

UNIVERSIDAD NACIONAL DE RÍO CUARTO
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS, FISICOQUÍMICAS Y NATURALES
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

CARRERA: ANALISTA QUÍMICO

PLAN DE ESTUDIOS 1999

ASIGNATURA: Análisis Instrumental A

CÓDIGO: 2201

DOCENTE ENCARGADO: Dr. Edgardo N. Durantini

CUERPO DOCENTE: Dr. Fernando Arévalo

COLABORADORES: Dra. Valeria Girardi, Alumno Facundo Parodi

AÑO ACADÉMICO: 2019

RÉGIMEN: Cuatrimestral

RÉGIMEN DE CORRELATIVIDADES:

Para cursar		Para rendir
<i>Aprobada</i>	<i>Regular</i>	<i>Aprobada</i>
2006	2200	2200
	2204	2204
	2220	2220
	6235	6235

CARGA HORARIA TOTAL: 210 h (carga horaria semanal: 15 h).

TEÓRICAS: 3 h/semana

PRÁCTICAS: 4 h/semana

LABORATORIO: 8 h/semana

CARÁCTER DE LA ASIGNATURA: obligatoria

CONDICIÓN: régimen regular

A) CONTEXTUALIZACIÓN DE LA ASIGNATURA

La Química Analítica, en la actualidad, utiliza métodos instrumentales de análisis para caracterizar química y físicamente un dado sistema. En general, estos métodos utilizan un detector (transductor) en donde alguna propiedad del sistema es transformada en una señal de tipo eléctrico (corriente o potencial) la cuál, convenientemente procesada y comparada con la proveniente de patrones puros, permite la implementación de métodos de análisis seguros donde la intervención y subjetividad del operario están reducidos al mínimo.

El constante avance en el campo de la electrónica, las computadoras personales, los sistemas de adquisición de datos y métodos de procesamiento, como así también el desarrollo de nuevas técnicas de análisis, ha puesto a disposición de los laboratorios de análisis 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 Analista Químico llevar a cabo los análisis e interpretar el resultado de los mismos y, eventualmente, proponer nuevos estudios y técnicas de análisis complementarios.

B) OBJETIVOS PROPUESTOS

La finalidad de la materia es que los alumnos adquieran los conocimientos y experiencia práctica relacionada con las técnicas modernas de análisis instrumental.

C) CONTENIDOS BÁSICOS DEL PROGRAMA A DESARROLLAR

Análisis cuantitativo mediante radiación electromagnética. Instrumentación y técnicas en espectrofotometría de absorción y emisión. Espectrometría de absorción atómica y fotometría de llama.

Introducción a los métodos electroanalíticos. Voltametría, polarografía, amperometría y coulometría. Técnicas analíticas derivadas. Métodos conductimétricos

Técnicas cromatográficas. Cromatografía gaseosa. Cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC).

Principios de automatización y de técnicas de análisis en flujo continuo. Fundamentos de la espectroscopía de masa y de la espectroscopía de resonancia magnética nuclear (RMN) de protón y carbono.

D) FUNDAMENTACIÓN DE LOS CONTENIDOS

Los contenidos de la asignatura están divididos en las metodologías instrumentales, consideradas las de mayor difusión en las actividades profesionales y académicas.

El primer módulo está comprendido por las técnicas espectroscópicas de análisis. La primera parte es introductoria a las aplicaciones analíticas que emplean la radiación electromagnética. Luego, introduce la ley de Lambert-Beer, las aplicaciones, desviaciones y la resolución de mezclas de sustancias absorbentes. Se desarrollan técnicas basadas en la emisión de fluorescencia. Se estudia la instrumentación utilizada en las técnicas de absorción y emisión de fluorescencia molecular. En la última parte de este módulo se desarrollan las técnicas y equipamiento empleado en absorción y emisión atómica.

El segundo módulo está orientado a las técnicas analíticas que hacen uso de las propiedades eléctricas de los analitos. Se introduce al estudiante a los métodos electroanalíticos, desarrollando las leyes fundamentales de la electrodica. Se estudian métodos potenciométricos, conductimétricos, amperométricos y voltamétricos de análisis. Se desarrollan técnicas de espectroscopía de masa con aplicaciones analíticas.

El tercer módulo introduce las técnicas separativas. Se analiza la teoría de columna y las variables pertinentes a la separación. Se introduce al estudiante a la cromatografía en fase gaseosa y la cromatografía líquida de alta eficacia. Finalmente, se estudian las técnicas de resonancia magnética nuclear y a la automatización en las metodologías analíticas.

E) ACTIVIDADES A DESARROLLAR

CLASES TEÓRICAS.

El docente a cargo de la asignatura desarrolla el tema correspondiente.

CLASES PRÁCTICAS:

Los alumnos resuelven "Guías de Estudio" que consisten en la resolución de problemas numéricos, desarrollo de preguntas conceptuales y resolución de situaciones problemáticas. Las actividades se desarrollan bajo la supervisión del docente a cargo de la asignatura.

CLASES DE TRABAJOS PRÁCTICOS DE LABORATORIO

En ella los alumnos llevan a cabo las actividades planificadas en la Guía del Trabajo Práctico correspondiente. Antes de comenzar las actividades los alumnos deben resolver un pequeño cuestionario sobre las actividades que desarrollarán en el trabajo práctico de laboratorio.

F) NÓMINA DE TRABAJOS PRÁCTICOS

1. Determinación espectrofotométrica de fósforo en alimentos balanceados.
2. Determinación cuantitativa por fluorescencia del contenido de sulfato de quinina en una gaseosa.
3. Determinación del contenido de sodio y potasio en agua mineral por fotometría de llama.
4. Valoración de ácido acetilsalicílico por medidas de conductividad.
5. Determinación de nitratos en aguas de consumo y del contenido de ácido fosfórico en gaseosas mediante potenciometría de electrodos selectivos.
6. Cuantificación de analitos (por ejemplo: hidroquinonas) por voltamperometría de onda cuadrada (VOC).
7. Determinación analítica de los componentes de una mezcla problema usando cromatografía gaseosa.
8. Determinación analítica de una mezcla por cromatografía líquida (HPLC).

G) HORARIOS DE CLASES

Las actividades Teórico-Prácticas se desarrollan los días jueves de 08:00 h a 12:00 h y viernes de 08:00 h a 11:00 h. Los Trabajos Prácticos de Laboratorio se desarrollan los días miércoles en el horario de 09:00 h a 13:00 h y de 14:00 h a 18:00 h.

HORARIO DE CLASES DE CONSULTAS,

Las clases de consulta se desarrollan los días lunes de 14:00 h a 16:00 h, además se dispondrá de otros horarios a convenir de acuerdo a las necesidades de los alumnos.

H) MODALIDAD DE EVALUACIÓN:

CONDICIONES DE REGULARIDAD:

Para lograr la regularidad los estudiantes deberán cumplir con los siguientes requisitos:

- Cumplimentar las actividades clases teóricas, teórico-prácticas y prácticos.
- Aprobar tres exámenes parciales en primera instancia. El estudiante tendrá derecho a una instancia de recuperación para cada evaluación que acredite sus conocimientos de la asignatura.

EVALUACIÓN FINAL:

La evaluación final se realizará mediante un examen integrador de los contenidos de la asignatura.

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 átomos y moléculas.

Tema II

Absorción molecular. Espectroscopía de absorción UV-visible e infrarroja. 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 del equilibrio químico. Error fotométrico. Selección de la longitud de onda de trabajo. Factores que afectan la absorbancia. Titulaciones fotométricas.

Tema III

Instrumentación para espectrofotometría. Componentes básicos de un espectrofotómetro. Fuentes de radiación en el UV-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: diodos de silicio, arreglos de diodos, celda fotovoltaica. Detectores para radiación infrarroja: termocupla. Aparatos de simple y doble haz. Instrumentos con arreglos de diodos. Espectrofotómetro infrarrojo por transformada de Fourier.

Tema IV

Técnicas espectroscópicas de emisión de radiación. Espectros de emisión y de excitación de fluorescencia. Instrumental de fluorescencia. Fluorómetro. Rendimiento cuántico de fluorescencia. Especies fluorescentes. Análisis cuantitativo, intensidad de fluorescencia y concentración. Instrumental de fluorescencia.

Tema V

Absorción y emisión atómica. Procesos fundamentales en la llama. Producción de especies atómicas. Leyes que regulan la emisión y la absorción atómica. Distintos tipos de llama. Ensanchamiento de las líneas espectrales. Análisis cuantitativo. Instrumental. Introducción de la muestra. Atomizadores. Mechero de flujo laminar. Radiación de fondo de llama. Hornos de grafito. Fuente de radiación: lámpara de cátodo hueco. Limitaciones de la espectrofotometría de llama. Método de la adición de estándar.

Tema VI

Métodos conductimétricos de análisis. Conductividad de las soluciones de electrolitos. Electrolitos fuertes y débiles. Puente de conductividad. Aplicaciones analíticas.

Tema VII

Introducción a los métodos electroanalíticos. Celdas electroquímicas. Cálculo de los potenciales de celda y de electrodo. Corrientes eléctricas en las celdas electroquímicas. Distintos métodos electroanalíticos.

Tema VIII

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

Tema IX

Métodos voltamperométricos de análisis. Curvas corriente-potencial. Principales ecuaciones. Corriente límite. Potencial de media onda. Celdas de tres electrodos. Equipos de medición. Voltamperometría de barrido lineal y cíclico. Métodos polarográficos y voltamperométricos de pulsos de potencial. Métodos de redisolución. Aplicaciones analíticas.

Tema X

Fundamentos de la espectroscopía de masa. Instrumentación. Determinación del peso y fórmula molecular. Equipos de baja y alta resolución. Métodos de separación: deflexión por un campo magnético, cuadrupolo y tiempo de vuelo. Métodos de ionización: ionización por impacto electrónico, desorción por láser asistida por matriz, ionización por electropulverización. Acoplamientos en tandem MS/MS. Aplicaciones analíticas.

Tema XI

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. Volumen de retención. Variables cinéticas que influyen en el ensanchamiento de los picos cromatográficos. Teoría de las velocidades. Aplicaciones de la cromatografía. Análisis cuali y cuantitativo.

Tema XII

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 otros tipos de detectores. Columnas empaquetadas y tubulares. Soporte sólido. Distintos tipos. Fase estacionaria. Diferentes clases. Breve introducción a los métodos espectroscópicos (IR y Masas) acoplados a la cromatografía de gases. Análisis Cualitativo y Cuantitativo. Distintos procedimientos.

Tema XIII

Cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC). Distintos tipos de cromatografía líquida. Cromatografía en fase normal y en fase inversa. Instrumental. Bombas de alta presión. Inyectores básicos. Sistema de mezclado de solventes. Detectores espectrofotométricos y electroquímicos. Columnas. Distintos tipos. Principales solventes. Selección del tipo de cromatografía. Aplicaciones al Análisis Cualitativo y Cuantitativo.

Tema XIV

Fundamentos de la espectroscopía de resonancia magnética nuclear (RMN) de protón y carbono. Absorción de energía. Mecanismo de absorción. Instrumentación. Desplazamiento químico. Contabilización de protones. Aplicaciones analíticas. Análisis cualitativo y cuantitativo. Principios de Automatización y de Técnicas de Análisis en Flujo Continuo.

B) BIBLIOGRAFÍA

- Principios de Análisis Instrumental, D. A. Skoog, F. J. Holler & T. A. Nieman, 5ta Edición McGraw-Hill, Buenos Aires, 2003. Ejemplares disponibles 5.
- Principios de Análisis Instrumental, D. A. Skoog, F. J. Holler and S. R. Crouch, 6ta Edición Cengage, México, 2008. Ejemplares disponibles 6.
- Análisis Químico Cuantitativo, I. M. Kolthoff, E. R. Sandell, E. J. Meehan, S. Bruckenstein, 5ta Edición. Nigar, Buenos Aires, 1979. Ejemplares disponibles 1.
- Química analítica cuantitativa, 5a ed, R. A. Day, A. L. Underwood, Prentice Hall, Mexico, 1996. Ejemplares disponibles 9.
- Fundamentos de Química Analítica, D. A. Skoog, D. M. West, F. J. Holler, S. R. Crouch, 8a Edición. Cengage, México, 2009. Ejemplares disponibles 8.

C) CRONOGRAMA

	Día	horas	Actividad
1	Jueves 14/03		Teórico-Práctico: Introducción a la asignatura. Radiación electromagnética y sus aplicaciones analíticas.

	Viernes 15/03	Teórico-Práctico: Absorción molecular. Instrumentación.
2	Miércoles 20/03	1er Trabajo Práctico de laboratorio: Determinación espectrofotométrica de fósforo en alimentos balanceados.
	Jueves 21/03	Teórico-Práctico: Técnicas espectroscópicas de emisión de radiación. Instrumentación.
	Viernes 22/03	Teórico-Práctico: Absorción y emisión atómica.
3	Miércoles 27/03	2do Trabajo Práctico de Laboratorio: Determinación cuantitativa por fluorescencia del contenido de sulfato de quinina en una gaseosa.
	Jueves 28/03	Teórico-Práctico: Absorción y emisión atómica. Instrumentación.
	Viernes 29/04	Teórico-Práctico: Absorción y emisión atómica. Instrumentación.
4	Miércoles 03/04	3er Trabajo Práctico de Laboratorio: Determinación del contenido de sodio en agua mineral por fotometría de llama. Método del estándar interno.
	Jueves 04/04	Teórico-Práctico: Integración de técnicas espectroscópicas.
	Viernes 05/04	Teórico-Práctico: Integración de técnicas espectroscópicas.
5	Miércoles 10/04	1er Parcial
	Jueves 11/04	Teórico-Práctico: Introducción a los métodos electroanalíticos.
	Viernes 12/04	Teórico-Práctico: Métodos conductimétricos.
6	Miércoles 17/04	4to Trabajo Práctico de Laboratorio: Conductimetría
	Jueves 18/04	Feriado Nacional
	Viernes 19/04	Feriado Nacional
7	Miércoles 24/04	5to Trabajo Práctico de Laboratorio: Determinación del contenido de ácido fosfórico en gaseosas mediante potenciometría con electrodos selectivos.
	Jueves 25/04	Teórico-Práctico: Métodos potenciométricos. Métodos voltamperométricos.
	Viernes 26/04	Teórico-Práctico: métodos electroanalíticos.
8	Miércoles 01/05	Feriado Nacional
	Jueves 02/05	Teórico-Práctico: Fundamentos de la espectroscopía de masa.
	Viernes 03/05	Teórico-Práctico: Espectroscopía de masa. Instrumentación.
9	Miércoles 08/05	6to. Trabajo Práctico de Laboratorio: Cuantificación de analitos (por ejemplo: hidroquinonas) mediante voltamperometría de onda cuadrada.
	Jueves 09/05	Teórico-Práctico: Integración de técnicas electroanalíticas
	Viernes 10/05	2do Parcial
10	Miércoles 15/05	Seminario
	Jueves 16/05	Teórico-Práctico: Introducción a las técnicas cromatográficas
	Viernes 17/5	Teórico-Práctico: Introducción a las técnicas cromatográficas
11	Miércoles 22/05	Seminario
	Jueves 23/05	Teórico-Práctico: Cromatografía Gaseosa.
	Viernes 24/05	Teórico-Práctico: Cromatografía Líquida de Alta Eficacia (HPLC).
12	Miércoles 29/05	7mo. Trabajo Práctico de Laboratorio: Determinación analítica de los

		componentes de una mezcla problema usando cromatografía gaseosa (CG).
	Jueves 30/06	Teórico-Práctico: Fundamentos de la Espectroscopía de Resonancia Magnética Nuclear.
	Viernes 31/06	Teórico-Práctico: Resonancia Magnética Nuclear. Aplicaciones analíticas.
13	Miércoles 05/06	8vo. Trabajo Práctico de Laboratorio: Determinación analítica de una mezcla mediante HPLC.
	Jueves 06/06	Teórico-Práctico: Integración de técnicas cromatográficas
	Viernes 07/06	Teórico-Práctico: Integración de técnicas analíticas
14	Miércoles 12/06	3er Parcial
	Jueves 13/06	Consulta
	Viernes 14/06	Recuperatorios