



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

(Programa del año 2006)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUIMICA ANALITICA II	BIOQUIMICA	22/95	3	1c

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
FERNANDEZ, LILIANA PATRICIA	Prof. Responsable	P.ASO EXC	40 Hs
LUCO LLERENA, JUAN MARIA	Prof. Colaborador	P.ADJ EXC	40 Hs
SOMBRA, LORENA LUJAN	Responsable de Práctico	A.1RA SEM	20 Hs
BONFIGLIOLI, TRISTAN ADOLFO	Auxiliar de Laboratorio	A.1RA SEM	20 Hs

III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico	Teóricas	Prácticas de Aula	Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc.	Total
60 Hs	60 Hs	16 Hs	16 Hs	8 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
13/03/2006	16/06/2006	14	120

IV - Fundamentación

Química Analítica II contempla el desarrollo de tres grandes temas:

A- Métodos físico-químicos de análisis:

* Absorciometría molecular: UV-Vis. Instrumentación. Aplicaciones

* Absorción Atómica: Instrumentación. Aplicaciones

* Emisión: a) Molecular: Fluorescencia y Fosforescencia.

b) Atómica: Espectroscopía de llama, plasma. Instrumentación. Aplicaciones.

* Métodos Electroquímicos de Análisis: Potenciometría. Instrumentación. Aplicaciones. Voltametría. Instrumentación. Aplicaciones.

B- Técnicas separativas (Extracción líquido-líquido, cromatografía, intercambio iónico, electroforesis), fundamentos teóricos y aplicaciones en el campo analítico.

C- Métodos Misceláneos:

*Métodos radioquímicos. Generalidades. Instrumentación. Aplicaciones .

* Métodos automatizados de análisis. Generalidades. Instrumentación. Aplicaciones.

V - Objetivos

La finalidad del presente curso es capacitar a los estudiantes de la carrera de Lic. en Bioquímica 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 e investigación, aplicándose en la mayoría de los métodos de control en laboratorios de análisis clínico. Se trata de metodologías que presentan ventajas notables en cuanto a sensibilidad, precisión y tiempo de muestreo si se las compara con las técnicas clásicas de análisis, sin dejar estas de lado.

Los tópicos que se desarrollan son:

- 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.
- 6)- Métodos electroquímicos de análisis: Conductimetría. Potenciometría. Voltametría. Concepto. Polarografía. Aplicaciones.
- 7)- Separaciones Cuantitativas. Generalidades Extracción. Extracción de quelatos. Concepto. Importancia. Aplicaciones.
- 8)- Cromatografía. Generalidades. Distintos tipos. Aplicaciones. Cromatografía gas- líquido. Teoría. Aplicaciones. Cromatografía de Afinidad. Concepto. Aplicaciones.
- 9)- Electroforesis: Conceptos. Clasificación. Aplicaciones. Electroforesis Capilar.
- 10)- Intercambio iónico. Generalidades. Tipos de intercambiadores. Aplicaciones.
- 11)- Métodos radioquímicos. Generalidades. Equipamiento. Técnicas de evaluación. Aplicaciones.
- 12)- Métodos Automatizados de Análisis: Generalidades. Análisis por inyección en flujo. Separaciones continuas no-cromatográficas. Aplicaciones.

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. Aplicaciones al análisis clínico.

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 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 en el campo del análisis

clínico.

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

Bolilla 6

Conductimetría. Métodos desarrollados en la interfase electrodo solución. Técnicas que se desarrollan en condiciones de equilibrio: Potenciometrías directa, pH, pM. Técnicas que se desarrollan apartadas del equilibrio: Métodos coulombimétricos y electrogravimétricos. Voltamperometrías: polarografía. Ondas polarográficas.

El electrodo gotero de mercurio. Titulaciones amperométricas. Aplicaciones en el campo del análisis clínico.

PARTE B: Técnicas Separativas

Bolilla 7

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 analíticas y biológicas.

Bolilla 8

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 exclusión molecular. 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 9

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 en el campo del análisis clínico.

Bolilla 10

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 11

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 y biológicas.

Bolilla 12

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 gas-líquido: Difusión gaseosa; Osmosis. Sistema sólido-líquido: Sorción; Intercambio iónico. 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 a muestras biológicas.
- 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. Aplicaciones en el

campo del análisis clínico.

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'Reilley, "Instrumental analysis", 2º 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.

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.
- [3] 3)- R. Kellner, J. M. Mermet, M. Otto, H. M. Widmer Eds., "Analytical Chemistry", Wiley VCH, 1998.
- [4] 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 Lic. en Bioquímica 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 e investigación, aplicándose en la mayoría de los métodos de control en laboratorios de análisis clínico. Se trata de metodologías que presentan ventajas notables en cuanto a sensibilidad, precisión y tiempo de muestreo si se las compara con las técnicas clásicas de análisis, sin dejar estas de lado.

Los tópicos que se desarrollan son:

- 1)- Los Métodos Instrumentales.
- 2)-Propiedades de la radiación electromagnética. Espectrometría en UV-Visible. Instrumentación.
- 3)- Fluorescencia y fosforescencia molecular. Refractometría. Polarimetría.
- 4)- Espectrometría de Llama, Absorción Atómica, ICP.
- 5)- Métodos electroquímicos de análisis.
- 6)- Conductimetría. Potenciometría. Voltametría. Polarografía.
- 7)- Separaciones Cuantitativas. Extracción de quelatos.
- 8)- Cromatografía.
- 9)- Electroforesis. Electroforesis Capilar.
- 10)- Intercambio iónico.
- 11)- Métodos radioquímicos.
- 12)- Métodos Automatizados de Análisis. Análisis por inyección en flujo.

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.
- 6)- Métodos electroquímicos de análisis: Conductimetría. Potenciometría. Voltametría. Concepto. Polarografía. Aplicaciones.
- 7)- Separaciones Cuantitativas. Generalidades Extracción. Extracción de quelatos. Concepto. Importancia. Aplicaciones.
- 8)- Cromatografía. Generalidades. Distintos tipos. Aplicaciones. Cromatografía gas- líquido. Teoría. Aplicaciones. Cromatografía de Afinidad. Concepto. Aplicaciones.
- 9)- Electroforesis: Conceptos. Clasificación. Aplicaciones. Electroforesis Capilar.
- 10)- Intercambio iónico. Generalidades. Tipos de intercambiadores. Aplicaciones.
- 11)- Métodos radioquímicos. Generalidades. Equipamiento. Técnicas de evaluación. Aplicaciones.
- 12)- Métodos Automatizados de Análisis: Generalidades. Análisis por inyección en flujo. Separaciones continuas no-cromatográficas. Aplicaciones.

XIII - Imprevistos