



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

(Programa del año 2009)

### I - Oferta Académica

| Materia                    | Carrera       | Plan  | Año  | Período         |
|----------------------------|---------------|-------|------|-----------------|
| TECNICAS INSTRUMENTALES II | ANAL. QUIMICO | 07/04 | 2009 | 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      |
| GARBAGNATI, MARCELA ALEJANDRA | Auxiliar de Laboratorio | 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 - Teoría con prácticas de aula y laboratorio | 2° Cuatrimestre |

| Duración   |            |                     |                   |
|------------|------------|---------------------|-------------------|
| Desde      | Hasta      | Cantidad de Semanas | Cantidad de Horas |
| 21/09/2009 | 20/11/2009 | 14                  | 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.

La modalidad de los trabajos prácticos permite afianzar los conocimientos teóricos y aplicar las técnicas en problemas reales

### V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

En el presente curso se pretende dar un conocimiento específico sobre las técnicas electroanalíticas y espectrométricas 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 indicadores del punto final en distinto tipo de volumetrías. También se estudian aquellas técnicas que suministran información cualitativa sobre distinto tipo de compuestos o mecanismos de reacción. En la segunda parte de la asignatura se brindan los conocimientos básicos de distintas técnicas espectrométricas que constituyen herramientas fundamentales para la caracterización y determinación cuantitativas de distintos elementos en diversos tipos de muestras.

Se comparan las distintas técnicas instrumentales con referencia a su costo, posibilidades de miniaturización, exactitud, etc.

## VI - Contenidos

### **Bolilla 1:**

Estudio de los conceptos básicos y fundamentales. Definición de celda electroquímica. Celdas galvánicas y electrolíticas. Representación esquemática de las celdas. 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.

### **Bolilla 2:**

Corrientes en las celdas electroquímicas. Corrientes faradaicas y no faradaicas. Transporte de masa en las celdas electroquímicas. Curvas corriente-potencial. Polarización por concentración.

### **Bolilla 3**

Métodos electroanalíticos de análisis. Clasificación: Métodos desarrollados en el seno de la solución: conductimetrías. Medidas de conductividad y titulaciones conductimétricas.

### **Bolilla 4**

Métodos desarrollados en la interfase electrodo-solución: a) Técnicas desarrolladas en condiciones de equilibrio. Potenciometrías directas. pH, p-ión. Titulaciones potenciométricas.

b) Técnicas que se desarrollan apartadas del equilibrio. Métodos coulombimétricos y electrogravimétricos. Coulombimetrías a corriente constante y a potencial constante. Titulaciones coulombimétricas. Ventajas.

### **Bolilla 5**

Amperometrías: Otros electrodos indicadores: gotero de mercurio. Polarografía

Titulaciones amperométricas

## **Parte II**

TEMA 1: ESPECTROSCOPIA de ULTRAVIOLETA y VISIBLE: Generalidades. Transiciones electrónicas. Leyes de Lambert y Beer. Aplicaciones a compuestos orgánicos.

TEMA 2 : ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO. Generalidades. Modos normales de vibración. El espectro rotacional - vibracional. Absorción y momento dipolar. Frecuencias de grupo.

TEMA 3: ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO. Aplicaciones generales en compuestos orgánicos. Generalizaciones. Influencias de efectos inductivos y mesomeros.

TEMA 4: ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO. Análisis espectral de IR. Problemas de aplicación.

TEMA 5: ESPECTROMETRIA DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE HIDROGENO-1. El fenómeno de RMN. Corrimiento químico. Aplicaciones en compuestos orgánicos.

TEMA 6: ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE HIDROGENO-1. Interacciones espín - espín. Aplicaciones en compuestos orgánicos. Obtención de los valores de corrimientos y constantes de acoplamiento.

TEMA 7: ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE HIDROGENO-1. Manejo de tablas y bibliografía de RMN. Problemas combinados con información química.

TEMA 9: ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE CARBONO -13. Generalidades. Desacoplamientos parciales y totales. Desacoplamiento. Aplicaciones

TEMA 10 : ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE CARBONO -13. Aplicaciones sobre compuestos orgánicos. Manejo de tablas. Problemas combinados con otras técnicas espectrométricas .

TEMA 11: ESPECTROSCOPIA DE MASAS. Fundamentos y ecuaciones básicas . Generalidades

TEMA 12: ESPECTROSCOPIA DE MASAS. Iones moleculares, fragmentos isotópicos. Abundancias. Análisis de trazas.

TEMA 13: ESPECTROSCOPIA 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 : ESPECTROSCOPIA DE MASAS. Fragmentaciones y reordenamientos en EM de compuestos orgánicos

## **VII - Plan de Trabajos Prácticos**

Trabajos Prácticos:

Celdas electroquímicas. .

Medidas de pH, pM. Electrodos ión-selectivos

Titulaciones potenciométricas manuales

Titulaciones potenciométricas automáticas

#### TRABAJOS DE AULA:

Resolución de aproximadamente cien (100) problemas de dilucidación estructural, empleando información de UV, IR, RMN-H-1, RMN-C-13, EM e información química

#### 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**

#### REGIMEN DE APROBACION

Para obtener la condición de alumno regular, el alumno deberá aprobar el 100% de los trabajos prácticos y exámenes parciales

a) Aprobación de Trabajos Prácticos: Antes, durante o al final de un trabajo práctico, el alumno debe demostrar pleno conocimiento de los conceptos teóricos referidos al trabajo práctico. A este fin el mismo podrá ser interrogado en forma oral o escrita. El alumno deberá habilitar un cuaderno o carpeta donde registrará los informes de laboratorio y problemas de aplicación.

b) Examinaciones parciales: Se realizarán dos exámenes parciales teóricos-prácticos, referidos a los trabajos de

laboratorio y de problemas. Para su aprobación el alumno deberá tener una calificación de 7 (siete) puntos en una escala de 1 (uno) a 10 (diez). El alumno tendrá derecho a 4 (cuatro) recuperaciones, las que podrá usar según su necesidad.

Alumnos Regulares Promocionales: Para promocionar la asignatura los alumnos deberán cumplir con lo siguiente:

Deberá cumplir con las exigencias de correlatividad establecidas para el examen final.

Para ,mantener la condición de regular, el alumno deberá asistir al 80% de las clases teóricas y prácticas y deberá aprobar el 100% de los trabajos prácticos.

El número total de evaluaciones serán tres: dos exámenes parciales teóricos-prácticos, referidos a los trabajos de laboratorio y de problemas, y la tercera referida a temas teóricos. Para esta última evaluación, la nota de aprobación no podrá ser inferior a 7 (siete).

La nota de aprobación de los alumnos que promocionen será el promedio de todas las evaluaciones, incluidas las recuperaciones.

Toda circunstancia no contemplada en el presente reglamento será resuelta por aplicación de la Ord. 001-91 de la FQByF.

## **IX - Bibliografía Básica**

### **[1] BIBLIOGRAFIA BASICA**

[2] -Skoog, Leary, Análisis Instrumental, Mc Graw Hill, 1994

[3] -Skoog, West, Análisis Instrumental, Mac Graw Hill, 1989

[4] -Willard, Merrit, Settle, Métodos Instrumentales de Análisis, Compañía Editorial Continental SA, 1990

[5] -Sanchez Botanero, P, Química Electroanalítica, Fundamentos y Aplicaciones, De. Alhambra, 1984.

[6] PASTO-JOHNSON; Organic Structure Determination; Prentice Hall.-

[7] DYER; Applications of Absorption Spectroscopy of Organic Compounds; Prentice Hall.-

[8] SILVERSTEIN-BASSLER; Spectrometric Identification of Organic Compounds; J.Wiley, 1994.-

[9] SEIBL J.; Espectrometría de Masas; Ed. Alhambra, 1973.-

[10] WILLIAMS-FLEMING; Métodos Espectroscópicos en Química Orgánica; Urmo, 1968.-

[11] GOTTLIEB; Introducción a la Espectrometría de Masas de Substancias Orgánicas; Monografía de OEA.-

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

## **X - Bibliografía Complementaria**

[1] Willard, Merrit Dean Settle, Instrumental Methods of Analysis, Wadsworth P.C., 1988

[2] -D R Gabe, Fundamentos de Tratamientos y Protección de superficies Metálicas, Alhambra, 1975

[3] -Bard j., Faulker, Electrochemical Methods. Fundamentals and Applications, J. Wiley & Sons, 1980

[4] -Koryta, Jiry, Ions, electrodes and membranes, John Wiley and Sons, 1991

[5] COLTHUP, Daly and Wiberley; Introduction to Infrared and Raman Spectroscopy; Acad.Press.-

[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 Applications Infrared Spectroscopy; Acad.Press.-

[10] BRUGEL; An Introduction to Infrared Spectroscopy; Matheum.

[11] DAVIES; Infrared Spectroscopy and Molecular Spectroscopy; Elsevier, 1963.-

[12] ROBERTS; Nuclear Magnetic Resonance; Mc Graw Hill, 1959.-

[13] BAHCCA-WILLIAMS; Applications of NMR Spectroscopy in Organic Chemistry; Holden Day, 1966.-

[14] DIEHL; NMR, Basic Principles; 1971.-

[15] SCHEINMAN; An Introduction to Spectroscopy Methods; V.1 y V.2; Acad.Press, 1970.-

[16] EMSLEY; High Resolution NMR Spectroscopy; V.1 y V.2; Acad. Press, 1967.-

[17] SCHWARTZ; Métodos Físicos en Química Orgánica; Acrbis, 1968.-

[18] JACKMAN-STERNELL; Applications of NMR in Organic Chemistry; Acad.Press, 1969.-

[19] TROST; Problems in Spectroscopy; Benjamin, 1967.-

[20] BUDZIKIEWICZ-DJERASSY-WILLIAMS; Interpretation of Mass Spectra of Organic Compounds; H.Day, 1965.-

[21] BUDZIKIEWICZ-DJERASSY-WILLIAMS; Structure Elucidation of Natural Products by Mass Spectrometry; V1 y V.2; Holden Day, 1964.-

[22] HAMMING-FOSTER; Interpretation of Mass Spectra of Organic Compounds ; Acad.Press, 1972.-

[23] COOKS, BEYNON, CAPRIOLI, LESTER; Metastable Ions; Elsevier, 1973.-

- [24] Mc FADDEN; Techniques of Combined Gas Chromatography/ Mass Spectrometry; W. Interscience, 1973.-
- [25] A. R. WEST; Advances in Mass Spectrometry, V.6; Applied Science, 1974.-
- [26] JOHNSTONE R. A.W.; Mass Spectrometry; V.3; The Chemical Soc., Burlington House, 1975.-
- [27] REED; Applications of the Mass Spectroscopy to Organic Chemistry; Acad. Press, 1966.-
- [28] SCOTT; Interpretation of the Ultraviolet Spectra; Acad. Press, 1964.-
- [29] MATHIENSON; Interpretation of the Ultraviolet Spectra; Acad. Press, 1968.-
- [30] SHRINER; The Systematic Identification of Organic Compounds; Willey, 1970.-
- [31] ALLINGER; Topics in Stereochemistry; Interscience, 1966.-
- [32] ALLINGER; Química Organica ; Reverté, 1971.-
- [33] MORRISON; Organic Chemistry; Allyn and Bacon, 1971.-
- [34] HEY; Organic Chemistry Series One, V.1 y V.7; Butterworths, 1963.-
- [35] WEISSBERGER; Techniques in Organic Chemistry, V.1, 6, 9, y 11. Interscience 1967.-
- [36] YUKAWA; Handbook of Organic Structural Analysis; Benjamin, 1965.-
- [37] ROGDAS; Chemistry of Carbon Compounds, V. 1 Part F; Elsevier 1967.-
- [38] FIESER; Steroids; Reinhold, 1959.-
- [39] FIESER; Advances in Organic Chemistry; Reinhold, 1965.-
- [40] FIESER; Topics in Organic Chemistry; Reinhold, 1963.-
- [41] FIESER; Currents Topics in Organic Chemistry; Reinhold, 1964.-
- [42] STILLE; Industrial Chemistry; P. Hall, 1969.-
- [43] IRELAND; Organic Synthesis; P.Hall, 1969.-
- [44] CRESWELL; Spectral Analysis of Organic Compounds; Burgess, 1972.-
- [45] POUCHERT; The Aldrich Library of NMR Spectra; Aldrich, 1974.-
- [46] DAWBER and MORE; Chemistry of the Live Science; McGraw Hill, 1975.-
- [47] SIEVERS; Nuclear Magnetic Resonance Shift Reagents; Acad. Press, 1973.-
- [48] STOTHERS J. B.; Carbon-13 NMR Spectroscopy, in Organic Chemistry; V. 24; A. Press 1972.-
- [49] FEENEY J. ; Carbon-13 NMR Spectroscopy; Heyden, 1976.-
- [50] BRLETMAZER and VOELTER; Carbon-13 NMR Spectroscopy; Monographs in Modern Chemistry; V. 5; Ebel, 1978.-
- [51] PHILIP and BUNNELL; Carbon 13 NMR Organic Spectral Problems; J. Wiley, 1979.-

## XI - Resumen de Objetivos

Lograr que el alumno conozca diferentes técnicas instrumentales de análisis y pueda identificar las ventajas y desventajas de ellas ante una determinada aplicación.

## XII - Resumen del Programa

Técnicas electroquímicas de análisis: Principios básicos. Definición de celda electroquímica. Potenciometría, medida de pH y pM. Sensores electroquímicos., Voltamperometría, Conductimetría y Coulombimetría., Espectroscopia de infrarrojo, fenómeno. Instrumentos. FTIR. Interpretación de los espectros de IR. Espectrometría de masas. Descripción de métodos. Equipos e información obtenibles. Interpretación. Mecanismos de fragmentación y ordenamiento. Resonancia magnética nuclear. Relajación. Multiplicidad. Patrones de acoplamiento spin-spin. Mediciones cuantitativas en NMR.

## XIII - Imprevistos

.

## XIV - Otros