



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

(Programa del año 2011)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUIMICA ANALITICA II	PROF.EN QUIMICA	6/04	2011	1° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
FERNANDEZ, LILIANA PATRICIA	Prof. Responsable	P.Asoc Exc	40 Hs
MALLEA, MIGUEL ANGEL	Prof. Colaborador	P.Asoc Exc	40 Hs
GONZALEZ, SILVIA PATRICIA	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
5 Hs	0 Hs	0 Hs	2 Hs	7 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
16/03/2011	24/03/2011	15	110

IV - Fundamentación

El análisis instrumental ha de resolver las siguientes problemáticas: la detección y cuantificación de compuestos, su aislamiento y purificación. El empleo de isótopos radiactivos y el uso de técnicas espectroscópicas son de obligada consideración para la detección y cuantificación de analitos de naturaleza diversa. En cuanto a las técnicas encaminadas al aislamiento de analitos, la electroforesis y la cromatografía, resultan de vital importancia.

En esta asignatura cada técnica instrumental se expone siguiendo un doble criterio: (1) estudio del fundamento físico-químico de la técnica y (2) análisis razonado de diversas aplicaciones. Se pretende establecer una íntima relación entre los contenidos teóricos de la disciplina, las demostraciones prácticas y el problema experimental que se plantea en la parte práctica del curso. Eso se logra a través de:

- Clases teóricas con presentaciones en diapositivas.
- Resolución de problemas relacionados con los contenidos teórico/prácticos de la asignatura.
- Realización de trabajos prácticos de laboratorio.

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

La aprobación de la asignatura supone por parte del alumno:

- 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.
- Saber interpretar la calidad de los resultados.
- Conocer y manejar en el laboratorio una representación de 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.

- Definir y clasificar los errores analíticos y saber explicar cómo se detectan y corrigen, así como los efectos que producen.

VI - Contenidos

Bolilla 1

Los métodos instrumentales y su importancia en el análisis clínico. 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.

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

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.

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.

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: 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. 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 en química clínica.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

0)- Normas de seguridad

NORMAS GENERALES

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 cuando el Jefe de TPL así lo indique.

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.

Trabajar con ropa bien entallada y abotonada.

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

Colocar materiales peligrosos alejados de los bordes de las mesadas.

Arrojar material roto sólo en recipientes destinados a tal fin.

Limpiar inmediatamente cualquier derrame de producto químico.

Mantener sin obstáculos 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 un solvente, ácido o álcali sobre piel, inmediatamente lávese con abundante agua y busque atención.

1)- Absorciometría espectrofotométrica I: Trazado de la curva espectral (Duración: 2 horas).

2)- Absorciometría espectrofotométrica II: Trazado de la curva de calibración. Aplicaciones analíticas (Duración: 2 horas).

3)- Fluorescencia molecular. Trazado de espectros de excitación y de emisión. Aplicaciones analíticas. (Duración: 2 horas).

4)- Cromatografía líquida de alta performance: Aplicaciones analíticas (Duración: 2 horas).

5)- Electroforesis capilar: Aplicaciones analíticas (Duración: 2 horas) (Duración: 2 horas).

6)- Absorción atómica: Determinación de iones metálicos en muestras de interés (Duración: 2 horas).

- 7)- Espectrometría de llama: Determinación de sodio y potasio en suero humano (Duración: 2 horas).
- 8)-Potenciometría ácido-base: Métodos volumétricos con detección potenciométrica del punto final. Aplicaciones (Duración: 2 horas).
- 9)- Problemas de aplicación de cada una de las temáticas desarrolladas.

Laboratorios optativos: Los alumnos interesados podrán realizar trabajos de laboratorio no contemplados en este listado.

VIII - Regimen de Aprobación

El programa de la asignatura se desarrolla básicamente con los siguientes métodos de enseñanza: clases teóricas, trabajos prácticos de laboratorio y trabajos prácticos de aula.

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. Por ello la asistencia regular a las clases teóricas como otras actividades es extremadamente importante. La asistencia a las clases teóricas será obligatoria entre el 100-80 % para los alumnos en condiciones de promocionar. Estos alumnos deberán aprobar al menos dos de los tres parciales de regulares de primera instancia así como uno de los dos parciales integradores de teoría.

IX - Bibliografía Básica

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

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.
- Conocer e interpretar las propiedades analíticas que definen las características de interés de los métodos instrumentales.
- Saber interpretar la calidad de los resultados.

XII - Resumen del Programa

- 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. 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. Clasificación. Conductimetría. Potenciometría.

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.

8)- Electroforesis: Conceptos. Clasificación. Aplicaciones. Electroforesis Capilar.

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.

XIII - Imprevistos

No se preveen.

XIV - Otros