**FORMULARIO PARA LA PRESENTACIÓN DE PROGRAMAS DE ASIGNATURAS**

**Año Lectivo: 2024**

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE RÍO CUARTO**

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

**DEPARTAMENTO DE QUIMICA**

**CARRERA/S:** Licenciatura en Química

**PLAN DE ESTUDIOS:** 2022

**ASIGNATURA:** Análisis Instrumental **CÓDIGO:** 3825

**MODALIDAD DE CURSADO:** Presencial

**DOCENTE RESPONSABLE:** Gabriel A. Planes, Doctor, Profesor. Adjunto DE.

**EQUIPO DOCENTE:** Juan Balach, Doctor. Jefe de Trabajos Prácticos. DSE.

Emilia Zambroni, becaria doctoral CONICET

Maria Navas, becaria doctoral CONICET

**RÉGIMEN DE LA ASIGNATURA:** Cuatrimestral

**UBICACIÓN EN EL PLAN DE ESTUDIO:** Cuatrimestral

**RÉGIMEN DE CORRELATIVIDADES:**

Asignaturas aprobadas: Estadística (3809), Física I (3820)

Asignaturas regulares: Química Analítica (2011), Física II (3822)

**CARÁCTER DE LA ASIGNATURA:** Obligatoria

**CARGA HORARIA TOTAL:** 168 horas semanales

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Teóricas:** |  | **Prácticas:** |  | **Teóricas -Prácticas:** | **70 h** | **Laboratorio:** | **98 h** |

**CARGA HORARIA SEMANAL:** 12 horas

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Teóricas:** |  | **Prácticas:** |  | **Teóricas -Prácticas:** | **5 h** | **Laboratorio:** | **7 h** |

1. **CONTEXTUALIZACIÓN DE LA ASIGNATURA**

La materia se encuentra encuadrada dentro del área de formación disciplinar (Química) del Texto Ordenado del plan de estudio para la carrera de la Licenciatura en Química, que propone que los egresados adquieran tanto los conocimientos básicos y fundamentales de diversos campos de la química, como la capacidad de comprender y asimilar los nuevos conocimientos que se están generando y las habilidades para aplicarlos en la resolución de problemas durante su posterior ejercicio profesional. En esta materia en particular se pretende que los alumnos adquieran los conocimientos y experiencia práctica relacionada con las técnicas de análisis instrumental, puesto que la química analítica en la actualidad utiliza métodos instrumentales de análisis para caracterizar química y físicamente un dado sistema. La introducción de métodos y técnicas instrumentales, está apoyada por el conocimiento de Física abordado previamente, y del tratamiento de situaciones químicas más complejas, cuya comprensión y manejo se apoya en los conocimientos de Química y Matemática abordados previamente

1. **OBJETIVOS PROPUESTOS**

La finalidad de la materia es que los alumnos adquieran los conocimientos y experiencia práctica relacionada con modernas técnicas de análisis instrumental, puesto que 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 cual, 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 reducidas al mínimo.

En definitiva, se pretende que el alumno se encuentre familiarizado con las principales técnicas experimentales que integran las operaciones de un laboratorio de análisis, y que logre un manejo fluido de ciertos tópicos esenciales, que están íntimamente relacionados con necesidades posteriores, así como la incorporación de las normas y procedimientos básicos que demanda el trabajo experimental en un laboratorio químico, incluyendo las referidas a seguridad.

1. **EJES TEMÁTICOS ESTRUCTURANTES DE LA ASIGNATURA Y ESPECIFICACIÓN DE CONTENIDOS**

**3.1. Contenidos mínimos**

Técnicas instrumentales de análisis. Separaciones analíticas. Escalas de análisis. Microanálisis y análisis de trazas. Métodos cromatográficos: gaseoso y líquido. Cromatografía líquida de alta performance. Instrumentación y técnicas en espectrofotometría de absorción y emisión. Espectrometría de absorción atómica y llama. Electroanálisis y técnicas analíticas derivadas. Métodos conductimétricos. 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. Instrumentación y técnicas de espectroscopia de masa. Instrumentación y aplicaciones analíticas de espectroscopia de Resonancia Magnética Nuclear

La materia intenta incorporar ejemplos o problemas complejos y abordaje interdisciplinar de situaciones problema (de base real) cuya resolución se puede haber planteado o comenzado a abordar con los contenidos de materias ya vistas en la carrera, pero cuya solución no se puede alcanzar sin el conocimiento adquirido en el resto de las asignaturas. Esta situación, que implica un tratamiento transversal de contenidos, pretende contrapesar i) el hecho de que el tratamiento sistemático (por temas/unidades/asignaturas) suele inducir a pensar que la Química General, la Orgánica, o la Inorgánica (por poner un ejemplo) son compartimientos estancos de la Química, con el consiguiente reflejo de interpretar que la solución a un problema se encuentra en algún capítulo de alguna de las asignaturas, y no en todas ellas; y ii) La idea de que a un problema solo le asiste una solución posible, y que además esta es sencilla.

**3.2. Ejes temáticos o unidades**

Se desarrollan tres ejes temáticos que estructuran la materia en tres grandes campos de estudio. Métodos que utilizan radiación (Temas I-VII), métodos electroquímicos (Temas VII-X), y métodos cromatográficos (Temas XI-XIV).

1. **ACTIVIDADES A DESARROLLAR**

PROPUESTA METODOLÓGICA:

Las distintas actividades se llevan a cabo en dos tipos de clases:

• Clases teórico-prácticas en las que se discuten los aspectos teóricos de los sistemas de análisis instrumental, sus ventajas, limitaciones, y aplicación a la resolución de problemáticas comunes en los laboratorios analíticas. En las mismas se introduce al alumno en el tema a desarrollar mediante una elaboración escalonada del conocimiento a ser transmitido, partiendo de bases conceptuales fundamentales ya adquiridas, y en muchos casos de observaciones cotidianas concretas. Las actividades propuestas apuntan tanto a motivar al alumno al estudio de la materia como a facilitar la comprensión y aplicación de los temas del programa. Durante las clases se promueve continuamente la discusión e intervención de los alumnos en los tópicos que se desarrollan. Se pretende estimular en el estudiante la generación de un espíritu crítico, que le permita realizar análisis sobre las problemáticas abordadas. Para esto se induce al alumno a la predicción de resultados experimentales, en experimentos hipotéticos o reales, y la confrontación de los mismos con resultados conocidos

• Clases Prácticas de laboratorio: donde se realizan determinaciones analíticas utilizando las técnicas más comunes en los laboratorios modernos

El cuaderno de laboratorio

La confección de un cuaderno de laboratorio por parte del estudiante tiene muchas ventajas, entre otras la de favorecer el desarrollo de algunas cualidades que le serán valiosas mientras realiza la carrera y luego de concluida ésta, con su desempeño profesional.

• Claridad de conceptos: El alumno debe aprender a transmitir en forma clara y coherente la experiencia realizada, los datos, las observaciones y los resultados. Por definición, Un cuaderno de laboratorio debe contener toda la información para que la experiencia pueda ser reproducida.

• Autenticidad: Se debe tomar nota de todo lo que sucede, aún cuando los resultados no sean los esperados. En alumno debe saber que el desarrollo de la ciencia esta lleno de “fallos” que bien estudiados han originado avances sustanciales en el conocimiento.

• Orden y organización: Se debe realizar una descripción inicial del experimento que incluya tanto un diagrama con los pasos secuenciales a realizar, como el tipo y características de los datos se deben recoger en cada etapa de la experiencia. Esto requiere un tiempo previo de preparación del práctico por parte del alumno y la lectura crítica de la guía de laboratorio.

MODALIDAD DE EVALUACIÓN: Se realiza el seguimiento de la participación de los estudiantes en las distintas actividades propuestas. Los resultados de los trabajos prácticos se discuten en clase y los alumnos elaboran un informe. El estudiante deberá aprobar la totalidad de los trabajos prácticos de laboratorio y demostrar una asistencia del 80% a las clases teórico-prácticas.

Evaluación del cuaderno de laboratorio

El cuaderno de laboratorio se considerará como elemento adicional de evaluación, y estará sujeto a corrección o visado. Se utilizará como herramienta adicional en la evaluación final de la materia (examen oral integrador), empleándolo como material de libre acceso por parte del alumno frente a preguntas relacionadas con los detalles experimentales, los resultados obtenidos y su justificación.

**CLASES TEÓRIC-PRÁCTICAS:** Se dicta una clase teórico-práctica semanal (6 h)

**CLASES DE TRABAJOS PRÁCTICOS DE LABORATORIO** (8 h)**:**

Se desarrollan los siguientes Trabajos Prácticos de Laboratorio.

TP N° 1: Determinación del límite de detección y límite de cuantificación instrumental

TP N° 2: Fotometría de Absorción Molecular (Parte I)

TP N° 3: Fotometría de Absorción Molecular (Parte II)

TP N° 4: Laboratorio de Fluorescencia

TP N° 5: Fotometría de Emisión de Llama

TP N° 6: Laboratorio de Conductividad

TP N° 7: Laboratorio de Potenciometría

TP N° 8: Laboratorio de Onda Cuadrada

TP N° 9: Cromatografía HPLC.

TP N° 10: Cromatografía Gaseosa.

**TEMAS:**

Se desarrollan tres ejes temáticos que estructuran la materia en tres grandes campos de estudio. Métodos que utilizan radiación (Temas I-VI), métodos electroquímicos (Temas VII-IX), y métodos cromatográficos (Temas X-XIII).

**Tema I** (trasversal a todas las unidades temáticas)

Introducción a los métodos instrumentales de análisis. Errores. Limites de detección y de Cuantificación. Criterios de selección del método analítico. Distintos métodos de calibración: método del estándar externo, método de la adición de estándar, método del estándar interno, métodos de calibración corregidos por matriz. Tratamiento estadístico de los datos. Breve introducción a la importancia del método de muestreo.

**Tema II**

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 III**

Absorción Molecular: Espectroscopia UV- visible e Infrarroja. Aspectos cuantitativos de la Ley de Adsorción. 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 de la radiación parásita. Desviaciones Instrumentales. Error fotométrico. Selección de la longitud de onda de trabajo. Factores que afectan la absorbancia. Titulación fotométrica.

**Tema IV**

Instrumentación para espectrofotometría. Componentes básicos de un espectrofotómetro. Fuentes de radiación. Monocromadores de prisma y red: principio de operación, propiedades de los materiales ópticos. Distintos tipos de celdas. Sistemas de detección. Detectores fotoemisivos, fotoconductores, térmicos y piroeléctricos. Aparatos de simple y doble haz. Instrumentos con arreglos de diodos. Espectrofotómetros Infrarrojos con transformada de Fourier.

**Tema V**

Técnicas espectroscópicas de emisión de radiación. Espectros de emisión y de excitación de fluorescencia. Instrumental de fluorescencia. Lámpara de arco de Xenón. Celdas y portaceldas. Procesos del estado excitado singlete. Rendimiento cuántico de fluorescencia Especies fluorescentes. Análisis cuantitativo, intensidad de fluorescencia y concentración.

**Tema VI**

Absorción y emisión atómica. Ensanchamiento de las líneas espectrales. Producción de especies atómicas. Instrumental. Introducción de la muestra. Atomizadores. Procesos fundamentales en la llama. Fondo de llama. Mechero de flujo laminar. Hornos de grafito. Fuente de radiación: lámpara de cátodo hueco. Métodos analíticos. Limitaciones de la espectrofotometría de llama. Interferencias espectrales.

**Tema VII**

Espectroscopia 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 VIII**

Introducción a los métodos electroanalíticos Métodos conductimétricos de análisis. Conductividad de las soluciones de electrolitos. Electrolitos fuertes y débiles. Puente de conductividad. Aplicaciones analíticas. Titulaciones conductimétricas.

**Tema IX**

Introducción a los métodos potenciométricos de análisis. Celdas electroquímicas. Cálculo de los potenciales de celda y de electrodo. Corrientes en las celdas electroquímicas. Tipos de métodos electroanalíticos. Métodos potenciométricos de análisis. Electrodos de referencia. Electrodos indicadores, de primer y segundo tipo. Electrodos selectivos. Instrumentos para la medición de potenciales de celda. Titulaciones potenciométricas.

**Tema X**

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. Voltamperometría de barrido lineal y cíclico. Métodos polarográficos y voltamperométricos de pulsos.

**Tema XI**

Introducción a las separaciones cromatográficas. Descripción general de la cromatografía. Distintos tipos de cromatografía. Velocidades de migración de las especies. Constante de distribución. Tiempos de retención. Factor capacidad. Factor selectividad Ensanchamiento de las bandas y eficiencia de la columna. Altura equivalente de plato teórico. Número de platos teóricos. Variables cinéticas que influyen en el ensanchamiento de las bandas. Resolución. Optimización de la eficiencia de la columna. El problema general de la elución. Aplicaciones de la cromatografía. Análisis cuali y cuantitativo.

**Tema XII**

Cromatografía gaseosa. Volumen de retención. Equipo básico. Gases portadores. Sistema de inyección de la muestra. Configuraciones de columna y de horno. Detectores de ionización de llama y de conductividad térmica. Otros tipos de detectores. Columnas empaquetadas y capilares. Soporte sólido, distintos tipos. Fase estacionaria, diferentes clases. Breve introducción a los métodos espectroscópicos acoplados a la cromatografía de gases.

**Tema XIII**

Cromatografía líquida de alta presión. Distintos tipos de cromatografía líquida. Cromatografía en fase normal y en fase reversa. Instrumental. Equipamiento básico. Columnas, distintos tipos. Principales solventes. Selección del tipo de cromatografía. Aplicaciones.

**Tema XIV**

Otras técnicas instrumentales. Técnicas de análisis por mapeo con haz de electrones (SEM, TEM y EDS). Instrumentación y técnicas de espectroscopia de masa. Instrumentación y aplicaciones analíticas de espectroscopia de resonancia magnética nuclear.

1. **PROGRAMAS Y/O PROYECTOS PEDAGÓGICOS INNOVADORES E INCLUSIVOS**
2. **CRONOGRAMA TENTATIVO DE CLASES E INSTANCIAS EVALUATIVAS**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 1. Semana | Día/Horas | Teórico | Actividad |
| 1ra | Ver **sección 9** | Tema 1 y 2 | Repaso general/problemas |
| 2da |  | Tema 3 y 4 | Lab UV-VIS (Parte I) |
| 3ra |  | Tema 5 y 6 | Lab UV-VIS (Parte II) |
| 4ta |  | Feriado | Laboratorio Fluorescencia |
| 5ta |  | Tema 6 y7 | Laboratorio Llama |
| 6ta |  | Tema 8 y 9 | Laboratorio Conductividad |
| 7ma |  | **1er examen Parcial (24/4)** | Laboratorio Potenciometría |
| 8va |  | Tema 9 | Feriado 1ro de mayo |
| 9na |  | Tema 10 | Laboratorio Onda Cuadrada |
| 10ma |  | Tema 11 | ***Problemas*** |
| 11va |  | Tema 12 | ***Problemas*** |
| 12va |  | Tema 13 | Laboratorio Cromatografía |
| 13va |  | Tema 14 | Laboratorio Cromatografía |
| 14va |  | **2do examen Parcial (12/6)** |  |
| 15 |  | **Recuperatorio** |  |
| 16 |  |  |  |

**(Métodos c/radiación) (Electroanalitica) (Cromatografia)**

1. **BIBLIOGRAFÍA**

**7.1. Bibliografía obligatoria y de consulta**

-Análisis Químico Cuantitativo. Daniel C. Harris. 3ª Edición. Editorial Reverté SA, Barcelona 2009.

-Química Analítica Moderna. David Harvey. McGraw-Hill/Interamericana de España SAV. 2002.

-Principios de Análisis Instrumental Skoog-Holler-Niemen. Mc Graw-Hill/Interamericana de España SAV. 2001.

-Análisis Instrumental. Skoog y Leary. Cuarta edición. Editorial Mc. Graw-Hill. Madrid, 1996

- Física para Científicos e Ingenieros. P. Tilper. Tercera Edición. Editorial Reverté. Bilbao, 1995.

-Química Analítica Cuantitativa. Flaska y otros. Editorial Prentice. Hall. Méjico, 1989.

-Undergraduate Instrumental Analysis. J. W. Robinson. Quinta Edición. Marcel Dekker, NY, 1995.

-A practical Guide of Intrumental Analysis. E. Pungor. CRC Press, Boca Ratón, Fl., 1995.

-Química Orgánica. R. Morrison y R. Boyd. Editorial Addison y Wesley. Wilmington. 1996.

- Journal of Chemical Education. <https://pubs.acs.org/journal/jceda8> Revista científica American Chemical Society-

1. **DÍA Y HORARIOS DE CLASES**

Teorico/practico (Martes 9-12 y 14-16)

Laboratorio (Miércoles 8-12 y 13-16)

1. **DÍA Y HORARIO DE CLASES DE CONSULTAS**

Martes 16-17

1. **REQUISITOS PARA OBTENER LA REGULARIDAD Y LA PROMOCIÓN**

CONDICIONES DE REGULARIDAD: Para adquirir el carácter de alumno regular se requiere la aprobación de los dos exámenes parciales y la totalidad de los trabajos prácticos de laboratorio. Se dispondrá de una oportunidad para recuperar hasta un examen parcial y dos prácticos de laboratorio. Asistencia a clases de laboratorio y/o problemas: mínimo 80%. Asistencia a clases teóricas: no obligatoria. Para aprobar la asignatura se deberá contar con la regularidad y aprobar el examen final correspondiente.

CONDICIONES DE PROMOCIÓN: Aprobación de los dos exámenes parciales con nota igual o superior a 7 (70 %). No podrá resultar ninguno de los problemas evaluados dentro de cualquier contenido del examen con nota inferior a 50%. Realización de la totalidad de los trabajos prácticos de laboratorio. Asistencia a clases de laboratorio y/o problemas: mínimo 80%, con recuperación de las inasistencias. Asistencia a clases teóricas: mínimo 80%, sin recuperación de las inasistencias. Deberá aprobar un coloquio final integrador.

1. **CARACTERÍSTICAS, MODALIDAD Y CRITERIOS DE LAS INSTANCIAS EVALUATIVAS**

Exámenes escritos, orales o ambas modalidades

EVALUACIÓN FINAL: El examen final regular, con el que el alumno aprobará definitivamente la asignatura, será escrito, oral o ambas modalidades conjuntamente.

Los alumnos que deseen presentarse a examen como libres serán evaluados en sesiones individuales separadas, sobre temas teóricos, de laboratorio y de problemas en dos jornadas consecutivas. Por razones de organización deberán anunciar su intención de rendir como libres ante algún miembro integrante del Tribunal examinador, al menos cuatro días antes de la fecha de examen para alumnos regulares. Ello, además de registrar su inscripción oficial corriente en Secretaría de Alumnos, según las normas establecidas por la Facultad.



**Firma Profesor/a Responsable Firma Secretario/a Académico/a**