Ministerio de Cultura y Educación **(Programa del año 2012)**
Universidad Nacional de San Luis
Facultad de Química Bioquímica y Farmacia
Departamento: Quimica
Area: Qca Analitica

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
TECNICAS INSTRUMENTALES II	ANAL. QUIMICO	7/04	2012	2° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
MALLEA, MIGUEL ANGEL	Prof. Responsable	P.Asoc Exc	40 Hs
BORKOWSKI, EDUARDO JORGE	Prof. Co-Responsable	P.Asoc Exc	40 Hs
GONZALEZ, SILVIA PATRICIA	Responsable de Práctico	JTP Exc	40 Hs
OLIVA GONZALEZ, MARIA SOLEDAD	Auxiliar de Práctico	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**
Hs	4 Hs	2 Hs	4 Hs	10 Hs

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

Duración			
Desde	**Hasta**	**Cantidad de Semanas**	**Cantidad de Horas**
06/08/2012	16/11/2012	15	150

IV - Fundamentación

El curso contribuye a la formación de los alumnos en las técnicas instrumentales de análisis. Estas técnicas, sumadas a las técnicas analíticas clásicas, son las herramientas que permitirán al futuro profesional los análisis de distintos elementos en diversas muestras. El curso se divide en dos secciones:

Parte I
Los métodos electroanalíticos comprenden un grupo de métodos analíticos basados en las propiedades eléctricas de una disolución del analito cuando forma parte de una celda electroquímica. Los métodos electroanalíticos tienen ciertas ventajas sobre otros tipos de métodos instrumentales de análisis. En primer lugar, las medidas electroanalíticas son a menudos específicas para un estado de oxidación particular de un elemento(especiación), la segunda ventaja importante es que la instrumentación requerida para su aplicación es relativamente de bajo costo y una tercera característica importante de estos métodos es la miniaturización que permiten trabajar con volúmenes de solución muy pequeños y la fabricación de una amplia gama de sensores electroquímicos.

Parte II
La identificación de compuestos orgánicos desconocidos a través de métodos físicos ha evolucionado notablemente en las últimas décadas y ha transformado su conocimiento en una herramienta indispensable en la formación de profesionales dedicados al análisis químico y carreras afines. Los métodos espectroscópicos más habituales en la identificación de compuestos orgánicos, que incluso encuentran aplicación en otras ramas del conocimiento (como la medicina, por ejemplo)

se actualizan día a día y el conocimiento de sus fundamentos resulta indispensable para que los profesionales puedan utilizar dichos avances, en conjunto con los conocimientos químicos fundamentales, para desarrollar su tarea en los distintos campos ocupacionales.

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

En el presente curso se pretende dar un conocimiento específico sobre las técnicas electroanalíticas y espectrometricas con su aplicación a distinto tipo de análisis.
En primer lugar se introduce al alumno en los conceptos elementales de electroquímica que permiten comprender el desarrollo de las distintas técnicas utilizadas para medidas directas de concentración, y de aquellas utilizadas como indicadoras del punto final en distinto tipo de volumetrías.
Tambien se pretende que el alumno Adquiera las habilidades necesarias para poder realizar la interpretación, orientada a la dilucidación estructural de compuestos orgánicos, de registros espectrales de Ultravioleta, Infra-Rojo, H-NMR, 13C-NMR, y Espectrometría de Masas.

VI - Contenidos

PARTE I

Tema 1:

Estudio de los conceptos básicos y fundamentales. Definición de celda electroquímica. Celdas galvánicas y electrolíticas. Representación esquemática de la celda. Potenciales de celdas. Su vinculación con la concentración de las especies electroactivas. La ecuación de Nernst. El potencial de electrodo. Potencial estándar de electrodo. Medidas de potenciales de electrodos. Potencial de junta líquida. Tipos de electrodos. Electrodos de referencia. Electrodos indicadores: Electrodos metálicos de primera, segunda y tercera especie. Electrodos redox. Electrodos de membrana.

Tema 2:

Corrientes en las celdas electroquímicas. Corrientes faradaicas y no faradaicas. Transporte de masa en las celdas electroquímicas. Curvas corriente-potencial. Polarización por concentración.
Métodos electroanalíticos de análisis. Clasificación: Métodos desarrollados en el seno de la solución: conductimetrías. Medidas de conductividad y titulaciones conductimetricas.

Tema 3

Métodos desarrollados en la interfase electrodo-solución:
Métodos Potenciométricos: Potenciometrias directas. pH, p-ión. Titulaciones potenciométricas.
Métodos coulombimétricos y electrogravimétricos. Coulombimetrías a corriente constante y a potencial constante. Titulaciones coulombimetricas. Ventajas.

Tema 4

Amperometrias (Voltametrías): Otros electrodos indicadores: gotero de mercurio. Polarografia
Titulaciones amperométricas

PARTE II

TEMA 1: ESPECTROSCOPÍA de ULTRAVIOLETA y VISIBLE: Generalidades. Transiciones electrónicas. Leyes de Lambert y Beer. Aplicaciones a compuestos orgánicos.
TEMA 2 : ESPECTROSCOPÍA DE INFRARROJO. Generalidades. Modos normales de vibración. El espectro rotacional - vibracional. Absorción y momento dipolar. Frecuencias de grupo.
TEMA 3: ESPECTROSCOPÍA DE INFRARROJO. Aplicaciones generales en compuestos orgánicos. Generalizaciones. Influencias de efectos inductivos y mesomeros.
TEMA 4: ESPECTROSCOPÍA DE INFRARROJO. Análisis espectral de IR. Problemas de aplicación.
TEMA 5: ESPECTROMETRÍA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE HIDROGENO-1. El fenómeno de RMN. Corrimiento químico. Aplicaciones en compuestos orgánicos.
TEMA 6: ESPECTROSCOPÍA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE HIDROGENO-1. Interacciones espín - espín. Aplicaciones en compuestos orgánicos. Obtención de los valores de corrimientos y constantes de acoplamiento.
TEMA 7: ESPECTROSCOPÍA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE HIDROGENO-1. Manejo de tablas y bibliografía de RMN. Problemas combinados con información química.
TEMA 9: ESPECTROSCOPÍA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE CARBONO -13. Generalidades. Desacoplamientos parciales y totales. Desacoplamiento. Aplicaciones

TEMA 10 : ESPECTROSCOPÍA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE CARBONO -13. Aplicaciones sobre compuestos orgánicos. Manejo de tablas. Problemas combinados con otras técnicas espectrométricas.
TEMA 11: ESPECTROSCOPÍA DE MASAS. Fundamentos y ecuaciones básicas . Generalidades
TEMA 12: ESPECTROSCOPÍA DE MASAS. Iones moleculares, fragmentos isotópicos. Abundancias. Análisis de trazas.
TEMA 13: ESPECTROSCOPÍA DE MASAS. Técnicas de determinación y su composición por estudios isotópicos de alta resolución. Uso combinado de información en EM, RMN, e IR en el análisis de muestras orgánicas.
TEMA 14 : ESPECTROSCOPÍA DE MASAS. Fragmentaciones y reordenamientos en EM de compuestos orgánicos. Generalidades

VII - Plan de Trabajos Prácticos

PARTE I
TPL1: Clase de Problemas.(4hs.)
TPL1: Pilas y Electrodos. Celda de Daniel. Pilas de aireación diferencial.(4hs.)
TPL2: Potenciometría I: Titulaciones Potenciométricas Manuales.(4hs.)
TPL3: Potenciometría II: Potenciometría Directa, Medidas de pH, p-ión (pF). Potencial Redox. Titulaciones Potenciométricas Automáticas.(4hs.)
TPL4: Conductimetría. Titulaciones Conductimétricas.(4hs.)

PARTE II
TRABAJOS DE AULA: Resolución de aproximadamente 50 problemas de dilucidación estructural, empleando información de UV, IR, RMN-H-1, RMN-C-13, EM e información química. (4 hs semanales)

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.
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 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

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 dos exámenes parciales (Parte I y Parte II) con las temáticas desarrolladas en los prácticos de laboratorio y de aula, contando con dos instancias de recuperación para cada parcial y una más para los alumnos que hayan presentado certificado de trabajo en tiempo y forma. Para la aprobación de los examenes parciales el alumno deberá tener una calificación de 7 (siete) puntos en una escala de 1 (uno) a 10 (diez)

La asistencia a las clases teóricas será obligatoria entre el 100-80 % para los alumnos en condiciones de promocionar.Se tomaran dos evaluciones de Promoción integradoras de teoría (Parte I y Parte II),el alumno deberá aprobar uno de los dos parciales integradores de teoría en primera instancia.Para estas últimas evaluaciones, la nota de aprobación no podrá ser inferior a 7 (siete).

IX - Bibliografía Básica

[1] David Harvey. “Modern Analytical Chemistry”. Ed. McGraw-Hill Higher Education.2005
[2] Ewing, G.W. (Ed.), “Analytical Handbook Instrumentation”, Marcel Dekker, New York, 1997.
[3] Kellner, R., Mermett, M., Otto, M., Widmer, H.M. (Eds.), “Analytical Chemistry”, Wiley-VCH, Weinheim, 1998.
[4] Koryta, Jiry, Ions, electrodes and membranes, John Wiley and Sons, 1991
[5] Pingarrón J.M. y Sánchez Vatanero P. “Química electroanalítica”. Fundamentos y aplicaciones” Editorial Síntesis, Madrid, 1999.
[6] Sanchez Botanero, P, Química Electroanalítica,.Fundamentos y Aplicaciones, De. Alhambra, 1984.
[7] Settle, F. Hand Book of Instrumental Techniques For Analytical Chemistry. 2004
[8] Skoog D.A. y Leary J.J.. “Análisis instrumental” McGraw-Hill, Madrid, 1996.
[9] Skoog, Douglas A. , Holler, F. James, Nieman, Timothy A., Martín Gómez, María del Carmen, Principios de análisis instrumental, 5ª ed. McGraw-Hill , 2003
[10] Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Stanley R Principles of instrumental analysis 6ª ed. Thomson Brooks-Cole, 2007.
[11] Skoog, Douglas A., Holler, F. James, Crouch, Principio del Análisis Instrumental 6ª ed.CEncage Learning, 2011.
[12] Stockwell, P.B. y Corns, W.T., “Automatic Chemical Analysis”, Taylor & Francis, London, 1996.
[13] Valcárcel M. y Luque de Castro, M.D., “Automatic Methods of Analysis in Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry”. Elsevier, Amsterdam, 1988.
[14] Vassos B.H. y Ewing G.W. “Electroquímica analítica” Limusa, México D.F. 1987.
[15] Willard H.H., Merritt L.L., Dean J.A. y Settle F.A.. “Métodos instrumentales de análisis” Grupo Editorial Iberoaericana, Belmont, CA, (USA), 1991.
[16] HESSE, MEIER & ZEEH, Métodos espectroscópicos en Química Orgánica; Ed. Sintesis; 1995
[17] PASTO-JOHNSON; Organic Structure Determination; Prentice Hall.-
[18] DYER; Aplications of Absorption Spectroscopy of Organic Compounds; Prentice Hall.-
[19] SILVERSTEIN-BASSLER; Spectrometric Identification of Organic Compounds; J.Wiley, 1994.-
[20] SEIBL J.; Espectrometría de Masas; Ed. Alhambra, 1973.-
[21] WILLIAMS-FLEMING; Métodos Espectroscópicos en Química Orgánica; Urmo, 1968.-
[22] GOTTLIEB; Introducción a la Espectrometría de Masas de Substancias Orgánicas; Monografía de OEA.-

[23] LEVY C. and NELSON G. L.; Resonancia Magnética Nuclear de C-13 para Químicos Orgánicos; E.Bellaterra,1976.-

X - Bibliografia Complementaria

[1] Bard, A.; Faulkner, L Electrochemical Methods. Fundamentals and Aplication. 2da Edition. Jhon Wiley and Sons. 1998
[2] Bard, A.; Parso, R. and Jordan, J. " Standard Potential in Aqueous Solutions". Ed Marcel Dekker, Inc. New York, 1985.
[3] Browning, D.R. "Electrometric methods" McGraw-Hill, London (UK) 1969.
[4] Costa, J. "Fundamentos de Electródica". Ed. Alhambra. 1981
[5] Christian, G.D., "Analytical Chemistry", 5ª ed., Wiley, New York, 1994.
[6] COLTHUP, Daly and Wiberley; Introduction to Infrared and Raman Spectroscopy; Acad.Press.-
[7] Mc LAFFERTY; Interpretación de los Espectros de Masas; Ed. Reverté, 1969.-
[8] NAKANISHI; Infrared Absorption Spectroscopy; Holden Day.-
[9] RAO; Chemical Aplications Infrared Spectroscopy; Acad.Press.-
[10] SCHEINMAN; An Introduction to Spectroscopy Methods; V.1 y V.2; Acad.Press, 1970.-
[11] JACKMAN-STERNELL; Aplications of NMR in Organic Chemistry; Acad.Press, 1969.-
[12] ALLINGER; Topics in Stereochemistry; Interscience, 1966.-
[13] ALLINGER; Química Organica ; Reverté, 1971.-
[14] MORRISON; Organic Chemistry; Allyn and Bacon, 1971.-
[15] DEROME, A.E.; Modern NMR Techniques for Chemistry Research

XI - Resumen de Objetivos

Parte I
Adquirir conocimientos teóricos prácticos en técnicas electroanaliticas y de distintos tipos de elctrodos para la determinación de sustancias de interés farmacológico, ambiental, biológico e industrial.

Parte II
Adquirir las habilidades necesarias para poder realizar la interpretación, orientada a la dilucidación estructural de compuestos orgánicos, de registros espectrales de Ultravioleta, Infra-Rojo, H-NMR, 13C-NMR, y Espectrometría de Masas.

XII - Resumen del Programa

- CELDA ELECTROQUÍMICA.
- SENSORES ELECTROQUÍMICOS.
- POTENCIOMETRÍA: DIRECTA Y TITULACIONES POTENCIOMÉTRICAS.
- CONDUCTIMETRIA Y TITULACIONES CONDUCTIMETRICAS.
- VOLTAMETRÍA: POLAROGRAFÍA. AMPEROMETRÍA
- MÉTODOS COULOMBIMÉTRICOS Y ELECTROGRAVIMÉTRICOS. TITULACIONES COULOMBIMETRICAS.
- ESPECTROSCOPÍA de ULTRAVIOLETA y VISIBLE
- ESPECTROSCOPÍA DE INFRARROJO.
- ESPECTROSCOPÍA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE HIDROGENO-1.
- ESPECTROSCOPÍA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR DE CARBONO -13.
-ESPECTROSCOPÍA DE MASAS.

XIII - Imprevistos

No se preveen

XIV - Otros