



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

(Programa del año 2010)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUIMICA ANALITICA II	PROF.EN QUIMICA	6/04	2010	1° cuatrimestre

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
MASI, ADRIANA NOEMI	Prof. Responsable	P.Asoc Exc	40 Hs
OLSINA, ROBERTO ANTONIO	Prof. Colaborador	P.Tit. Exc	40 Hs
CERUTTI, ESTELA 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
1 Hs	4 Hs	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
15/03/2010	25/06/2010	15	110

IV - Fundamentación

El curso completa la formación en Química Analítica del alumno del profesorado en Química, mediante el estudio de las bases teóricas, la instrumentación y aplicaciones de diferentes métodos ópticos, técnicas de separación y otros métodos de análisis.

V - Objetivos / Resultados de Aprendizaje

Enseñar al alumno las bases teóricas de las técnicas instrumentales más usuales en los laboratorios de análisis.
Adiestrar en técnicas instrumentales de análisis, realizando determinaciones cuali y cuantitativas en diferentes muestras.
Desarrollar criterios respecto a la elección de las distintas metodologías de análisis, evaluando parámetros de calidad.

VI - Contenidos

Bolilla 1

Los métodos instrumentales y su importancia en la química analítica. 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 UV-Visible. Instrumentación. Fuentes de error y precauciones operacionales. Aplicaciones en análisis químico y biológico.

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. Conductimetría. Potenciometría directa, pH, pM. Voltametrías: polarografía.

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. Técnicas de extracción líquido-líquido. Extracción simple, repetitiva, por etapas y por circulación. Aplicaciones de la extracción líquido-líquido. Extracción de cationes: de compuestos covalentes, quelatos, pares iónicos. Extracción de aniones inorgánicos y de compuestos orgánicos. Aplicaciones.

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 clínicas.

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. 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 analíticas.

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

- 1)- Absorciometría espectrofotométrica I: Trazado de la curva espectral
- 2)- Absorciometría espectrofotométrica II: Trazado de la curva de calibración. Aplicaciones analíticas.
- 3)- Fluorescencia molecular. Trazado de espectros de excitación y de emisión. Aplicaciones analíticas.
- 4)- Cromatografía líquida de alta performance: Aplicaciones analíticas.
- 5)- Electroforesis capilar: Aplicaciones analíticas.
- 6)- Absorción atómica: Determinación de iones metálicos en muestras de interés.
- 7)- Espectrometría de llama: Determinación de sodio y potasio en solución suero humano.
- 8)-Potenciometría ácido-base: Métodos volumétricos con detección potenciométrica del punto final.
- 9)- Problemas de aplicación de cada una de las temáticas desarrolladas

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 de teoría.

IX - Bibliografía Básica

- [1] [1] D. Skoog y J. Leary, "Análisis instrumental", Mac Graw Hill, 1996.
- [2] [2] G. Bender, "Métodos instrumentales de análisis en química clínica", Ed. Acribia, S.A., 1987.
- [3] [3] H. Willard, L. Merritt, J. Dean y F. Seettle, "Métodos instrumentales de análisis", Ed. Iberoamericana, 1991.

- [4] [4] M. Valcarcel Cases y A. Gomes Hens, "Técnicas analíticas de separación". Reverté, 1988.
- [5] [5] Yu Zolotov, "Extraction of quelates compounds", Ed. Ann Arbor, London, 1970.
- [6] [6] A. Ringbom, "Formación de complejos en química analítica", Ed. Alhambra, 1979.
- [7] [7] M. Valcarcel Cases y M. Silva, "Teoría y práctica de la extracción líquido- líquido", Ed. Alhambra, 1984.
- [8] [8] S. T. Neremberg, "Diagnóstico electroforético", Ed. Panamericana, 1975.
- [9] [9] H. Willard, L. Merritt y J. Dean, "Métodos instrumentales de análisis", Ed. Cecsa, 1981.
- [10] [10] G. Christian y J. O'Reilly, "Instrumental analysis", 2° Ed. Allyn and Bacon Inc., USA, 1986.
- [11] [11] H. Berman, "Ion selective microelectrodes", Vol.50, N. Y., Plenum Press, 1974.
- [12] [12] E. Clifton, R. Meloan y W. Kiser, "Problemas y experimentos en análisis instrumental", Ed. Reverté, 1973
- [13] [13] G. Ewing, "Instrumental Methods of chemical analysis", McGraw Hill, Inc., 1985.
- [14] [14] Guía de estudio de la Asignatura. Versión 2010.

X - Bibliografía Complementaria

- [1] [1] D. Sawyer, W. Heineman, J. Beebe, "Chemistry Experiments of Instrumental Methods", J. Wiley and Sons, 1984.
- [2] [2] H. Seiler, A. Sigel, H. Sigel Eds., "Handbook on Metals in Clinical and Analytical Chemistry", Marcel Dekker, Inc., 1994.
- [4] [3] R. Kellner, J. M. Mermet, M. Otto, H. M. Widmer Eds., "Analytical Chemistry", Wiley VCH, 1998.
- [5] [4] Publicaciones periódicas de Química Analítica.

XI - Resumen de Objetivos

El curso de Química Analítica II pretende capacitar a los estudiantes de la carrera de Profesorado en Química en técnicas instrumentales de análisis. Se trata de una ciencia moderna que ha ido adquiriendo un progresivo interés en cuanto a su aplicación en análisis de rutina como en investigación.

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.
- 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

NORMAS GENERALES DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Usar guardapolvo con puños, entallados y a la altura de la rodilla, de preferencia de algodón.

En caso de ser requerido por el JTP usar protección para los ojos y 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 mesadas siempre limpias y libres de materiales extraños. Traer repasador. Limpiar inmediatamente cualquier derrame de producto químico.

Colocar los materiales peligrosos alejados de los bordes de las mesadas.

Arrojar material roto sólo en recipientes destinados a tal fin.

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

Emplear guantes y pinzas de tamaño y material adecuados para tomar material caliente.

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, bajo la campana extractora.

Los ácidos y bases fuertes deben almacenarse en envases de vidrio perfectamente tapados y rotulados y mantenerse lejos de los bordes de las mesadas.

No apoyar en las mesadas las pipetas usadas.

No exponer los recipientes plásticos al efecto de fuentes de calor.

Trabajar siempre que se lo requiera, con guantes y protección visual.

Para la dilución de ácidos añadir lentamente el ácido al agua contenida en el matraz, agitando constantemente y enfriando bajo canilla si fuese necesario.

Antes de verter ácido en un envase, asegurarse de que éste no esté dañado.

Si se manejan grandes cantidades de ácidos, tener siempre a mano bicarbonato de sodio.

Si por accidente cae un solvente, ácido o álcali sobre la piel, lávese inmediatamente con abundante agua e informe al responsable del laboratorio.

XIV - Otros

--