



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

(Programa del año 2009)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUÍMICA ANALÍTICA GENERAL E INSTRUMENTAL	ANAL. BIOLOGICO	15/04	2009	2° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
QUINTAR, SILVYA ESTELA	Prof. Responsable	P.Asoc Exc	40 Hs
FERNANDEZ, LILIANA PATRICIA	Prof. Colaborador	P.Asoc Exc	40 Hs
PORTA, LUIS FELIX RAUL	Prof. Colaborador	P.Asoc Exc	40 Hs
ALMEIDA, CESAR AMERICO	Responsable 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
Hs	50 Hs	Hs	50 Hs	7 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
10/08/2009	20/11/2009	15	100

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.

Teniendo en cuenta que los Analistas Biológicos deben usar ambas tecnologías, debiendo, en muchos casos, complementarlas con otras asignaturas de formación profesional, es necesario hacer una buena elección de la tecnología a utilizar en cada caso particular.

Siendo tan amplio el conocimiento a entregar, el programa se encuentra organizado del siguiente modo: el proceso analítico total; los fundamentos químicos de equilibrio en los que se soportan las tecnologías químicas; las técnicas convencionales cuantitativas propiamente dichas; los fundamentos de la separación para luego utilizar las técnicas separativas; las bases y técnicas determinativas espectrométricas moleculares y atómicas; las bases de las técnicas electroquímicas de mayor uso en el análisis biológico; el conocimiento básico de RMN, espectrometría de masa y los métodos radioquímicos de análisis; evaluación y selección de métodos además del control de calidad del análisis instrumental y por último una introducción a la inmunoquímica donde se aplica muchas de las metodologías vistas anteriormente.

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

El objetivo fundamental de este curso pretende formar a los estudiantes en el manejo de las distintas técnicas analíticas con fines biológicos para que esté en condiciones de discriminar el tipo de tecnología analítica que debería usar en distintos casos

que se le planteen, teniendo en cuenta que la experiencia futura es la que le dará una apertura de criterios.

VI - Contenidos

Generalidades de la Química Analítica. Proceso analítico total.

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.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

Intercambio iónico

Cromatografía

Electroforesis

Volumetría ácido base

Volumetría de complejación y presipitación

Análisis espectrométrico de absorción molecular

Análisis de emisión y absorción atómica

Métodos electroquímicos: potenciometría directa y titulaciones potenciométricas.

VIII - Regimen de Aprobación

Regular: aprobación de exámenes parciales.

Promoción: aprobación de exámenes promocionales.

Examen final: alcanzada la condición regular, aprobación de un examen oral.

IX - Bibliografía Básica

[1] Willard, Merritt y Dean. "Métodos Instrumentales de Análisis". Ed. CECSA. 1981.

[2] Willard, Merritt, Dean y Settle Jr. "Instrumental Methods of Analysis". 7ª Ed. Wadsworth Publishing Co /88

[3] D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo". Ed. Iberoamericana. 1992

[4] D. Skoog y D. West, "Análisis Instrumental". Ed. Mc Graw Hill. 1993.

[5] D.Skoog y D. West. "Química Analítica", 4ta ed. Ed. Mc Graw Hill, 1989.

[6] D. Skoog y J.J. Leary. "Análisis Instrumental". Ed. Mc Graw Hill. 1996

[7] Lajunen, L.M.J. "Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission". Royal Society of Chemistry.

[8] Albert L. Lehninger. "Bioquímica. Las bases moleculares de la estructura y función celular". 2da edición. Ediciones Omega, S.A. Barcelona. 1987.

[9] E.D.P. de Robertis y E.M.F. de Robertis. "Biología celular y molecular". 10ma edición. Editorial El Ateneo. 1985.

[10] H.R. Mahler y E.H. Cordes. "Química Biológica". Ed. Omega S.A. Barcelona. 1971.

[11] V. Deulofur, A. Marenzi, A. Stoppano. "Química Biológica". 9na edición. Editorial El Ateneo. 1969.

[12] R.W.Chambers y Payne, A. Smith. "De la célula al tubo de ensayo". Ed. Limusa. 1972.

[13] R.J. Henry, D.C. Cannon y J.W. Winkelman. "Química Clínica. Bases y técnicas". 2da edición. Editorial JIMS. Tomo I. 1980.

[14] Juan Roit, J. Brostoff y D. Male. "Inmunología". 3º edición. Masson – Salvat Medicina. Ediciones Científicas y técnicas, S.A. 1993.

[15] R.A. Margni. "Inmunología e inmunoquímica". 4ta edición. Editorial Panamericana. 1990

[16] "Manual de uso del espectrofotómetro". Metrolab 1600. Versión 1.06 F. Curso de ELISA. Metrolab '92.

- [17] Maureen Malvin. "Electrophoresis. Analytical Chemistry by open learning". Ed. John Wiley and Sons. Great Britain. 1987.
- [18] Burriel Martín, F., Lucena Conde, F., Arribas Jimeno, S., Hernández Mendez, J. "Química Analítica Cualitativa". 14ma ed. Ed. Paraninfo. 1992.
- [19] Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J. "Química Analítica". 6ta ed. Ed. McGraw-Hill. 1995.
- [20] Valcárcel Cases, M., Gómez Hens, A. "Técnicas Analíticas de Separación". Ed. Reverté, S.A. 1988.
- [21] Bender, G. "Métodos Instrumentales de Análisis en Química Clínica". Ed. Acribia, S.A. 1987.
- [22] Valcárcel, M. "Principios de Química Analítica". Ed. Springer-Verlag Ibérica. 1999.
- [23] S. T. Neremberg. "Diagnóstico electroforético". Ed. Panamericana, 1975
- [24] H. Seiler, A. Sigel, H. Sigel Eds. "Handbook on Metals in Clinical and Analytical Chemistry", Marcel Dekker, Inc, 1994.

X - Bibliografía Complementaria

- [1] Christian, G.D. y O'Reilley, J.E. "Instrumental Analysis". 2º ed. Ed. Allyn and Bacon Inc. USA. 1986
- [2] Donal T. Sawyer; William R. Heneman; Janice M. Beebe. "Chemistry experiments for Instrumental Methods". John Wiley and Sons, Inc.
- [3] Georg Schwedt. "The essential Guide to Analytical Chemistry". John Wiley and Sons, Ltd. 1999.
- [4] Yu Molotov. "Extraction of chelate compounds". Ed. An Arbor, London, 1970
- [5] H. Berman. "Ion selective microelectrode". Vol. 50. N. Y. Plenum Press, 1974

XI - Resumen de Objetivos

XII - Resumen del Programa

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 ion 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 del análisis gravimétrico. 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. pH $\frac{1}{2}$ y pH 1/2,1

Bolilla 5

Cromatografía. Fundamentos. Cromatografía de adsorción. Cromatografía de intercambio iónico. Cromatografía de partición en columna. Cromatografía de partición sobre papel: consideraciones generales y metodología. Definición de Rf. 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. Factores inherentes al medio. Flujo electroosmótico. 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. Determinación de los pesos moleculares. Métodos de 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 en el análisis volumétrico. 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. Turbidimetría y nefelometría. Teoría. Efecto de la concentración sobre la dispersión. Efecto del tamaño de las partículas en la dispersión. Instrumentos. Aplicaciones. Fuentes de error.

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. 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.

Bolilla 19

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. Inmunoelectroforesis: electroinmunoensayo y rocket electroforesis. Inmunofluorescencia. Enzimoimmunoanálisis. Radioinmunoanálisis.

XIII - Imprevistos

--

XIV - Otros

--