Ministerio de Cultura y Educación **(Programa del año 2006)**
Universidad Nacional de San Luis
Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia
Departamento: Quimica
Area: Qca Analitica

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUIMICA ANALITICA I	BIOQUIMICA	24/96	2	2c

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
RABA, JULIO	Prof. Responsable	SEC F EX	Hs
OLSINA, ROBERTO ANTONIO	Prof. Colaborador	P.TIT EXC	40 Hs
DE VITO, IRMA ESTHER	Responsable de Práctico	JTP EXC	40 Hs
MOYANO, SUSANA	Responsable de Práctico	JTP EXC	40 Hs
TORRIERO, ANGEL ALBERTO JESUS	Auxiliar de Laboratorio	A.1RA SIM	10 Hs

III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico	Teóricas	Prácticas de Aula	Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc.	Total
3 Hs	3 Hs	Hs	3 Hs	9 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
07/08/2006	10/11/2006	14	120

IV - Fundamentación

Química Analítica I es la asignatura inicial de la especialidad que se dicta para los alumnos que cursan la carrera de Bioquímica. Sus conocimientos, que corresponden en general a las denominadas Química Analítica Cualitativa y Cuantitativa, son los básicos y necesarios para la iniciación en la química de las identificaciones y en los Métodos del Análisis Químico Cuantitativo, que se denominan comúnmente “convencionales” o “ clásicos”.

V - Objetivos

El objetivo fundamental de esta asignatura es introducir al alumno en el esquema general del proceso analítico total; formándolo y capacitándolo de esta manera, en la aplicación de los principios y metodologías de la Química Analítica.
El programa contiene una primera parte, de introducción a los fundamentos en los que se basa la Química Analítica. Una segunda parte, de principios y operaciones analíticas que no involucran cuantificación y finalmente, se considerará el proceso en su aspecto cuantitativo, desarrollando las distintas técnicas volumétricas y gravimétricas.

VI - Contenidos

TEMA 1

Introducción a la química analítica. Características esenciales de la química analítica. Evolución de la química analítica. Clasificaciones de la química analítica. Propiedades analíticas. Jerarquía metrológica química: incertidumbre y veracidad.

Propiedades analíticas supremas: Exactitud, Representatividad. Propiedades analíticas básicas: Precisión, Sensibilidad, Selectividad. Propiedades analíticas complementarias: Rapidez, Costos, Factores personales. Relaciones entre propiedades analíticas. Errores en química analítica.

.

TEMA 2

Aspectos cualitativos de la química analítica. La respuesta binaria. Tipos de identificación cualitativa. Estándares y calibración en análisis cualitativo. Análisis cualitativo clásico: Generalidades, Tipos de reactivos, Procesos sistemáticos. Tipos de reacciones de uso frecuente en química analítica. Reactivos y reacciones de importancia. Condiciones de una reacción para la identificación y para la cuantificación.

Objetivos y usos de la expresión de equilibrio en química analítica. Equilibrios en fase homogénea y heterogénea de aplicación en Química Analítica.

TEMA 3

Propiedades analíticas periódicas. Aniones y cationes de interés analítico. Estabilidad de los iones en medio acuoso como función periódica. Acidez y basicidad de los compuestos oxohidrogenados. Reactivos generales de cationes. Hidróxidos alcalinos, amoníaco, carbonato, sulfuro, sulfato, cloruro. Investigación de cationes. Métodos sistemáticos que usan separaciones. Generalidades sobre ensayos indirectos. Reactivos especiales y reactivos de identificación para las especies más comunes.

TEMA 4

Reactivos generales de aniones: ion H+ , ion Ag+ , ion Ba2+, ion Ca2+. Ensayos de aniones: ensayos de oxidantes, ensayo de reductores, ensayos con ion Ba2+, ion Ca2+ y con ion Ag+. Incompatibilidades más comunes. Deducciones derivadas de ensayos previos e incompatibilidades

TEMA 5

Disolución de muestras sólidas. Ensayos de solubilidad en agua, ácido clorhídrico, ácido nítrico y agua regia. Disgregación de residuos insolubles en ácidos. Principales agentes disgregantes; ejemplos, Digestión de muestras biológicas: procedimientos por vía seca y procedimientos por vía húmeda; ejemplos.

TEMA 6

Principios del análisis cuantitativo. Métodos de análisis. Expresión de resultados analíticos. Análisis del error. Importancia del muestreo. Muestreo de sólidos, líquidos y gases. Preparación de la muestra para la medición.

El análisis volumétrico. Términos y conceptos básicos del análisis volumétrico.

TEMA 7

Estadística. Conceptos básicos y definiciones. Resultado verdadero. Población Muestra estadística. Error. Exactitud. Precisión. Curva de distribución. La media. Desviación estándar. Varianza. Tipos de error. Distribución normal y distribución T Student. Niveles de confianza y límite de confianza. Evaluación e interpretación de los resultados analíticos.

TEMA 8

Conceptos de balance de masa y de carga, aplicaciones a sistemas concretos.

Reacciones ácido-base: Ácidos y bases. Equilibrio ácido-base. Importancia del solvente en la reacción ácido-base. Solventes anfipróticos. Constantes de autoprotólisis. Fuerzas relativas de ácidos y bases. Sistemas ácido-base en el agua como solvente. Balance protónico. Cálculo de concentración de especies en función de la concentración protónica. Curvas de distribución de especies en función del pH. Cálculo de pH en soluciones acuosas de distintos sistemas. Soluciones reguladoras: mecanismos de acción, capacidad, preparación y usos.

TEMA 9

Cálculos en el análisis volumétrico. Tipos de técnicas volumétricas. Tipos de volumetrías. Curvas de titulación y equilibrios en el punto final. Métodos de detección en el punto final. Mecanismos de los indicadores visuales.

Volumetría ácido-base. Selección y valoración de un titulante. Selección y empleo de los indicadores en volumetría ácido-base. Variabilidad de la curva de titulación. Análisis de las curvas de titulación en medios acuosos. Resolución de mezclas. Aplicaciones.

TEMA 10

Reacciones de precipitación. Concepto de solubilidad y de producto de solubilidad. Factores que afectan al producto de

solubilidad. Factores que afectan a la solubilidad. Efecto de ion común. Efecto salino. Influencia del pH, de la formación de complejos y reacciones redox sobre la solubilidad de electrolitos poco solubles. Precipitación fraccionada.

TEMA 11
Volumetría de precipitación. Fundamentos requisitos y limitaciones de la volumetría de precipitación. Indicadores de punto final. Aplicaciones a la determinación de haluros: Método de Mohr, Volhard y Fajans.

TEMA 12
Reacciones de formación de complejos. Equilibrio y constantes de formación. Sistemas de formación de complejos, algunos casos de cálculo de concentraciones en el equilibrio. Constantes condicionales de formación, tratamiento general. Influencia del pH. Aplicaciones analíticas de la formación de complejos.

TEMA 13
Volumetría de formación de complejos. Fundamentos requisitos y limitaciones de la volumetría de formación de complejos. Indicadores de punto final. Aplicaciones de la Quelatometría a la valoración de Ca2+ y Mg2+. Aplicaciones.
TEMA 14
Reacciones de óxido-reducción. Sistemas redox. Predicción de reacciones redox. Constante de equilibrio y potencial de equilibrio. Factores que afectan los potenciales redox. Influencia de la concentración, influencia del pH, influencia de reacciones de precipitación, influencia de la formación de complejos. Aplicaciones analíticas de éstas. Dismutación y estabilización de grados de oxidación. Oxidantes y reductores mas utilizados en Química Analítica.
TEMA 15
Volumetría de óxido-reducción. Fundamentos, requisitos y limitaciones. Indicadores de punto final. Usos y aplicaciones de oxidantes fuertes: Permanganato, Dicromato y Cerio (IV). Métodos volumétricos que utilizan Iodo y Tiosulfato. Aplicaciones a la determinación de Arsenitos, Yodatos, Yoduros y Cobre (II). Aplicaciones.

TEMA 16
Precipitación química convencional. Sobresaturación y precipitación. Mecanismos y factores que influyen en la formación de precipitados. Impurificación de precipitados; coprecipitación y posprecipitación. Eliminación de impurezas: digestión y envejecimiento, redisolución y reprecipitación. Precipitaciones controladas. Precipitación en fase homogénea: fundamentos, ventajas y aplicaciones. Suspensiones coloidales. Propiedades. Clasificación. Formación y estabilidad de soles. Floculación y peptización. Importancia del estado coloidal en química analítica. Utilización de los fenómenos de adsorción en separaciones e identificaciones.
El análisis gravimétrico. Fundamentos del análisis gravimétrico. Métodos gravimétricos. Operaciones básicas. Ventajas y desventajas principales de la gravimetría. Aplicaciones.

TEMA 17
Aspectos Generales de la Calidad en Química Analítica. Sistemas de Calidad en el Laboratorio de Química Analítica. Control de Calidad Analítica. Evaluación de la Calidad Analítica. Trazabilidad: Materiales de Referencia. Concepto Integral de Trazabilidad. Trazabilidad Física y Química. Tipos de Estándares y su Trazabilidad. Estándares (Patrones) Químico-Analíticos. Conceptos específicos de Trazabilidad.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

PROGRAMA DE TRABAJOS PRÁCTICOS:

Parte general
1- Instrucción sobre los materiales de trabajo y equipos a utilizar, su manejo y cuidados. Preparación de soluciones de reactivos generales. Recomendaciones referidas al trabajo de laboratorio en general y respecto de sustancias tóxicas o corrosivas.
2- Resolución de problemas referidos a cálculos de concentración protónica y pH para sistemas simples, mezclas equivalentes y no equivalentes. Producto de solubilidad y solubilidad. Efecto de la concentración protónica y de complejantes sobre la solubilidad.
3- Resolución de problemas referidos a cálculos elementales en el empleo de conceptos estadísticos básicos para caracterizar

la exactitud, precisión e incertidumbre

Parte cualitativa
4- Investigación de aniones. Observaciones y ensayos preliminares: ensayo con acetato de bario y calcio, ensayo con nitrato de plata, ensayo de aniones reductores y de aniones oxidantes.
Primer Grupo de Aniones (precipitan con acetato de bario y calcio): CO3= , BO33- , PO43-, AsO43-, AsO33-, CrO42-, SO32- y SO42-. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento.
Segundo Grupo de Aniones (precipitan con nitrato de plata en medio ácido): S= , SCN- ,
[Fe (CN)6 3- , [Fe (CN)6 4-, CN- ,I- , Br- , Cl- , Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento.
Tercer Grupo de Aniones (no precipitan con los reactivos anteriores): NO3- , NO2- , ClO3- , CH3  COO-. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento.
5- Investigación de cationes en muestras líquidas en escala semimicro. Observaciones y ensayos previos.
Primer Grupo de Cationes (solubles en Na2CO3 1N): Cr (VI), As (III), As(V), K+ , Tl+ y Li+ .
Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
Segundo Grupo de Cationes (precipitados con Na2CO3 1N e insolubles en HNO3 c): Sb5+ , Sb3+ Sn4+ y Sn2+. Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
Tercer Grupo de Cationes (de los cloruros): Ag+ ; Pb2+, Hg22+ Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
Cuarto Grupo de Cationes (de los sulfatos): Ca2+ , Sr2+ , Ba2+ ,Pb2+ Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
6- Identificación de algunos elementos de interés toxicológico.
Quinto Grupo de Cationes (hidróxidos insolubles en NH4+ / NH3): Al3+ , Cr3+ , Bi3+ , Fe3+ Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
Sexto Grupo de Cationes (cationes solubles en NH4+ / NH3): Mn2+ , Cu2+ , Hg2+ , Cd2+ , Zn2+
, Mg2+ , Ca2+ Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
7- Resolución de problemas teóricos referidos a separaciones e identificaciones en análisis cualitativo.
Parte cuantitativa
8- Resolución de problemas vinculados a cálculos volumétricos.
9- Volumetría Ácido-Base. Preparación de un ácido tipo y de una base tipo.
10- Aplicaciones de la volumetría ácido-base: a) Capacidad neutralizadora de una tableta antiácida. b) Resolución de mezclas alcalinas. Método de Warder sobre una y dos alícuotas.
11- Volumetría de precipitación. Determinación de cloruros.
12- Aplicación de la volumetría de precipitación: Determinación de bromuros en fármacos por el Método de Mohr.
13- Volumetría de Complejación. Quelatometría.
14- Aplicaciones de la Quelatometría: Determinación de dureza en aguas.
15- Volumetría Redox. Yodometría y Permanganimetría.
16- Aplicaciones de la Yodometría: Análisis de tabletas de vitamina C utilizando yodo.
17- Aplicaciones de la Permanganimetría: Análisis de Hierro total en muestra sintética utilizando permanganato.
18- Gravimetría.
19- Aplicaciones de la gravimetría: Determinación de Calcio.

VIII - Regimen de Aprobación

• Aprobación de los Trabajos de Laboratorio :
1) El alumno deberá obtener en sus determinaciones resultados aceptablemente coincidentes con los reales. El error tolerado dependerá del tipo y técnica de análisis empleada y será fijado por la Cátedra en cada caso.
2) Deberá demostrar un pleno conocimiento de la parte teórica referente a la práctica o experiencia, al ser interrogado en forma oral, escrita; antes, durante y a la finalización del Trabajo Práctico.
3) Deberá poseer una habilidad manual acorde con el tipo de experiencia que realice.
4) Registrará en un "cuaderno de laboratorio", en forma ordenada, los resultados obtenidos y las operaciones numéricas que cada cálculo demanden.
5) Al finalizar cada práctico deberá entregar el material en perfectas condiciones de orden y limpieza.
PARA LA APROBACIÓN DE CADA TRABAJO PRACTICO, EL ALUMNO DEBERÁ DAR CUMPLIMENTO A LOS CINCO REQUISITOS PRECITADOS.

• Examinaciones Parciales: El grado de conocimiento del alumno será evaluado mediante 4 (cuatro) exámenes parciales tomados a lo largo del curso, referentes a los temas teóricos-prácticos de laboratorio y de resolución de problemas numéricos. Tendrán derecho a rendir las examinaciones parciales los alumnos que tengan aprobados todos los prácticos de laboratorio correspondientes a cada uno de ellos.
Las recuperaciones de exámenes parciales serán una recuperación por cada parcial y solo una segunda recuperación, para los alumnos que hubieren presentado constancia de actividad laboral o de maternidad tendrán una recuperación adicional.
• Clasificaciones: Las evaluaciones se clasificarán con notas, utilizándose la escala de 1(uno) a 10 (diez). Para ser considerado como aprobado en calidad de Regular, el alumno deberá lograr al menos una calificación de 7 (siete) puntos.
• Aprobación del Curso: Para ser considerado Alumno Regular, de acuerdo a las reglamentaciones vigentes el alumno a la finalización del curso, deberá contar con el 70% de asistencia a las clases Teórico-Prácticas y de Laboratorio, tener aprobados el 100 % de los Trabajos Prácticos de Aula y Laboratorio y el 100% de los exámenes parciales correspondientes a los temas Teórico-Prácticos, de laboratorio y resolución de problemas.
• Régimen de Aprobación del Curso: Aprobación por Examen Final, Modalidad oral.

IX - Bibliografía Básica

[1] - Arribas, S.; Hernández, J. Química Analítica Cualitativa. Decimoprimera edición. Paraninfo, Madrid, 1983.
[2] - Arribas, S.. Análisis Cualitativo Inorgánico sin el empleo del ácido sulfhídrico. Tercera edición. Paraninfo, Madrid, 1983
[3] - Burriel, F. ; Arribas, S. ; Lucenas, F: ; Hernandez, J. Química Analítica Cualitativa. Duodécima edición. Paraninfo, Madrid, 1985.
[4] - Rangel, R.L. Fundamentos de química Analítica. Primera edición. Editorial Limusa, México, 1976.
[5] - Alexeiev, V. N. Semimicroanálisis Químico Cualitativo. Editorial Mir. Moscú, 1975.
[6] - Hahn, P. B. ; Welcher, F. J. Inorganic Qualitative Analysis. D. Van Nostrand Co. Inc. N.Y. 1968.
[7] - Valcárcel, Miguel Principios de Química Analítica Editorial Springer-Verlag Ibérica, S.A.,Barcelona 1999.
[8] - Kolthoff, I. Mechan ; Sandell, E. B. ; Brucrenstein, S. Análisis Químico Cuantitativo. Ed. Nigar, Bs. As., 1972
[9] -Laitinen, H. A. y Harris, W. Chemical Analysis , McGraw Hill, Kogakusha Ltada., Tokyo 1975.
[10] -Schenk, G. H.; Hahn, R. B. y Hartkupf, A. V. Química Analítica Cuantitativa (Principios y Aplicaciones a las Ciencias de la Vida), De Continental, México, 1980
[11] -Skoog, D. y West, D. Fundamentos de Química Analítica Segunda edición. Editorial Reverté, 1983, Barcelona, España.
[12] -Skoog, D. ; West, D. y Holler, F. Analytical Chemistry. An Introductión Firth Ed., 1990 U.S.A. Ssunders HBJ Publishers.
[13] - Harris, D. Quantitative Chemical Analysis. Second Ed. 1987, W. Freeman and Company, N.Y.
[14] - Harris, D. .Exploring Chemical Analysis Second Ed. 1997, W. Freeman and Company, N.Y.

X - Bibliografia Complementaria

XI - Resumen de Objetivos

XII - Resumen del Programa

PROGRAMA SINTÉTICO:

1- Introducción a la Química Analítica.
2- Propiedades Analíticas.
3- Aspectos Cualitativos de la Química Analítica.
4- Los equilibrios químicos y su uso en Química Analítica.
5- Reactivos y el Análisis Cualitativo.
6- Análisis Cuantitativo. Técnicas Volumétricas.
7- Estadística

8- Formación y disolución de sólidos.
9- Análisis Cuantitativo. Técnicas Gravimétricas.
10- Trazabilidad: Materiales de Referencia.

XIII - Imprevistos