

QUIMICA ANALITICA CUANTITATIVA

PROGRAMA 2do. CUATRIMESTRE DE 1973

1. INTRODUCCION

Contenido del curso. Esquema del proceso analítico: toma y preparación de muestras, ensayos preliminares, medición de muestra, preparación y acondicionamiento para la etapa determinativa, medición del constituyente deseado; vinculación entre las diferentes etapas. Los métodos de determinación, distintas posibilidades; su clasificación. La bibliografía de Química Analítica.

2. RESULTADOS ANALITICOS

Cálculos y expresión de resultados. Exactitud y precisión. Desviaciones determinadas y accidentales. Nociones de estadística. Descubrimiento y disminución del error; correcciones. Control de la exactitud de métodos y de resultados analíticos.

3. MÉTODOS GRAVIMÉTRICOS

Clasificación, requisitos que deben cumplir. Balanzas analíticas; errores de pesada. Técnica operativa. Cálculos. Formación de precipitados, diversos tipos; factores que influyen la solubilidad. Nucleación, crecimiento y envejecimiento. Contaminación de los precipitados y métodos para su disminución. Precipitación de solución homogénea. Tratamiento técnico de los precipitados. Termogravimetría. Otros métodos técnicos de análisis. Reactivos orgánicos; diversos tipos. Aplicaciones cuantitativas; ejemplos representativos.

4. CASOS TÍPICOS DE DETERMINACIONES GRAVIMÉTRICAS

Oxidos hidratados, sulfatos de bario y plomo, oxalato de calcio, fosfonolíbido de amonio, fosfato amónico magnésico, sílice, dimetilglioxima de níquel, ozinatos.

5. MÉTODOS VOLIMÉTRICOS

Clasificación. Requisitos que deben cumplir. Técnica operativa. Cálculos. Sustancias patrón primario, requisitos generales. Soluciones valoradas, preparación, valoración y conservación. Punto equivalente y punto final. Métodos para la indicación del punto final. Indicadores, su clasificación.

6. ACIDI-ALCALIMETRÍA

Curvas de titulación, diversos casos. Validez de las aproximaciones. Vinculaciones con la capacidad reguladora. Pendiente de la curva de titulación y precisión relativa; punto de inflexión y punto equivalente. Ejemplos y casos prácticos. Titulaciones en medios no acuoso. Selección del solvente; constante de autoprotólisis; efecto nivelador de la constante dieléctrica y de solvatación. Indicadores. Aplicaciones. Indicadores ácido-base; efectos de temperatura, sales, coloides y alcohol; indicadores mixtos; indicadores fluorescentes. Determinación colorimétrica de pH. Soluciones valoradas y sustancias patrón.

7. VOLUMETRÍA POR PRECIPITACIÓN

Curvas de titulación. Argenti y argentometría y otros procedimientos. Soluciones valoradas y sustancias patrón.

8. COMPLEJIMETRÍA

Requisitos para usar una reacción de formación de complejos en volumetría. Casos de agentes monoligantes y polidentados. El efecto quelante. Constantes de estabilidad, efecto del pH y de otros complejantes. Curvas de titulación. Mercurimetría y cianometría. Quelatometría. Reactivos, en particular EDTA. Indicación del punto final; indicadores metalocromáticos. Consideraciones cinéticas. Selectividad. Aplicaciones.

9. VOLUMETRÍA FUNDADA EN PROCESOS REDOX

Vinculación entre el potencial formal y la constante de equilibrio. Curvas de titulación redox, distintos casos; potencial en el punto equivalente. Indicadores redox. Efectos cinéticos en reacciones de óxido-reducción, reacciones catalizadas e inducidas. Adecuación del sistema; preoxidación y prerreducción, agentes utilizados. Procedimientos redox más importantes; agentes oxidantes fuertes: permanganato, cerio, dicromato; oxidantes halogenados: iodati y bromatimetría; iodo- y iodimetría; valoraciones con agentes reductores. Sustancias patrón y aplicaciones.

10. ERRORES EN ANÁLISIS VOLUMÉTRICOS

Errores metódicos y específicos. El error de titulación.

MÉTODOS ELECTROANALÍTICOS

11. TEORÍA DE LAS TÉCNICAS INDEPENDIENTES DEL TIEMPO

Corriente de migración. Reacciones en los electrodos. Ecuación corriente-potencial. Factores cinéticos. Sobrepotencial. Electrodos polarizados y no polarizados. Transporte de masa. Convección. Ecuación corriente-potencial en sistemas regidos por la difusión. El potencial de media onda. Ecuación potencial-corriente-concentración y sus aplicaciones.

MÉTODOS A INTENSIDAD CONSTANTE

12. POTENCIOMETRÍA A CORRIENTE NULA

Condiciones experimentales, medición del potencial; electrodos de referencia. Determinación potenciométrica del pH; electrodos indicadores, electrodos de quinhydrón, antimonio y vidrio; su fundamento y empleo. Electrodos ión selectivos, clasificación. Composición y función electródica. Razón de selectividad. Mediciones analíticas.

13. TITULACIONES POTENCIOMÉTRICAS A CORRIENTE NULA

Diversos casos, aplicaciones; determinación del punto final; condiciones experimentales. Titulaciones automáticas.

Titulaciones potenciométricas a corriente constante (no nula)

Uso de un electrodo polarizable; diversos casos; error en el punto final; condiciones experimentales.

Empleo de dos electrodos indicadores; diversos casos, aplicaciones; condiciones experimentales; error en el punto final.

14. POLAROGRAFÍA

El electrodo gotero de mercurio. Ecuación de Ilkovic. La curva polarográfica; el potencial de media onda y sus aplicaciones cualitativas. Corriente residual. Máximo polarografía; su eliminación. Condiciones experimentales y aplicaciones.

Uso de la polarografía en química orgánica.

Titulaciones amperométricas. Diversos casos. Condiciones experimentales y aplicaciones.

15. CONDUCTOMETRÍA

Medición de la conductividad. Titulaciones conductimétricas. Condiciones experimentales y aplicaciones.

Aprobado por Resolución DNC 693/75

MÉTODOS ELECTROANALÍTICOS DEPENDIENTES DEL TIEMPO

- 16.1 Electrogravimetría a intensidad controlada. Condiciones experimentales y aplicaciones.
Electrogravimetría a potencial controlado. Condiciones experimentales y aplicaciones. Electrólisis interna. Cátodo de mercurio.
- 16.2 Titulaciones coulombimétricas a intensidad controlada. Reactivo precursor. Generación interna y externa. Condiciones experimentales y aplicaciones.

Cronovoltametría. Cronoamperometría.

MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS

17. INTRODUCCION

Fundamentos de las espectroscopias. Interacción entre la radiación electromagnética y la materia; distintos casos; clasificación de las espectroscopias.

18. REGIÓN DE LOS RAYOS GAMMA

Espectroscopia de Mossbauer, fundamentos; aplicaciones. Análisis de activación; fundamentos, aplicaciones.

19. REGIÓN DE LOS RAYOS X

Espectroscopía de emisión; fundamentos; instrumentación; aplicaciones. Análisis de microelectrónica; fundamentos, aplicaciones.
Espectroscopía de absorción de rayos X. Fundamentos, aplicaciones.
Análisis químicos por espectroscopía de electrones (ESCA). Espectroscopía de fotoelectrones inducidos por rayos X. Fundamentos, instrumentación, aplicaciones. Espectroscopía de Auger; fundamentos; instrumentación; aplicaciones.

20. REGIÓN DEL ULTRAVIOLETA Y VISIBLE

Espectroscopía de emisión. Espectrografía; espectrógrafos. Excitación de muestras, fuentes, electrodos.
Análisis cualitativo. Líneas últimas; sensibilidad y límite de detección.
Análisis cuantitativo. Densitometría. Curvas de calibración y de trabajo.
Método del standard interno. Aparatos de lectura directa, espectrómetros.
Fotometría de llama: aparatos; mecheros, llamas y temperatura. Interferencias, autoabsorción.