Ministerio de Cultura y Educación **(Programa del año 2014)**
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 SEPARATIVAS	ANAL. QUIMICO	7/04	2014	1° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
LUCO LLERENA, JUAN MARIA	Prof. Responsable	P.Asoc Exc	40 Hs
FONTAN, CARLOS ALBERTO	Prof. Colaborador	P.Tit. Exc	40 Hs
ALMEIDA, CESAR AMERICO	Responsable de Práctico	JTP Semi	20 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	3 Hs	8 Hs

Tipificación	Periodo
B - Teoria con prácticas de aula y laboratorio	1º Cuatrimestre

Duración			
Desde	**Hasta**	**Cantidad de Semanas**	**Cantidad de Horas**
17/03/2014	20/06/2014	15	120

IV - Fundamentación

El Curso Técnicas Separativas se dicta en el tercer año de la carrera y se ubica entre cursos básicos y avanzados de Química Analítica. Sus contenidos complementan, por una parte, al conjunto de procesos encaminados a la determinación cualitativa, cuantitativa y estructural de la materia vistos en otros cursos de Química Analítica. Por otra parte, considerando el enorme avance de la tecnología de los instrumentos disponibles para realizar separaciones continuas-especialmente las cromatográficas y las electroforéticas- sirven para introducir el concepto de la integración de los procesos separativos con el determinativo en una sola etapa

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

El objetivo del Curso es introducir al alumno tanto en la importancia como en la problemática de las separaciones y en la preconcentración de compuestos químicos, con propósitos analíticos. Se orienta hacia el estudio de los fundamentos de las técnicas las separativas discontinuas (o no cromatográficas) y de las continuas (o cromatográficas).El alumno conocerá los fundamentos y la finalidad de los principales métodos de extracción líquido-líquido y de los métodos cromatográficos y electroforéticos, así como la implementación, en equipos reales, de los esquemas generales de instrumentación básica y avanzada,y las aplicaciones de las distintas técnicas separativas.

VI - Contenidos

Bolilla 1.-
Separaciones cuantitativas.Definición de Separación de Compuestos Químicos. Generalidades. Importancia y necesidad de

las separaciones en Química Analítica. Propósitos de las separaciones. Separaciones continuas y discontinuas. Técnicas analíticas de separación: clasificación según criterios estáticos, de acuerdo con con la naturaleza de las fases. Relaciones generales que afectan los procesos de separación con fundamentos termodinámicos y cinéticos: relación de distribución y factor de retraso (Rf). Rendimiento o eficacia del proceso de separación. Errores genéricos originados por los procesos separativos. Separación y preconcentración.

Bolilla 2.-
Extracción líquido-líquido: concepto. Generalidades. Aspectos termodinámicos. Equilibrio de distribución. Constante de reparto. Constante de distribución. Relación de distribución. Factor de recuperación, de separación y de enriquecimiento. Sinergismo. Antisinergismo. Cinética de la extracción líquido-líquido.Extracción mediante un contacto y multicontacto Extracción por circulación. Extracción en contracorriente y pseudo-contracorriente: método de Craig. Aplicaciones de la extracción líquido-líquido.

Bolilla 3.-
Extracción de quelatos metálicos: concepto. Generalidades. La extracción de quelatos metálicos como una reacción química. Relación de distribución. Factores que afectan la extracción de quelatos: pH, concentración de reactivo quelante. pH1/2 concepto y utilidad. Extracción de especies ionizables. Extracción de pares iónicos. Pseudoseparaciones. Preconcentración por coprecipitación. Aplicaciones analíticas.

Bolilla 4.-
Cromatografía.Definición.Panorama general de los distintos tipos de cromatografía. Clasificación (de acuerdo con el criterio de la I.U.P.A.C.). Cromatografía plana. Principios teóricos: concepto de Rf y de Rx. Cromatografía en papel. Distintos tipos de papel para cromatografía. Siembra. Procedimientos de desarrollo: ascendente, descendente y horizontal. Revelado y sistemas de detección. Cromatografía en capa fina. Generalidades. Ventajas de la CCP frente a la CP. Materiales: placas y fases estacionarias. Cromatografía en capa fina de alta resolución.

Bolilla 5.-
Cromatografía en columna. Consideraciones generales. Cromatograma. Forma del pico cromatográfico. Constante de distribución. Factor de selectividad y de capacidad. Eficacia de la columna cromatográfica. Evaluación experimental de la altura y del número de platos teóricos. Ensanchamiento intracolumnar de la banda cromatográfica: teoría cinética de la cromatografía. Ecuación de Van Deemter. Resolución de la columna cromatográfica. Aplicaciones: análisis cualitativo y cuantitativo. Distintas formas de obtener información cuantitativa.

Bolilla 6-
Cromatografía en columna de fase líquida: clásica y de alto rendimiento (CLAR o HPLC). Instrumentación para la cromatografía líquida de alto rendimiento. Sistemas de impulsión de solventes.Elución isocrática y con gradiente de solventes. El problema de la inyección de la muestra. Columnas para la CLAR. Rellenos para la cromatografía de reparto: de película líquida adsorbida y unidas químicamente. Cromatografía de fase directa e inversa. Detectores: de absorbancia; de fluorescencia; de índice de refracción; de dispersión óptica. Detectores electroquímicos. La CLAR acoplada a la espectrometría de masas.

Bolilla 7.-
Cromatografía de fase gaseosa. Instrumentos para la cromatografía de gases. Inyección de la muestra. Columnas cromatográficas: rellenas y capilares. Requisitos de la fase estacionaria. Fases estacionarias de uso frecuente. Detectores. Características del detector ideal. Detector de ionización por llama, de conductividad térmica; de captura de electrones; de emisión atómica. Acoplamiento de la cromatografía a la espectroscopía infrarroja y de masas.

Bolilla 8.-
Separaciones por intercambio iónico. Intercambiadores de iones: conceptos generales. Distintos tipos de sustancias intercambiadoras de iones: inorgánicas, orgánicas, aniónicas, catiónicas. Equilibrio del intercambio de iones: coeficiente de selectividad. Cromatografía de intercambio iónico.Generalidades. Cromatografía iónica. Equilibrios del I.I.. Tipos de rellenos de columnas. C.I. con columnas supresoras y con una sola columna. Aplicaciones

Bolilla 9.-
Electroforesis. Concepto. Propiedades generales de los electrolitos. Extensión de las leyes generales a los sistemas

dispersos.Electroforesis en medios líquidos. Electroforesis sobre soportes. Técnicas. Ventajas y limitaciones. Condiciones experimentales. Electroforesis con evaporación controlada o no. Otros tipos de electroforesis. Evaluación de los resultados. Aplicaciones en el campo orgánico e inorgánico. Electroforesis capilar. Concepto. Instrumentación. Aplicaciones.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

1.- Preparación de soluciones (soluciones amortiguadoras de pH)para ser utilizadas en los prácticos posteriores .Entrenamiento en el uso correcto de material de laboratorio (balanzas, pH-metro, material de vidrio, etc.)
2.- Preconcentración: extracción de hierro como oxinato y retroextracción con solución acuosa ácida.Determinación cuantitativa del hierro preconcentrado por comparación visual de colores.
3.- Extracción de quelatos metálicos.Determinación del pH óptimo para la extracción: construcción experimental de la curva de extracción en función del pH de los oxinatos de hierro(III) y de cobalto(II)
4.- Extracción de quelatos metálicos. Separación y determinación espectrométrica de Fe(III) y Co(II) como oxinatos.
5.- Separación e identificación de Cu, Co y Ni por cromatografía sobre papel.
6.- Separación de metil- etil- y propilparabeno por cromatografía líquida de alto rendimiento.
7.- Determinación de proteínas séricas por electroforesis sobre soporte de acetato de celulosa

VIII - Regimen de Aprobación

CONCURRENCIA A TRABAJOS PRACTICOS DE LABORATORIO:
El alumno que no concurriere perderá el derecho a la realización de la práctica, en ese o en cualquier otro turno, pudiendo recuperarla en la fecha que oportunamente se fijare, siempre que cumpla los requisitos que se fijan más adelante.
Será requisito indispensable que todo alumno concurra al laboratorio munido de la correspondiente Guía de Trabajos Prácticos o un esquema sintético de la misma, cuaderno de notas, guardapolvo, guantes de látex descartables, antiparras de material plástico para la protección de los ojos y repasador.
APROBACION DE LOS TRABAJOS PRACTICOS DE LABORATORIO:
1.- El alumno deberá demostrar un pleno conocimiento de la parte teórica referente a la práctica o experiencia, al ser interrogado en forma oral y/o escrita, antes, durante o a la finalización del Trabajo Práctico.
2.-El alumno deberá tener una habilidad manual acorde con el tipo de experiencia que realice.
3.- Registrará en un \"cuaderno de laboratorio\" en forma ordenada los resultados obtenidos y las operaciones numéricas que cada cálculo le demande
5.- El alumno deberá obtener en sus determinaciones resultados aceptablemente coincidentes con los reales. El error aceptado dependerá del tipo y técnica de análisis utilizada y será fijado por el Curso en cada caso.
5.- A la finalización de cada práctica deberá entregar el material en perfectas condiciones de orden y limpieza. Para la aprobación de cada trabajo práctico, el alumno deberá dar cumplimiento a los cinco requisitos precitados.

NORMAS GENERALES DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO
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 ESPECÍFICAS
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.

TRABAJOS PRACTICOS DE PROBLEMAS:
El Curso proporcionará a los alumnos con la debida anticipación, los enunciados de los problemas que deberán resolver. Además, fijará horarios de consultas para la verificación de los resultados numéricos alcanzados por los alumnos, discusión del método empleado para su resolución, y, eventualmente para la explicación de problemas tipos.

REGULARIZACIÓN DEL CURSO.
TRABAJOS PRACTICOS: De acuerdo a las reglamentaciones vigentes (Ord. CS-13/030 el alumno deberá aprobar en primera instancia el setenta y cinco (75 %) (o su fracción entera menor) del Plan de Trabajos Prácticos del Curso. Deberá completar la aprobación del noventa por ciento (90%) (o su fracción entera menor) en la primera recuperación. En la segunda recuperación deberá totalizar la aprobación del cien por ciento del Plan de Trabajos Prácticos.
PARCIALES: El alumno deberá aprobar el 100% de las evaluaciones parciales implementadas,si las ubiere.Tendrá derecho a una recuperación por parcial y podrá recuperar en segunda instancia solamente 1 (uno) parcial adeudado.
APROBACION POR EL REGIMEN DE PROMOCIÓN SIN EXAMEN.
El alumno deberá cumplir con las exigencias de correlatividad que establece el Plan de Estudios de la carrera de Analista Químico.Para mantener la condición de PROMOCIONAL el alumno deberá cumplir como mínimo con una asistencia del ochenta por ciento (80%) a las actividades teóricas y a los Trabajos Prácticos programados en el Curso, y deberá tener aprobado el cien por ciento (100%) de los Trabajos Prácticos. El alumno tendrá la posibilidad de aprobar el cien por ciento (100%) de los Trabajos Prácticos programados recuperando no más del veinte por ciento (20%) de los que adeude.
El alumno rendirá 3 (tres) examinaciones parciales que versarán sobre el contenido temático teórico-práctico desarrollado en el curso.El alumno tendrá derecho a recuperar un número no mayor del veinte por ciento (20%) del total de los exámenes parciales, o su fracción entera menor.La nota de aprobación de cada evaluación parcial no será menor que siete (7).
En el caso de no satisfacer alguna de las exigencias de promocionalidad, el alumno automáticamente pasará al Régimen de Alumnos Regulares.
EXAMEN DE ALUMNOS QUE HAYAN PERDIDO SU CONDICION DE REGULARES Y ESTEN AUTORIZADOS A RENDIR:
Los alumnos serán sometidos a tres tipos de pruebas de conocimientos, todas de carácter eliminatorio.
1.- La primera prueba consistirá en la resolución de problemas numéricos, problemas conceptuales y cuestionario sobre temas teóricos alusivos. Esta prueba no tendrá calificación numérica computable a los fines de la nota final; será de carácter eliminatorio, y para su aprobación se requerirá dar satisfacción al 75% de las exigencias solicitadas.
2.- La segunda parte será de índole práctica y consistirá en la realización de un Trabajo Práctico de los efectuados en el curso inmediato anterior al momento de la prueba.Para su aprobación deberá demostrarse una aceptable habilidad operativa junto a una clara y racional presentación de los valores determinados, y una coincidencia aceptable entre los últimos y los verdaderos.
Al igual que la anterior, esta prueba tampoco tendrá calificación numérica computable a los fines de la nota final y será igualmente de carácter eliminatorio.
3.- El tema de las pruebas 1 y 2 será el mismo y a él se llegará por sorteo de los tres propuestos por el Curso, realizado en presencia de los interesados
4.- La prueba final será oral o escrita y en la misma se procederá del mismo modo que para el caso de alumnos regulares. La calificación de ésta prueba será la única que se asentará en la planilla y libreta respectiva.

IX - Bibliografía Básica

[1] 1.-M. Valcarcel Cases y A.Gómez Hens, "Técnicas Analíticas de Separación", Reverté, 1988.
[2] J. Calving Giddings "Unified Separation Science", John Wiley & Sons, Inc., 1991
[3] Yu Zolotov, "Extraction of Chelates Compounds", Ann Arbor, London, 1970.
[4] D.C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo", Ed Iberoamericana, 1992
[5] A. Ringbom, "Formación de Complejos en Química Analítica", Ed Alhambra, 1979.
[6] D. Skoog y D. West, "Análisis Instrumental", Interamericana, 1975.
[7] D.Skoog y D. West. "Química Analítica", 4ta ed., Mc Graw Hill, 1989.D.A.Skoog, F.J. Holler y T.A. Nieman, "Principios de Análisis Instrumental", 5ta. Ed., Mc Graw Hill. 2002.
[8] I.M. Kolthoff, E.B. Sandell, E.J. Meehan S.Bruckenstein, "Análisis Químico Cuantitativo", 4ta ed., Ed. Nigar SRL,1972
[9] F. Burriel Martí, F.Lucena Conde, S.Arribas Jimeno, J. Hernández Méndez, "Química Analítica Cualitativa", 14ta ed, Paraninfo, 1992
[10] Daniel C. Harris "Análisis Químico Cuantitativo" 3ra edición, 1991 Grupo Editorial Iberoamérica"
[11] L.R. Snyder y J.J. Kirkland, "Introduction to Modern Liquid Chromatography", 2nd edition,John Wiley & Sons,Inc., 1979.
[12] Walter Jennings, E. Mittlefheldt y P. Stremple,"Analytical Gas Chromatography", 2da. Ed., Academic Press, 2002.
[13] Timothy Blanc, Daniel E. Schaufelberger and Norberto A. Guzman,Capillary Electrophoresis Analytical
[14] Instrumentation handbook, Edited by Galen Wood Ewing (Las Vegas, New Mexico), Marcel Dekker, Inc., 1997.
[15] Gas Chromatography, Gerhard Schomburg, Ed., M. G. Weller, VCH Publishers, Inc., new York, NY(USA), 1990.
[16] Apuntes y PPP de la asignatura actualizados al año 2011.

X - Bibliografia Complementaria

[1]

XI - Resumen de Objetivos

El objetivo del Curso es introducir al alumno tanto en la importancia como en la problemática de las separaciones y en la preconcentración de compuestos químicos, con propósitos analíticos. Se orienta hacia el estudio de los fundamentos de las técnicas las separativas discontinuas (o no cromatográficas) y de las continuas o cromatográficas (cromatografía de fase líquida y gaseosa, y electroforesis clásica y capilar).

XII - Resumen del Programa

Tema 1.- Separación de sustancias químicas.Definición.Necesidad e importancia de las separaciones y de la preconcentración en el Análisis Químico Cualitativo y Cuantitativo.Conceptos generales. Clasificación de las técnicas separativas.
Tema 2.- Extracción líquido-líquido mediante un solo contacto y mediante contactos múltiples.Conceptos, definiciones y aplicaciones analíticas. Extracción de quelatos metálicos y de pares iónicos: sus fundamentos termodinámicos y cinéticos. Aplicaciones.
Tema 3.- Separaciones por precipitación, pseudoseparaciones e intecambio iónico. Este tema comprende globalmente las separaciones por precipitación química convencional, el enmascaramiento desde el punto de vista de las separaciones, considerado como una pseudoseparación .
Tema 4: Separaciones cromatográficas.Introducción a los métodos cromatográficos.. Cromatografía sobre papel. Cromatografía en fase gaseosa. Cromatografía en fase líquida, clásica y de alto rendimiento.Cromatografía de intercambio iónico.Generalidades. Instrumentación. Aplicaciones.
Tema 5.- Electroforesis Clásica y Capilar. Concepto. Técnicas e instrumentación. Aplicaciones.

XIII - Imprevistos

XIV - Otros