



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

(Programa del año 2006)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
TECNICAS INSTRUMENTALES I	ANAL. QUIMICO	8/98	3	1c

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
MARTINEZ, LUIS DANTE	Prof. Responsable	P.TIT EXC	40 Hs
FERNANDEZ, LILIANA PATRICIA	Prof. Colaborador	P.ASO EXC	40 Hs
SOMBRA, LORENA LUJAN	Auxiliar de Práctico	A.1RA SEM	20 Hs

III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico	Teóricas	Prácticas de Aula	Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc.	Total
10 Hs	80 Hs	10 Hs	20 Hs	9 Hs

Tipificación	Periodo
B - Teoría con prácticas de aula y laboratorio	1 Cuatrimestre

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
13/03/2006	16/06/2006	14	120

IV - Fundamentación

Introducir al alumno de la carrera de Analista Químico en las técnicas instrumentales utilizadas en Química Analítica, en particular en aquellas que estudian la interacción de la energía radiante con la materia. Se tratan en particular las técnicas de absorción y emisión de radiación electromagnética como ICP-AES, AAS, AES y FRX. Adicionalmente se tratan las metodologías de preconcentración en sistemas de flujo continuo. Todas estas técnicas están orientadas a la determinación de elementos minoritarios y vestigios.

V - Objetivos

El alumno podrá adquirir durante este curso amplios conocimientos sobre las técnicas analíticas instrumentales, tanto de aquellas técnicas tradicionales (por ejemplo aquellas que utilizan llama como fuente de atomización/excitación) como de otras de última generación (como el ICP-AES). Adicionalmente, el acoplamiento de metodologías de preconcentración "on-line" le permitirá determinar analitos en concentraciones del orden de los vestigios, lo que a su vez puede ser aplicado a muestras de interés ambiental/humano, con la importancia que esto implica en la Química Analítica Moderna. El conjunto de los aspectos teóricos y prácticos de este curso es de vital importancia en la formación integral del analista químico actual.

VI - Contenidos

Bolilla 1.-

Introducción a la Química Analítica Instrumental. Clasificación de los métodos analíticos. Métodos clásicos - Métodos instrumentales. Tipos de métodos instrumentales. Instrumentos. Selección de un método analítico. Precisión. Exactitud. Sensibilidad. Límite de detección. Intervalo de concentración de aplicabilidad. Selectividad.

Bolilla 2.-

Espectrometría de absorción molecular UV- visible (I). Naturaleza de la energía radiante. Unidades y factores de conversión. Espectro electromagnético. Naturaleza del fenómeno de absorción. Leyes de la absorción de la energía radiante (Ley de Lambert - Beer). Desviaciones de la Ley de Lambert - Beer, desviaciones reales y aparentes (causas químicas e instrumentales). Error fotométrico. Introducción a la Fluorescencia Molecular Teoría. Instrumentación. Aplicaciones Analíticas.

Bolilla 3.-

Espectrometría de absorción molecular UV- visible (II). Instrumentación. Fuentes de error y precauciones operacionales. Aplicaciones al análisis químico, farmacéutico y biológico. Titulaciones fotométricas. Figuras de mérito

Bolilla 4.-

Espectrometría de emisión atómica por llama. Generalidades. Equipos. Espectros de emisión. Características y estructura de la llama. Interferencias: clasificación y modos de eliminación. Métodos de evaluación : a)directo, b) del patrón interno, c) del agregado patrón. Aplicaciones. Figuras de mérito.

Bolilla 5.-

Espectrometría de absorción atómica (AAS). Teoría. Principios. Equipos: fuente de radiación, la lámpara de cátodo hueco. Sistemas de atomización: llama y electrotérmico(ETA). Interferencias. Técnicas analíticas. Aplicaciones al análisis de vestigios. Ventajas y limitaciones.

Bolilla 6.-

Espectrometría de emisión atómica asociado al plasma acoplado inductivamente (ICP-AES). Introducción. Fundamentos. Mecanismos de transferencia de energía. Instrumentación: antorchas, técnicas de introducción de muestra. Ventajas y desventajas. Interferencias. Selección de la línea de trabajo. Aplicaciones. Figuras de mérito.

Bolilla 7.-

Generación de hidruros y nebulización ultrasónica. Generación de hidruros: principios, instrumentación (sistemas discontinuos y sistemas continuos), pre-reducción, interferencias y modos de eliminación, ventajas y desventajas. Aplicaciones. Nebulización ultrasónica: principios, instrumentación, ventajas y desventajas, aplicaciones.

Bolilla 8.-

Fluorescencia de Rayos X. Principios y Fundamentos. Instrumental. Tubo de Rayos X. Absorción de Rayos X. Espectros de líneas y continuo. Interferencias. Preparación de muestra. Aplicaciones Cualitativas y Cuantitativas.

Bolilla 9.-

Preconcentración en sistemas de flujo continuo (I). Principios básicos de Análisis por inyección de flujo (FIA). Dispersión. Factores que afectan la dispersión. Aspectos fundamentales de separación y preconcentración por inyección de flujo: clasificación de separación/preconcentración, factor de enriquecimiento, factor de refuerzo, eficiencia de concentración, factor de transferencia de fase, carga de muestra basada en el tiempo y el volumen, evaluación de la eficiencia de sistemas de preconcentración.

Bolilla 10.-

Preconcentración en sistemas de flujo continuo (II). Instrumentación. Micro-columnas: distintos empaquetamientos. Reactores Anudados (Knotted). Acoplamiento a técnicas como Absorción Atómica, Absorción Atómica con ETA, ICP-AES, ICP-MS. Aplicaciones en la determinación de vestigios.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

- 1)-Espectrometría de Absorción Molecular: Trazado de la curva espectral y de calibración. Determinaciones cuantitativas de algunos elementos previa complejación con reactivos cromogénicos en muestras sintéticas.
- 2)-Fluorescencia Molecular: Determinación de ácido acetil-salicílico.

- 3)-Espectrometría de emisión por llama: Determinación de sodio y potasio en suero humano. Utilización del método directo y del agregado patrón.
- 4)-Espectrometría de emisión por plasma (I): determinación de algunos elementos en concentraciones del orden de los vestigios en muestras sintéticas. Utilización de nebulización neumática y ultrasónica.
- 5)-Espectrometría de emisión por plasma (II): Acoplamiento a la generación de hidruros
- 6)-Espectrometría de absorción atómica. Determinación de iones metálicos.
- 7)-Fluorescencia de Rayos X. Preparación de muestras y determinaciones cualitativas y cuantitativas de algunos elementos.
- 8)-Preconcentración de Pb en una microcolumna cargada con una resina de adsorción. Determinación en aguas. Acoplamiento a ICP-AES.

VIII - Regimen de Aprobación

Aprobación de trabajos prácticos

Antes, durante o a la finalización del trabajo práctico, el alumno deberá demostrar pleno conocimiento de la parte teórica correspondiente. A tal fin podrá ser interrogado en forma oral o escrita.

El alumno deberá asistir como mínimo a un 75% de los trabajos prácticos.

Los trabajos prácticos que no haya realizado deberá recuperarlos en fecha a convenir.

Examinaciones Parciales.

Se tomarán 3 (tres) exámenes parciales referente a los temas teórico-prácticos, para su aprobación el alumno deberá contestar correctamente el 70% de las preguntas realizadas.

El alumno tendrá derecho a 3 (tres) recuperaciones.

Alumnos Promocionales

Para promocionar la asignatura los alumnos deberán cumplir con los siguientes requerimientos:

1. Las mismas correlatividades establecidas para el examen final
2. Deberá asistir como mínimo a un 80% de las clases teóricas.
3. Deberá tener el 100% de los trabajos prácticos aprobados al final de la cursada
4. Tendrá derecho a recuperar como máximo el 20% de las exámenes parciales.
5. Toda circunstancia especial no contemplada aquí será resuelta por aplicación de la ordenanza 13/03 de la Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia u otra superadora

IX - Bibliografía Básica

- [1] 1.-Willard, Merritt y Dean: Métodos Instrumentales de Análisis. Edit.CECSA, New York 1981.
- [2] 2.- Willard, Merritt, Dean y Settle Jr: Instrumental Methods of Analysis. 7ªEd. Wadsworth Publishing Co. New York, 1988
- [3] 3.- Christian, G.D. y O'Reilly, J.E.: Instrumental Analysis. 2ª Ed.Allyn and Bacon Inc. USA. New York, 1986
- [4] 4.- D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo", Ed Iberoamericana. New York, 1992
- [5] 5.- D. Skoog y D. West, "Análisis Instrumental", Ed.Mc Graw Hill. New York, 1993.
- [6] 6.- D.Skoog y D. West. "Química Analítica", 4ta ed., Mc Graw Hill. New York, 1989.
- [7] 7.- D. Skoog y J.J. Leary. Análisis Instrumental. Ed.Mc Graw Hill. Madrid, 1996

X - Bibliografía Complementaria

- [1] 1.- P.W.J.M. Boumans. Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy. Part I and Part II. John Wiley & Sons, Inc. New York, 1987.
- [2] 2.-A. Montaser and D. Golightly, Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry, VCH Publisher. New York, 1992.
- [3] 3.-R. Winge, V. Fassel, V. Peterson and M. Floyd, Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry, Elsevier. New York, 1993.
- [4] 4.-L. H. J. Lajunen, "Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission", The Royal Society of Chemistry, The Science Park, Cambridge, 1992.
- [5] 5.-M. Thompson and J. N. Walsh, "Handbook of Inductively Coupled Plasma Spectrometry", Chapman and Hall, New York, (1989).
- [6] 6.-Z. Fang, Flow Injection Separation and Preconcentration, VCH. New York, 1993.

XI - Resumen de Objetivos

Con el presente curso se pretende dar una formación integral en las técnicas que relacionan la radiación electromagnética con la materia. Este curso está orientado fundamentalmente a la determinación de elementos minoritarios y vestigios en muestras de interés diverso. El acoplamiento (hyphenation) de distintas metodologías de preconcentración para el análisis en sistemas de flujo continuo (FIA) le permitirá al alumno contar con armas modernas para el análisis cuantitativo instrumental actual. Este curso comienza con las técnicas instrumentales convencionales y paulatinamente se va introduciendo en las técnicas instrumentales de última generación. Los trabajos prácticos son adecuados a la formación que el alumno va adquiriendo y finalmente se realizan trabajos prácticos donde se acoplan las mas modernas técnicas de preconcentración “on-line” con espectrometría atómica de plasma.

XII - Resumen del Programa

- 1.- Introducción a los métodos instrumentales. Figuras de mérito
- 2.- Espectrometría de UV- visible. Leyes de la absorción de radiación.
- 3.-Fluorescencia Molecular. Instrumentación. Aplicaciones
- 4.- Espectrometría de emisión por llama.Generalidades. Instrumentos. Aplicaciones.
- 5.- Espectrometría de absorción atómica. Principios. Equipos. Técnicas determinativas. Aplicaciones.
- 6.- Espectrometría de emisión por plasma. Generalidades. Equipos. Técnicas determinativas. Aplicaciones.
- 7.- Sistemas de introducción de muestra. Nebulización Ultrasónica. Generación de hidruros.
- 8.- Fluorescencia de Rayos X. Generalidades. Equipos. Aplicaciones.
- 9.- Preconcentración en sistemas de flujo continuo.

XIII - Imprevistos