



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

(Programa del año 2007)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
PROCESO ANALITICO TOTAL	LIC. QUIMICA	3/99	4	2b

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	2 Hs	2 Hs	5 Hs	9 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
07/05/2007	07/07/2007	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 tendiente a la resolución de problemas, a través del abordaje del 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; y como esas mediciones pueden ser la solución de un problema particular, de índole socio-económico.

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, corolario en la formación del alumno, se pretende la integración de los conocimientos abordados; pero el enfoque del problema será desde una perspectiva general, intentando resolver o dar respuesta a un cuestionamiento de índole socio-económico que aborda la resolución/respuesta a partir de la muestra en sí. Se pretende que el alumno adquiera una actitud crítica y pueda desarrollar un “criterio analítico” que le permita arribar a resultados satisfactorios para que en el desarrollo de su profesión pueda utilizarlos toda vez que deba resolver problemas que involucren el análisis de muestras con matrices complejas.

El programa de la asignatura integra los conocimientos ya adquiridos y pone ese bagaje de información, sobre todo en lo referido a control de calidad, 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) 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, “resolver un problema socio-económico a través del análisis de una muestra de matriz compleja”.

Como resultado final de estos talleres el alumno presentará una monografía donde recreará el problema planteado y los pasos seguidos para la resolución, abordando el proceso analítico total aplicado a muestras de matrices complejas. En el mismo, constarán todos los pasos necesarios para la cuantificación de un analito particular y un manual de procedimiento que le permita realizar la experiencia en el laboratorio, aplicar el control de calidad a sus determinaciones 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 la resolución del problema planteado, luego de someter sus muestras al análisis y de la obtención de resultados, en cuanto a la concentración de uno o varios analitos presentes en su muestra, demostrando que se aplicaron normas de calidad y que el resultado obtenido es trazable

V - Objetivos

Objetivos:

- Integrar los conocimientos adquiridos a lo largo de la carrera, poniéndolos al servicio de la resolución de problemas socio-económicos mediante el 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 las Normas de Calidad ISO aplicables a laboratorios y que desarrolle una metodología de trabajo bajo esas “normas de calidad”.

VI - Contenidos

PROGRAMA ANALÍTICO Y DE EXAMEN

TEMA 1

PROCESO ANALÍTICO TOTAL: Proceso de Medida Química. Definición, Etapas Generales. Planteamiento los problemas involucrados. QUÍMICA ANALÍTICA 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

MUESTREO Y CALIDAD ANALÍTICA 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. Homogenización de muestras. Muestreo de sólidos, líquidos y gases. Sub-muestreo. 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

ELECCIÓN DEL MÉTODO. Propósito del análisis. Diseño experimental: Planificación, Diseño tradicional y Diseño estadístico. 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 ISO 17025 y UNE EN. Parámetros de calidad exigidos en diferentes marcos normativos. Estudio de la

precisión, Repetibilidad 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, Veracidad y Precisión.

Estudio de la linealidad. Recta de regresión. Estimación de la incertidumbre. Estudio de la selectividad. Intervalo de trabajo. Estudio del límite de detección Estudio del límite de cuantificación Estudio de la robustez

TEMA 5

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.

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.

TEMA 6

VALIDACIÓN DE MÉTODOS E INSTRUMENTOS ANALÍTICOS. Estrategia. Validación de métodos estándar.

Parámetros a considerar. Frecuencia de validación. Comparación de dos métodos. 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 ÍTER COMPARACIÓN. Ejercicios de inter-calibración. Ensayos colaborativos. Clases de materiales utilizados. Cálculos. Muestras con replicaciones. Diagramas de barras de valores medios y desviaciones estándar. Análisis de la varianza. Método de las dos muestras de Youden. formas de expresar un resultado: Calidad de resultados, límites de confianza, unidades.

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

TALLERES TEÓRICOS

Se desarrollarán 8 talleres teóricos durante las 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:

Planteamiento de un problema económico-social que es resuelto a través del análisis de componentes específicos en una muestra/matriz compleja. Se desarrollará el PMQ con los fundamentos de cada una de las etapas. Se desarrollará el fundamento/s de la determinación de uno o varios analitos (de acuerdo a la complejidad del problema). Se explicará y fundamentará la toma de muestra seleccionada y los métodos estadísticos que se utilizarán para la obtención de resultados.

(2)-MANUAL DE PROCEDIMIENTO:

Será redactado siguiendo las normas de calidad (ISO-17025), distribuido en capítulos en los que constará ordenadamente Materiales y equipamientos, Calibración, Preparación de soluciones, Validaciones, procedimientos de muestreo, Metodología de análisis, Cálculo de resultados y análisis estadístico.

El manual será un SOP y deberá ser seguido en la realización de la parte experimental. Debe destacarse la forma en que se trazarán las muestras y los resultados.

TALLERES PRÁCTICOS

Deberán cumplimentar 45 horas de trabajo en laboratorio. Serán básicamente de similar estilo que los teóricos, pero el alumno deberá, siguiendo su propio manual de procedimientos, arribar a la solución del problema planteado.

Al finalizar los talleres el alumno deberá entregar un INFORME FINAL en el cual constarán los resultados y protocolos planteados en el Manual de Procedimientos, con especial énfasis en los problemas técnicos encontrados y las soluciones / correcciones realizadas. Como resultado de los análisis practicados en las muestras deberá presentar los protocolos debidamente confeccionados de acuerdo a normas ISO donde deberá constar la concentración de los analitos presentes en su muestra. Deberá demostrar que el resultado obtenido es confiable.

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 los 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 45 horas de trabajo de laboratorio, tiempo en el que realizarán los Talleres prácticos.
5. La aprobación final de los Talleres prácticos está supeditada al cumplimiento de las horas estipuladas, a la presentación del INFORME FINAL
- 6.Se tomará una examinación parcial y una recuperación. La nota de aprobación 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 45 horas de trabajo de laboratorio, tiempo en el que realizarán los Talleres prácticos.

5. La aprobación final de los Talleres prácticos está supeditada al cumplimiento de las horas estipuladas y a la presentación del INFORME FINAL.

6. Se tomará una examinación parcial, y deberá obtener 8 puntos como mínimo para su aprobación.

7. 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.

8. 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, 2004. 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, 1986.
- [16] *Normas ISO-17025
- [17] *Norma IRAM 301

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. Química Analítica Cualitativa; Ed. Paraninfo, Madrid, 1989.
- [9] *Harris,D.C. 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

OBJETIVOS DEL CURSO (no más de 200 palabras):

- Integrar los conocimientos adquiridos en otras disciplinas , 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

PROGRAMA SINTETICO (no más de 300 palabras):

- 1-PROCESO ANALÍTICO TOTAL. PMQ, Etapas Generales.
- 2-QUÍMICA ANALÍTICA Y CALIDAD. Trazabilidad. Entorno normativo: normas ISO, EN y UNE.
- 3-MUESTREO Y CALIDAD ANALÍTICA. Elección del método. Propósito del análisis. Matrices-muestras complejas.
- 4-MATERIALES DE REFERENCIA.
- 5-VALIDACIÓN DE MÉTODOS E INSTRUMENTOS ANALÍTICOS. Control de calidad interno y externo
- 6-AGUA: análisis generales. Estudio de calidad, monitoreo, contaminación.
- 7-SUELOS: composición importancia de los análisis y finalidad.
- 8-ALEACIONES FERROSAS Y NO FERROSAS. Muestreo, disolución, composición
- 9-AGLOMERANTES Y MINERALES.
- 10-MUESTRAS BIOLÓGICAS, muestreo, validación de métodos.
- 11-DISEÑO Y SEGURIDAD DE LAS INSTALACIONES.
- 12-BUENAS PRACTICAS DE LABORATORIOS (GLP). Procedimientos normalizados de trabajo (SOP's).

XIII - Imprevistos

En aquellos casos en los cuales no se puedan cumplimentar las horas de trabajos de laboratorio por:

- 1 - No disponibilidad de equipos
- 2 - No disponibilidad de materiales y reactivos químicos de calidad como para la implementación de Normas ISO 17025
- 3 - Falta de continuidad para el desarrollo de las clases debidas a Paros u otras causas.

El responsable de la materia buscará un laboratorio o laboratorios alternativos en Empresas del medio para que los alumnos realicen prácticas alternativas y logren cumplimentar las exigencias de la materia.