



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

(Programa del año 2013)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUIMICA ANALITICA INSTRUMENTAL	FARMACIA	4/04	2013	2° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
MARTINEZ, LUIS DANTE	Prof. Responsable	P.Tit. Exc	40 Hs
FERNANDEZ, LILIANA PATRICIA	Prof. Colaborador	P.Asoc Exc	40 Hs
MALLEA, MIGUEL ANGEL	Prof. Colaborador	P.Asoc Exc	40 Hs
SOMBRA, LORENA LUJAN	Responsable de Práctico	JTP Exc	40 Hs
STEGE, PATRICIA WANDA	Auxiliar de Práctico	A.1ra Semi	20 Hs

III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico	Teóricas	Prácticas de Aula	Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc.	Total
5 Hs	Hs	Hs	2 Hs	7 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
08/08/2013	15/11/2013	15	100

IV - Fundamentación

Estudio de las bases teóricas, instrumentación y aplicaciones de diferentes métodos ópticos, técnicas de separación y otros métodos de análisis.

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

Posibilitar al alumno las bases teóricas de las técnicas instrumentales más usuales en los laboratorios de análisis.
Trabajar con técnicas instrumentales y realizar determinaciones cuali y cuantitativas.
Lograr que el alumno sea capaz de elegir entre varias metodologías de análisis propuestas, evaluando parámetros de calidad.
Promover el trabajo en grupo y la presentación de informes escritos del trabajo realizado.
Química Analítica Instrumental contempla el desarrollo de tres grandes temas:
A- Métodos físico-químicos de análisis:
* Absorciometría molecular.
* Absorción Atómica.
* Emisión: a) Molecular: Fluorescencia y Fosforescencia.
b) Atómica: Espectroscopía de llama, plasma.
* Métodos Electroquímicos de Análisis: Potenciometría.
B- Técnicas separativas (Extracción líquido-líquido, cromatografía, intercambio iónico, electroforesis, diálisis, ultracentrifugación)

C- Métodos Misceláneos:

* Métodos radioquímicos.

* Métodos automatizados de análisis.

VI - Contenidos

DESCRIPCION DE LA ASIGNATURA

Química Analítica II contempla el desarrollo de tres grandes temas:

A- Métodos físico-químicos de análisis:

* Absorciometría molecular: UV-Vis. Instrumentación. Aplicaciones

* Absorción Atómica: Instrumentación. Aplicaciones

* Emisión: a) Molecular: Fluorescencia y Fosforescencia. b) Atómica: Espectroscopía de llama, plasma. Instrumentación. Aplicaciones.

* Métodos Electroquímicos de Análisis: Potenciometría. Instrumentación. Aplicaciones. Voltametría. Instrumentación. Aplicaciones.

* Métodos radioquímicos. Generalidades. Instrumentación. Aplicaciones

B- Técnicas separativas (Extracción líquido-líquido, cromatografía, intercambio iónico, electroforesis), fundamentos teóricos y aplicaciones en el campo analítico.

C- Métodos Automatizados de Análisis: Generalidades.

PROGRAMA ANALÍTICO Y/O DE EXÁMEN

Bolilla 1

Los métodos instrumentales. Generalidades. Tipos de métodos instrumentales. 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.

PARTE A: Métodos físico-químicos de análisis

Bolilla 2

Propiedades de la radiación electromagnética. 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 en análisis químico y farmacéutico.

Bolilla 3

Fluorescencia y fosforescencia molecular: teoría. Variables que afectan a la fluorescencia y a la fosforescencia. Medición de fluorescencia. Instrumentos. Fluorómetros y espectrofluorómetros. Aplicaciones analíticas.

Refractometría: Principios generales. Índice de refracción. Instrumentos. Aplicaciones.

Polarimetría: Principios generales. Refracción doble. Compuestos ópticamente activos. Variables que afectan la rotación óptica. Polarímetros. Aplicaciones.

Bolilla 4

Espectrometría de llama y Absorción Atómica: Introducción. Espectros de absorción y de emisión. Instrumentación: Fuentes de radiación, atomizadores con y sin llama, monocromadores, modulación de la señal, detector y sistemas de lectura y registro. Sensibilidad y límite de detección. Interferencias: clasificación y modos de eliminación. Modos de evaluación directo, agregado patrón y patrón interno. Aplicaciones analíticas.

Espectrometría de Emisión Óptica asociada al Plasma acoplado Inductivamente (ICP-AES). Introducción. Principios y mecanismos. Instrumentación. Aplicaciones

Bolilla 5

Química electroanalítica. 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.

Bolilla 6

Conductimetría. Métodos desarrollados en la interfase electrodo solución. Técnicas que se desarrollan en condiciones de equilibrio: Potenciometrías directa, pH, pM. Técnicas que se desarrollan apartadas del equilibrio: Voltamperometrías. Polarografía. Ondas polarográficas. El electrodo gotero de mercurio.

Bolilla 7

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

PARTE B: Técnicas Separativas

Bolilla 8

Importancia de las separaciones en el campo analítico. Generalidades. Extracción líquido-líquido: aspectos termodinámicos y cinéticos. Equilibrios de distribución. Relación de distribución. Extracción de quelatos. Factor de recuperación. Extracción de pares iónicos y de especies poliméricas.

Técnicas de extracción líquido-líquido. Extracción simple, repetitiva, por etapas y por circulación.

Aplicaciones de la extracción líquido-líquido. Extracción de cationes: de compuestos covalentes, quelatos, pares iónicos. Extracción de aniones inorgánicos y de compuestos orgánicos. Aplicaciones analíticas y farmacéuticas.

Bolilla 9

Cromatografía: definiciones y clasificación. Descripción general del proceso cromatográfico. Conceptos. Migración diferencial y ecuación de Van Deemter. Cromatografía Líquida de Alta Performance (HPLC). Instrumentación:

Bomba, Inyectores, Columnas y Detectores. Modalidades de HPLC. Teoría. Mecanismos de retención de cromatografía de adsorción, con fases químicamente ligadas, de intercambio iónico, de exclusión molecular. Cromatografía de gases: generalidades. Cromatografía gas-líquido. Instrumentación. Sistema de muestreo, columnas empaquetadas, capilares y tipos de fases estacionarias. Sistema de detección. Cromatografía en placa fina. Generalidades. Análisis cualitativo y cuantitativo por cromatografía. Aplicaciones de los distintos tipos de cromatografías.

Bolilla 10

Electroforesis: Concepto. Propiedades generales de los electrolitos y de los sistemas

dispersos. Fenómenos de transporte en disoluciones y en medios estabilizantes. Clasificación. Electroforesis libre, posibilidades y limitaciones. Aplicaciones.

Electroforesis Capilar. Principios generales. Instrumentación. Modos de operación. Modos electroforéticos: Electroforesis Capilar de zona, Isoelectroenfoque Capilar,

Electroforesis Capilar de geles, Isotacoforesis. Modos Cromatográficos: Cromatografía Capilar Micelar Electrocinética, Cromatografía Capilar Quiral, Electro cromatografía Capilar. Inmunoespecificidad.

Bolilla 11

Intercambio iónico: Introducción. Generalidades. Resinas cambiadoras. Propiedades generales. Capacidad.

Cambiadores inorgánicos. Equilibrio del intercambio iónico. Coeficiente de selectividad. Cinética del intercambio iónico. Aplicaciones: purificación de disolventes y reactivos. Separación de interferencias. Concentración de vestigios.

PARTE C : Automatización

Bolilla 12

Métodos automatizados de análisis. Generalidades del instrumental automático y de la automatización. Análisis por inyección en flujo. Sistemas automáticos discontinuos. Separaciones continuas no-cromatográficas. Sistema gas-líquido: Difusión gaseosa; Osmosis. Sistema sólido-líquido: Sorción; Intercambio iónico. Sistema líquido-líquido: Diálisis. Aplicaciones.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

0-NORMAS DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO: NORMAS GENERALES

Y NORMAS PARTICULARES. MANEJO DE SOLVENTES, ACIDOS Y BASES FUERTES

1- Absorciometría espectrofotométrica I: Trazado de la curva espectral

2- Absorciometría espectrofotométrica II: Trazado de la curva de calibración. Aplicaciones analíticas.

3- Fluorescencia molecular. Trazado de espectros de excitación y de emisión. Aplicaciones al análisis farmacéutico.

4- Cromatografía líquida de alta performance: Aplicaciones analíticas.

5- Electroforesis capilar: Aplicaciones analíticas.

6- Absorción atómica: Determinación de iones metálicos en muestras de interés farmacéutico.

7- Espectrometría de llama: Determinación de sodio y potasio en solución fisiológica.

8-Potenciometría ácido-base: Métodos volumétricos con detección potenciométrica del punto final. Aplicaciones al análisis de fármacos.

9- Problemas de aplicación de cada una de las temáticas desarrolladas

VIII - Regimen de Aprobación

El programa de la asignatura se desarrolla básicamente con los siguientes métodos de enseñanza: clases teórico/prácticas y trabajos prácticos de laboratorio.

Sistemas y criterios de evaluación

Para obtener la regularidad de la asignatura, además de los parciales, será necesario aprobar el 100% de las prácticas de laboratorio.

Las clases prácticas de laboratorio serán evaluadas mediante un cuestionario escrito y una evaluación continua, en la que se dará especial importancia a los resultados obtenidos, así como a la elaboración de un informe escrito en el cuaderno de laboratorio, incluyendo una breve introducción, resultados y conclusiones. Los gráficos deberán presentarse en papel milimetrado.

Se realizarán tres exámenes parciales con las temáticas desarrolladas en los prácticos de laboratorio y de aula, contando con cuatro instancias de recuperación y una más para los alumnos que hayan presentado certificado de trabajo en tiempo y forma.

La asignatura se apoya sobre una serie de fundamentos previos, conceptos fisicoquímicos y detalles tanto de los elementos constitutivos de los instrumentos como de su funcionamiento que hace imprescindible una actitud muy activa por parte del alumno.

IX - Bibliografía Básica

- [1] D. Skoog y J. Leary, "Análisis instrumental", Mac Graw Hill, 1996.
- [2] G. Bender, "Métodos instrumentales de análisis en química clínica", Ed. Acribia, S.A., 1987.
- [3] H. Willard, L. Merritt, J. Dean y F. Seettle, "Métodos instrumentales de análisis", Ed. Iberoamericana, 1991.
- [4] M. Valcarcel Cases y A. Gomes Hens, "Técnicas analíticas de separación". Reverté, 1988.
- [5] Yu Zolotov, "Extraction of quelates compounds", Ed. Ann Arbor, London, 1970.
- [6] A. Ringbom, "Formación de complejos en química analítica", Ed. Alhambra, 1979.
- [7] M. Valcarcel Cases y M. Silva, "Teoría y práctica de la extracción líquido- líquido", Ed. Alhambra, 1984.
- [8] S. T. Neremberg, "Diagnóstico electroforético", Ed. Panamericana, 1975.
- [9] H. Willard, L. Merritt y J. Dean, "Métodos instrumentales de análisis", Ed. Cecsa, 1981.
- [10] G. Christian y J. O'Reilley, "Instrumental analysis", 2º Ed. Allyn and Bacon Inc., USA, 1986.
- [11] H. Berman, "Ion selective microelectrodes", Vol.50, N. Y., Plenum Press, 1974.
- [12] E. Clifton, R. Meloan y W. Kiser, "Problemas y experimentos en análisis instrumental", Ed. Reverté, 1973.
- [13] G. Ewing, "Instrumental Methods of chemical analysis", McGraw Hill, Inc., 1985.
- [14] David Harvey. "Modern Analytical Chemistry". Ed. McGraw-Hill Higher Education.2005
- [15] Settle, F. Hand Book of Instrumental Techniques For Analytical Chemistry. 2004
- [16] Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Stanley R Principles of instrumental analysis 6ª ed. Thomson
- [17] Brooks-Cole, 2007.
- [18] Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Principio del Análisis Instrumental 6ª ed.CEncage Learning, 2011.

X - Bibliografía Complementaria

- [1] H. Willard, L. Merritt y J. Dean, "Métodos instrumentales de análisis", Ed. Cecsa, 1981.
- [2] G. Christian y J. O'Reilley, "Instrumental analysis", 2º Ed. Allyn and Bacon Inc., USA, 1986.
- [3] H. Berman, "Ion selective microelectrodes", Vol.50, N. Y., Plenum Press, 1974.
- [4] E. Clifton, R. Meloan y W. Kiser, "Problemas y experimentos en análisis instrumental", Ed. Reverté, 1973.
- [5] G. Ewing, "Instrumental Methods of chemical analysis", McGraw Hill, Inc., 1985.
- [6] D. Sawyer, W. Heineman, J. Beebe, "Chemistry Experiments of Instrumental Methods", J. Wiley and Sons, 1984.
- [7] G. Bender, "Métodos instrumentales de análisis en química clínica", Ed. Acribia, S.A., 1987.
- [8] H. Seiler, A. Sigel, H. Sigel Eds., "Handbook on Metals in Clinical and Analytical Chemistry", Marcel Dekker, Inc., 1994.
- [9] R. Kellner, J. M. Mermet, M. Otto, H. M. Widmer Eds., "Analytical Chemistry", Wiley VCH, 1998.
- [10] Publicaciones periódicas de Química Analítica.

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 y adicionalmente en todo lo referente a las técnicas analíticas separativas instrumentales de última generación. Asimismo, se pretende que el alumno adquiera una formación integral en técnicas relacionadas con la electroquímica. El total de las metodologías estudiadas le permitirá realizar análisis farmacéuticos, tanto de principios activos, como así también de metabolitos, impurezas y componentes presentes en concentraciones del orden de los vestigios. El conjunto de los aspectos teóricos y prácticos de este curso es de vital importancia en la formación integral del Farmacéutico actual.

XII - Resumen del Programa

PROGRAMA SINTÉTICO:

- 1)- Los Métodos Instrumentales. Generalidades.
- 2)-Propiedades de la radiación electromagnética. Interacción de la radiación con la materia. Absorciometría. Teoría. Ley de Lambert-Beer. Espectrometría en UV-Visible. Instrumentación. Aplicaciones..
- 3)- Fluorescencia y fosforescencia molecular: teoría. Instrumentos. Fluorómetros y espectrofluorómetros. Aplicaciones. Refractometría. Instrumentos. Aplicaciones. Polarimetría. Principios generales. Polarímetros. Aplicaciones.
- 4)- Espectrometría de Llama, Absorción Atómica, ICP. Instrumentación. Sensibilidad y límite de detección. Interferencias. Aplicaciones en análisis químico.
- 5)- Métodos electroquímicos de análisis: Concepto e importancia. Celdas electroquímicas. Clasificación.
- 6)- Métodos electroquímicos de análisis: Conductimetría. Potenciometría. Voltametría. Concepto. Polarografía. Aplicaciones.
- 7)- Métodos radioquímicos. Generalidades. Equipamiento. Técnicas de evaluación. Aplicaciones.
- 8)- Separaciones Cuantitativas. Generalidades Extracción. Extracción de quelatos. Concepto. Importancia. Aplicaciones.
- 9)- Cromatografía. Generalidades. Distintos tipos. Aplicaciones. Cromatografía gas- líquido. Teoría. Aplicaciones. Cromatografía de Afinidad. Concepto. Aplicaciones.
- 10)- Electroforesis: Conceptos. Clasificación. Aplicaciones. Electroforesis Capilar.
- 11)- Intercambio iónico. Generalidades. Tipos de intercambiadores. Aplicaciones.
- 12)- Métodos Automatizados de Análisis: Generalidades. Análisis por inyección en flujo. Separaciones continuas no-cromatográficas. Aplicaciones

XIII - Imprevistos

Si surgieran, serán resueltos de acuerdo a la normativa vigente en la Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia y/o Universidad Nacional de San Luis.

XIV - Otros