



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

(Programa del año 2017)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUIMICA ANALITICA II	LIC. EN BIOTECNOLOGÍA	10/12 -CD	2017	1° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
GONZALEZ, SILVIA PATRICIA	Prof. Responsable	P.Asoc Exc	40 Hs
FERNANDEZ, LILIANA PATRICIA	Prof. Colaborador	P.Tit. Exc	40 Hs
ALESSO, MAGDALENA	Auxiliar de Laboratorio	A.1ra Semi	20 Hs
BONFIGLIOLI, TRISTAN ADOLFO	Auxiliar de Laboratorio	A.1ra Exc	40 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	3 Hs	8 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
13/03/2017	23/06/2017	15	120

IV - Fundamentación

Este curso de Química Analítica II se basa en los fundamentos de las distintas metodologías instrumentales de análisis utilizadas para la separación, identificación y cuantificación de un analito en una determinada muestra. Se pretende dar una visión amplia de las distintas técnicas estableciendo también las relaciones (similitudes y diferencias) que existen entre ellas. El contenido teórico y práctico es desarrollado con la suficiente profundidad para que el alumno de la Lic en Biotecnología cuente con los conocimientos necesarios para aplicar metodologías analíticas adecuadas en procesos biotecnológicos. Se pretende obtener un tratamiento comprensivo y coherente de los aspectos fundamentales y las aplicaciones prácticas de los métodos instrumentales 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 el criterio adecuado 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.

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

- Conocer los principios básicos, características de funcionamiento y principales aplicaciones del análisis instrumental.
- Conocer e interpretar las propiedades analíticas que definen las características de interés de los métodos instrumentales.
- Conocer y manejar en el laboratorio la instrumentación analítica utilizada.
- Interpretar, explicar y expresar correctamente las experiencias desarrolladas en el laboratorio en base a los conocimientos

teóricos adquiridos y a través de la consulta bibliográfica.

- Saber interpretar la calidad de los resultados.

- Lograr con la experiencia una apertura de criterios para seleccionar la técnica analítica que deberá emplear en ciertos casos.

VI - Contenidos

Bolilla 1

Los métodos instrumentales y su importancia en el análisis químico y biológico. 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 biológico.

Bolilla 3

Fluorescencia y fosforescencia molecular: teoría. Variables que afectan a la fluorescencia y a la fosforescencia. Medición de fluorescencia. Instrumentos. Fluorímetros y espectrofluorímetros. Aplicaciones. 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

Métodos Electroanalíticos. Definición de celda electroquímica. Celdas galvánicas y electrolíticas. Potenciales de celdas. Potencial estándar de electrodo. Ecuación de Nernst. Tipos de electrodos: Electrodos de referencia. Electrodos indicadores. Métodos electroanalíticos. Clasificación: Potenciométricos: Potenciometrías directa. Titulaciones potenciométricas. Conductimetrías. Medidas de conductividad y titulaciones conductimétricas. Voltametrías: Polarografía.

PARTE B: Técnicas Separativas

Bolilla 6

Importancia de las separaciones en el campo analítico. Generalidades. Extracción líquido-líquido: aspectos termodinámicos y cinéticos. Equilibrios de distribución: Volúmenes de las fases y Extracciones sucesivas. Relación de distribución. Influencia del pH en la extracción. Factor de recuperación y selectividad de la extracción. Extracción de quelatos metálicos y pares iónicos. Aplicaciones analíticas y biológicas. Ultracentrifugación Ultracentrifugación analítica y preparativa. Aplicaciones de la ultracentrifugación preparativa para muestras biológicas. Ultracentrifugación diferencial. Obtención de fracciones subcelulares.

Bolilla 7

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 filtración por geles. 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.

Bolilla 8

Electroforesis. Fundamentos teóricos. Modalidades. Electroforesis libre y sobre soporte. Electroforesis sobre soporte. Factores que influyen en la migración electroforética. Factores inherentes a las partículas. Factores inherentes al medio. Instrumentación. Procedimiento para realizar una electroforesis convencional sobre soporte. Aplicaciones. Electroforesis capilar. Fundamento. Características. Instrumentación: Tipo de detectores. Sistema de registro y análisis de señal: electroferograma. Introducción de la muestra. Principios de separación. Flujo Electroosmótico. Flujo electroforético. Separación de analitos. 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. Inmunofinidad. Aplicaciones

Bolilla 9

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 : Misceláneos

Bolilla 10

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.

Bolilla 11

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 líquido-líquido: Diálisis. Aplicaciones.

Bolilla 12

Inmunoanálisis. Introducción. Antígenos y anticuerpos. Diseño del ensayo. Clasificación. Separación de fracciones. Radioinmunoanálisis. Fluoroimmunoanálisis. Enzimoimmunoanálisis. Otras técnicas de inmunoanálisis. Aplicaciones

VII - Plan de Trabajos Prácticos

TRABAJOS PRACTICOS DE LABORATORIO

- 1)-Absorciometría espectrofotométrica I: Trazado de la curva espectral
- 2)-Absorciometría espectrofotométrica II: Trazado de la curva de calibración. Aplicaciones.
- 3)-Fluorescencia molecular. Trazado de espectros de excitación y de emisión. Trazado de la curva de calibración. Aplicaciones.
- 4)-Absorción atómica: Determinación de iones metálicos en muestras de interés.
- 5)-Espectrometría de llama: Determinación de sodio y potasio en muestras biológicas.
- 6)-Potenciometría. Potenciometría directa: medida de pH. Titulación Potenciométrica del punto final. Aplicaciones.
- 7)-Cromatografía líquida de alta performance: Aplicaciones analíticas.
- 8)-Electroforesis. Aplicaciones analíticas.

Prácticos de Aula

Problemas de aplicación de cada una de las temáticas desarrolladas.

NORMAS GENERALES DE HIGIENE Y SEGURIDAD

Usar guardapolvo con puños, entallados y a la altura de la rodilla, de preferencia de algodón.

Usar protección para los ojos tales como lentes de seguridad, guantes apropiados

No se permitirá la entrada al laboratorio con: faldas, pantalones cortos, medias de nylon, zapatos abiertos y cabello largo suelto.

No comer, beber, ni fumar en los lugares de trabajo.

Mantener las mesas siempre limpias y libres de materiales extraños (traer repasador).

Colocar materiales peligrosos alejados de los bordes de las mesas.

Arrojar material roto sólo en recipientes destinados a tal fin.

Limpiar inmediatamente cualquier derrame de producto químico.

Mantener sin obstáculo las zonas de circulación y de acceso a las salidas y equipos de emergencia.

Informar en forma inmediata cualquier incidente al responsable de laboratorio.

Antes de retirarse del laboratorio deben lavarse las manos.

NORMAS PARTICULARES

Para tomar material caliente usar guantes y pinzas de tamaño y material adecuados.

Colocar los residuos, remanentes de muestras, etc. en recipientes especialmente destinados para tal fin.

Rotular los recipientes, aunque sólo se utilicen en forma temporal.

No pipetear con la boca ácidos, álcalis o productos corrosivos o tóxicos

MANEJO DE SOLVENTES, ACIDOS Y BASES FUERTES

Abrir las botellas con cuidado y de ser posible, dentro de una campana.

Los ácidos y bases fuertes deben almacenarse en envases de vidrio perfectamente tapados y rotulados, lejos de los bordes desde donde puedan caer.

No apoyar las pipetas usadas en las mesas.

No exponer los recipientes al calor.

Trabajar siempre con guantes y protección visual.

Para la dilución de ácidos añadir lentamente el ácido al agua contenida en el matraz, agitando constantemente y enfriando si es necesario.

Antes de verter ácido en un envase, asegurarse de que no esté dañado.

Si se manejan grandes cantidades de ácidos tener a mano bicarbonato de sodio.

Si le cae por accidente sobre piel un solvente, ácido o álcali, inmediatamente lávese con abundante agua y busque atención.

VIII - Regimen de Aprobación

La asignatura se desarrolla con clases teóricas, trabajos prácticos de laboratorio y trabajos prácticos de aula.

Sistemas y criterios de evaluación

Regularidad de la Asignatura

Para obtener la regularidad de la asignatura se deberá aprobar el 100% de las prácticas de laboratorio y los parciales.

-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.

- Se realizarán tres exámenes parciales con las temáticas desarrolladas en los prácticos de laboratorio y de aula, contando con dos instancias de recuperación por cada parcial (ORDENANZA CS. 32/14).

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. Por ello la asistencia regular a las clases teóricas como otras actividades es extremadamente importante.

Aprobación de la Asignatura

Por Promoción

Los alumnos en condiciones de promocionar la asignatura deberán:

Asistir a las clases teóricas obligatorias entre el 100-80 %. Deberán aprobar al menos dos de los tres parciales regulares en primera instancia. Deberán aprobar 2 parciales de promoción integradores de teoría teniendo la posibilidad de una recuperación.

Por examen final

Los alumnos regulares serán evaluados mediante un examen final de modalidad oral, logrando la aprobación de la asignatura con una calificación mínima cuantitativa de cuatro (4) puntos (Art.31 Ord 13/03 CS). Esta evaluación permitirá apreciar de manera completa el dominio alcanzado por el alumno sobre la totalidad de los contenidos del curso y las competencias necesarias para su futuro desempeño profesional.

Dadas las características del curso y considerando que la realización de la parte experimental resulta esencial para la formación de los alumnos, se podrá rendir en condición de alumno libre si el alumno realiza y aprueba los trabajos prácticos de laboratorios y problemas que el Profesor Responsable estime conveniente

IX - Bibliografía Básica

- [1] D. Skoog, A. Douglas, F. Holler, F. James, Crouch, Principio del Análisis Instrumental 6ª Ed. Cengage Learning, 2011.
- [2] D. Skoog y J. Leary, "Análisis instrumental", Mac Graw Hill, 1996.
- [3] Skoog, Douglas A. , Holler, F. James, Nieman, Timothy A., Martín Gómez, María del Carmen, Principios de análisis instrumental, 5ª ed. McGraw-Hill , 2003
- [4] Skoog, Douglas A., Soller, F. James, Crouch, Stanley R Principles of instrumental analysis 6ª ed. Thomson Brooks-Cole, 2007.
- [5] Satinder Ahuja, Neil Jespersen, Modern Instrumental Analysis, 47, ed.Elsevier, 2006.
- [6] Guía de estudio de la Asignatura. Versión 2016.

X - Bibliografía Complementaria

- [1] H. Seiler, A. Sigel, H. Sigel Eds., "Handbook on Metals in Clinical and Analytical Chemistry", Marcel Dekker, Inc.,1994.
- [2] R. Kellner, J. M. Mermet, M. Otto, H. M. Widmer Eds., "Analytical Chemistry", Wiley VCH, 1998.
- [3] Publicaciones periódicas de Química Analítica.

XI - Resumen de Objetivos

- Conocer los principios básicos, características de funcionamiento y principales aplicaciones del análisis instrumental.
- Saber interpretar la calidad de los resultados.
- Adquirir criterio para seleccionar la técnica analítica que deberá emplear en cada caso.

XII - Resumen del Programa

- 1)- Los Métodos Instrumentales. Generalidades.
- 2)-Propiedades de la radiación electromagnética. Interacción de la radiación con la materia. Absorciometría. Espectrometría en UV-Visible. Instrumentación. Aplicaciones.
- 3)- Fluorescencia y fosforescencia molecular: teoría. Instrumentos. Fluorímetros y espectrofluorímetros. Aplicaciones. Refractometría. Instrumentos. Aplicaciones. Polarimetría. Principios generales. Polarímetros. Aplicaciones.
- 4)- Espectrometría de Llama, Absorción Atómica, ICP. Instrumentación. Sensibilidad y límite de detección. Interferencias. Aplicaciones.
- 5)- Métodos electroquímicos de análisis: Concepto e importancia. Celdas electroquímicas. Potenciometría. Conductimetría. Voltametría. Instrumentación. .Aplicaciones
- 6)- Separaciones Cuantitativas. Generalidades Extracción. Extracción de quelatos. Concepto. Importancia. Aplicaciones. Ultracentrifugación.
- 7)- Cromatografía. Generalidades. Distintos tipos. Aplicaciones. Cromatografía gas-líquido. Teoría. Aplicaciones. Cromatografía de Afinidad. Concepto. Aplicaciones.

Cromatografía: definiciones y clasificación. Cromatografía Líquida de Alta Performance (HPLC). Instrumentación. Aplicaciones Cromatografía gas-líquido. Instrumentación. Aplicaciones. Cromatografía en placa fina. Generalidades. Análisis cualitativo y cuantitativo por cromatografía. Aplicaciones.

8)- Electroforesis: . Aplicaciones. Electroforesis Capilar. Instrumentación y Aplicaciones.

9)- Intercambio iónico. Generalidades. Tipos de intercambiadores. Aplicaciones.

10)- Métodos radioquímicos. Generalidades. Equipamiento. Técnicas de evaluación. Aplicaciones.

11)- Métodos Automatizados de Análisis: Generalidades. Análisis por inyección en flujo. Separaciones continuas no-cromatográficas. Aplicaciones.

12)- Inmunoanálisis. Radioinmunoanálisis. Fluoroinmunoanálisis. Enzimoimmunoanálisis.

XIII - Imprevistos

En general se pueden desarrollar sin inconvenientes los distintos tópicos contenidos en el programa. Como imprevisto podemos mencionar la rotura de un equipo en particular.

XIV - Otros