



Universidad Nacional de Salta

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS

Avda. Bolivia 5150 - 4400 SALTA
REPUBLICA ARGENTINA

SALTA, 19 de Junio de 2.007

Expediente N° 8302/07

RES. D. N° 164/07

VISTO:

Estas actuaciones relacionadas con la presentación efectuada por las Profesoras Dra. Irene Lomnici de Upton y Lic. Analía Boemo de Ilvento solicitando la aprobación del Programa Analítico y Régimen de Regularidad de la asignatura "QUÍMICA ANALÍTICA INSTRUMENTAL" para la carrera Licenciatura en Química Plan 1997;

CONSIDERANDO:

Que el citado Programa, como el Régimen de Regularidad y el Reglamento de Cátedra, todos ellos obrantes en las presentes actuaciones, fueron sometidos a la opinión de la Comisión de Carrera correspondiente;

Que se cuenta con el V°B° de la Comisión de Docencia obrante a fs. 15 vta.;

Que el Régimen Promocional de la asignatura es el aprobado por Resolución CD. N° 384/90;

POR ELLO, y en uso de las atribuciones que le son propias;

EL DECANO DE LA FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS
(Ad-referéndum del Consejo Directivo)

R E S U E L V E:

ARTÍCULO 1°: Aprobar el Programa Analítico de la asignatura "QUÍMICA ANALÍTICA INSTRUMENTAL", como así también Régimen de Regularidad y el Reglamento de Cátedra, para la carrera de Licenciatura en Química Plan 1997, que como Anexo I forma parte de la presente Resolución.

ARTÍCULO 2°: Ratificar para el programa de la asignatura "Química Analítica Instrumental, el Régimen de Promoción aprobado por Res. CD. 384/90.

ARTÍCULO 3°: Hágase saber a la Comisión de Carrera de Licenciatura en Química, Dra. Irene Lomnici de Upton, División Archivo y Digesto, elévese copia al Consejo Directivo para su homologación y siga al Departamento de Alumnos para su toma de razón, registro y demás efectos. Cumplido, ARCHÍVESE.

NV
Rgg

Dr. JORGE FERNANDO YAZLLE
SECRETARIO ACADEMICO
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS



Ing. NORBERTO ALEJANDRO BONINI
DECANO
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS



Universidad Nacional de Salta

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS

Avda. Bolivia 5150 - 4400 SALTA
REPUBLICA ARGENTINA

ANEXO I de la Res. D. N° 164/07 - Expedientes N° 8302/07

ASIGNATURA: QUÍMICA ANALÍTICA INSTRUMENTAL

PROFESOR RESPONSABLE: Dra Irene Lomniczi de Upton

CARRERA: Licenciatura en Química Plan 1997

Régimen Promocional aprobado por Resolución CD N° 384/90

PROGRAMA ANALÍTICO

TEMA I

CONFIABILIDAD DE LOS RESULTADOS DE UN ANÁLISIS CUANTITATIVO.

Exactitud, repetibilidad y reproducibilidad. Buenas Prácticas de Laboratorio. Control sistemático de un equipo de medición. Patrones internacionales, nacionales e internos. Curvas de calibración. Quimiometría. Calibración de equipos de medición. Ejercicios interlaboratorio. Acreditación de un laboratorio. Normas IRAM e ISO. Protocolos de análisis. Validación de un método analítico.

TEMA II

ELECTROGRAVIMETRÍA. Celda electrolítica. Diferencia de potencial de descomposición. Reacciones en los electrodos. Transporte de masa: convección, migración y difusión. Transporte de carga. Potencial de unión líquida. Caída de potencial óhmica. Fenómeno de polarización. Sobrepotenciales. Cambio de la intensidad y del potencial del electrodo durante la electrólisis. Electrólisis a diferencia de potencial aplicada constante. Electrólisis a potencial de electrodo controlado. Circuitos básicos de los equipos correspondientes. Separaciones cuantitativas mediante electrólisis con cátodo de mercurio.

TEMA III

POLAROGRAFÍA. Polarización de un electrodo por difusión. Sistema estacionario. La primera ley de Fick. Intensidad límite, sobrepotencial. Sistema no estacionario. La segunda ley de Fick. Relación entre la intensidad límite y la concentración del analito en el seno de la solución en el caso de difusión lineal semi-infinita.

Circuito polarográfico básico. Celda polarográfica. Electrolito soporte. Micro-electrodos indicadores: electrodo gotero de mercurio y electrodo de platino. Ventajas y limitaciones. Potencial del máximo electrocapilar del mercurio. Polarogramas: intensidad límite, corriente residual, corriente migracional, corriente difusional. La ecuación de Ilkovič. Potencial de media onda. Máximos polarográficos y su supresión. Criterio de reversibilidad del proceso electrodo. Análisis cualitativo. Análisis cuantitativo: método absoluto, con curva de calibración, métodos del ión piloto y del agregado patrón. Polarografía de pulsos normal y diferencial. Aplicaciones y limitaciones. Titulaciones amperométricas con un electrodo polarizado. Titulaciones amperométricas con dos electrodos polarizados: cuplas reversibles e irreversibles. Esquema de circuitos de los equipos. Aplicaciones.

TEMA IV

ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN MOLECULAR EN LA REGIÓN VISIBLE Y ULTRAVIOLETA. ABSORCIOMETRÍA. Fenómenos involucrados en el proceso de absorción. Teoría de los orbitales moleculares: conjugación de cromóforos, grupos auxocromo, efecto del solvente. Teoría del campo ligando. Complejos de transferencia de carga. Iones de elementos de transición interna. Análisis cualitativo: espectros de transmitancia y de absorbancia. Espectros derivados.

Deducción de la ley de Lambert-Beer. Desviaciones aparentes de la ley de Lambert-Beer. Indeterminación derivada de la curva de calibración. Fotocolorímetros: esquema del aparato. Lámpara, filtros y fotocelda. Espectrofotómetros: esquema general de aparatos de simple haz y de doble haz. Lámparas, prismas y redes de difracción, célula fotovoltaica, fototubo y tubo

///...



Anexo I de la Res. C.D. N° 164/07 - Expediente N° 8302/07

fotomultiplicador, fotodiodos, divisores de haz en el espacio y en el tiempo. Equipos computarizados. Equipos multicanal. Evaluación de las características y control de un espectrofotómetro. Análisis cuantitativo: preparación de la muestra, curva de calibración, punto isobéptico, colorimetría diferencial. Interferencias espectrales y químicas. Sistemas multicomponentes. Análisis multivariante. Usos, ventajas y desventajas.

TEMA V

ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN MOLECULAR EN LA REGIÓN VISIBLE Y ULTRAVIOLETA. FLUORESCIMETRÍA. Mecanismos de desexcitación: diagrama de Jablonski. Fotodescomposición, predisociación, relajamiento vibracional, conversión interna y externa, entrecruzamiento de sistemas, fluorescencia, fosforescencia y fluorescencia diferida. La ley de Stokes. Extinción de la fluorescencia: deducción de la ley matemática que la gobierna. Tiempos de vida propio, de vida media y de vida real. Inhibición. Rendimientos cuántico y energético. Deducción de la relación entre la intensidad de fluorescencia y la concentración. Efectos de filtro interno y de autoabsorción. Dispersión Rayleigh y Raman. Equipos de uno y de dos monocromadores. Espectros de emisión y de excitación, reales y aparentes. Espectroscopia de fluorescencia total. Espectrometría de luminiscencia sincrónica. Aplicaciones.

TEMA VI

ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN Y DE EMISIÓN ATÓMICA. Origen y características de espectros atómicos. Ecuaciones fundamentales de la espectroscopia de absorción y emisión atómica. Producción de átomos mediante llama: nebulización, desolvatación, fusión y evaporación del analito, disociación, ionización, asociación, excitación, emisión y absorción. Espectrómetros de llama. Fuentes de radiación: lámparas de cátodo hueco, de alto brillo, de descarga con microondas y de tipo Smith - Hiftje. Equipos monohaz, doble haz, con y sin interruptor rotatorio. Interferencias espectrales y su eliminación: uso de la línea auxiliar, de lámpara auxiliar, del espectro Zeeman y de la corrección Smith-Hieftje. Interferencias físicas y químicas y su eliminación: efecto matriz y su reproducción en la curva de calibración, agregado de regulador de ionización y de agente liberador, sobregregado patrón, patrón agregado, diluciones sucesivas. Absorción atómica previa reducción química en flujo continuo. Absorción atómica con sistema de atomización electrotérmica. Fluorescencia atómica. Emisión atómica con sistema de excitación de plasma combustivo y no combustivo: espectrógrafo y plasma inductivamente acoplado. Introducción de la muestra en el plasma, sistema monocromador y detectores de análisis simultáneo y secuencial.

TEMA VII

ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN Y EMISIÓN DE RAYOS X. Los rayos X: fenómenos involucrados. Fuentes de rayos X. El tubo Coolidge. Espectros de emisión continuo y discontinuo: líneas características. Absorción de rayos X. Coeficientes de absorción. Difracción de rayos X. La ley de Bragg. Análisis de sustancias por difracción de rayos X: cámara de Debye-Scherrer y difractómetro. Fluorescencia de rayos X. Equipos de rayos X: fuentes, colimadores, monocromadores. Detectores: fotográficos, cámaras de ionización, proporcionales, tubos Geiger-Müller y contadores de centelleo. Analizador de altura de pulsos. Aplicación de la fluorescencia de rayos X al análisis cualitativo y cuantitativo. Microsonda electrónica: análisis cualitativo y cuantitativo. Instrumentación. Espectroscopia de emisión de Auger. Alcances y limitaciones.



Anexo I de la Res. C.D. N° 164/07 - Expediente N° 8302/07

TEMA VIII

CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA DE ALTA RESOLUCIÓN. Componentes principales del equipo: bombas compresoras, inyector de muestra, columna separadora y detector. Diferentes tipos de material de empaque. Parámetros característicos del sistema: constante de distribución, factor de capacidad, altura equivalente del plato teórico, tiempo muerto, tiempo de retención, factor de selectividad, resolución. Factores modificadores de la magnitud de los parámetros característicos: composición de las fases móvil y estacionaria, tamaño de partícula de la fase estacionaria, velocidad de la fase móvil, longitud de la columna y temperatura. Cromatografía en fase directa y reversa. Elución isocrática y en gradiente. Reacción post-columna. Detectores: de refracción, de absorción ultravioleta-visible monocromático y policromático, de fluorescencia, de conductancia, de análisis electroquímico y turbidimétrico/nefelométrico. Preparación de solventes y muestras: filtración por membranas, deaereación y preservación. Análisis cualitativo y cuantitativo. Ventajas y desventajas.

TEMA IX

DETERMINACIÓN DE ESPECIES QUÍMICAS. Necesidad de la especiación: en geología, estudios de superficies (corrosión), ecología y toxicología. Dificultades. Especiación de cromo, arsénico, selenio, hierro y mercurio. Uso de técnicas acopladas de análisis: espectrometría de emisión atómica con plasma inductivamente acoplado/espectrometría de masa; cromatografía líquida de alta resolución/espectrometría de emisión atómica con plasma inductivamente acoplado/espectrometría de masa; cromatografía líquida de alta resolución/espectrometría de absorción atómica con generación de hidruros.

BIBLIOGRAFÍA

Libros de texto:

- Skoog, D.A, Holler, F.J. y Nieman T.A.: Principios de Análisis Instrumental Ed. Mc Graw Hill / Interamericana España (2001)
- Francis Rouessac & Annik Rouessac: Métodos y técnicas instrumentales modernas Ed. Mc Graw Hill Interamericana de España (2003)
- Skoog, D.A. y Leary, J.J.: Análisis Instrumental. Ed. McGraw Hill (1996)
- Skoog, D.A. y Leary, J.J.: Análisis Instrumental. Ed. McGraw Hill (1994)
- Willard H., Merrit, L. Jr., Dean, J. & Settle, F. (J): Instrumental Methods of Analysis. Wadworth Publishing Company (1988).
- Willard H., Merrit, L. Jr. & Dean, J.: Métodos Instrumentales de Análisis. Ed. CECSA (1968).
- Strobel, H.A.: Instrumentación Química. Ed. Limusa- Wiley (1968).
- Ewing, G.W.: Métodos Instrumentales de Análisis Químico. Ed. Mc Graw Hill (1978).
- Meites, L. & Thomas, H.C.: Advanced Analytical Chemistry. Ed. Mc Graw Hill (1958).
- García de Marina, A. y del Castillo, B.: Cromatografía de Alta Resolución. Ed. Limusa (1988).
- Delahay, P.: Análisis Instrumental. Ed. Paraninfo (1967).
- Sawyer, D.T., Heineman, W.R. & Beebe, J.M.: Chemistry Experiments for Instrumental Methods. Ed. J. Wiley & Sons (1984).

Libros de consulta:

- Bermúdez Polonio, J.: Teoría y Práctica de la Espectroscopía de Rayos X. Ed. Alhambra (1967)

///...



Anexo I de la Res. C.D. N° 164/07 - Expediente N° 8302/07

- Tertian, R. and Claisse, F.: Principles of Quantitative X-Ray Fluorescence Analysis. Ed. Heyden (1982)
- Bertin, E.P.: Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis. Plenum Press (1984)
- Dean, J. A.: Flame Photometry. Ed. Mac Graw Hill (1960)
- Hermann, R. & Alkemade, C.T.: Chemical Analysis by Flame Photometry. Ed. Interscience (1963)
- Kolthoff, I.M. & Elving, P.J.: Treatise on Analytical Chemistry Part II Vol.4,5,6. Ed. Wiley & Sons (1967)
- Sandell, E.B. & Onishi, H.: Photometric Determination of Traces of Metals. General Aspects. Ed. J. Wiley & Sons (1978)
- Slavin, M.: Atomic Absorption Spectroscopy. Ed. Wiley & Sons (1978)
- Van Loon, J.C.: Analytical Atomic Absorption Spectroscopy. Academic Press (1980)
- Miller, J.C., Miller, J.N.: Estadística para Química Analítica. Ed. Addison-Wesley Iberoamericana (1993)
- Cela, R. (ed.): Avances en Quimiometría Práctica. Universidad de Santiago de Compostela (1994)
- Meyer, V.R.: Practical High - Performance Liquid Chromatography. John Wiley & Sons (1988)
- Bauer, H.H., Christian, G.D., O'Reilly, J.E.: Instrumental Analysis. Ed. Allyn and Bacon (1978)
- Hamilton, L.F., Simpson, S.G., Ellis, D.W.: Calculations of Analytical Chemistry. Ed. Mc Graw - Hill (7ª Ed.)
- Morrison, G.H.: Trace Analysis. Physical Methods. Ed. Wiley & Sons (1967)
- W. Funk, V. Dammann & G. Donnevert: Quality Assurance in Analytical Chemistry Ed. VCH Verlag Gesellschaft Weinheim (1995)

PROGRAMA DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO

TRABAJO PRÁCTICO N° 1 - QUIMIOMETRÍA

Ajuste por cuadrados mínimos de curvas de calibración lineales con y sin ordenada al origen mediante hojas de cálculo. Presentación de gráficos. Cálculo de la indeterminación del resultado analítico. Cálculo de límite de detección y de cuantificación. Cálculo de concentración por el método del sobregregado patrón y por patrón agregado.

TRABAJO PRÁCTICO N° 2 - POLAROGRAFÍA

ANÁLISIS CUANTITATIVO POLAROGRÁFICO. Determinación simultánea de Zn y Pb en una solución muestra. Uso del electrodo gotero de mercurio. Ondas del oxígeno y su eliminación. Obtención de los polarogramas de Zn y Pb. Análisis cuantitativo aplicando el método del agregado patrón.

TRABAJO PRÁCTICO N° 3 - TITULACIÓN BIAMPEROMÉTRICA

TITULACIÓN REDOX. Determinación del contenido en iodo de una sal de mesa por titulación con tiosulfato de sodio con punto final biamperométrico.

TRABAJO PRÁCTICO N° 4 - BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO

CONTROL DEL FUNCIONAMIENTO DE UN ESPECTROFOTÓMETRO. Calibración periódica de un espectrofotómetro. Control de exactitud de la longitud de onda y de la absorbancia; estimación de la magnitud de la luz espuria y del ruido.

///...



Universidad Nacional de Salta

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS

Avda. Bolivia 5150 - 4400 SALTA
REPUBLICA ARGENTINA

-5- ...///

Anexo I de la Res. C.D. N° 164/07 - Expediente N° 8302/07

TRABAJO PRÁCTICO N° 5 - BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO

VALIDACIÓN DE UN MÉTODO DE ANÁLISIS. Determinación turbidimétrica de sulfatos con cloruro de bario en aguas minerales. Cálculo de la exactitud y precisión del análisis.

TRABAJO PRÁCTICO N° 6 - ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN MOLECULAR UV-VISIBLE

DETECCIÓN Y CORRECCIÓN DE INTERFERENCIA ESPECTRAL. Determinación cuantitativa de contenido de titanio en una matriz de hierro. Obtención de los espectros de absorción, y elección de la longitud de onda de trabajo. Corrección de la interferencia utilizando blanco de muestra.

TRABAJO PRÁCTICO N° 7 - ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN MOLECULAR UV-VISIBLE

MÉTODOS INDIRECTOS. Determinación de fluoruro con ZrO^{2+} - Eriocromocianina R. Obtención de los espectros de absorción del reactivo y del complejo. Determinación de la longitud de onda de máxima diferencia en absorbancia. Determinación de la pendiente de la curva de calibración F/ZrO^{2+} -ECR y cálculo del contenido en fluoruro de muestras de agua mineral envasada. Corrección de la interferencia de sulfatos mediante nomograma. Cálculo de la exactitud y precisión del análisis.

TRABAJO PRÁCTICO N° 8 - ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN MOLECULAR UV-VISIBLE

ANÁLISIS SIMULTÁNEO DE DOS ANALITOS QUE PRESENTAN INTERFERENCIA ESPECTRAL MUTUA MEDIANTE CALIBRACIÓN MULTIVARIANTE. Determinación de cafeína y de benzoato de sodio en una bebida energizante por calibración multivariante. Aplicación y comparación del método que emplea cuatro curvas de calibración con el método basado sobre mediciones a múltiples longitudes de onda de una solución patrón única por componente.

TRABAJO PRÁCTICO N° 9 - ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN MOLECULAR

FLUORESCIMETRÍA. Determinación de riboflavina en preparados farmacéuticos. Estudio de los filtros de excitación y de emisión a usar. Determinación de la concentración de riboflavina en una muestra medicinal. Cálculo de la exactitud y precisión del análisis.

TRABAJO PRÁCTICO N° 10 - ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

ESTUDIO DE LOS PARÁMETROS INSTRUMENTALES. Determinación de hierro en una muestra vegetal. Optimización de la altura de observación, de la relación de los flujos de combustible a comburente, y del flujo de alimentación de la muestra. Determinación del contenido de hierro en yerba mate. Cálculo de la exactitud y precisión del análisis.

TRABAJO PRÁCTICO N° 11 - ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

APLICACIÓN DE LA TÉCNICA A COMPONENTES MAYORITARIOS Y MINORITARIOS. Determinación de cobre y plomo en un latón.

TRABAJO PRÁCTICO N° 12 - ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA ELECTROTÉRMICA

ANÁLISIS DE TRAZAS. Determinación de cadmio en vegetales por el método de agregado patrón.

///...



Universidad Nacional de Salta

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS

Avda. Bolivia 5150 - 4400 SALTA
REPUBLICA ARGENTINA

-6- ...///

Anexo I de la Res. C.D. N° 164/07 - Expediente N° 8302/07

TRABAJO PRÁCTICO N° 13 - CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA DE ALTA RESOLUCIÓN

SEPARACIÓN E IDENTIFICACIÓN DE DOS COMPONENTES. Análisis cualitativo de isopropanol y metil-isobutilcetona en una mezcla. Determinación del tiempo de retención de cada componente. Estudio de las características del cromatograma.

TRABAJO PRÁCTICO N° 14 - CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA DE ALTA RESOLUCIÓN

DETERMINACIÓN CUANTITATIVA SIMULTÁNEA DE DOS COMPONENTES DE UNA MUESTRA COMPLEJA. Separación y determinación cuantitativa de cafeína y benzoato de sodio en una bebida energizante. Determinación del tiempo de retención de cada componente. Preparación de curvas de calibración en base a áreas de picos cromatográficos. Obtención del cromatograma de la muestra. Cálculo de las concentraciones.

TRABAJO PRÁCTICO N° 15 - BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO

CONTROL DE CALIDAD DEL ANÁLISIS QUÍMICO. Ejercicios de intercomparación. Aplicación de los Test de Cochran y de Grubbs simple y doble a los informes de análisis de los alumnos. Evaluación del desempeño de los alumnos mediante el parámetro z .

QUÍMICA ANALÍTICA INSTRUMENTAL

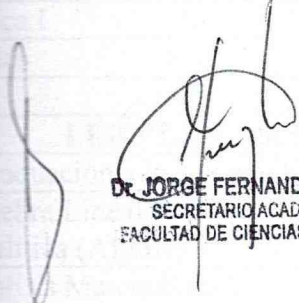
Reglamento Interno de Cátedra

El alumno que desee cursar esta asignatura deberá:


1. Estar inscripto en el Departamento Alumnos de la Facultad de Ciencias Exactas, que lo habilitará para cursar la asignatura en el presente período lectivo.
2. Estar inscripto en la comisión de trabajos prácticos de la Cátedra.

El alumno que desee regularizar esta asignatura deberá cumplir con los siguientes requisitos:

1. Tener el 100 % de los informes de los trabajos de laboratorio aprobados, para lo cual debe asistir por lo menos al 80% de los trabajos prácticos en el horario y fecha establecidos, aprobar un interrogatorio previo referente a cada tema (habiendo entregado el informe correspondiente al anterior), y elevar su informe al terminar el trabajo de laboratorio.
2. Aprobar con una nota igual o superior a 6 (seis) cada uno de los tres exámenes parciales.


Dr. JORGE FERNANDO YAZLLE
SECRETARIO ACADÉMICO
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS




Ing. NORBERTO ALEJANDRO BONINI
DECANO
FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS