

PROGRAMA 2020			
Espacio Curricular:	Química Analítica II (Q210)		
Carácter:	Obligatoria	Período:	1° semestre
Carrera/s:	Licenciatura en Ciencias Básicas con Orientación en Química		
Profesor Responsable:	Jorgelina Cecilia Altamirano		
Equipo Docente:	Sabrina Belén Mammana		
Carga Horaria: 144 hs (40 % teóricas, 60% prácticas)			
Requisitos de Cursado:	Tener regularizada Química Analítica Instrumental (Q211) y Química Orgánica II (Q202Q) y aprobada Química Analítica (Q206)		

1-EXPECTATIVAS DE LOGRO

Adquirir competencias en el manejo de técnicas analíticas cuantitativas.
Desarrollar criterios de trazabilidad y calidad analítica.
Analizar e informar los resultados obtenidos.

2-DESCRIPTORES

Introducción al equilibrio de reparto. Introducción al equilibrio de intercambio iónico. Separaciones analíticas. Resonancia magnética nuclear. Espectrometría de masa. Técnicas separativas continuas: Cromatografías, Electroforesis. Análisis estructural por técnicas vinculadas a la Espectrometría. Técnicas instrumentales acopladas. Estudio de materiales complejos de naturaleza inorgánica, orgánica y biológica.

3-CONTENIDOS ANALÍTICOS

Presentación del espacio curricular. Presentación del cuerpo docente. Explicación del aporte de la asignatura al perfil, los alcances y actividades reservadas del título, como así también las competencias que se pretenden desarrollar o reforzar. Presentación y explicación del Programa, las actividades involucradas en la asignatura y el mecanismo de evaluación. Explicación del sentido de la asignatura y su relación con asignaturas correlativas previas y posteriores. Introducción al proceso analítico. Introducción a las técnicas separativas. Clasificación de técnicas separativas en función del equilibrio fisicoquímico involucrado.

MODULO 1.-

Introducción a las separaciones sólido-líquido. Separaciones sólido-líquido: Técnica de precipitación y Técnica de extracción en fase sólida. Mecanismos. Formatos. Aplicaciones como métodos de preparación de muestras.

MODULO 2.-

Introducción a las separaciones líquido-líquido. Fundamentos teóricos de la técnica de extracción líquido-líquido: constante de partición, coeficiente de distribución. Parámetros de evaluación de la eficiencia de extracción: fracción remanente en fase acuosa, factor de recuperación, factor de

separación entre analitos. Variables que gobiernan la extracción: efecto salino desplazante, pH, temperatura, solventes de extracción, agentes enmascarantes, agentes modificadores de matriz. Clasificación de sistemas inorgánicos de extracción. Ejemplos de metales, compuestos orgánicos, pares iónicos. Aplicaciones. Microextracción líquido-líquido: Formatos; Aplicaciones

MODULO 3.-

Elementos generales de Cromatografía. Definición. Clasificación (I.U.P.A.C.). Elementos generales de la cromatografía: fase estacionaria, fase móvil, cromatograma, tiempo de retención. Parámetros de evaluación cromatográfica: Velocidad lineal media de la fase móvil, lineal media del analito, factor de capacidad, factor de selectividad, ensanchamiento de bandas intracolumnar y extracolumnar, eficiencia de la columna cromatográfica: altura de platos teóricos y número de platos teóricos, resolución, relación entre los parámetros de evaluación cromatográficas.

Cromatografía en capa fina. Siembra. Procedimientos de desarrollo: ascendente, descendente y horizontal. Revelado y sistemas de detección. Generalidades. Principios teóricos: concepto de R_f y de R_x .

MODULO 4.-

Cromatografía en columna de fase líquida: Introducción a la cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC). Instrumentación analítica: Sistemas de impulsión de solventes. Elución isocrática y con gradiente de solventes. Inyector de muestra. Columnas para HPLC. Detectores: absorbancia UV-Vis; fluorescencia; índice de refracción; dispersión óptica; electroquímicos; espectrometría de masas. Métodos de detección: directo e inverso. Rellenos para la cromatografía de reparto: fases líquidas adsorbidas y unidas químicamente. Clasificación de las cromatografías en fase líquidas. Cromatografía de fase directa e inversa. Breve introducción al análisis cualitativo y cuantitativo.

MODULO 5.-

Cromatografía iónica, cromatografía de exclusión por tamaño y cromatografía de afinidad. Equilibrio de intercambio iónico. Rellenos de intercambio iónico. Fase móvil para cromatografía de intercambio iónico. Variables que gobiernan la eficiencia cromatográfica de intercambio iónico. Aplicaciones. Teoría de la cromatografía de exclusión por tamaño. Rellenos de columnas de exclusión. Aplicación. Fundamentos de cromatografía de afinidad. Aplicaciones

MODULO 6.-

Electroforesis capilar y electrocromatografía. Fundamentos teóricos de la técnica de electroforesis capilar: principios físico-químicos que gobiernan las separaciones electroforéticas; electroosmosis, movilidad electroosmótica, movilidad aparente, platos teóricos, ensanchamiento de banda. Equipamiento. Clasificación de técnicas electroforéticas. Fundamentos teóricos de la electrocromatografía. Aplicaciones.

MODULO 7.-

Cromatografía de fase gaseosa. Fundamentos teóricos de la técnica de cromatografía de gases. Elementos generales de la cromatografía: fase estacionaria, fase móvil, cromatograma, volumen de retención, volumen de retención específico, relación entre el coeficiente de distribución y el volumen específico. Instrumentos para la cromatografía de gases. Inyección de la muestra. Horno. Gradientes térmicos o isotérmicos de elución. Gas portador. Columnas cromatográficas: rellenas y capilares. Requisitos Fases estacionarias de uso frecuente. Detectores. Características del detector ideal. Detector de ionización por llama, conductividad térmica; captura de electrones; emisión atómica.

MODULO 8.-

Espectrometría de masas molecular: Generalidades. Fundamentos teóricos. Instrumentación analítica: fuentes de ionización clasificación por tipos de espectros generados y medios de ionización. Espectrómetros de masas: cuadrupolar, tiempo de vuelo, sector magnético y trampa de iones. Resolución. Aplicaciones cualitativas y cuantitativas

MODULO 9:

Resonancia Magnética Nuclear (RMN). Repaso de los fundamentos de la resonancia magnética nuclear: Descripción cuántica de la resonancia magnética. Resonancia magnética nuclear de transformada de Fourier. Tipos de espectros de resonancia magnética nuclear: espectros de líneas anchas. Espectros de alta resolución. Efecto del entorno en los espectros de RMN: tipos de efectos del entorno. Teoría del desplazamiento químico. Desdoblamiento spin-spin. Espectrómetros de RMN: Componentes de los espectrómetros de transformada de Fourier. Imanes. Sonda de la muestra. Detector y sistema de procesamiento de datos. Manipulación de la muestra. Aplicación de RMN H^1 : identificación de compuestos. Análisis cuantitativo. RMN C^{13} : desacoplamiento del protón. Aplicación de RMN C^{13} para identificación de estructuras. Aplicaciones de RMN a otros núcleos: P^{31} y F^{19} . Impulsos múltiples y RMN multidimensional: RMN de pulsos múltiples. RMN bidimensional. RMN multidimensional.

4-BIBLIOGRAFÍA

TEMA 1

- M. Valcarcel Cases y A.Gómez Hens, "Principles of Analytical Chemistry", Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2000
- Janusz Pawliszyn, Heather L. Lord "Handbook of Sample Preparation", 2011, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey
- D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo", Ed Iberoamericana.
- Ringbom, "Formación de Complejos en Química Analítica", Ed Alhambra, 1979

TEMA 2

- Janusz Pawliszyn, Heather L. Lord "Handbook of Sample Preparation", 2011, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey
- I.M. Kolthoff, E.B. Sandell, E.J. Meehan y S.Bruckenstein, "Análisis Químico Cuantitativo", 4^{ta} ed., Ed. Nigar SRL, 1972.
- D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo", Ed Iberoamericana, 1991
- Ringbom, "Formación de Complejos en Química Analítica", Ed Alhambra, 1979

TEMA 3-8

- D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo", Ed Iberoamericana, 1991
- D. Skoog, J. Holler y S. Crouch, Principios de análisis Instrumental, 6ta. Ed., S.A. Ediciones Paraninfo, 2009

TEMA 8

- D. Skoog, J. Holler y S. Crouch, Principios de análisis Instrumental, 6ta. Ed., S.A. Ediciones Paraninfo, 2009
- Edmond de Hoffmann y Vincent Stroobant "Mass and Spectrometry. Principles and Applications" 2^{da} Ed., 2002 Ed John Wiley & Sons, LTD.

TEMA 9

- D. Skoog, J. Holler y S. Crouch, Principios de análisis Instrumental, 6ta. Ed., S.A. Ediciones Paraninfo, 2009
- R. T. Morrison y Boyd, Química Orgánica, 5ta. Ed, Addison-Wesley Iberoamericana, 1987

Bibliografía Complementaria

- Heather Lord, Janusz Pawliszyn, "Evolution of solid-phase microextraction technology", Journal of Chromatography A, 885 (2000) 153–193

· Ali Sarafray-Yazdi, Amirhassan Amiri, "Liquid-phase microextraction", Trends in Analytical Chemistry, 29, 1 (2010) 1-14.

A. Żwir-Ferenc, M. Biziuk, "Solid Phase Extraction Technique – Trends, Opportunities and Applications", Polish J. of Environ. Stud. 15, 5 (2006), 677-690

Solid-phase extraction combined with dispersive liquid-liquid microextraction for the determination for polybrominated diphenyl ethers in different environmental matrices" Journal of Chromatography A, 1216 (2009) 2220-2226

Application of experimental design and response surface technique for selecting the optimum RP-HPLC conditions for the determination of moxifloxacin HCl and ketorolac tromethamine in eye drops" Journal of Saudi Chemical Society, 21(1) (2017) S373-S382

Analysis of the composition of immunoconjugates using size exclusion chromatography coupled to mass spectrometry, Rapid communications in mass spectrometry 19 (2005) 1806-1814.

Comparisson of monolithic capillary electrochromatography and micellar electrokinetic chromatography for the separation of polycyclic aromatic hydrocarbons" publicado en la revista Talanta, 122 (2014) 180-186.

Determination of selenomethionine in wheat samples: comparison of gas chromatography-microwave-induced plasma atomic emission spectrometry, gas chromatography-flame photometric detection and gas chromatography-mass spectrometry" publicado en la revista Journal Analytical atomic spectrometry, 12(9) (1997) 1041-1046.

Mass spectrometry, review of the basics: electrospray, MALDI, and commonly used mass analyzers" publicado en la revista Applied spectroscopy reviews, 44(3) (2009) 210-230.

5-METODOLOGÍA DE ENSEÑANZA

· Los temas serán desarrollados secuencialmente según el programa brindando clases teóricas, prácticas (aula y laboratorio), y virtuales; las cuales tendrán el apoyo adicional de clases de consulta.

· Se incluirá seminarios valorando el aporte de docentes invitados que ejemplifiquen la aplicación de las herramientas analíticas estudiadas en otros campos (ambiente, bromatológico, toxicológico, industrial, arqueometría, etc.).

· Al estudiante se lo motivará a participar y tomar apuntes pudiendo plantear dudas y cuestiones complementarias.

· Se emplearán diversos medios audiovisuales, en las cuales la profesora responsable de la asignatura explica los fundamentos teóricos y aspectos prácticos involucrando a los estudiantes para que participen en el desarrollo del tema.

· Se proporcionará la bibliografía necesaria a través del espacio virtual, mails, libros y artículos científicos y se le pedirá trabajarla para obtener resúmenes, cuadros comparativos, esquemas, diagramas, etc. que agilicen la asimilación de la información.

· Las actividades teórico-prácticas de aula involucrarán la discusión de artículos científicos o parte de ellos en el aula. Además, se realizarán coloquios haciendo hincapié en temas reales de interés regional de áreas científicas, como industriales y de fiscalización.

- Si bien se desarrollaran ejercicios en las clases teórico-prácticas, los mismos serán a modo de ejemplo para que luego los estudiantes desarrollen el resto los ejercicios planteados. Las guías de problemas deberán ser presentadas antes de rendir el parcial del módulo correspondiente.
- Se realizarán prácticos de laboratorio y visitas a centros de investigación relacionados para ejercitar los temas abordados en la asignatura.
- Se hará hincapié en el trabajo de laboratorio bajo normas de higiene y seguridad laboral.
- Para cada una de las actividades mencionadas se le brindará una guía organizativa para que el estudiante puede organizar debidamente los trabajos y cumplir en tiempo y forma con los requerimientos de la asignatura.

Los trabajos prácticos de laboratorios serán:

- TP.1: Separaciones líquido-líquido discontinuas: A) Procesamiento de residuos de laboratorio mediante precipitación. B) Recristalización de NaCl para su purificación.
- TP.2: Separaciones sólido-líquido discontinuas: Microextracción líquido-líquido dispersiva: Determinación de vitamina C mediante espectrofotómetro UV-visible
- TP.3: Cromatografía líquida de fase reversa: Separación analítica de vitamina C y vitamina B12 mediante Cromatografía Líquida de alta Resolución en fase reversa
- TP. 4: Electroforesis capilar de zona.
- TP.5: Instrumentación analítica: Reconocimiento de instrumental analítico, sus paredes y requerimientos técnicos.

6- EVALUACIÓN DURANTE EL CURSADO Y CONDICIONES DE REGULARIDAD

EVALUACIÓN DURANTE EL CURSADO

Las distintas actividades planteadas en la asignatura se evaluarán mediante rúbricas específicamente diseñadas para cada fin (teórico, problemas prácticos, laboratorio y coloquios). Las rúbricas para evaluar el aprendizaje teórico y resolución de problemas se aplicarán en los parciales y la rúbrica de laboratorio y coloquios se aplicarán para cada instancia de trabajo específico. Además, se implantará una rúbrica para evaluar al estudiante en competencias genéricas.

La nota resultante de las rúbricas será ponderada del siguiente modo:

Nota final = 40 % (teoría y práctica) + 40 % (laboratorio) + 15 % (coloquio) + 5 % (competencias genéricas)

TRABAJOS PRACTICOS DE LABORATORIO:

- El estudiante deberá demostrar un pleno conocimiento de la parte teórica referente a la práctica o experiencia, al ser interrogado en forma oral y/o escrita, antes, durante o a la finalización del Trabajo Práctico.
- El estudiante deberá tener una habilidad manual acorde con el tipo de experiencia que realice. Antes de cada laboratorio, se le tomará al estudiante una evaluación sobre el trabajo a realizar, como así también, conceptos teóricos que se requieran para el mismo. La aprobación de dicha instancia habilitará al estudiante a realizar el laboratorio correspondiente.
- El estudiante deberá trabajar bajo normas de higiene y seguridad laboral. El estudiante deberá asistir a las clases de laboratorio con los **elementos de seguridad personal** (delantal, zapatos cerrados, pantalones, cabello recogido, guantes descartables (2-3 pares), anteojos o gafas de seguridad), **limpieza** (rejilla de tela), **sin bisutería o joyería. Los estudiantes no podrán concurrir con lentes de contacto.**

- Registrará en un \"cuaderno de laboratorio\" en forma ordenada los resultados obtenidos y las operaciones numéricas que cada cálculo le demande.
- El estudiante deberá obtener en sus determinaciones resultados aceptablemente coincidentes con los reales. El error aceptado dependerá del tipo y técnica de análisis utilizada y será fijado por el Curso en cada caso.
- Al término de la finalización de cada práctica deberá entregar el material en perfectas condiciones de orden y limpieza.
- El estudiante deberá entregar un informe técnico de la experiencia de laboratorio realizadas donde se plantee un marco teórico, metodología de trabajo, resultados, discusión y conclusiones, apoyada por la bibliografía correspondiente. Cada informe tendrá una instancia de evaluación. Podrá hacer consultas puntuales para su realización.

GUIAS DE ESTUDIO Y TRABAJOS PRACTICOS DE AULA:

El Curso proporcionará a los estudiantes con la debida anticipación, los enunciados de los problemas y guías de estudio que deberían resolver para comprender, fijar y aplicar el tema de estudio. Las guías de estudio y problemas no serán necesario entregarlas resueltas pudiendo consultar dudas puntuales sobre su resolución preferentemente antes del parcial. Ejemplos de resolución de problemas serán vistos en clase.

EXAMENES PARCIALES

A lo largo del dictado de la asignatura se tomarán cuatro exámenes parciales los cuales estarán divididos en bloques temáticos. Los mismos incluirán preguntas teóricas, prácticas y de laboratorio. La modalidad de estos exámenes será escrita y la evaluación de los mismos será aplicando rúbricas.

COLOQUIO DE TEMAS ESPECÍFICOS

En cada tema abordado se le solicitará al estudiante preparar uno de los subtemas vistos o previstos en función de la bibliografía brindada y podrá investigar en otros textos y páginas científicas para completar la información a preparar. El estudiante deberá presentar el tema investigado en un coloquio corto en la clase siguiente. La modalidad de estos coloquios será oral y la evaluación de los mismos será aplicando rúbricas.

SEMINARIO INTEGRADOR FINAL

El seminario podrá ser individual. Se brindará la posibilidad de elegir un trabajo científico que contenga varios temas vistos en la asignatura. En la primera clase del seminario se les brindará las pautas para elegir el trabajo a exponer y el mismo será trabajado en la siguiente clase para finalmente explicarlo oralmente en función de los conocimientos adquiridos en la asignatura apoyándose en una presentación audio-visual. La exposición tendrá pautas de tiempo, a las cuales deberá ajustarse. Adicionalmente, realizarán preguntas sobre el trabajo presentado y sobre el resto de los contenidos de la asignatura.

EXAMEN FINAL

El examen final de un estudiante que regularizó el cursado será escrito y constará de preguntas y problemas teóricos, prácticos y de laboratorio. La evaluación se realizará mediante rúbricas. El sistema de aprobación, será según escala reglamentaria.

CONDICIONES DE REGULARIDAD DEL CURSADO

Los estudiantes deberán satisfacer los siguientes requisitos:

- Asistencia al **100% de los laboratorios** y aprobación del **informe de laboratorio con 6**. En las clases de laboratorio se permitirá solo 5 minutos de demora. Pasado dicho tiempo no se permitirá el ingreso al laboratorio y se le computará una inasistencia. Los exámenes de laboratorio no tendrán una

instancia para recuperarse, no aprobando el mismo no podrá realizar el laboratorio y corresponderá falta perdiendo la regularidad del cursado.

- Aprobación del **100% de los coloquios específicos y seminario integrador final con 6.**
- Aprobación de los **4 exámenes parciales con 6.** En caso de desaprobado un examen parcial podrá rendir un recuperatorio para preservar la regularidad. El parcial no aprobado tendrá una sola posibilidad de recuperación.
- En caso de ausencia a los exámenes parciales, se deberá presentar un justificativo válido. El examen perdido será rendido a la brevedad no teniendo instancia de recuperación.

En caso de irregularidades en exámenes o plagio en los informes de laboratorio, el mismo será anulado perdiendo la posibilidad de promocionar la asignatura.

7- SISTEMA DE APROBACIÓN FINAL Y/O PROMOCIÓN DEL ESPACIO CURRICULAR

Aquellos estudiantes que acrediten la regularidad, estarán en condiciones de rendir el examen final oral, en las fechas fijadas por el calendario académico.

Los estudiantes que lo deseen, se podrán acoger al sistema de **promoción** para lo cual deberán satisfacer los siguientes requisitos:

- Asistencia y aprobación del **100 % de los laboratorios.**
- Aprobación del **80% de los coloquios específicos con promedio de 7**
- Aprobación del **100% del seminario integrador final con 8.**
- Aprobación de los **4 exámenes parciales con un promedio general de 8**, incluyendo el/los recuperatorio/s.

El examen como **libre** tiene varias etapas: problemas numéricos, teoría, laboratorio y discusión de un trabajo científico, lo cual deberás rendir en ese orden pasando a la próxima instancia aprobando el examen correspondiente a cada etapa. Solo la etapa de problemas será escrita, el resto, oral.

La escala de reglamentación institucional a emplear calificaciones según reglamentación vigente:

<i>Resultado</i>	<i>Escala Numérica Nota</i>	<i>Escala Porcentual %</i>
<i>No Aprobado</i>	<i>0</i>	<i>0 %</i>
	<i>1</i>	<i>1 a 12 %</i>
	<i>2</i>	<i>13 a 24 %</i>
	<i>3</i>	<i>25 a 35 %</i>
	<i>4</i>	<i>36 a 47 %</i>
	<i>5</i>	<i>48 a 59 %</i>
<i>Aprobado</i>	<i>6</i>	<i>60 a 64 %</i>
	<i>7</i>	<i>65 a 74 %</i>
	<i>8</i>	<i>75 a 84 %</i>
	<i>9</i>	<i>85 a 94 %</i>
	<i>10</i>	<i>95 a 100%</i>

PROMOCIONABLE

SÍ



NO

8- CROMOGRAMA DE ACTIVIDADES

Semana	Fechas	Clases teóricas (jueves)	Clases prácticas: resolución de problemas y discusión de artículos científicos (jueves) Laboratorios (martes)	Evaluaciones (Parciales: martes) (Coloquios: jueves)
1	9/03/2020 al 13/03/2020	T.0: Presentación y contextualización del espacio curricular. T.1: Módulo 1	PA.1: Módulo 1	
2	16/3/2020 al 20/03/2020	T.2: Módulo 2	TP.1: Módulo 1 PA.2: Módulo 2	S.1: Coloquio módulo 1 Entrega de informe PA.1 TP.1: Evaluación pre-laboratorio
3	23/03/2020 al 27/03/2020	T.3: Módulo 3	PA.3: Módulo 3	S.2: Coloquio módulo 2 Entrega de informe PA.2 Entrega de informe TP.1.
4	30/03/2020 al 03/04/2020		TP.2: Módulo 2	TP.2: Evaluación pre-laboratorio Entrega de informe PA.3
5	06/04/2020 al 10/04/2020			Parcial I: Módulo 1 y 2 Entrega de informe TP.2.
6	13/04/2020 al 17/04/2020	T.4: Módulo 4 Seminario de docente-investigador invitado: Arqueometría	PA.4: Módulo 4	S.3: Coloquio módulo 3
7	20/04/2020 al 24/04/2020	T.5: Módulo 5 Seminario de docente-	PA.5: Módulo 5	S.4: Coloquio módulo 4 Entrega de informe PA.4

		investigador invitado: Colorantes naturales en zanahorias		
8	27/04/2020 al 01/04/2020	T.6: Módulo 6	TP.3: Módulo 3-5 PA.6: Módulo 6	S.5: Coloquio módulo 5 Entrega de informe PA.5 TP.3: Evaluación pre-laboratorio
9	04/05/2020 al 08/05/2020	T.7: Módulo 7	PA.7: Módulo 7	S.6: Coloquio módulo 6 Entrega de informe PA.6 Parcial II: Módulo 3-5 Entrega de informe TP.3.
10	11/05/2020 al 15/05/2020	T.8: Módulo 8	TP.4: Módulo 6 y 7 PA.8: Módulo 8	S.7: Coloquio módulo 7 Entrega de informe PA.7 TP.4: Evaluación pre-laboratorio
11	18/05/2020 al 22/05/2020	T.9: Módulo 9	PA.9: Módulo 9	Parcial III: Módulo 6 y 7 Entrega de informe TP.4. Entrega de informe PA.8
12	25/05/2020 al 29/05/2020		TP.5: Módulo 6	TP.5: Evaluación pre-laboratorio Entrega de informe PA.9
13	01/06/2020 al 05/06/2020			Parcial IV: Módulo 8 y 9 Entrega de informe TP.5.
14	08/06/2020 al 12/06/2020	T10: Seminario final: explicación e inicio		Seminario final Recuperatorio de parciales
15	15/06/2020 al 19/06/2020			
16	22/06/2020 al 26/06/2020 Entrega de regularidades			
Referencias: T.#: Clase teórica # PA#: Práctica de aula # TP#: Trabajo práctico de laboratorio #				

Fecha: __/__/__

Profesor Responsable:.....

Firma:.....