



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

(Programa del año 2011)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUÍMICA ANALÍTICA GENERAL E INSTRUMENTAL	ANAL. BIOLOGICO	15/04	2011	2° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
PORTA, LUIS FELIX RAUL	Prof. Responsable	P.Asoc Exc	40 Hs
FERNANDEZ, LILIANA PATRICIA	Prof. Colaborador	P.Asoc Exc	40 Hs
QUINTAR, SILVYA ESTELA	Prof. Colaborador	P.Asoc Exc	40 Hs
ALMEIDA, CESAR AMERICO	Responsable de Práctico	JTP Semi	20 Hs
ARANDA, PEDRO RODOLFO	Auxiliar de Laboratorio	A.2da Simp	10 Hs

III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico	Teóricas	Prácticas de Aula	Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc.	Total
1 Hs	3 Hs	Hs	3 Hs	7 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
08/08/2011	18/11/2011	15	105

IV - Fundamentación

Este curso de Química Analítica es el único que posee el plan de estudio, motivo por el cual, debe ser abarcativo en lo referente a los fundamentos de las distintas metodologías químicas e instrumentales.

Se trata de dar una visión amplia, moderna, pero a la vez simple de las distintas técnicas estableciendo también las relaciones (similitudes y diferencias) que existen entre ellas.

El contenido teórico y práctico es sencillo, sin exceso de información debido a la extensión de la materia, pero con la suficiente profundidad que el Analista Biológico necesita para desenvolverse en un laboratorio clínico.

Se pretende obtener un tratamiento comprensivo y coherente de los aspectos fundamentales y las aplicaciones prácticas, demostrando la importancia de los métodos instrumentales que sirven para otras disciplinas relacionadas a las Ciencias de la Salud y que el alumno deberá abordar a lo largo de su carrera.

Es fundamental que el estudiante adquiera el conocimiento de los principios químicos involucrados en la medida, así como en la selección de la técnica más apropiada para la determinación del analito en estudio, asegurándose el suficiente conocimiento básico para llevar a cabo la experiencia.

Lo fundamental es lograr que el Analista Biológico primero sepa definir el problema analítico que necesita ser resuelto y demostrar que el resultado de un análisis no es meramente un número sino lo que el mismo significa.

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

Los objetivos fundamentales son los siguientes:

Formar a los estudiantes en el manejo de las distintas técnicas analíticas con fines biológicos.

Adquirir por parte de los alumnos de la carrera de Analista Biológico el conocimiento de los principios de la Química Analítica involucrados en la medida.

Seleccionar el tipo de tecnología analítica más apropiada para la determinación del analito en estudio.

Lograr con la experiencia futura una apertura de criterios para discriminar la utilización de la técnica analítica que deberá emplear en ciertos casos.

VI - Contenidos

PROGRAMA ANALÍTICO Y DE EXAMEN

Bolilla 1

Química Analítica. Generalidades. Química Analítica Cualitativa y Cuantitativa. Análisis químico. El proceso analítico total: diferentes etapas.

Equilibrio químico. Constante de equilibrio. Concepto termodinámico del equilibrio. Energía libre y constante de equilibrio. Nomenclatura de las distintas constantes de equilibrio: equilibrio ácido-base, equilibrio de complejación, equilibrio redox y equilibrio de precipitación. Concepto de solubilidad y de producto de solubilidad. Factores que afectan al producto de solubilidad. Factores que afectan a la solubilidad. Efecto de ión común. Efecto salino. Influencia del pH, de la formación de complejos y reacciones redox sobre la solubilidad de electrolitos poco solubles.

Bolilla 2

Reactivos en Química Analítica. Clasificación de los reactivos: generales y especiales. Sensibilidad y selectividad de las reacciones. Relación entre límite de identificación y concentración límite. Factores que influyen sobre la sensibilidad. Selectividad de las reacciones. Seguridad de una reacción.

Bolilla 3

Separaciones por precipitación. Introducción. Generalidades sobre el equilibrio de precipitación. Generalidades sobre la formación y evolución de los precipitados: características de los cristales y sobresaturación, influencia de la temperatura sobre la solubilidad y precipitación de sales poco solubles. Mecanismo de formación de precipitados: nucleación, crecimiento de las partículas. Proceso de precipitación. Suspensiones coloidales. Adsorción de iones por los coloides. Peptización de coloides. Precipitados cristalinos: métodos para aumentar el tamaño de los cristales, digestión y envejecimiento de los precipitados cristalinos, impurificación de los precipitados (coprecipitación y postprecipitación). El análisis gravimétrico. Fundamento. Clasificación de los métodos gravimétricos. Operaciones básicas. Ventajas y desventajas. Aplicaciones.

Bolilla 4

Extracción líquido-líquido. Clasificación de las técnicas de extracción. Ventajas. Campo de aplicación. Equilibrio de extracción líquido-líquido: coeficiente de partición. Cálculos de extracción líquido-líquido. Extracción exhaustiva. Ejemplos de extracciones líquido-líquido en análisis cualitativo. Extracción de quelatos metálicos. Representación gráfica del % E en función del pH. $\text{pH } \frac{1}{2}$ y $\text{pH } \frac{1}{2} + 1$

Bolilla 5

Cromatografía. Fundamentos. Cromatografía de adsorción, de intercambio iónico y de partición en columna. Cromatografía de partición sobre papel: consideraciones generales y metodología. Definición de R_f . Limitaciones del método y campo de aplicación. Métodos operativos. Distintas técnicas. Evaluación cualitativa y cuantitativa. Filtración por geles. Concepto. Geles. Características de los geles. Tratamiento previo. Ventajas y desventajas de este tipo de cromatografía. Aplicaciones.

Bolilla 6

Intercambio iónico. Fundamentos. Clasificación de los intercambiadores iónicos. Resinas intercambiadoras. Tipos de resinas. Propiedades y principios teóricos: capacidad de intercambio, velocidad de intercambio y equilibrio de intercambio iónico.

Técnicas de intercambio iónico. Operación en columna. Aplicaciones.

Bolilla 7

Electroforesis. Introducción. Propiedades generales de los electrolitos: segunda ley de Ohm y ley de Stokes. Distintos tipos de electroforesis, con especial interés en electroforesis sobre soporte. Factores que influyen en la migración electroforética sobre soporte. Factores inherentes a la partícula y al medio. Flujo electroendosmótico. Flujo hidrodinámico. Técnica operativa en electroforesis convencional. Otros tipos de electroforesis. Aplicaciones.

Bolilla 8

Diálisis. Concepto. Membranas. Propiedades de las membranas. Modo operativo. Aplicaciones en Química Clínica: con detección espectrométrica y uso de enzimas inmovilizadas con detección con electrodo ión selectivo.

Centrifugación. Tipos de centrifugación. Ultracentrifugación. Teoría. Aparatos. Métodos de ultracentrifugación. Aplicaciones.

Determinación de pesos moleculares. Método de la velocidad de sedimentación. Coeficiente de sedimentación de una proteína. Método del equilibrio de sedimentación. Método de la aproximación al equilibrio.

Bolilla 9

El análisis volumétrico. Términos y conceptos básicos del análisis volumétrico. Cálculos.

Clasificación de los métodos volumétricos. Distintos procedimientos volumétricos. Curvas de titulación. Métodos de detección del punto final. Volumetría ácido-base. Selección y valoración de un titulante. Selección y empleo de indicadores. Curvas de titulación. Aplicaciones.

Bolilla 10

Volumetría de precipitación y de formación de complejos. Fundamentos, requisitos y limitaciones de ambas volumetrías.

Curvas de titulación. Indicadores del punto final. Aplicaciones a la determinación de haluros: método de Mohr. Aplicaciones de la quelatometría a la determinación de Ca^{2+} y Mg^{2+} .

Bolilla 11

Volumetría de óxido – reducción. Fundamentos, requisitos y limitaciones. Curvas de titulación. Indicadores del punto final.

Reactivos auxiliares. Usos y aplicaciones de agentes oxidantes fuertes: permanganato de potasio y dicromato de potasio.

Bolilla 12

Métodos espectrométricos de análisis. Fundamentos. Métodos absorciométricos. Carácter dual de la radiación electromagnética. Espectro electromagnético. Teoría de la absorción de la radiación. Leyes de la absorción de la radiación: ley de Lambert – Beer. Curva espectral y de calibrado. Limitaciones de la ley de Lambert – Beer. Desviaciones químicas e instrumentales. Instrumental utilizado en UV – visible: fuentes de radiación, celdas, selectores de longitud de onda, detectores, procesadores de señal, dispositivos de lectura. Espectrómetro UV – visible. Formas de operar en absorciometría molecular UV – visible. Aplicaciones.

Turbidimetría y nefelometría. Teoría. Efecto de la concentración sobre la dispersión. Efecto del tamaño de las partículas en la dispersión. Instrumentos. Fuentes de error. Aplicaciones en Química Clínica.

Bolilla 13

Espectrometría de emisión por llama. Fundamentos. Origen de los espectros. Equipo: quemador – nebulizador, llama, temperaturas de la llama, rendijas, monocromadores y detectores. Aplicaciones analíticas al análisis cualitativo y cuantitativo. Métodos de evaluación directa, método del agregado patrón y método de interpolación. Interferencias: espectrales de línea y de banda e interferencias de radiación físicas y químicas. Fenómenos de autoabsorción e ionización.

Bolilla 14

Espectrometría de absorción atómica. Principios teóricos. Instrumental. Sistema nebulizador – quemador: quemador de flujo laminar o premezclado y atomizadores sin llama. Propiedades de la llama. Efectos de la temperatura de la llama. Fuentes de radiación: lámpara de cátodo hueco. Sistema de monocromación y detección. Métodos de evaluación: curva de calibrado y método del adición del estándar. Interferencias. Aplicaciones en Química Clínica

Bolilla 15

Espectrometría de emisión molecular: fluorescencia y fosforescencia. Teoría. Procesos de desactivación: relajación

vibracional, conversión interna, conversión externa. Variables que afectan la fluorescencia y la fosforescencia: rendimiento cuántico, tipo de transiciones en fluorescencia, fluorescencia y estructura, efecto de la rigidez estructural, temperatura y efecto del disolvente, efecto del pH en fluorescencia y efecto de la concentración en la intensidad de fluorescencia. Instrumentación en fluorescencia y fosforescencia. Aplicaciones.

Bolilla 16

Métodos electroquímicos. Concepto de celda electroquímica. Ánodo y cátodo. Representación esquemática de celdas. Hemirreacciones. Potencial de electrodo: su origen. Medida del potencial de electrodo. Relación entre potencial y actividad: ecuación de Nernst. Signo del potencial de electrodo. Tabla de potenciales. Potenciometría. Distintos tipos de electrodos. Aplicaciones. Potenciometría directa: pH y su medida. Titulaciones potenciométricas. Localización del punto de equivalencia.

Bolilla 17

Polarografía. Concepto. Modos de transporte en solución. Celda polarográfica. Oxígeno disuelto. Propiedades del mercurio. Curvas de polarización o polarogramas. Corriente residual, límite y de difusión. Precisión y sensibilidad. Ecuación de onda polarográfica. Máximos de corriente. Análisis cualitativo y cuantitativo. Aplicaciones.

Bolilla 18

Cromatografía gaseosa: cromatografía gas – líquido. Volumen de retención específico. Aparatos. Fuentes de gas portador. Sistema de inyección de la muestra. Columnas. Sistemas de detección: distintos tipos. Fase líquida estacionaria. Análisis cuali y cuantitativo. Aplicaciones de la cromatografía gas – líquido. Cromatografía líquida de alto rendimiento. Reservorio para el disolvente y sistema para desgasificarlo. Bombas. Precolumnas. Sistemas de inyección de la muestra. Columnas. Detectores. Análisis cuali y cuantitativo.

Bolilla19

Resonancia magnética nuclear. Introducción. Fundamento físico. Instrumentación. Magnetización macroscópica. Perturbación del equilibrio. Relajación. Detección de la señal. Espectros de protón. Desplazamiento químico. Regiones generales de desplazamiento químico. Aplicaciones.

Bolilla 20

Espectrometría de masas. Fundamento. Instrumentación. Fuentes de fase de gas y fuentes de desorción. Analizador de masas. Analizadores de cuadrupolo, de sector magnético y analizadores de masa por tiempo de vuelo. Sistema de recolección de iones. Manejo de datos. Aplicaciones.

Bolilla 21

Métodos radioquímicos de análisis. Concepto e importancia. Procesos de desintegración radiactiva. Instrumentación. Detectores de radiación. Análisis de activación de neutrones. Clasificación. Métodos de dilución isotópica. Principios. Aplicaciones analíticas y biológicas.

Bolilla 22

Criterio de evaluación de métodos. Selección de métodos. Propósito del análisis. Fuentes de métodos. Factores a considerar en la elección del método. Exactitud. Precisión. Rapidez. Equipamiento requerido. Tamaño de la muestra. Costo. Seguridad. Especificidad. Efectuando la elección. Control de calidad de análisis instrumental. Parámetros de calidad. Precisión. Exactitud. Sensibilidad. Límite de detección. Intervalo de concentración aplicable. Selectividad.

Bolilla 23

Inmunoquímica. Concepto de antígeno y anticuerpo. Reacciones inmunológicas. Técnicas de inmunoanálisis. Inmunodifusión. Inmunodifusión radial simple. Inmunolectroforesis: electroinmunoensayo y rocket electroforesis. Inmunofluorescencia directa e indirecta. Enzimoinmunoanálisis. Radioinmunoanálisis

VII - Plan de Trabajos Prácticos

TRABAJOS PRACTICOS DE LABORATORIO:

Trabajo Práctico N° 1: Cromatografía

Trabajo Práctico N° 2: Intercambio iónico

Trabajo Práctico N° 3: Electroforesis

Trabajo Práctico N° 4: Volumetría ácido base

Trabajo Práctico N° 5. Volumetría de complejación y precipitación

Trabajo Práctico N° 6: Análisis espectrométrico de absorción molecular

Trabajo Práctico N° 7: Análisis de emisión y absorción atómica

Trabajo Práctico N° 8: Métodos electroquímicos: potenciometría directa y titulaciones potenciométricas

VIII - Regimen de Aprobación

CONCURRENCIA A TRABAJOS PRACTICOS DE LABORATORIO:

El alumno que no concurriere perderá el derecho a la realización de la práctica, en ese o en cualquier otro turno, pudiendo recuperarla en la fecha que oportunamente se fijare, siempre que cumpla los requisitos que se fijan más adelante. Será requisito indispensable que todo alumno concurra al laboratorio munido de la correspondiente Guía de Trabajos Prácticos o un esquema sintético de la misma, cuaderno de notas, guardapolvo, guantes de látex descartables, antiparras de material plástico para la protección de los ojos y repasador.

APROBACION DE LOS TRABAJOS PRACTICOS DE LABORATORIO:

- 1.- El alumno 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.
- 2.- El alumno deberá tener una habilidad manual acorde con el tipo de experiencia que realice.
- 3.- Registrará en un "cuaderno de laboratorio" en forma ordenada los resultados obtenidos y las operaciones numéricas que cada cálculo le demande
- 5.- El alumno 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.
- 5.- A la finalización de cada práctica deberá entregar el material en perfectas condiciones de orden y limpieza. Para la aprobación de cada trabajo práctico, el alumno deberá dar cumplimiento a los cinco requisitos precitados.

REGULARIZACIÓN DEL CURSO.

TRABAJOS PRACTICOS: De acuerdo a las reglamentaciones vigentes (Ord. CS-13/030 el alumno deberá aprobar en primera instancia el setenta y cinco (75 %) (o su fracción entera menor) del Plan de Trabajos Prácticos del Curso. Deberá completar la aprobación del noventa por ciento (90%) (o su fracción entera menor) en la primera recuperación. En la segunda recuperación deberá totalizar la aprobación del cien por ciento del Plan de Trabajos Prácticos.

PARCIALES: El alumno deberá aprobar el 100% de las 3 evaluaciones parciales implementadas. Tendrá derecho a una recuperación por parcial y podrá recuperar en segunda instancia solamente 1 (uno) parcial adeudado.

APROBACION POR EL REGIMEN DE PROMOCIÓN SIN EXAMEN.

El alumno deberá cumplir con las exigencias de correlatividad que establece el Plan de Estudios de la carrera de Analista Biológico. Para mantener la condición de PROMOCIONAL el alumno deberá cumplir como mínimo con una asistencia del ochenta por ciento (80%) a las actividades teóricas y a los Trabajos Prácticos programados en el Curso, y deberá tener aprobado el cien por ciento (100%) de los Trabajos Prácticos. El alumno tendrá la posibilidad de aprobar el cien por ciento (100%) de los Trabajos Prácticos programados recuperando no más del veinte por ciento (20%) de los que adeude. El alumno rendirá 3 (tres) exámenes parciales que versarán sobre el contenido temático teórico-práctico desarrollado en el curso. El alumno tendrá derecho a recuperar un número no mayor del veinte por ciento (20%) del total de los exámenes parciales, o su fracción entera menor. La nota de aprobación de cada evaluación parcial no será menor que siete (7).

En el caso de no satisfacer alguna de las exigencias de promocionalidad, el alumno automáticamente pasará al Régimen de Alumnos Regulares.

IX - Bibliografía Básica

- [1] .- Willard, Merritt, Dean y Settle Jr. "Instrumental Methods of Analysis". 7° Ed. Wadsworth Publishing Co. 1988.
- [2] .- D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo". Ed. Iberoamericana. 1992.
- [3] .- D. Skoog y D. West, "Análisis Instrumental". Ed. McGraw-Hill. 1993.
- [4] .- D. Skoog y J.J. Leary. "Análisis Instrumental". Ed. McGraw-Hill. 1996.

- [5] .- Lajunen, L.M.J. "Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission". Royal Society of Chemistry. 1992.
- [6] .- R.J. Henry, D.C. Cannon y J.W. Winkelman. "Química Clínica. Bases y Técnicas". 2da. edición. Editorial JIMS. Tomo I. 1980.
- [7] .- Juan Roit, J. Brostoff y D. Male. "Inmunología". 3º edición. Masson – Salvat Medicina. Ediciones Científicas y Técnicas, S.A. 1993.
- [8] .- R. A. Margni. "Inmunología e Inmunoquímica". 4ta. edición. Editorial Panamericana. 1990.
- [9] .- "Manual de Uso del Espectrofotómetro". Metrolab 1600. Versión 1.06 F. Curso de ELISA. Metrolab. 1992.
- [10] .- Maureen Malvin. "Electrophoresis. Analytical Chemistry by open learning". Ed. John Wiley and Sons. Great Britain. 1987.
- [11] .- Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J. "Química Analítica". 6ta. ed. Ed. McGraw-Hill. 1995.
- [12] .- Valcárcel Cases, M., Gómez Hens, A. "Técnicas Analíticas de Separación". Ed. Reverté, S.A. 1988.
- [13] .- Bender, G. "Métodos Instrumentales de Análisis en Química Clínica". Ed. Acribia, S.A. 1987.
- [14] .- Valcárcel, M. "Principios de Química Analítica". Ed. Springer-Verlag Ibérica. 1999.
- [15] .- H. Seiler, A. Sigel, H. Sigel Eds. "Handbook on Metals in Clinical and Analytical Chemistry", Marcel Dekker, Inc. 1994.
- [16] .- Cristian, G. D. "Analytical Chemistry" 6th ed. Ed. John Wiley and Sons, Inc. 2004.
- [17] .- Skoog, West, Holler y Crouch. "Fundamentos de Química Analítica". 8ª edición. Editorial Thomson. 2005.
- [18] .- "Standar Methods for Water and Wastewater" 21st ed. American Public Health Association, Washington D.C. 2005.
- [19] .- Skoog, D. "Química Analítica". 3ª ed. México. Ed. McGraw-Hill. 2001.
- [20] .- Burriel Martí, F. (et al) "Química Analítica Cualitativa". 18ª ed. Australia, España. Ediciones Thomson. 2008.
- [21] .- Lodish, H. "Biología Celular y Molecular". 5ª ed. Buenos Aires, Madrid. Editorial Médica Panamericana. 2005.
- [22] .- Nelson, D. L.; Cox, M. M.; Lehninger, A. L. "Principios de Bioquímica" 4ª ed. Barcelona. Editorial Omega. 2006.
- [23] .- Blanco, A. "Química Biológica" 5ª ed. Buenos Aires. Editorial El Ateneo. 2006.

X - Bibliografía Complementaria

- [1] .- Christian, G. D. y O'Reilley, J. E. "Instrumental Analysis". 2º ed. Ed. Allyn and Bacon Inc. USA. 1986.
- [2] .- Donald T. Sawyer; William R. Heneman; Janice M. Beebe. "Chemistry Experiments for Instrumental Methods". John Wiley and Sons, Inc. 1984.
- [3] .- Georg Schwedt. "The Essential Guide to Analytical Chemistry". John Wiley and Sons, Ltd. 1999.
- [4] .- Harvey, D. "Modern Analytical Chemistry" Ed. McGraw-Hill Education. 2000.
- [5] .- H. Berman. "Ion Selective Microelectrode". Vol. 50. N. Y. Plenum Press. 1974.

XI - Resumen de Objetivos

Lograr dominar los principios básicos de la Química Analítica, el tipo de datos obtenidos, la interpretación de los resultados, la descripción y funcionamiento de los distintos instrumentos con la profundidad necesaria, para aplicar con criterio, las distintas técnicas analíticas en muestras de origen biológico.

XII - Resumen del Programa

- Equilibrio químico. Reactivos.
- Técnicas separativas: intercambio iónico, cromatografía, extracción, electroforesis, diálisis y ultracentrifugación.
- Análisis volumétrico y gravimétrico.
- Análisis espectrométrico de absorción y emisión atómica y moleculares.
- Métodos electroquímicos: potenciometría directa y titulaciones potenciométricas. Voltametría: polarografía.
- Cromatografía gaseosa y líquida de alto rendimientos (HPLC)
- Resonancia magnética nuclear.
- Espectrometría de masa
- Métodos radioquímicos de análisis.
- Criterio de evaluación de métodos. Control de calidad del análisis instrumental.
- Inmunoquímica

XIII - Imprevistos

XIV - Otros

--