**UNIVERSIDAD NACIONAL DE RÍO CUARTO**

**FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS, FISICOQUÍMICAS Y NATURALES**

**DEPARTAMENTO DE QUÍMICA**

**CARRERA:** LICENCIATURA EN QUÍMICA

**PLAN DE ESTUDIOS 2010**

**ASIGNATURA:** Análisis Instrumental CODIGO: 2012

**DOCENTES ENCARGADOS:** Dr. Héctor Fernández y Dra. Claudia Rivarola

**CUERPO DOCENTE:** Dr. Héctor Fernández, Dra. Claudia Rivarola, Dra. Claudia Solís y Lic. Maximiliano Zenzich (hasta el 31/03/2017)

Se cuenta con la colaboración del becario alumno del Doctorado en Ciencias Químicas Lic. Maximiliano Zenzich (a partir del 01/04/2017)

**AÑO ACADÉMICO:** Primer Cuatrimestre 2017

**RÉGIMEN:** Cuatrimestral

**RÉGIMEN DE CORRELATIVIDADES:** Para cursar.

|  |  |
| --- | --- |
| *Aprobada* | *Regular* |
| Física I (3808) | Química Analítica (2011) |
| Estadística (3809) | Física II (3811) |

**CARGA HORARIA TOTAL:** 14 horas semanales.

TEÓRICAS: 3 horas semanales PRÁCTICAS: 3 horas semanales LABORATORIO: 8 horas semanales.

**CARÁCTER DE LA ASIGNATURA**

A) CONTEXTUALIZACIÓN DE LA ASIGNATURA

La asignatura se dicta en el primer cuatrimestre del cuarto año de la Licenciatura en Química.

B) OBJETIVOS PROPUESTOS

La finalidad de la materia es que los alumnos adquieran los conocimientos y experiencia práctica relacionada con modernas técnicas de análisis instrumental. La química analítica en la actualidad utiliza métodos instrumentales de análisis para caracterizar química y físicamente un dado sistema. En general, estos sistemas consisten en utilizar un detector (transductor) en donde alguna propiedad del sistema es transformada en señal de tipo eléctrico (corriente o potencial), la cuál es convenientemente procesada y comparada con la proveniente de estándares. Esto permite la implementación de métodos de análisis seguros donde la intervención y subjetividad del operario están reducidos al mínimo.

C) CONTENIDOS BÁSICOS DEL PROGRAMA A DESARROLLAR

-Técnicas instrumentales de análisis. Separaciones analíticas. Escalas de análisis. Microanálisis y análisis de trazas.

-Instrumentación y técnicas en espectrofotometría de absorción y emisión. Espectrometría de absorción atómica y llama.

-Electroanálisis y técnicas analíticas modernas derivadas.

-Métodos cromatográficos: gaseoso y líquido. Cromatografía líquida de alto rendimiento.

-Instrumentación y técnicas de espectroscopía de masa. Instrumentación y aplicaciones analíticas de espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear.

-Criterios para la aplicación del análisis instrumental. Metodologías de respuesta binaria. Principio de automatización. Técnicas de análisis en flujo continuo. Automatización y procesamiento de señales y datos analíticos.

D) FUNDAMENTACIÓN DE LOS CONTENIDOS

El constante avance en el campo de la electrónica, de las computadoras personales, de los sistemas de adquisición de datos y métodos de procesamiento, como así también del desarrollo de nuevas técnicas de análisis, ha puesto a disposición del analista químico una gran cantidad de nuevas técnicas poderosas, versátiles y de fácil manejo para el uso rutinario en análisis químico. Estos conocimientos le permitirán al futuro Licenciado en Química interpretar el resultado de los análisis y eventualmente proponer nuevos estudios, desarrollando para ello técnicas de análisis complementarias.

E) ACTIVIDADES A DESARROLLAR

*Clases teóricas*

Se dictaran tres horas de clases teóricas semanales donde se expondrán aspectos teóricos y prácticos de las distintas técnicas de análisis químicos actualmente vigentes.

*Clases de resolución de problemas*

1. Se dispondrá de tres horas semanales. Se discutirán problemas tipo relacionados con los distintos aspectos de la teoría desarrollada.
2. Se resolverán problemas de sistemas reales con datos tomado de bibliografía.

*Trabajos de laboratorio*

1. Se aprenderá el manejo del instrumental disponible en el laboratorio y se tendrá acceso a otro más moderno destinado a investigación.
2. Para cada uno de los tópicos propuestos en el programa teórico se realizara una medición completa de algún sistema elegido (ver programa de trabajos prácticos). Los resultados serán discutidos con el instructor de laboratorio y luego el alumno realizará un informe final el que será corregido por el instructor y deberá ser aprobado.

3. Utilización de hojas de cálculo de aplicación en Química Analítica.

Dada la naturaleza de los trabajos de laboratorio de esta materia, se presta muy bien para afianzar los conocimientos del alumno en esta metodología de cálculo.

Los programas con hojas de cálculo a utilizar cubrirán varios aspectos a saber:

1. Presentación grafica de los resultados experimentales. Esto permite, con una rápida inspección, detectar errores en el procedimiento de trabajo. Ejemplo: la desviación anormal de un punto experimental más allá de lo esperado.
2. Cálculo de las concentraciones y análisis estadístico simple de los errores. Esto, generalmente utilizando los resultados obtenidos por los alumnos en el trabajo práctico. Tener en cuenta que generalmente se trabaja en forma individual o a lo sumo en equipos integrado por dos alumnos.
3. Ajuste de curvas en general y rectas en particular utilizando regresiones no lineales con diferentes funciones empíricas. Comparación y discusión de resultados haciendo hincapié en los parámetros de la distribución como lo son el Chi 2 y el coeficiente de determinación R2.

d) Ajuste de curvas por regresión no lineal pero utilizando funciones teóricas derivadas de modelos matemáticos simples. Esto implica editar la función teórica en el lenguaje del programa y luego el ajuste para obtener los parámetros de interés. Finalmente, al igual que en el inciso c), discusión de los resultados.

Los programas a utilizar son, principalmente (al presente) el Origin (versión 8) y el Microsoft Excel. Para ello, se cuenta en el Departamento de Química con varias computadoras de utilización exclusiva para los trabajos prácticos. Asimismo, desde estas computadoras se tiene acceso a Internet con el fin de consultar bancos de datos.

F) NÓMINA DE TRABAJOS PRÁCTICOS

1) Determinación espectrofotométrica de la constante de equilibrio de un indicador ácido-base.

2) Titulación fotométrica de una mezcla de Iodo y tiosulfato.

3) Espectroscopía de Fluorescencia. Determinación de sulfato de quinina en gaseosa.

4) Determinación del contenido de sodio y potasio en agua mineral por fotometría de llama. Método directo y estándar Interno.

5) Conductividad de electrolitos fuertes y débiles. Conductividad de distintas muestras de agua.

6) Determinación de nitratos en aguas de consumo y del contenido de ácido fosfórico en gaseosas mediante potenciometría de electrodos selectivos.

7) Cuantificación de analitos por voltamperometría de onda cuadrada (VOC).

8) Cromatografía gaseosa. Determinación del número de platos y flujo óptimo.

9) Determinación de los componentes de una muestra de nafta usando cromatografía gaseosa.

10) Determinación analítica cuantitativa usando cromatografía gaseosa.

11) Cromatografía HPLC. Determinación cualitativa de una mezcla.

G) HORARIOS DE CLASES

Clases teóricas y de resolución de problemas: martes y miércoles de 8-11 hs.

Clases de trabajos prácticos: martes y miércoles de 14-18 hs.

Clases de consulta: martes y miércoles de 18-19 hs.

H) MODALIDAD DE EVALUACIÓN

CONDICIONES DE REGULARIDAD

Para obtener la regularidad de la materia se deberá cumplimentar con el Régimen de Estudiantes y de Enseñanza de Grado de la Universidad Nacional de Río Cuarto. Res. C.S.356/10

a) Aprobar la totalidad de los trabajos prácticos de laboratorio.

b) Participar activamente en la discusión de los problemas propuestos, con asistencia obligatoria a, por lo menos, el 80% de las clases.

c) Aprobar los tres parciales en el transcurso del cuatrimestre, acreditando un mínimo del 50% de los conocimientos solicitados en el examen. En ese porcentaje deben estar incluidos los temas fundamentales de las asignaturas. De no alcanzarse dicha calificación, el estudiante tendrá derecho al menos a una instancia de recuperación para cada evaluación que acredite sus conocimientos de la asignatura**.**

CONDICIONES DE PROMOCIÓN

No existe para esta materia.

EVALUACIÓN FINAL

Se realizan evaluaciones orales, donde el alumno puede desarrollar un tema propuesto por él mismo. Luego, se lo va derivando a los aspectos más generales del curso. Se evalúa la integración y relación de los temas tratados en el curso.

# **PROGRAMA ANALÍTICO**

**A) CONTENIDOS**

*Tema I*

*Radiación electromagnética y sus aplicaciones analíticas*. Naturaleza de la radiación electromagnética. Propiedades ondulatorias y corpusculares. Espectro electromagnético. Interacción con la materia. Absorción atómica y molecular, espectros de líneas y bandas. Transiciones electrónicas en moléculas.

*Tema II*

*Absorción Molecular:* Aspectos cuantitativos de la Ley de Absorción. Ley de Lambert y Beer. Determinación experimental. Aplicaciones a sistemas con más de un componente. Desviaciones aparentes de la ley de Lambert y Beer. Efecto del ancho de banda espectral. Efecto de la radiación parásita. Efecto de un equilibrio químico. Error fotométrico. Selección de la longitud de onda de trabajo. Titulación fotométrica, distintos casos. Espectrofotometría de sistemas de varios componentes en equilibrio químico. Determinación de constantes de equilibrio por espectrofotometría.

*Tema III*

*Instrumentación para Espectrofotometría.* Componentes básicos de un espectrofotómetro. Fuentes de radiación en el U.V., visible e infrarrojo. Monocromadores a prisma y red. Principio de operación, propiedades de los materiales ópticos. Distintos tipos de celdas. Sistemas de detección. Detectores fotoemisivos: fototubos, fotomultiplicadores. Detectores fotoconductores: arreglos de diodos. Detectores de radiación infrarroja: termocupla, celda neumática. Aparatos de simple y doble haz. Instrumentos con arreglos de diodos.

*Tema IV*

*Absorción y Emisión Atómica.* Procesos fundamentales en la llama. Fondo de llama. Leyes que regulan la emisión y absorción atómica. Fluorescencia. Distintos tipos de llama. Otros métodos de excitación. Análisis cuantitativo. Método de la adición de estandar. Instrumentación. Instrumentos de simple y doble haz. Lámpara de cátodo hueco.

*Tema V*

*Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier*. Principios matemáticos del análisis de Fourier. Espectros en el dominio tiempo. Espectros en el dominio de frecuencias. Transformada de Fourier. Interferómetro de Michelson. Conversión del interferograma en un espectro en el dominio de frecuencias.

*Tema VI*

*Introducción a la Técnicas Cromatográficas*. Descripción general de la cromatografía. Distintos tipos de cromatografía. Partición. Adsorción. Intercambio Iónico. Isotermas lineales y no lineales. Teoría de los platos Teóricos. Ley de distribución. Número de platos teóricos. Relación entre la altura de plato y la eficiencia de la columna. Resolución. Capacidad. Selectividad. Relaciones con el tiempo de retención. Variables cinéticas que influyen en el ensanchamiento de los picos cromatográficos Teoría de las velocidades.

*Tema VII*

*Cromatografía Gaseosa.* Equipo básico. Gases portadores. Sistema de inyección de la muestra. Configuraciones de columna y de horno. Detectores. Llama de hidrógeno, de conductividad térmica y de captura electrónica. Columnas empaquetadas y tubulares. Soporte sólido. Distintos tipos. Fase estacionaria. Diferentes clases. Análisis cualitativo. Breve introducción a los métodos espectroscópicos (IR y Masas) acoplados a la cromatografía de gases. Análisis cuantitativo. Distintos procedimientos.

*Tema VIII*

*Cromatografía Líquida de Alto Rendimiento (HPLC).* Distintos tipos de cromatografía líquida. Cromatografía en fase normal y en fase inversa. Instrumental*.* Bombas de alta presión. Inyectores. Sistema de mezclado de solventes. Detectores espectrofotométricos y electroquímicos. Columnas. Distintos tipos. Principales solventes. Selección del tipo de cromatografía. Aplicaciones. Analisis cuali-cuantitativo.

*Tema IX*

*Cromatografía de Intercambio Iónico*. Equilibrio principal de la resina con una solución de electrolito. Isotermas. Resinas de intercambio fuertes y débiles. Capacidad de una resina. Aplicaciones analíticas. Aplicaciones industriales.

*Tema X*

*Introducción a los Métodos Electroanalíticos.* Conductividad de las soluciones de electrolitos. Electrolitos fuertes y débiles. Puente de conductividad.Métodos conductimétricos de análisis.

*Tema XI*

*Métodos potenciométricos de análisis.* Electrodos de referencia. Electrodos indicadores, de primer y segundo tipo. Electrodos selectivos de iones. Instrumentos para la medición de potenciales de celda. Titulaciones potenciométricas. Aplicaciones.

*Tema XII*

*Métodos voltamperométricos de análisis.* Técnicas electroanalíticas con pasaje de corriente. Ley de Faraday. Principales procesos de electrodo. Procesos dependientes del tiempo. Planteo de las ecuaciones exactas. Solución para las concentraciones en función del tiempo y la distancia al electrodo. Perfiles de concentración. Relación corriente-tiempo. Ecuación de Cottrel. Curvas corriente-potencial. Corriente límite. Potencial de media onda. Curvas corriente-potencial para dos sustancias electroactivas con diferentes potenciales de media onda. Detector electroquímico. Voltamperometría de barrido lineal y cíclico. Métodos polarográficos y voltamperométricos de pulsos de potencial. Métodos de redisolución. Celdas de tres electrodos. Equipos de medición. Aplicaciones analíticas.

*Tema XIII*

*Otras técnicas instrumentales.* Instrumentación y técnicas de espectroscopía de masa. Instrumentación y aplicaciones analíticas de espectroscopía de resonancia magnética nuclear.

*Tema XIV*

*Criterios para la aplicación del análisis instrumental.* Metodologías de respuesta binaria. Principio de automatización. Técnicas de análisis en flujo continuo. Automatización y procesamiento de señales y datos analíticos.

**B) CRONOGRAMA**

*Clases teóricas*

Se dictaran tres horas de clases teóricas semanales donde se expondrán aspectos teóricos y prácticos de las distintas técnicas de análisis químicos actualmente vigentes.

*Clases de resolución de problemas*

1) Se dispondrá de tres horas semanales. Se discutirán problemas tipo relacionados con los distintos aspectos de la teoría desarrollada.

2) Se resolverán problemas de sistemas reales con datos tomado de bibliografía.

*Trabajos de laboratorio*

1) Se aprenderá el manejo del instrumental disponible en el laboratorio y se tendrá acceso a otro más moderno destinado a investigación.

2) Para cada uno de los tópicos propuestos en el programa teórico se realizara una medición completa de algún sistema elegido (ver programa de trabajos prácticos). Los resultados serán discutidos con el instructor de laboratorio y luego el alumno realizará un informe final el que será corregido por el instructor y deberá ser aprobado.

**C) BIBLIOGRAFÍA**

***Obligatoria***

- D. A. Skoog, F. J. Holler & S. R. Crouch: "Principios de Análisis Instrumental", 6ta Ed. Cengage - México (2008). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 1 (uno)

- D. A. Skoog, F. J. Holler & T. A. Nieman: "Principios de Análisis Instrumental", 5ta Ed. McGraw-Hill, Madrid, España (2001). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 2 (dos)

- D. A. Skoog, J. J. Leary: “Análisis Instrumental”, 4ta Ed. McGraw-Hill, España (1994). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 6 (seis)

- D. C. Harris: “Análisis Químico Cuantitativo”, 3ra Ed. Reverte, Barcelona (2007). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 3 (tres)

- D. A. [Skoog,](http://juanfilloy.bib.unrc.edu.ar/consulta/consultaautor.html?isdoc=true&termino=Skoog,%20Douglas%20A.&bases=b:0;) D. M. [West,](http://juanfilloy.bib.unrc.edu.ar/consulta/consultaautor.html?isdoc=true&termino=West,%20Donald%20M.&bases=b:0;) F. J. [Holler,](http://juanfilloy.bib.unrc.edu.ar/consulta/consultaautor.html?isdoc=true&termino=Holler,%20F.James&bases=b:0;) S. R. [Crouch:](http://juanfilloy.bib.unrc.edu.ar/consulta/consultaautor.html?isdoc=true&termino=Crouch,%20Stanley%20R.&bases=b:0;) “Fundamentos de Química Analítica”, 8vaEd. Cengage Learning, Australia (2009). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 2 (dos)

***De Consulta***

- D. A. Skoog, D. M. West: “Análisis Instrumental”, 4da Ed. Mc Graw Hill, México (1994). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 6 (seis)

- H. A. Strobel, W. R. Heineman: “Chemical Instrumentation: A Systematic Approach”, 3era Ed., Wiley & Sons - New York (1989). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 1 (uno)

- H. H. Willard, L. C. Merritt, J. A. Dean: “Métodos instrumentales de análisis”, Compañía Editorial Continental, México (1986). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 1 (uno)

- R. L. Pecsok, L. D. Shields, T. Cairns, I. Mc William: “Modern Methods of Chemical Analysis”, 2da Ed. John Wiley (1976). Ejemplares Disponibles en Biblioteca. 0

- P. Delahay: “Análisis Instrumental”, 3era Ed. Paraninfo (1970). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 1 (uno)

- S. P. J. [Higson,](http://juanfilloy.bib.unrc.edu.ar/consulta/consultaautor.html?isdoc=true&termino=Higson,%20Seamus%20P.J.&bases=b:0;) P. Balderas: “Química Analítica”, McGraw Hill, Bs. As. (2007). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 1 (uno)

- D. [Harvey:](http://juanfilloy.bib.unrc.edu.ar/consulta/consultaautor.html?isdoc=true&termino=Harvey,%20David&bases=b:0;) “Química Analítica Moderna”, McGraw-Hill, México (2002). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 4 (cuatro)

- R. A. Day; A. L. Underwood: “Química Analítica Cuantitativa”, 5ta Ed. Prentice Hall Latinoamericana, S.A., México (1996). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 3 (tres)

- I. M. Kolthoff, E. R. Sandell, E. J. Meehan, S. Bruckenstein: “Análisis Químico Cuantitativo”, 5ta Ed. Editorial Nigar (1979). Ejemplares Disponibles en Biblioteca: 1 (uno)

NOTA: Los libros indicados que no se encuentran en la biblioteca, se pueden encontrar en la Asignatura y serán provistos por los docentes.