PROGRAMA ANALÍTICO

DEPARTAMENTO: QUÍMICA
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS, FÍSICO-QUÍMICAS Y NATURALES

CARRERA: INGENIERÍA QUÍMICA

ASIGNATURA: ANÁLISIS INSTRUMENTAL

CÓDIGO: 9124

AÑO ACADÉMICO: 2018

PLAN DE ESTUDIO: 1994

UBICACIÓN EN EL PLAN DE ESTUDIO: 1ER. CUATRIMESTRE DE 4TO.AÑO

DOCENTE A CARGO: Dra. Stella. M. Chiacchiera – Profesora Asociada Exclusiva

EQUIPO DOCENTE: Dra. Stella. M. Chiacchiera – Profesora Asociada Exclusiva
Dr. Rodrigo Palacios – Ayudante de Primera Semi-Exclusivo
Dr. Javier Durantini – Ayudante de Primera Simple

RÉGIMEN DE ASIGNATURAS:

Aprobada	*Regular*
9122	9123

ASIGNACIÓN DE HORAS:

Semanales: 6

Totales → Teóricas: 39
→ Prácticas → Resolución de problemas: 27
→ Laboratorio: 24
→ Proyecto: -
→ Trabajo de campo: -

CARÁCTER DE LA ASIGNATURA: Obligatoria

OBJETIVOS DE LA ASIGNATURA:

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 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.

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. Si bien, generalmente, en la industria se separan los conocimientos requeridos a un técnico y a un ingeniero, se espera que éste último se encuentre familiarizado con las principales técnicas experimentales que integran las operaciones de un laboratorio industrial.

CONTENIDOS:

Tema I

Introducción a los métodos instrumentales de análisis. Componentes básicos del instrumental analítico. Parámetros de calidad del método. 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:

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

Tema VIII:

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

Tema IX:

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:

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 XI:

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 XII:

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.

METODOLOGÍA DE ENSEÑANZA:

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

- Clases teórico-prácticas en las que se discuten los contenidos teóricos básicos utilizando preferentemente proyecciones para darle agilidad a las mismas. Los conceptos se re-afirman en el marco de problemas aplicados.
- Clases Prácticas de laboratorio: donde se realizan determinaciones analíticas utilizando las técnicas más comunes en los laboratorios modernos.

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

- Clases teórico-prácticas en las que se discuten los aspectos teóricos aplicados a la resolución de problemáticas comunes en los laboratorios analíticas.
- Clases Prácticas de laboratorio: donde se realizan determinaciones analíticas utilizando las técnicas más comunes en los laboratorios modernos:
  1. Determinación espectrofotométrica de cromo y manganeso en acero.
  2. Determinación cuantitativa 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. Determinación del contenido de ácido acetilsalicílico en una tableta de aspirina mediante titulación con NaOH e indicación conductimétrica.
  5. Determinación de fluoruros en aguas de consumo mediante potenciometría de electrodos sensibles a fluor.
  6. Titulación potenciométrica de los componentes activos de un tensioactivo.
  7. Determinación analítica de los componentes de una mezcla problema usando cromatografía gaseosa.
  8. Determinación analítica de una mezcla problema por HPLC.

MODALIDAD DE EVALUACIÓN:

Se realiza el seguimiento de la participación de los estudiantes en las distintas actividades propuestas.

Se evalúan los alumnos previamente a la realización del Trabajo Práctico para determinar si están en condiciones de proceder al trabajo experimental. 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.

Los alumnos deben aprobar tres exámenes parciales, el segundo y el tercero acumulativos, sobre los temas desarrollados en las clases teórico-prácticas y en los laboratorios. Para optar por la promoción se deben aprobar los tres parciales acreditando un promedio de siete, sin registrar instancias evaluativos con notas inferiores a cinco puntos. Se dispone de una instancia de recuperación para aquellos alumnos que no hayan alcanzado la nota mínima de cinco puntos. Para alcanzar la regularidad en la materia se deben aprobar los tres exámenes parciales en primera instancia o en su instancia de recuperación con una nota mínima de cinco. En este caso el alumno aprobará la materia en un examen final integrador. De no satisfacer algunas de las condiciones expresadas previamente, el alumno será considerado como *libre*.

Los exámenes libres tienen tres instancias de aprobación, una primera instancia es una evaluación escrita sobre contenidos basados principalmente en la resolución de problemas. La segunda instancia es un examen oral integrador involucrando conceptos teórico-prácticos. La tercera y última instancia es una evaluación práctica de laboratorio, que involucra la resolución de una muestra problema propuesta por el tribunal de examen, utilizando alguna de las técnicas analíticas estudiadas. El alumno debe desempeñarse con propiedad haciendo

uso de material de volumétrico y del instrumental asociado a la técnica. Debe manejar los conceptos básicos de la técnica, expresar el resultado analítico y el error que lo afecta, hacer un informe justificando los resultados obtenidos.

CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES:

N°	Fecha	Docente	Temas	Trabajos Prácticos
1	15/03	S. Chiacchiera		
1	16/03	S. Chiacchiera	Introducción al Análisis Instrumental. Tratamiento estadístico de datos.	Teórico
2	22/03	S. Chiacchiera	Resolución de Problemas	Consulta
2	23/03	S. Chiacchiera	Espectroscopía de adsorción UV-visible e IR Fluorescencia	Teórico
3	29/03	**SEMANA SANTA**		
3	30/03	**SEMANA SANTA**		
4	05/04	Equipo	Determinación de Manganeso y cromo en acero	**T.P. Nº 1**
4	06/04	S. Chiacchiera	Fluorescencia	Teórico
5	12/04	Equipo	*Determinacion fluorimetrica del contenidode Sulfato de Quinina en una bebida gaseosa*	**T.P Nº 2**
5	13/04	S. Chiacchiera	Fotometría de llama – SP espectroscopia	Teórico
6	19/04	Repaso		
6	20/04	1 Parcial		
7	26/04	Equipo	*Determinación de Sodio y potacio en agua mineral*	**T. P. Nº 3**
7	27/04	S. Chiacchiera	Introducción a la Electroquímica - Potenciometría– SP espectroscopia	Teórico-Práctico
8	03/04	Equipo	*Determinación de fluoruro y potasio por potenciometría específica.*	**T. P. Nº 4**
8	04/04	S. Chiacchiera	Introducción Conductometría - SP Potenciometria y conductimetria	Teórico-Práctico

9	10/05	Equipo	*Conductividad: Determinación del ácido acetilsalicílico en una pastilla de aspirina*	**T. P. Nº 5**
9	11/05	S. Chiacchiera	Introducción a la cromatografía - Teoría de columna	Teórico-Práctico
10	17/05	**CONSULTA**		
10	18/05	**2 Parcial**		
11	24/05	Equipo	*Resolución de una mezcla problema por cromatografía Gaseosa*	**T. P. Nº 6**
11	25/05	**FERIADO**		
12	31/05	S. Chiacchiera	*Resolución de una mezcla problema por cromatografía Gaseosa* o Resolución de una mezcla problema por HPLC	**T. P. Nº 6 (Recuperación clase 25/5)** **T. P. Nº 7**
12	01/06	S. Chiacchiera	Resolución de Problemas Cromatografía	Consulta
13	07/06	Equipo	Resolución de una mezcla problema por HPLC	**T. P. Nº 7**
13	08/06	S. Chiacchiera	Instrumental HPLC/GC- SP Cromatografía	Teórico-Práctico
14	14/06		Consulta	
14	15/06	**3 Parcial**		
15		**1 Recuperatorio**		
15		**2 Recuperatorio**		
15		**3 Recuperatorio**		

HORARIOS DE CLASES:

Jueves de 8 a 11 hs.
Viernes de 8 a 11 hs.
Viernes de 12 a 15 hs.

HORARIOS DE CONSULTA:

Martes de 11 a 12:30 hs

BIBLIOGRAFÍA:

Bibliografía de base				
Título	Autor/s	Editorial	Año de Edición	Ejemplares Disponibles
Análisis Instrumental	D. A. Skoog & J. J. Leary:	4ta Edición McGraw-Hill, Buenos Aires	1994	4
Principios de Análisis Instrumental	D. A. Skoog, F. J. Holler & T. A. Nieman	5ta Edición McGraw-Hill, Buenos Aires	2003	5
Principios de Análisis Instrumental	D. A. Skoog, F. J. Holler, and S. R. Crouch	6ta Edición Cengage, México	2008	6
Bibliografía de consulta				
Chemical Analysis: Modern Instrumentation Methods and Techniques	Francis Rouessac Annick Rouessac	2nd Edition J. Wiley and songs	2007	Química
Undergraduate Instrumental Analysis	J. W. Robinson	5ta Edición. Marcel Dekker, Inc.	1995	1
Fundamentos de química analítica	Skoog, D. A. West, D. M. Holler, F. J Crouch, S. R.	8a Edición. Cengage, México	2009	8

Firma Docente Responsable

Firma Secretario Académico