absorción Atómica, Absorción Atómica con ETA, ICP-OES, ICP-MS. Aplicaciones en la determinación de vestigios.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

1)-Espectrometría de Absorción Molecular: Trazado de la curva espectral y de calibración.
Determinaciones cuantitativas de algunos elementos previa complejación con reactivos cromogénicos en muestras sintéticas.

2)-Fluorescencia Molecular: Determinación de ácido acetil-salicílico.
3)-Espectrometría de emisión por llama: Determinación de sodio y potasio en suero humano. Utilización del método directo y del agregado patrón.
4)-Espectrometría de emisión por plasma (I): determinación de algunos elementos en concentraciones del orden de los vestigios en muestras sintéticas. Utilización de nebulización neumática y ultrasónica.
5)-Espectrometría de emisión por plasma (II): Acoplamiento a la generación de hidruros
6)-Espectrometría de absorción atómica. Determinación de iones metálicos.
7)-Fluorescencia de Rayos X. Preparación de muestras y determinaciones cualitativas y cuantitativas de algunos elementos.
8)-Preconcentración de Pb en una microcolumna cargada con una resina de adsorción. Determinación en aguas. Acoplamiento a ICP-AES.
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

Aprobación de trabajos prácticos
Antes, durante o a la finalización del trabajo práctico, el alumno 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 3 (tres) recuperaciones.

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 la ordenanza 13/03 de la Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia u otra superadora

IX - Bibliografía Básica

[1] -Willard, Merritt y Dean: Métodos Instrumentales de Análisis. Edit.CECSA, New York 1981.
[2] - Willard, Merritt, Dean y Settle Jr: Instrumental Methods of Analysis. 7ºEd. Wadsworth Publishing Co. New York, 1988
[3] - Christian, G.D. y O'Reilley, J.E.: Instrumental Analysis. 2º Ed.Allyn and Bacon Inc. USA. New York, 1986
[4] - D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo", Ed Iberoamericana. New York, 1992
[5] - D. Skoog y D. West, "Análisis Instrumental", Ed.Mc Graw Hill. New York, 1993.
[6] - D.Skoog y D. West. "Química Analítica", 4ta ed., Mc Graw Hill. New York, 1989.
[7] - D. Skoog y J.J. Leary. Análisis Instrumental. Ed.Mc Graw Hill. Madrid, 1996

X - Bibliografia Complementaria

[1] - P.W.J.M. Boumans. Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy. Part I and Part II. John Wiley & Sons, Inc. New York, 1987.
[2] -A. Montaser and D. Golightly, Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry, VCH Publisher. New York, 1992.
[3] -R. Winge, V. Fassel, V. Peterson and M. Floyd, Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry, Elsevier. New York, 1993.
[4] -L. H. J. Lajunen, "Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission", The Royal Society of Chemistry, The Science Park, Cambridge, 1992.
[5] -M. Thompson and J. N. Walsh, "Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry", Chapman and Hall, New York, (1989).
[6] -Z. Fang, Flow Injection Separation and Preconcentration, VCH. New York, 1993.
[7] -Z. Fang, Flow Injection Atomic Absorption Spectrometry, Wiley & Sons. New York, 1995.

XI - Resumen de Objetivos

Con el presente curso se pretende dar una formación integral en las técnicas que relacionan la radiación electromagnética con la materia. Este curso está orientado fundamentalmente a la determinación de elementos minoritarios y vestigios en muestras de interés diverso. El acoplamiento (hyphenation) de distintas metodologías de preconcentración para el análisis en sistemas de flujo contínuo (FIA) le permitirá al alumno contar con armas modernas para el análisis cuantitativo instrumental actual. Este curso comienza con las técnicas instrumentales convencionales y paulatinamente se va introduciendo en las técnicas instrumentales de última generación. Los trabajos prácticos son adecuados a la formación que el alumno va adquiriendo y finalmente se realizan trabajos prácticos donde se acoplan las mas modernas técnicas de preconcentración "on-line" con espectrometría atómica de plasma.

XII - Resumen del Programa

1- Introducción a los métodos instrumentales. Figuras de mérito
2- Espectrometría de UV- visible. Leyes de la absorción de radiación.
3-Fluorescencia Molecular. Instrumentación. Aplicaciones
4- Espectrometría de emisión por llama.Generalidades. Instrumentos. Aplicaciones.

5- Espectrometría de absorción atómica. Principios. Equipos. Técnicas determinativas. Aplicaciones.
6- Espectrometría de emisión por plasma. Generalidades. Equipos. Técnicas determinativas. Aplicaciones.
7- Sistemas de introducción de muestra. Nebulización Ultrasónica. Generación de hidruros.
8- Fluorescencia de Rayos X. Generalidades. Equipos. Aplicaciones.
9- Preconcentración en sistemas de flujo contínuo.

XIII - Imprevistos

No se preveen

XIV - Otros