



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

(Programa del año 2006)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
TECNICAS INSTRUMENTALES II	ANAL. QUIMICO	8/98	3	2c

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
MALLEA, MIGUEL ANGEL	Prof. Responsable	P.ASO EXC	40 Hs
MOYANO, SUSANA	Responsable de Práctico	JTP EXC	40 Hs
GARBAGNATI, MARCELA ALEJANDRA	Auxiliar de Práctico	A.2DA SIM	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	4 Hs	4 Hs	16 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
07/08/2006	10/11/2006	14	180

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

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

VI. - CONTENIDOS

Primera parte

Bolilla 1:

Estudio de los conceptos básicos y fundamentales. Definición de celda electroquímica. Celdas galvánicas y electrolíticas. El potencial de electrodo. Su vinculación con la concentración de las especies electroactivas. La ecuación de Nernst. Relaciones entre corriente, potencial y concentración. Electrodo de referencia

Bolilla 2:

Técnicas electroquímicas de análisis. Potenciometrías. Potenciometrías directas. Titulaciones potenciométricas. Potenciometrías a corriente cero y corriente constante. Electrodo indicador. Electrodo metálico de primera, segunda y tercera especie, ión selectivo, membrana, estado sólido etc.

Bolilla 3

Voltametrías: Titulaciones amperométricas. Polarografía. Aplicaciones

Bolilla 4

Columbimetría: Concepto, Columbimetrías a potencial constante. Columbimetrías a corriente constante. Ventajas. Aplicaciones. Conductimetría. Titulaciones conductimétricas

2º parte

TEMA 1: ESPECTROSCOPIA DE ULTRAVIOLETA y VISIBLE: Generalidades. Transiciones electrónicas. Diversos tipos; diagramas de energía. Intensidad de absorción. 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. Origen de las frecuencias de grupo. El efecto de masa y fuerza de enlace. Distintos casos. Interacción entre grupos. -

TEMA 3: ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO. Frecuencias de grupo. Cicloalquenos, cetonas cíclicas, lactonas y otros. Generalizaciones. Influencias de efectos inductivos y mesómeros. Aplicaciones generales en compuestos orgánicos.

TEMA 4: ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO. Análisis espectral de IR. Influencia de la temperatura, estado físico, concentración y disolventes en los espectros de IR. Uso de bibliografía. Problemas de aplicación.

TEMA 5: ESPECTROMETRIA DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE HIDROGENO-1. El fenómeno de RMN. Ecuaciones básicas. Relajación, tipos. Representación de los espectros. Manejo de las muestras. Disolventes. Corrimiento químico. Formas de expresarlo. Referencias. Mecanismos de protección y desprotección. Aplicaciones en compuestos orgánicos.

TEMA 6: ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE HIDROGENO-1. Interacciones espín - espín. Principio de las mismas. Equivalencia química y magnética de los núcleos. Constantes de acoplamiento. Diversos tipos. Aplicaciones en compuestos orgánicos. Interacciones espín- espín. Espectros de diverso orden. Reconocimiento de los mismos. Estudio particular de diferentes casos. Obtención de los valores de corrimientos y constantes de acoplamiento.

TEMA 7 : ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE HIDROGENO-1. Análisis cuantitativo por RMN. de compuestos orgánicos en general. Manejo de tablas y bibliografía de RMN. Problemas combinados con información química. Ejemplos.

TEMA 9 : ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR DE CARBONO -13. Generalidades. Comparación con el caso de RMN de H-1. Metodología de Pulsos y Transformadas. Instrumentación . Estudio de factores que afectan al corrimiento químico. Técnicas de asignación de las señales en RMN de Carbono-13. Desacoplamientos parciales y totales. Ejemplos. Efecto nuclear de Overhauser. Desacoplamiento. Aplicaciones. Relajación en RMN de C-13. Distintos tipos. Técnicas de inversión - recuperación y desacoplamiento selectivo de hidrógeno.

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 Analizadores de masas, tipos. Enfoque iónico, sistemas mixtos. Resolución. Sentido físico y uso. Tipos de espectrómetros de masas. Producción de iones gaseosos. Modos de ionización. Uso y limitaciones de fuentes de iones. Introducción de muestras. Casos de sólidos, líquidos y gases. Formas de representación de los EM.

TEMA 12 : ESPECTROSCOPIA DE MASAS. Potenciales de ionización . Sus aplicaciones en química. Tipos de iones en EM. Positivos y negativos. Iones moleculares, fragmentos, isotópicos. Abundancias. Marcado isotópico . Aplicaciones de EM inorgánicas. Análisis de trazas.

TEMA 13 : ESPECTROSCOPIA DE MASAS. Fragmentaciones y reordenamientos en EM de compuestos orgánicos. Reglas de fragmentación. Los efectos derivados de desplazamientos electrónicos en la predicción de rupturas. Fragmentaciones no típicas. Reordenamientos. Retro Diels-Alder y McLafferty. Localización de la carga en EM.

TEMA 14 : ESPECTROSCOPIA DE MASAS. Interpretación de los EM de compuestos orgánicos. El ion molecular. Técnicas de determinación y su composición por estudios isotópicos de alta resolución. Detección de grupos funcionales. Caso de moléculas mono y polifuncionales sencillas. Uso combinado de información en EM, RMN, e IR en el análisis de muestras orgánicas. Análisis de mezclas.

TEMA 15 : ESPECTROSCOPIA DE MASAS. Sistemas combinados de cromatografía de gases-EM y cromatografía líquida de alta presión - EM. Columnas, técnicas de trabajo e interfases. Procesamiento de los datos.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

VII. - PLAN DE TRABAJOS PRÁCTICOS

Trabajos Prácticos:

Celdas electroquímicas. .

Medidas de pH, pM. Electroodos ión-selectivos

Titulaciones potenciométricas manuales

Titulaciones potenciométricas automáticas

Medidas de conductividad. Titulaciones conductimétricas

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.

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] - BIBLIOGRAFÍA BÁSICA

[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] BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA

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

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

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

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

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

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

[8] Mc LAFFERTY; Interpretación de los Espectros de Masas; Ed. Reverté, 1969.-

[9] NAKANISHI; Infrared Absorption Spectroscopy; Holden Day.-

[10] RAO; Chemical Applications Infrared Spectroscopy; Acad.Press.-

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

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

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

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

- [15] DIEHL; NMR, Basic Principles; 1971.-
- [16] SCHEINMAN; An Introduction to Spectroscopy Methods; V.1 y V.2; Acad.Press, 1970.-
- [17] EMSLEY; High Resolution NMR Spectroscopy; V.1 y V..2; Acad. Press, 1967.-
- [18] SCHWARTZ; Métodos Físicos en Química Orgánica; Acrbis, 1968.-
- [19] JACKMAN-STERNELL; Applications of NMR in Organic Chemistry; Acad.Press, 1969.-
- [20] TROST; Problems in Spectroscopy; Benjamin, 1967.-
- [21] BUDZIKIEWICZ-DJERASSY-WILLIAMS; Interpretation of Mass Spectra of Organic Compounds; H.Day, 1965.-
- [22] BUDZIKIEWICZ-DJERASSY-WILLIAMS; Structure Elucidation of Natural Products by Mass Spectrometry; V1 y V.2; Holden Day, 1964.-
- [23] HAMMING-FOSTER; Interpretation of Mass Spectra of Organic Compounds ; Acad.Press, 1972.-
- [24] COOKS, BEYNON, CAPRIOLI, LESTER; Metastable Ions; Elsevier, 1973.-
- [25] Mc FADDEN; Techniques of Combined Gas Chromatography/ Mass Spectrometry; W. Interscience, 1973.-
- [26] A. R. WEST; Advances in Mass Spectrometry, V.6; Applied Science, 1974.-
- [27] JOHNSTONE R. A.W.; Mass Spectrometry; V.3; The Chemical Soc., Burlington House, 1975.-
- [28] REED; Applications of the Mass Spectroscopy to Organic Chemistry; Acad. Press, 1966.-
- [29] SCOTT; Interpretation of the Ultraviolet Spectra; Acad. Press, 1964.-
- [30] MATHIENSON; Interpretation of the Ultraviolet Spectra; Acad. Press,1968.-
- [31] SHRINER; The Systematic Identification of Organic Compounds; Willey, 1970.-
- [32] ALLINGER; Topics in Stereochemistry; Interscience, 1966.-
- [33] ALLINGER; Química Organica ; Reverté, 1971.-
- [34] MORRISON; Organic Chemistry; Allyn and Bacon, 1971.-
- [35] HEY; Organic Chemistry Series One, V.1 y V.7; Butterworths, 1963.-
- [36] WEISSBERGER; Techniques in Organic Chemistry, V.1, 6, 9, y 11. Interscience 1967.-
- [37] YUKAWA; Handbook of Organic Structural Analysis; Benjamin, 1965.-
- [38] ROGDAS; Chemistry of Carbon Compounds, V. 1 Part F; Elsevier 1967.-
- [39] FIESER; Steroids; Reinhold, 1959.-
- [40] FIESER; Advances in Organic Chemistry; Reinhold, 1965.-
- [41] FIESER; Topics in Organic Chemistry; Reinhold, 1963.-
- [42] FIESER; Currents Topics in Organic Chemistry; Reinhold, 1964.-
- [43] STILLE; Industrial Chemistry; P. Hall, 1969.-
- [44] IRELAND; Organic Synthesis; P.Hall, 1969.-
- [45] CRESWELL; Spectral Analysis of Organic Compounds; Burgess, 1972.-
- [46] POUCHERT; The Aldrich Library of NMR Spectra; Aldrich, 1974.-
- [47] DAWBER and MORE; Chemistry of the Live Science; McGraw Hill, 1975.-
- [48] SIEVERS; Nuclear Magnetic Resonance Shift Reagents; Acad. Press, 1973.-
- [49] STOTHERS J. B.; Carbon-13 NMR Spectroscopy, in Organic Chemistry; V. 24; A. Press 1972.-
- [50] FEENEY J. ; Carbon-13 NMR Spectroscopy; Heyden, 1976.-
- [51] BRLETMAZER and VOELTER; Carbon-13 NMR Spectroscopy; Monographs in Modern Chemistry; V. 5; Ebel, 1978.-
- [52] PHILIP and BUNNELL; Carbon 13 NMR Organic Spectral Problems; J. Wiley, 1979.-

XI - Resumen de Objetivos

Los alumnos mediante la teoría y los trabajos prácticos afianzarán los conocimientos básicos sobre electroquímica, espectrometría y los aspectos prácticos para la utilización de estas técnicas instrumentales en el análisis de distintos tipos de muestras.

XII - Resumen del Programa

Primera Parte

Bolilla 1:

Estudio de los conceptos básicos y fundamentales. Definición de celda electroquímica... La ecuación de Nernst. Relaciones entre corriente, potencial y concentración.

Bolilla 2:

Técnicas electroquímicas de análisis.. Potenciometrías directas. Titulaciones potenciométricas.. Electroodos indicadores

Bolilla 3

Voltametrías: Titulaciones amperométricas. Polarografía. Aplicaciones

Bolilla 4

Columbimetría Columbimetrías a potencial constante y a corriente constante. Conductimetría. Titulaciones conductimétricas

2º parte

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. Desacoplamiento 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

XIII - Imprevistos