

PROGRAMA			
Espacio Curricular:	Química Analítica Instrumental (Q211)		
Carácter:	Obligatorio	Período:	2º Semestre
Carrera/s:	Licenciatura en Química		
Profesor Responsable:	Rodolfo G. Wuilloud		
Equipo Docente:	José A. D'Angelo Emiliano Franco Fiorentini		
Carga Horaria:	128 Hs (60 hs teoría, 40 hs prácticos de aula y 28 hs prácticos de laboratorio)		
Requisitos de Cursado:	Tener regularizada Química Analítica General (Q206) Tener acreditada: Inglés Nivel II (I102) Tener aprobada Química Inorgánica (Q201), Química Orgánica (Q102) y Física General IIB (F102B)		

1-EXPECTATIVAS DE LOGRO

Química Analítica Instrumental tiene por objetivos introducir y profundizar en el alumno los conocimientos referidos a los principios químicos, físicos y tecnológicos sobre los que se sustentan las diferentes técnicas instrumentales de análisis, en particular para esta asignatura las técnicas espectroscópicas y electroquímicas. Estas técnicas son esenciales en la actualidad de obtener información cualitativa y cuantitativa acerca de la composición y estructura de la materia. Se presenta una descripción detallada de las diferentes técnicas instrumentales y el funcionamiento de los instrumentos analíticos para comprender los alcances y limitaciones de los mismos en el contexto de las diferentes muestras y analitos posibles. También, se promueven en los alumnos conocimientos prácticos relacionados con los diferentes instrumentos y su correcta aplicación con el objeto de desarrollar en ellos criterios adecuados para su uso. La enseñanza en Química Analítica Instrumental se realiza en el contexto del proceso analítico total a través de temas trascendentales como: las propiedades analíticas, el proceso de medida química, y la trazabilidad y calidad analítica, con el fin de obtener información química de calidad. Durante el transcurso de la asignatura y al término de su dictado, se pretende que el alumno logre las siguientes competencias:

-Adquirir destreza en el manejo de técnicas e instrumental analítico para el análisis cualitativo y cuantitativo de distintos tipos de muestras, incluyendo aquellas compuestas por sustancias orgánicas, inorgánicas y sus derivados.

-Adquirir habilidades que le permitan realizar la validación de los métodos de análisis y la evaluación de su aplicación para la resolución de problemas o situaciones que demanden la Química Analítica fundamentada en el empleo de instrumentación compleja.

-Desarrollar criterios de aplicación y operación de las técnicas instrumentales que le permitan seleccionar aquellas más adecuadas para el análisis de muestras de variada naturaleza física y química, de origen natural o sintético y de interés en ámbitos de la ciencia, la industria, el comercio de productos o de los organismos de control alimentario, ambiental o industrial.

-Identificar requerimientos técnicos y de infraestructura necesarios para la instalación y uso adecuado de los instrumentos analíticos, satisfaciendo el cumplimiento de las normas de seguridad establecidas en las legislaciones vigentes.

-Interpretar datos procedentes de observaciones y medidas en el laboratorio en términos de su significación y de las teorías que la sustentan.

- Trabajar en el laboratorio bajo normas de seguridad adecuadas.
- Expresar sus conocimientos, en forma oral y escrita, con certeza técnica y científica.

2-DESCRIPTORES

Conocimientos básicos. Medidas, señales e instrumentación analítica. Clasificación y criterios de selección de técnicas analíticas. Técnicas instrumentales de análisis. Fundamentos del análisis espectral de átomos y moléculas. Espectrofotometría de absorción, emisión y fluorescencia. Análisis estructural por técnicas vinculadas al análisis espectroscópico. Introducción a las técnicas electroanalíticas. Introducción a la espectrometría de masas atómicas. Interpretación y procesamiento de datos.

3-CONTENIDOS ANALÍTICOS

UNIDAD 1

Introducción a los métodos instrumentales: Generalidades. Tipos de métodos instrumentales. Conceptos básicos. Medidas, señales e instrumentación analítica. Clasificación y criterios de selección de técnicas analíticas. Técnicas instrumentales de análisis. Generadores de señales, detectores, dispositivos de lectura, circuitos auxiliares. Parámetros de calidad de las medidas instrumentales. Curvas de calibrado. Relación entre señal y ruido instrumental. Aumento de la relación señal y ruido. Evaluación estadística de datos analíticos.

UNIDAD 2

Espectrometría de absorción UV-Visible: Propiedad ondulatoria. Interacción de la radiación con la materia. Absorciometría: teoría. Ley de Lambert-Beer. Desviación de la Ley de Beer. Errores. Aplicaciones. Espectrometría en UV-Visible. Instrumentación. Fuentes de error y precauciones operacionales. Aplicaciones de la absorciometría UV-Vis en análisis ambiental, alimentos, farmacéutico y biológico.

UNIDAD 3

Espectrometría de fluorescencia y fosforescencia molecular: Teoría. Variables que afectan a la fluorescencia y a la fosforescencia. Factores estructurales: Extensión del sistema de electrones, Rigidez estructural, Impedimentos estéricos, Efecto de átomo pesado interno, Naturaleza de la transición, Formación de complejos organometálicos, Efectos de los sustituyentes. Factores del medio: Temperatura, Polaridad, Viscosidad, pH, Átomo pesado externo, Puentes de hidrógeno, Otros solutos: atenuación de la fluorescencia. Análisis cualitativo. Identificación en el espectro de las diferentes bandas y picos. Medición de fluorescencia. Rendimiento cuántico. Instrumentos. Fluorómetros y espectrofluorómetros. Aplicaciones

analíticas.

UNIDAD 4

Espectrometría de absorción IR y Raman: Transiciones rotacionales y vibracionales. Instrumentos y detectores de IR. Instrumentos dispersivos. Espectrofotómetros con transformada de Fourier. Interferómetro de Michelson. Instrumentos. Ventajas de los espectrómetros de transformada de Fourier. Aplicaciones Analíticas. Espectros Raman. Mecanismos de la dispersión Raman y Rayleigh. Instrumentación. Fuentes Espectroscopia Raman de transformada de Fourier. Aplicaciones.

UNIDAD 5

Espectrometría de absorción atómica: Espectros ópticos atómicos. Niveles de energía. Ancho de líneas atómicas. Efecto de temperatura sobre líneas atómicas. Espectros atómicos de bandas y continuos. Métodos de atomización. Métodos de introducción de muestras líquidas y sólidas. Técnicas de atomización (llama, electrotérmica, plasma). Instrumentación para absorción atómica: fuentes de radiación y espectrofotómetros. Interferencias espectrales y químicas. Técnicas analíticas de absorción atómica. Preparación de la muestra. Uso de solventes orgánicos. Curvas de calibración. Método de adición estándar. Aplicaciones de la espectrometría de absorción atómica en el análisis biológico, ambiental, agrícola e industrial.

UNIDAD 6

Espectrometría de emisión y fluorescencia atómica: Fundamentos, conceptos y principios de la emisión y fluorescencia atómica. Espectrometría de emisión y fluorescencia atómica. Leyes que las rigen. Instrumentación. Fuentes de emisión: llama, arco, chispa, plasma. Espectrometría de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente (ICP-OES). La fuente de plasma de acoplamiento inductivo. Espectrómetros con fuente de plasma. Aplicaciones de las fuentes de plasma. Sistemas de introducción de muestras en el plasma. Nebulización neumática, flujo cruzado, ultrasónica. Vaporización electrotérmica. Ablación láser. Generación de vapor químico y de hidruros acoplado a diferentes espectrometrías atómicas. Espectrometría de fluorescencia atómica con generación de vapor químico o hidruros (CV-AFS o HG-AFS). Interferencias químicas y espectrales. Aplicaciones de ICP-OES y AFS en el análisis biológico, ambiental, agrícola e industrial.

UNIDAD 7

Espectrometría de masas atómicas: Aspectos generales de la espectrometría de masas. Pesos atómicos en espectrometría de masas. Relación masa/carga. Tipos de espectrometrías de masa atómica. Espectrómetros de masas. Detectores para espectrometría de masas. Analizador cuadrupolar, tiempo de vuelo, de doble enfoque. Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente (ICP-MS).

Espectros de masas atómicas e interferencias. Instrumentación para ICP-MS. Accesorios y variaciones de cada técnica instrumental. Acoplamiento de la técnica de inyección en flujo (FIA). Acoplamientos de técnicas separativas (HPLC, GC, Electroforesis). Utilidad y aplicación de las espectrometrías atómicas en los campos biológicos, agrícola, ambiental e industrial. Preparación de muestras y análisis elemental práctico en el laboratorio.

UNIDAD 8

Espectrometría de Rayos X: Principios fundamentales. Espectros de absorción. Emisión de rayos X. Difracción de rayos X. Fluorescencia de rayos X. Componentes instrumentales: Fuentes, filtros, monocromadores y detectores. Métodos de fluorescencia de rayos X. Métodos de absorción de rayos X. Métodos de difracción de rayos X. Microsonda de electrones.

UNIDAD 9

Introducción al electroanálisis y potenciometría: Introducción. Celdas electroquímicas. Celda galvánica y electrolítica. Representación esquemática de la celda. Potenciales de celda. Potenciales de electrodos. Potencial estándar de electrodo. Medidas de potenciales de electrodos. Potencial de junta líquida. Tipos de electrodos: Electrodos de referencia; Electrodos de primera, segunda y tercera especie; Electrodos ion-selectivos. Corrientes no faradaicas. Transporte de masa en celdas electroquímicas. Curvas corriente-potencial. Polarización por concentración.

UNIDAD 10

Culombimetría: Relaciones intensidad-potencial durante la electrólisis. Funcionamiento de una celda a potencial aplicado constante. Electrólisis a potencial e intensidad constantes. Métodos culombimétricos. Cantidad de electricidad. Culombimetría Potenciostática. Valoraciones culombimétricas. Instrumentación. Aplicaciones analíticas.

UNIDAD 11

Voltamperometría: Relaciones Intensidad/potencial para reacciones reversibles. Microelectrodos. Voltamperometría hidrodinámica. Voltamperometría cíclica. Polarografía. Ondas polarográficas. El electrodo gotero de mercurio. Ventajas e inconvenientes del electrodo de gotas de mercurio. Métodos de redisolución. Aplicaciones analíticas. Valoraciones amperométricas. Sensores electroquímicos y microelectrónicos.

UNIDAD 12

Automatización analítica: Clases de sistemas analíticos automatizados. Sistemas automáticos discontinuos. Sistemas automáticos continuos. Análisis por inyección en flujo (FIA). Análisis por inyección

secuencial (SIA). Tratamiento de muestras en sistemas automatizados. Robótica analítica y aplicaciones. Automatización analítica aplicada en procesos industriales.

4-BIBLIOGRAFÍA

Bibliografía Básica

1. Skoog D.A., Holler F.J. y Nieman T.A.; "PRINCIPIOS DE ANALISIS INSTRUMENTAL"; 5ta edición, Mc Graw-Hill/Interamericana de España, Madrid (2001).
2. Skoog D.A. y Leary J.J.; "ANALISIS INSTRUMENTAL", 4ta edición, McGraw-Hill/Interamericana de España, Madrid (1998).
3. Skoog D. A., West D. M., Holler F. J. y Crouch S.R.; "QUÍMICA ANALÍTICA". 7^{ma} edición. Editorial: Mc Graw Hill (2001).
4. Welz B. y Sperling M.; "ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY"; Third edition; Wiley-VCH, Weinheim (1999).
5. Fang Z., "FLOW INJECTION ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY", Wiley & Sons, New York (1995).

Bibliografía Complementaria

6. Fifield F. W. y Kealey D.; "PRINCIPLES AND PRACTICE OF ANALYTICAL CHEMISTRY". 5^{ta} edición. Editorial: Blackwell Science Ltd, (2000).
 7. Kellner R., Mermet J. M., Otto M., Widmer H. M., Eds., "ANALYTICAL CHEMISTRY", Wiley VCH, 1998.
 8. Lajunen L.H.J.; "SPECTROCHEMICAL ANALYSIS BY ATOMIC ABSORPTION AND EMISSION"; The Royal Society of Chemistry, Cambridge (1992).
 9. Montaser A. y Golightly D., "INDUCTIVELY COUPLED PLASMAS IN ANALYTICAL ATOMIC SPECTROMETRY", VCH Publisher, New York (1992).
 10. Seiler H., Sigel A., Sigel H., Eds., "HANDBOOK ON METALS IN CLINICAL AND ANALYTICAL CHEMISTRY", Marcel Dekker, Inc., 1994.
- Wang J., "ANALYTICAL ELECTROCHEMISTRY". Ed. John Wiley & Sons.Inc (2000).

5-METODOLOGÍA DE ENSEÑANZA

- Se desarrollarán clases teóricas empleando diversos medios audiovisuales, pizarrón y fotocopias con figuras, esquemas y tablas; siguiendo el temario del programa y bibliografía proporcionada previamente. Asimismo, podrá emplearse información mediante el acceso a internet para apoyar el dictado de clases teóricas y prácticas que será sugerida por el docente. Las clases se desarrollan de manera interactiva con los alumnos, discutiendo con ellos los aspectos que resultan más dificultosos o especialmente interesantes de cada tema.
- Se desarrollarán actividades teórico-prácticas de aula en las cuales, se resolverán guías de estudio, problemas, seminarios de discusión de temas preparados y expuestos por alumnos. Trabajo tutorizado con grupos reducidos donde el profesor/a orienta a los estudiantes para la realización de actividades que les ayuden a reforzar y asimilar los contenidos de la asignatura. Se asignará a cada grupo una serie de actividades de entre las relacionadas en el presente programa.
- Se realizarán también diversas actividades teórico-prácticas en el aula virtual desarrollada por docentes de la materia. En este caso, las actividades consisten en un conjunto de prácticas

orientadas a una mayor reflexión de los aspectos teóricos abordados durante las clases teóricas y respecto de las diferentes técnicas analíticas instrumentales. Se incorpora además material audiovisual respecto de diferentes aplicaciones analíticas de las técnicas y todo el material utilizado durante el dictado de la materia.

- Se realizarán prácticos de laboratorio y visitas a centros de investigación que dispongan de los diversos instrumentos analíticos relacionados con los temas de la asignatura. Los alumnos/as aplicarán lo aprendido en las clases teóricas. Se discute la utilidad práctica de los conocimientos adquiridos en clases de teoría y aplicados en las clases prácticas.

Prácticos de aula

1. Seminarios teórico - prácticos para introducir al alumno en los procesos de medida química y manejo de instrumental analítico.
2. Resolución de problemas referidos a cálculos elementales en el empleo de conceptos estadísticos básicos para caracterizar la exactitud, precisión e incertidumbre. Problemas referidos al análisis cuali- y cuantitativo mediante las diferentes técnicas instrumentales.

Prácticos de laboratorio

Instrucción referida a los materiales de trabajo y equipos a utilizar, su manejo y cuidados. Preparación de soluciones de reactivos generales. Recomendaciones referidas al trabajo de laboratorio en general y respecto de sustancias tóxicas o corrosivas.

En todos los casos, las aplicaciones de las metodologías propuestas en el programa, serán realizadas sobre muestras naturales. A continuación se detallan los prácticos de laboratorio que se realizan:

1. Trabajo práctico de laboratorio n° 1: ESPECTROMETRÍA UV-Vis
Obtención de espectro de absorción de solución de Mn(VII)
2. Trabajo práctico de laboratorio n° 2: ESPECTROSCOPIA DE FLUORESCENCIA MOLECULAR
Determinación de Riboflavina en una preparación farmacéutica
3. Trabajo práctico de laboratorio n° 3: ESPECTROSCOPIA INFRARROJA
Identificación de compuestos orgánicos por FTIR-ATR
4. Trabajo práctico de laboratorio n° 4: ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA
Determinación de As en muestras de vino por ETAAS
5. Trabajo práctico de laboratorio n° 5: ESPECTROMETRÍA DE FLUORESCENCIA ATÓMICA
Determinación de As en muestras de agua potable y vino
6. Trabajo práctico de laboratorio n° 6: MICROANÁLISIS
Microscopia electrónica de barrido con detección por rayos X
7. Trabajo práctico de laboratorio n° 7: POTENCIOMETRÍA
Medición potenciométrica de ácido acético en muestra de vinagre
8. Trabajo práctico de laboratorio n° 8: AUTOMATIZACIÓN ANALÍTICA

Determinación de Hg por generación de vapor frío y absorción atómica en sistema de inyección en flujo (FIA).

6- EVALUACIÓN DURANTE EL CURSADO Y CONDICIONES DE REGULARIDAD

Los alumnos deberán satisfacer los siguientes requisitos para regularizar la asignatura:

-
- Asistencia al 80% de las clases teóricas y el 100% de los prácticos de laboratorio.
- Aprobación del 100% de los prácticos, informes de laboratorio, guías de estudios y problemas que se realicen tanto en el aula como el espacio virtual de la materia.
- Aprobar con al menos 60%, los 3 exámenes parciales que se tomarán sobre temas teóricos, prácticos y seminarios.
- Habrá una sola instancia de recuperación del total de exámenes parciales tomados. El examen recuperatorio se tomará en una única fecha para todos los alumnos y sobre el final del período de dictado.

En caso de ausencia a los exámenes parciales y prácticos de laboratorio, se deberá presentar un justificativo válido (ej. certificado médico, etc.) y se recuperará en la instancia mencionada anteriormente.

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

Aquellos alumnos que **acrediten la regularidad**, estarán en condiciones de rendir el examen final escrito u oral para lograr la aprobación de la asignatura, en las fechas fijadas por el calendario académico.

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

1. Aprobación del 100% de los prácticos, guías de estudios y problemas que se realicen.
2. Aprobar en primera instancia, con el 80% o más, todos los exámenes parciales.

Los alumnos que deseen rendir la asignatura en **calidad de libres**, deberán aprobar un examen escrito de todos los temas incluidos en el programa vigente y/o preparar una monografía y luego pasarán a la instancia oral.

PROMOCIONABLE	SÍ	X	NO	
----------------------	----	---	----	--

8- CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES				
Semana	Fechas	Clases teóricas	Clases prácticas, de resolución de problemas y Laboratorios	Evaluaciones
1	03 al 07 de Agosto 2020	UNIDAD 1 Teoría - Introducción a los métodos instrumentales	UNIDAD 1 Trabajo práctico - Problemas de Aula n°1	
2	10 al 14 de Agosto 2020	UNIDAD 2 Teoría - Espectrometría de absorción UV-Visible	UNIDAD 2 <ul style="list-style-type: none"> • Trabajo práctico – Problemas de Aula n°2 • Trabajo práctico – Laboratorio n°1 Espectrometría UV-Vis 	
3	17 al 21 de Agosto 2020	UNIDAD 3 Teoría - Espectrometría de fluorescencia y fosforescencia molecular	UNIDAD 3 <ul style="list-style-type: none"> • Trabajo práctico – Problemas de Aula n° 3 • Trabajo práctico – Laboratorio n°2 Espectrometría de Fluorescencia Molecular 	
4	24 al 28 de Agosto 2020	UNIDAD 4 Teoría - Espectrometría de absorción IR y Raman	UNIDAD 4 <ul style="list-style-type: none"> • Trabajo práctico - Problemas de Aula n°4 • Trabajo práctico – Laboratorio n°3 Espectrometría FTIR 	
5	31 de Agosto al 04 de Septiembre 2020		Seminario Nro. 1: UNIDADES 1-4	Parcial Nro.1 (UNIDADES 1-4)
6	07 al 11 de Septiembre 2020	UNIDAD 5 Teoría - Espectrometría de absorción atómica	UNIDAD 5 <ul style="list-style-type: none"> • Trabajo práctico – Problemas de Aula n°5 • Trabajo práctico – Laboratorio n°4 Espectrometría de absorción atómica 	
7	14 al 18 de Septiembre 2020	UNIDAD 6 Teoría - Espectrometría de emisión y fluorescencia atómica	UNIDAD 6 Trabajo práctico - Problemas de Aula n°6 Trabajo práctico – Laboratorio n°5 Espectrometría de fluorescencia atómica	
8	21 al 25 de Septiembre 2020	UNIDAD 7 Teoría - Espectrometría de masas atómicas	UNIDAD 7 Trabajo práctico - Problemas de Aula n°7	

9	28 de Septiembre al 02 de Octubre 2020	UNIDAD 8 Teoría - Espectrometría de Rayos X	UNIDAD 8 Trabajo práctico - Problemas de Aula n°8 Trabajo práctico- Laboratorio n°6 Visita CCT-Mendoza: Microanálisis	
10	05 al 09 de Octubre 2020		Seminario Nro. 2: UNIDADES 5-8	Parcial 2 (TEMAS 5-8)
11	12 al 16 de Octubre 2020	UNIDAD 9 Teoría - Introducción al electroanálisis y potenciometría	UNIDAD 9 Trabajo práctico – Problemas de Aula n° 9 Trabajo práctico – Laboratorio n°7 pHmetría / valoraciones potenciométricas	
12	19 al 23 de Octubre 2020	UNIDAD 10 Teoría – Culombimetría	UNIDAD 10 Trabajo práctico – Problemas de Aula n°10	
13	26 al 30 de Octubre 2020	UNIDAD 11 Teoría – Voltamperometría	UNIDAD 11 Trabajo práctico – Problemas de Aula n°11	
14	02 al 06 de Noviembre 2020	UNIDAD 12 Teoría – Automatización analítica	UNIDAD 12 <ul style="list-style-type: none"> • Trabajo práctico – Problemas de Aula n°12 • Trabajo práctico – Laboratorio n°8 Sistema de análisis en flujo 	
15	09 al 13 de Noviembre 2020		Seminario Nro. 3: UNIDADES 9-12	<ul style="list-style-type: none"> • Parcial 3 (TEMAS 9-12) • Recuperatorio de parciales
16	16 al 17 de Noviembre 2020	ENTREGA DE ACTAS DE ALUMNOS REGULARES, PROMOCIONADOS, DESAPROBADOS		

Fecha: 26/08/2020

Profesor Responsable: RODOLFO G. WUILLOUD



Firma:.....