Ministerio de Cultura y Educación **(Programa del año 2007)**
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 INSTRUMENTAL	FARMACIA	4/04	3	2c

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
MARTINEZ, LUIS DANTE	Prof. Responsable	P.TIT EXC	40 Hs
LUCO LLERENA, JUAN MARIA	Prof. Colaborador	P.ADJ EXC	40 Hs
BONFIGLIOLI, TRISTAN ADOLFO	Auxiliar de Laboratorio	A.1RA SEM	20 Hs
GIL, RAUL ANDRES	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
100 Hs	60 Hs	20 Hs	20 Hs	7 Hs

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

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
06/08/2007	09/11/2007	14	100

IV - Fundamentación

Introducir al alumno de la carrera de Farmacia en las metodologías instrumentales de análisis utilizadas en Química Analítica, destinadas al análisis de muestras de interés farmacéutico. Se abarcan metodologías de absorción y emisión de radiación electomagnética (Absorciometría UV-Vis, Fluorescencia y Fosforescencia Molecular, AAS, AES, ICP-AES, etc.), métodos electroquímicos de análisis (conductimetría, potenciometría, voltametría, polarografía), métodos radioquímicos, y metodologías de separación (extracción líquido/líquido, HPLC, CE, GC, etc.). Adicionalmente, se tratan los métodos automatizados de análisis.

V - Objetivos

El alumno podrá adquirir durante este curso amplios conocimientos sobre las metodologías instrumentales de análisis, tanto aquellas técnicas tradicionales (por ejemplo UV-Vis, Emisión Atómica de llama, etc.) como de otras de última generación (como ICP, CE, etc.). El total de las metodologías estudiadas le permitirá realizar análisis farmacéuticos, tanto de principios activos, como así también de metabolitos, impurezas y componentes presentes en concentraciones del orden de los vestigios. El conjunto de los aspectos teóricos y prácticos de este curso es de vital importancia en la formación integral del Farmacéutico actual.

VI - Contenidos

DESCRIPCION DE LA ASIGNATURA

Química Analítica Il 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.
* Métodos radioquímicos. Generalidades. Instrumentación. Aplicaciones
B- Técnicas separativas (Extracción líquido-líquido, cromatografía, intercambio iónico, electroforesis), fundamentos teóricos y aplicaciones en el campo analítico.
C- Métodos Automatizados de Análisis: Generalidades.

PROGRAMA ANALÍTICO Y/O DE EXÁMEN

Bolilla 1

Los métodos instrumentales. 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. Interacicón 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 farmacéutico.

Bolilla 3

Fluorescencia y fosforescencia molecular: teoría. Variables que afectan a la fluorescencia y a la fosforescencia. Medición de fluorescencia. Instrumentos. Fluorómetros y espectrofluorómetros. Aplicaciones analíticas.
Refractometría: Principios generales. Indice 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 desarrollas apartadas del equilibrio: Métodos coulombimétricos y electrogravimétricos. Voltamperometrías: polarografía. Ondas polarográficas. El electrodo gotero de mercurio. Titulaciones amperométricas.

Bolilla 7

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.

PARTE B: Técnicas Separativas

Bolilla 8

Importancia de las separaciones en el campo analítico. Generalidades. Extracción líquido-líquido: aspectos termodinámicos y cinéticos. Equilibrios de distribución. Relación de distribución. Extracción de quelatos. Factor de recuperación. Extracción de pares iónicos y de especies poliméricas.
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 farmacéuticas.

Bolilla 9

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 de los distintos tipos de cromatografías.

Bolilla 10

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, Elecrocromatografía Capilar. Inmunoafinidad.

Bolilla 11

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 : Automatización

Bolilla 12

Métodos automatizados de análisis. Generalidades del instrumental automático y de la automatización. Análisis por inyección en flujo. Sistemas automáticos discontinuos. Separaciones contínuas no-cromatográficas. Sistema gas-líquido: Difusión gaseosa; Osmosis. Sistema sólido-líquido: Sorción; Intercambio iónico. Sistema líquido-líquido: Diálisis. Aplicaciones.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

1)- Absorciometría espectrofotométrica: Trazado de la curva espectral y selección de la longitud de onda de trabajo.
2)-Absorciometría espectrofotométrica: Trazado de la curva de calibración y aplicaciones.
3)-Fluorescencia molecular. Trazado de espectros de emisió y excitación. Aplicaciones analíticas.
4)-Absorción atómica: Determinación de iones metálicos en muestras de interés farmacéutico.
5)-Espectrometría de Emisión Atómica (llama e ICP-OES): Determinación de sodio y potasio.
6)- Potenciometría ácido-base: Métodos volumétricos con detección potenciométrica del punto final.
7)- Electroforesis capilar: Aplicaciones analíticas en muestras de interés farmacéutico.
8)- Cromatografía líquida de alta performance: Aplicaciones analíticas en muestras de interés farmacéutico.
9)- Problemas de aplicación.

VIII - Regimen de Aprobación

Aprobación de Trabajos Prácticos:
El alumno deberá demostrar pleno conocimiento de la Parte Teórica correspondiente. El alumno deberá asistir como mínimo a un 75% de loa trabajos prácticos. Los trabajos prácticos que no haya realizado deberá recuperarlos en fecha a convenir.

Examinaciones parciales:
Se tomarán tres exámenes parciales referentes a los temas teórico-prácticos. Para su aprobación, el alumno deberá contestar correctamente el 70% de las preguntas realizadas. El alumno tendrá derecho a tres recuperaciones.

Alumnos promocionales:
Para promocionar la asignatura se deberán cumplir los siguientes requisitos:
1- Las mismas correlatividades establecidas para el examen final.
2- Deberá asisitir como mínimo a un 80% de las clases teóricas.
3- Deberá tener el 100% de los trabajos prácticos aprobados al final de la cursada.
4- Tendrá derecho a recuperar como máximo el 20% de las examinaciones parciales.
5- Toda circusntancia especial no contemplada aquí será resuelta por aplicación de la Ord. 13/03 de la Facultad de Qca., Bioqca. y Fcia. u otra superadora.

IX - Bibliografía Básica

[1] 1)- D. Skoog y J. Leary, "Análisis instrumental", Mac Graw Hill, 1996.
[2] 2)- H. Willard, L. Merritt, J. Dean y F. Seettle, "Métodos instrumentales de análisis", Ed. Iberoamericana, 1991.
[3] 3)- M. Valcarcel Cases y A. Gomes Hens, "Técnicas analíticas de separación". Reverté, 1988.
[4] 4)- K. A. Connors, "A textbook of pharmaceutical analysis", 3° Ed., J Wiley- Interscience, 1982.
[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.

X - Bibliografia Complementaria

[1] 1)- H. Willard, L. Merritt y J. Dean, "Métodos instrumentales de análisis", Ed. Cecsa, 1981.
[2] 2)- G. Christian y J. O'Reilley, "Instrumental analysis", 2° Ed. Allyn and Bacon Inc., USA, 1986.
[3] 3)- H. Berman, "Ion selective microelectrodes", Vol.50, N. Y., Plenum Press, 1974.
[4] 4)- E. Clifton, R. Meloan y W. Kiser, "Problemas y experimentos en análisis instrumental", Ed. Reverté, 1973.
[5] 5)- G. Ewing, "Instrumental Methods of chemical analysis", McGraw Hill, Inc., 1985.
[6] 6)- D. Sawyer, W. Heineman, J. Beebe, "Chemistry Experiments of Instrumental Methods", J. Wiley and Sons, 1984.
[7] 7)- G. Bender, "Métodos instrumentales de análisis en química clínica", Ed. Acribia, S.A., 1987.
[8] 8)- H. Seiler, A. Sigel, H. Sigel Eds., "Handbook on Metals in Clinical and Analytical Chemistry", Marcel Dekker, Inc., 1994.
[9] 9)- R. Kellner, J. M. Mermet, M. Otto, H. M. Widmer Eds., "Analytical Chemistry", Wiley VCH, 1998.
[10] 10)- Publicaciones periódicas de Química Analítica.

XI - Resumen de Objetivos

Con el presente curso se pretende dar una formación integral en las técnicas que relacionan la radiación electromagnética con la materia y adicionalmente en todo lo referente a las técnicas analíticas separativas instrumentales de última generación. Asimismo, se pretende que el alumno adquiera una formación integral en técnicas relacionadas con la electroquímica. El total de las metodologías estudiadas le permitirá realizar análisis farmacéuticos, tanto de principios activos, como así también de metabolitos, impurezas y componentes presentes en concentraciones del orden de los vestigios. El conjunto de los aspectos teóricos y prácticos de este curso es de vital importancia en la formación integral del Farmacéutico actual.

XII - Resumen del Programa

PROGRAMA SINTÉTICO:

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. Fluorómetros y espectrofluorómetros.Aplicaciones. Refractometría. Instrumentos. Aplicaciones. Polarimetría. Principios generales. Polarímetros. Aplicaciones.
4)- Espectrometría de Llama, Absorción Atómica, ICP. Instrumentación. Sensibilidad y límite de detección. Interferencias. Aplicaciones en análisis químico.

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

XIII - Imprevistos