



Ministerio de Cultura y Educación
Universidad Nacional de San Luis
Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia
Departamento: Química
Area: Qca Analítica

(Programa del año 2005)
(Programa en trámite de aprobación)
(Presentado el 30/03/2006 11:42:00)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
PROCESO ANALITICO TOTAL	LIC. QUIMICA	1/99		

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
ANTON, ROSA ISABEL	Prof. Responsable	P.ASO EXC	40 Hs
FERNANDEZ, JOSE ENRIQUE	Responsable de Práctico	JTP EXC	40 Hs

III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico	Teóricas	Prácticas de Aula	Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc.	Total
9 Hs	Hs	Hs	Hs	9 Hs

Tipificación	Periodo
B - Teoria con prácticas de aula y laboratorio	2 Bimestre

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
08/05/2006	30/06/2006	8	75

IV - Fundamentación

En este curso se pretende que los estudiantes adquieran una visión global sobre la Química Analítica, como ciencia generadora de información para la resolución de problemas de análisis de muestras de matrices complejas. La finalidad de la disciplina "Química Analítica" es lograr conocer la composición química de una muestra y las concentraciones de cada constituyente en la misma. Durante los diferentes años de estudio de la Carrera Licenciatura en Química, se abordó la enseñanza planteando el problema de manera muy simple, es decir conociendo la composición de una matriz sencilla, estudiar las formas de poder identificar y cuantificar un determinado analito, y a la vez se le impartieron una gama de conocimientos sobre los métodos, procedimientos y técnicas de análisis.

En esta asignatura, que intenta ser el corolario en la formación del alumno, se pretende la integración de los conocimientos abordados en diferentes disciplinas estudiadas, enfocando el problema desde la muestra en sí, que será sin lugar a dudas, la dificultad más común que enfrentará en su futuro profesional, buscando que él adquiera, en este momento, una actitud crítica y pueda desarrollar un "criterio analítico" que le permita arribar a resultados satisfactorios cuando en su práctica profesional deba analizar muestras con matrices complejas.

El programa de la asignatura integra los conocimientos ya adquiridos y pone ese bagaje de información al servicio de la formación del "criterio analítico" para lograr un profesional criterioso que no descarte los principios y técnicas de la química clásica en pos de la ultra especialidad, sino que haga uso de todos ellos en la búsqueda de la resolución de un problema de la manera más acorde, sencilla y con el menor gasto de tiempo e insumos posibles.

La materia será dictada en la modalidad participativa (Aprendizaje cooperativo – Anal. Chem, 2001, 91, 501ª; - 2000, 51, 359ª; Anal. Chem. New & Features, 1998, 12-1, 790A), en la cual la información del alumno sobre los diferentes temas, será el punto de partida para la integración de conocimientos. Se realizarán talleres teóricos y Talleres prácticos.

Los talleres teóricos se utilizarán para la búsqueda de la información útil que pueda servir en la resolución de un problema

químico específico como es el “análisis de muestras complejas”.

En estos talleres, donde la discusión sobre temas específicos de las diferentes matrices será el eje resaltante, el profesor será el modulador y a la vez el guía que marca el camino para lograr la concreción del objetivo, “analizar una muestra de matriz compleja”.

Como resultado final de estos talleres el alumno presentará una monografía sobre una matriz compleja en la que constarán todos los pasos necesarios para la cuantificación de un analito particular y un manual de procedimiento que le permita realizar un control de calidad y analizar la trazabilidad de los resultados obtenidos.

Los talleres prácticos serán básicamente de similar estilo que los teóricos, pero el alumno deberá, siguiendo su propio manual de procedimientos, arribar a un resultado, en cuanto a la concentración de uno o varios analitos presentes en su muestra, tal que demuestre que se siguieron normas de calidad y que ese resultado es trazable

V - Objetivos

- Integrar los conocimientos adquiridos en otras disciplinas que se dictan en la Licenciatura, poniéndolos al servicio de la resolución de problemas de análisis de muestras complejas.
- Adquirir un sentido crítico ante la problemática planteada
- Desarrollar en el alumno “criterio analítico”. Resolver las situaciones de análisis de diferentes matrices complejas utilizando este criterio.
- Lograr que los alumnos tomen contacto con una metodología de trabajo bajo “normas de calidad”.

VI - Contenidos

TEMA 1

QUIMICA ANALITICA Y CALIDAD. Introducción a la calidad. Tipos de laboratorio analítico y sistemas de calidad. Garantía de la calidad, control de calidad y evaluación de la calidad. Facetas analíticas de la calidad. Propiedades analíticas y calidad. Trazabilidad. Calidad y problema analítico. Entorno normativo: normas ISO, EN y UNE.

TEMA 2

PROCESO ANALITICO TOTAL. Planteamiento los problemas involucrados. Teoría del Muestreo. MUESTREO Y CALIDAD ANALITICA Responsabilidad de las muestras. Tipos de muestras. Recolección de las muestras. Plan de muestreo. Esquemas de muestreo. Calidad de la muestra y adecuación al análisis requerido. Incertidumbre del muestreo y situaciones de medida. Número de muestras primarias. Tipos de objetos. Parámetros de muestreo. Homogenización de muestras. Muestreo de sólidos, líquidos y gases. Submuestreo. Preparación de la muestra para el análisis. Transporte y conservación de la muestra. Registro y almacenamiento de muestras. Cadena de custodia. Errores de muestreo.

TEMA 3

ELECCION DEL METODO. Propósito del análisis. Diseño experimental. Selección de Métodos de análisis. Tipos de métodos. Factores a considerar en la elección del método: parámetros de calidad de los métodos analíticos. Matrices-muestra complejas. Criterios para la determinación de analitos mediante técnicas seleccionadas. Cantidad de repeticiones. Confiabilidad de los resultados. Estimación de costos, compromiso entre velocidad de análisis, exactitud y costos. Causas de la obtención de resultados incorrectos.

TEMA 4

CALIDAD. Normas involucradas, elección de la Norma para trabajos de laboratorio. Redacción del Manual de Procedimientos Calibración instrumental y metodológica. Introducción a la validación de métodos analíticos. Requisitos del marco normativo ISO17025. Parámetros de calidad exigidos en diferentes marcos normativos. Estudio de la precisión, Repetibilidad, precisión intermedia y reproducibilidad. Estudio de la exactitud: Exactitud a partir del uso de materiales de referencia, Exactitud a partir de la comparación de métodos. Exactitud a partir de ejercicios interlaboratorios. Exactitud a partir del método de adiciones Exactitud, veracidad y precisión. Estudio de la linealidad. recta de regresión. Estimación de la incertidumbre. A partir del uso de materiales de referencia. A partir de ejercicios interlaboratorios. A partir de la curva de calibración. Estudio de la selectividad. Intervalo de trabajo. Estudio del límite de detección Estudio del límite de cuantificación Estudio de la robustez

TEMA 5

MATERIALES DE REFERENCIA. Génesis histórica. Patrones. Desarrollo de materiales de referencia. Tipos de materiales

de referencia. Métodos de certificación. Contenido de los certificados. Uso de materiales de referencia. Community Bureau of Reference (BCR) y EURACHEM. Principales organismos suministradores. CALIBRACION EN ANALISIS QUIMICO. Conceptos. Métodos absolutos y comparativos. Estándares primarios para uso en análisis clásico. Curvas de calibrado lineales y no lineales. Regresión lineal simple y ponderada. Método de adición estándar. La problemática del blanco. Ensayos de recuperación. Método del estándar interno.

TEMA 6

VALIDACION DE METODOS E INSTRUMENTOS ANALITICOS. Estrategia. Validación de métodos estándar. Parámetros a considerar. Frecuencia de validación. Comparación de dos métodos: regresión de Deming y ortogonal generalizada. Validación de instrumentos analíticos. CONTROL DE CALIDAD INTERNO: CARTAS DE CONTROL. Las cartas de control en el laboratorio analítico: tipos existentes. Cartas de control de Shewhart Desviaciones sistemáticas en los diagramas de control. Cartas de control de la media móvil. Cartas de control de CUSUM. Fiabilidad y deriva. Robustez de un método analítico. CONTROL DE CALIDAD EXTERNO: EJERCICIOS DE INTERCOMPARACION. Ejercicios de intercalibración. Ensayos colaborativos. Clases de materiales utilizados. Cálculos. Muestras con repeticiones. Diagramas de barras de valores medios y desviaciones estándar. Análisis de la varianza. Método de las dos muestras de Youden.

TEMA 7

AGUA. Análisis generales. Importancia del muestreo de aguas en estudios de calidad, monitoreo y contaminación. Muestreo, Selección de Métodos. Diseño experimental, verificación de los resultados. Cálculo de diferentes índices, significado de cada uno de ellos. Validación de métodos. Control de calidad en análisis de aguas

TEMA 8

Suelos: Composición. Usos del suelo, Determinación de diferentes analitos. Muestreo. Selección de métodos de análisis. Importancia de los análisis de suelos, relación con estudios de contaminación. Validación de métodos.

TEMA 9:

Aleaciones ferrosas y No Ferrosas. Muestreo. Disolución. Determinación de Carbono, Azufre, Fósforo, Sílice, Manganeso, Cromo, Vanadio, Molibdeno, Cobalto, Estaño, Plomo, Cinc, Hierro, Arsénico, Aluminio, Antimonio, etc. Selección de Métodos. Validación de métodos

TEMA 10

Aglomerantes y Minerales. Calizas, cales, yesos, cementos. Minerales de Cobre, Hierro, Cinc, Plomo y Tungsteno. Muestreo. Determinación de la composición. Selección de métodos de análisis. Validación de métodos

TEMA 11

Muestras biológicas. Determinación de xenobióticos. Muestreo. Selección de Métodos de ataque. Selección de métodos de análisis. Validación de métodos. Alimentos de origen animal y vegetal. Selección de Métodos de ataque. Selección de métodos de análisis. Validación de métodos

TEMA 12

DISEÑO Y SEGURIDAD DE LAS INSTALACIONES. Consideraciones en el diseño del laboratorio. Seguridad en el laboratorio. La seguridad en el diseño de las instalaciones. Materiales peligrosos. Eliminación de residuos. Procedimientos de control de emergencias. Hábitos personales y prácticas operativas seguras. Recomendaciones.

BUENAS PRACTICAS DE LABORATORIOS (GLP). Introducción. Organización y personal. Facilidades de equipo y operatorias. Sustancias ensayo, control y de referencia. Procedimientos normalizados de trabajo (SOP's). Protocolos para estudio (laboratorios no clínicos). Manejo de registros. Informe de los resultados. GLP y acreditación.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

Los talleres teóricos: Se desarrollarán 8 talleres teóricos durante los cuales se procederá a la búsqueda de la información para la resolución de problemas químicos específicos (de acuerdo a los temas de la asignatura). Como resultado final de estos talleres el alumno presentará:

(1)-Monografía: tema: Análisis de componentes específicos en una matriz compleja seleccionada por el alumno de entre las

propuestas por la cátedra. Se fundamentará la determinación de uno o varios analitos (de acuerdo a la complejidad del método a desarrollar) en la que constarán todos los pasos del proceso analítico total, se explicará y fundamentará la toma de muestra seleccionada y los métodos estadísticos que se utilizarán para la obtención de resultados confiables.

(2)-Manual de procedimiento el cual será redactado siguiendo las normas de calidad (ISO) , distribuido en capítulos en los que constará ordenadamente Materiales y equipamientos, Calibración, Preparación de soluciones, procedimientos de muestreo, Metodología de análisis, Cálculo de resultados y análisis estadístico. El seguimiento de los procedimientos descritos en este manual permitirá realizar un control de calidad y posteriormente analizar la trazabilidad de los resultados obtenidos. Este manual será de aplicación concreta durante el curso y le permitirá al alumno familiarizarse con los procedimientos de control de calidad que se utilizan actualmente

Los talleres prácticos Deberán cumplimentar 35 horas de trabajo en laboratorio. Serán básicamente de similar estilo que los teóricos, pero el alumno deberá, siguiendo su propio manual de procedimientos, Seleccionar métodos de análisis. realizar calibración instrumental y metodológica, validar el método seleccionado. arribar a un resultado, en cuanto a la concentración de uno o varios analitos presentes en su muestra, tal que demuestre que el resultado es confiable, que se siguieron normas de calidad y la forma de trazar el proceso de medida química utilizado.

VIII - Regimen de Aprobación

CONDICIONES PARA REGULARIZAR LA MATERIA:

1. El alumno deberá asistir y aprobar el 75% de los 8 Talleres Teóricos. El alumno deberá buscar información sobre diferentes temas a tratar en cada taller en libros de texto, o realizar búsqueda vía Internet. En cada taller se resolverán problemas y casos concretos alusivos a la temática del día.
2. Deberá confeccionar una monografía sobre el tema seleccionado y un manual de procedimientos. De cada uno de ellos deberá entregar dos copias en la fecha asignada.
3. Una copia de los manuales y monografías se devolverán al alumno debidamente corregidos en la fecha asignada. La monografía y el manual se aprueban con 7 puntos.
4. Cada alumno deberá cumplimentar 35 horas de trabajo de laboratorio, tiempo en el que realizarán los Talleres prácticos. La aprobación final de los Talleres prácticos está supeditada al cumplimiento de las horas estipuladas, a la presentación de un INFORME FINAL que contendrá los resultados obtenidos para cada analito buscado en cada tipo de muestra y las dificultades encontradas durante el desarrollo del o de los métodos propuestos.
5. Se tomará un parcial y una recuperación. La nota de probación es 7 puntos.
6. El alumno deberá rendir un examen final de la Asignatura, de acuerdo al programa analítico y de examen; y defenderá su monografía, su manual de procedimientos y el informe final presentado.

CONDICIONES PARA LA PROMOCIÓN SIN EXAMEN :

1. El alumno deberá asistir y aprobar el 90 % de los 8 Talleres Teóricos. El alumno deberá buscar información sobre diferentes temas a tratar en cada taller en libros de texto, o realizar búsqueda vía Internet. En cada taller se resolverán problemas y casos concretos alusivos a la temática del día.
2. Deberá confeccionar una monografía sobre el tema seleccionado y un manual de procedimientos. De cada uno de ellos deberá entregar dos copias en la fecha asignada.
3. Una copia de los manuales y monografías se devolverán al alumno debidamente corregidos en la fecha asignada. La monografía y el manual se aprueban con 8 puntos.
4. Cada alumno deberá cumplimentar 35 horas de trabajo de laboratorio, tiempo en el que realizarán los Talleres prácticos. La aprobación final de los Talleres prácticos está supeditada al cumplimiento de las horas estipuladas, a la presentación de un INFORME FINAL que contendrá los resultados obtenidos para cada analito buscado en cada tipo de muestra y las dificultades encontradas durante el desarrollo del o de los métodos propuestos.
5. Se tomará un parcial en el cual deberá obtener 8 puntos como mínimo.
6. Para la obtención de la Promoción sin examen el alumno deberá demostrar un cabal conocimiento del tema seleccionado y de los pasos teóricos y prácticos involucrados en su monografía y su manual de calidad y en su Informe Final, mediante una discusión de su trabajo al concluir los trabajos de laboratorio. La Nota de Promoción será el promedio de las notas obtenidas en el parcial, la monografía, el manual de calidad y la discusión final.

IX - Bibliografía Básica

[1] *R. COMPAÑÓ BELTRÁN, A. RIOS CASTRO; Garantía de calidad en los laboratorios analíticos. Ed. Síntesis, Madrid, 2002.

[2] *N.J. CROSBY; Quality in the analytical chemistry laboratory, Analytical Chemistry by Open Learning, ACOL, J. Wiley

& Sons, Chichester, 1995.

[3] *J. SABATER TOBELLA, A. VILUMARA TORRALLARDONA; Buenas Practicas de Laboratorio (GLP). Ed. DÍAZ DE SANTOS.

[4] *F.M. GARFIELD, E. KLESTEN, J. HUSCH, "Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories", 3rd Edition, Association of Oficial Analytical Chemists, AOAC International, Arlington, 2000. ISBN-0-935584-70-6.

[5] *M. VALCARCEL, A. RIOS, "La Calidad en los Laboratorios Analíticos", Editorial Reverté, Barcelona, 1992.

[6] *M. Valcárcel, A. Gómez. Técnicas analíticas de separación. Reverté. 1990.

[7] *"Environmental Chemistry". S. E. Manahan, Ed. Lewis, 6ed., 1994.

[8] *Skoog, D.A. West, D.M. y Holler, F.J. (1996) Fundamentos de Química Analítica; 6th. ed. (2 tomos), McGraw-Hill, 1996.

[9] *D. C. HARRIS, "Quantitative Chemical Analysis" 5th ed., Wd. W. H. Freeman and Company, New York, 1999.

[10] *H.A. LAITINEN y W.E. HARRIS, "Chemical Analysis" 2nd ed., McGraw-Hill Kogakusha, Tokyo, 1975.

[11] *E.D. OLSEN, "Métodos Opticos de Análisis", Ed. Reverté, Barcelona, 1986

[12] *A.I. VOGEL, "Textbook of Quantitative Inorganic Analysis", 4th ed., Longman, London, 1978

[13] *D.A. SKOOG y J.J. LEARY, "Análisis Instrumental", 4ª ed., McGraw-Hill, Madrid, 1993.

[14] *D.A. SKOOG, D. M. WEST y F. J. HOLLER, "Fundamentos de Química Analítica" (2 tomos), 4ª ed., Ed. Reverté, S.A., Barcelona, 1996.

[15] *Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes. United States Environmental Protection Agency. Cincinnati, 1983.

X - Bibliografía Complementaria

[1] * F.Bermejo, P.Bermejo , A.Bermejo. Química Analítica General, Cuantitativa e Instrumental. Vols. I y II. Paraninfo.1991.

[2] * D.C. Harris. Análisis químico cuantitativo. Grupo Editorial Iberoamérica. 1992.

[3] *A.Skoog, D.M.West , F.J.Holler. Química Analítica. Reverté. 1996.

[4] * D.A.Skoog , J.L. Leary. Análisis Instrumental. Mc Graw - Hill. 1994.

[5] * D.A.Skoog, D.M.West, F.J.Holler. Fundamentos de Química Analítica. Reverté. 1996.

[6] *H.H.Willard, L.L.Merritt Jr., J.A.Dean, F.A.Settle Jr. Métodos instrumentales de análisis. Grupo Editorial Iberoamericana. 1991.

[7] *E.D. Olsen. Métodos ópticos de análisis. Reverté.1990.

[8] *Burriel, F., Lucena, R., Arribas, S. Y Hernández, J. (1989): Química Analítica Cualitativa; Ed. Paraninfo, Madrid, 1989.

[9] *Harris,D.C. (1992): Análisis Químico Cuantitativo; Grupo Edit. Iberoamérica, México, 1992.

[10] *G. CHARLOT, "Les réactions chimiques en solution", Masson Ed., Paris, 1969.

[11] *G. CHARLOT, "Química Analítica General", Toray-Masson Ed., Barcelona, 1975.

[12] *I.M. KOLTHOFF, E.B. SANDELL, E.J. MEEHAN y S. BRUCKENSTEIN, "Quantitative Chemical Analysis" 4th ed., McMillan, New York, 1971.

XI - Resumen de Objetivos

- Integrar los conocimientos adquiridos en otras disciplinas que se dictan en la Licenciatura, poniéndolos al servicio de la resolución de problemas de análisis de muestras con matrices complejas.
- Adquirir un sentido crítico ante la problemática planteada
- Desarrollar en el alumno "criterio analítico". Resolver las situaciones de análisis de diferentes matrices complejas utilizando este criterio.
- Lograr que los alumnos realicen prácticas de laboratorio teniendo como meta la "Calidad Total" y que tomen contacto con el significado de trabajar bajo "normas de calidad".

XII - Resumen del Programa

QUIMICA ANALITICA Y CALIDAD. Trazabilidad. Entorno normativo: normas ISO, EN y UNE.PROCESO ANALITICO TOTAL. MUESTREO Y CALIDAD ANALITICA. ELECCION DEL METODO. Propósito del análisis. Matrices-muestra complejas. MATERIALES DE REFERENCIA.VALIDACION DE METODOS E INSTRUMENTOS ANALITICOS. CONTROL de CALIDAD INTERNO Y EXTERNO: EJERCICIOS DE INTERCOMPARACION. AGUA: ANÁLISIS GENERALES. ESTUDIO DE CALIDAD, MONITOREO, CONTAMINACIÓN. SUELOS: COMPOSICIÓN

IMPORTANCIA DE LOS ANÁLISIS Y FINALIDAD. ALEACIONES FERROSAS Y NO FERROSAS. MUESTREO, DISOLUCIÓN, COMPOSICIÓN ANÁLISIS. AGLOMERANTES Y MINERALES. CALIZAS, YESOS, CEMENTOS. MINERALES. MUESTRAS BIOLÓGICAS, MUESTREO, VALIDACIÓN DE MÉTODOS. DISEÑO Y SEGURIDAD DE LAS INSTALACIONES. BUENAS PRACTICAS DE LABORATORIOS (GLP). PROCEDIMIENTOS NORMALIZADOS DE TRABAJO (SOP's).

XIII - Imprevistos

--

ELEVACIÓN y APROBACIÓN DE ESTE PROGRAMA	
	Profesor Responsable
Firma:	
Aclaración:	
Fecha:	