



**UNIVERSIDAD NACIONAL
DE SAN LUIS**

Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia

ÁREA DE QUÍMICA ANALÍTICA

QUÍMICA ANALÍTICA I

Ingeniería en Alimentos

Lic. en Cs. y Tecnología de los Alimentos

Lic. en Biotecnología

Dr. Julio Raba

Dr. Germán Messina

Dr. Franco Bertolino

Dra. Sirley Pereira

Dr. Pedro Aranda



INTRODUCCIÓN

La Química como ciencia básica tiene multiplicidad de ramas que permiten el estudio de la totalidad del entorno que rodea al hombre. Es por ello, que los nuevos enfoques de enseñanza deben tender a visualizar el papel fundamental que cumple la cultura científica y tecnológica en el desarrollo social.

Ahora bien, en particular, la Química Analítica que tiene por objeto lograr una real comprensión de los fenómenos físico-químicos que ocurren en los diferentes ecosistemas, debe estudiarse en profundidad. Para ello es fundamental la formación de profesionales e investigadores en áreas de indudable importancia y significación social como lo son la Bioquímica, Biología, Geología, entre otras. Cabe destacar que la interdisciplinariedad debe ser una meta a alcanzar, por cuanto la química no solamente utiliza y alimenta otras áreas de las ciencias naturales y de las matemáticas, sino que es una conjunción, en constante crecimiento, de teoría elegante, técnica precisa y pertinencia práctica.

DEFINICIÓN

“La química Analítica es una ciencia metrológica que desarrolla, optimiza y aplica herramientas (materiales, metodológicas y estratégicas) de amplia naturaleza, que se concretan en procesos de medida encaminados a obtener información (bio)química de calidad, tanto parcial (presencia/concentración en muestra de especies-analitos (bio)químicos) como global sobre materias o sistemas de amplia naturaleza (química, bioquímica, biológica) en el espacio y en el tiempo para resolver problemas científicos, técnicos, económicos y sociales.”

Las características relevantes de esta definición son:

- 1- Se trata de una ciencia **metrológica**.
- 2- Tiene un doble carácter: básico (desarrollo) y práctico (aplica).
- 3- Genera información sobre la materia (o sistema) en estudio, diferenciando la misma en global o parcial (componentes) y teniendo en cuenta donde y cuando existe.
- 4- Considera a los procesos analíticos como vías genéricas de conseguir información.
- 5- Tiene en cuenta las denominadas **Herramientas Estratégicas** (planificación, diseño, optimización, adaptación, etc.), metodológicas y materiales (aparatos, instrumentos, reactivos, etc.).
- 6- Incluye y diferencia los problemas analíticos y los problemas científicos, técnicos, económicos y sociales.
- 7- Incorpora la calidad en forma directa, referida a información generada, e indirecta, referida a herramientas y procesos.

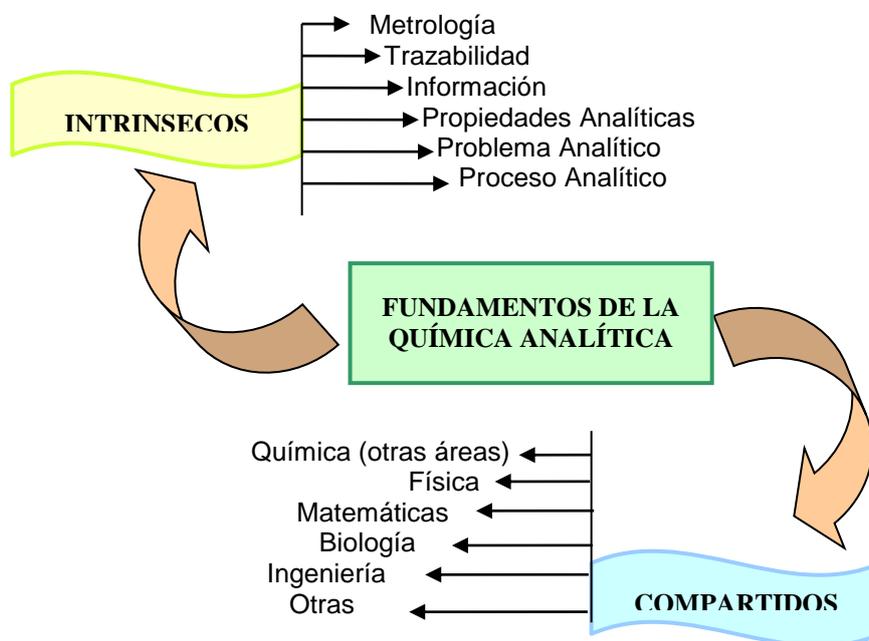
REFERENCIAS QUÍMICO ANALÍTICAS

Como ciencia metrológica la Química Analítica se basa en la medición de parámetros. Medir es comparar y para comparar es preciso tener referencias denominadas patrones o estándares. Al igual que para medir dimensiones existe el metro, para realizar medidas químico analíticas es preciso tener hitos referenciales a los cuales deben referirse y expresarse los resultados analíticos. Cuando se quiere conocer la concentración de un pesticida en el agua potable es necesario disponer de la sustancia pura (o de una muestra patrón que la contiene) que, sometida al correspondiente proceso analítico, nos origine una respuesta (cuali y cuantitativa) que sirva de referencia para identificar y cuantificar al pesticida en el agua sometida al análisis. Si el instrumento de medida es el cuerpo humano, como en el caso del análisis cualitativo clásico, previamente al análisis el analista debe haber grabado en su mente la respuesta al análisis de un referente (estándar o patrón).

Así pues, la química analítica carece de fundamentos si no se dispone de los patrones o estándares adecuados para cada fin informativo perseguido.

FUNDAMENTOS DE LA QUÍMICA ANALÍTICA

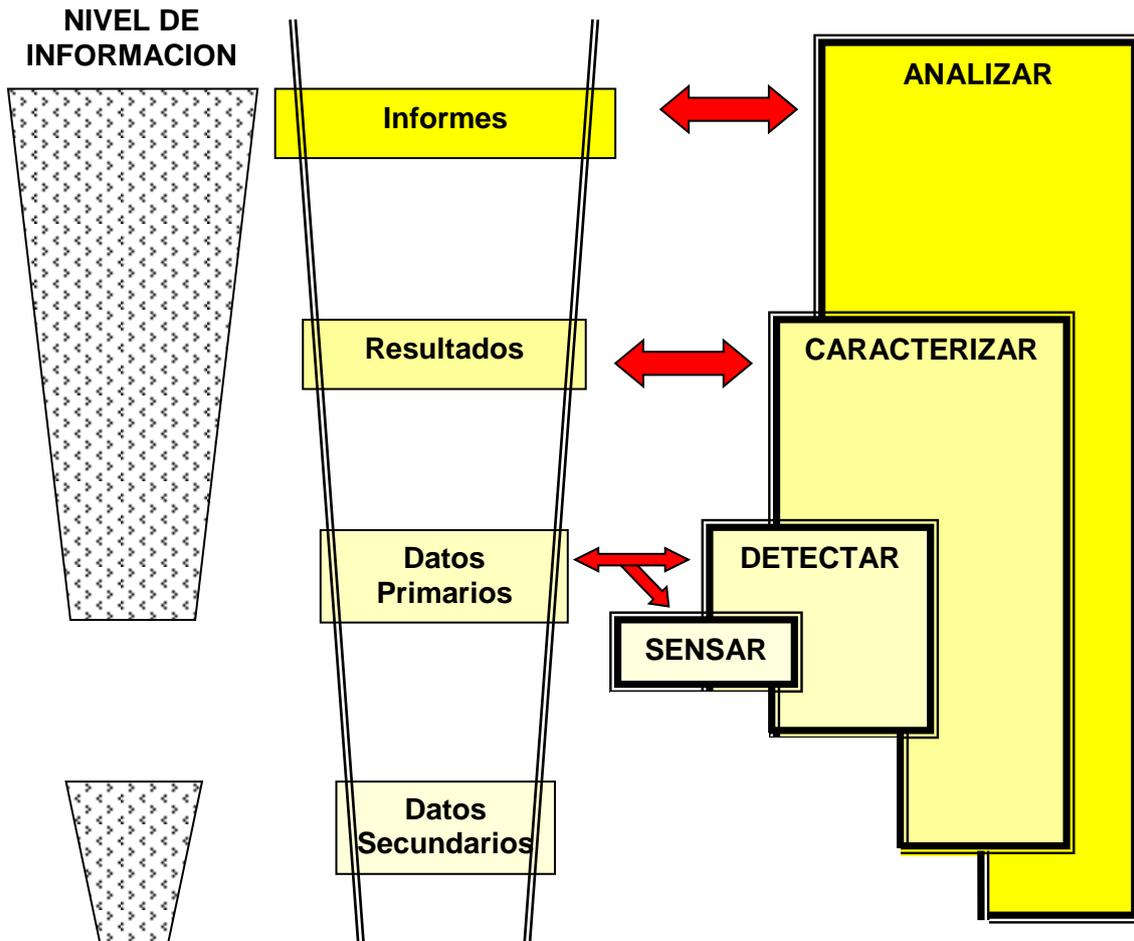
Una ciencia debe poseer fundamentos independientes y diferentes que le den una estructura y entidad propias. Los dos grupos de fundamentos en los que se basa la química analítica son:



Fundamentos Compartidos: estos no le confieren a la química analítica un carácter propio y la orientan hacia la faceta puramente aplicada.

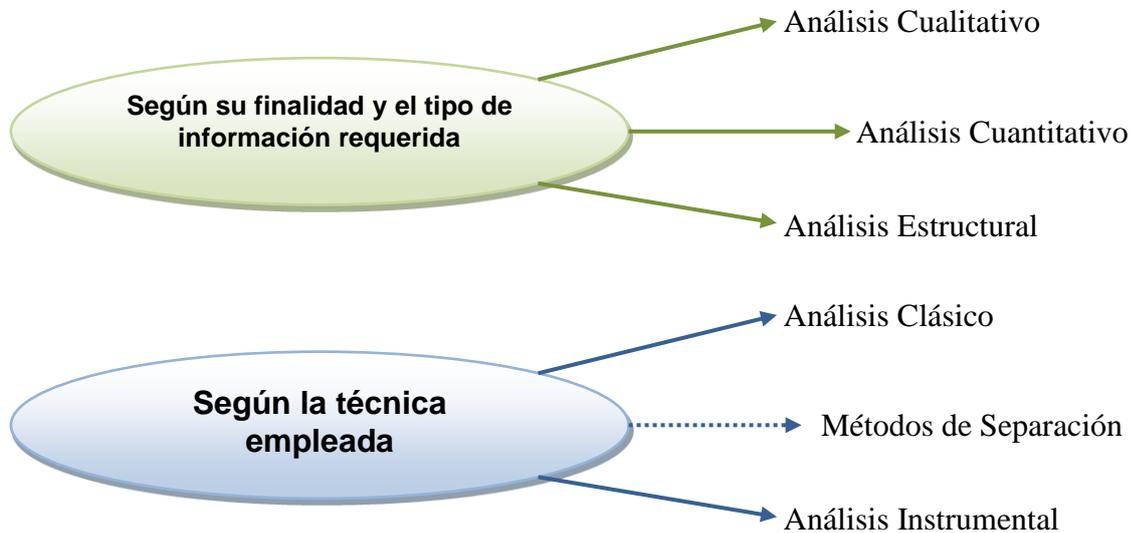
Fundamentos intrínsecos o propios: estos son los cruciales para la consideración científico técnica de la química analítica, independiente de otras áreas.

Ambos tipos de fundamentos forman parte de la química analítica.



CLASIFICACIÓN DE LA QUÍMICA ANALÍTICA

Entre las clasificaciones mencionadas en la bibliografía actual, las más significativas son:



EL PROBLEMA ANALÍTICO

INTRODUCCIÓN

Tal como se ha indicado la Química Analítica es una ciencia o disciplina que tiene como meta la extracción de la información (bio)química latente de un objeto o sistema para tomar decisiones fundamentadas, eficaces y a tiempo.

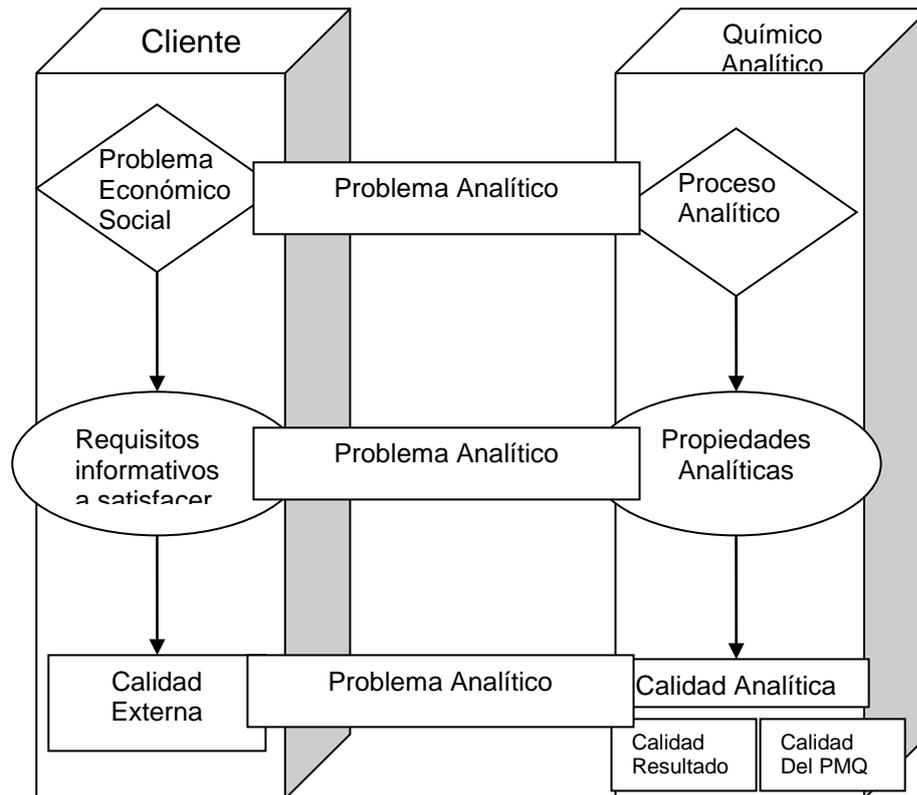
El problema analítico representa la faceta aplicada de la Química Analítica, ejemplo de problemas analíticos son:

- Aceptación/rechazo de una partida de vino embotellado.
- Decisión sobre la potabilidad de un agua
- Confirmación del apelativo *light* de un alimento
-

Los datos analíticos suministrados deben ser claros y contundentes, para tomar decisiones fundamentadas en los pertinentes contextos económicos sociales. Además esta información debe cumplir requisitos tales como rapidez, bajos costes, etc.

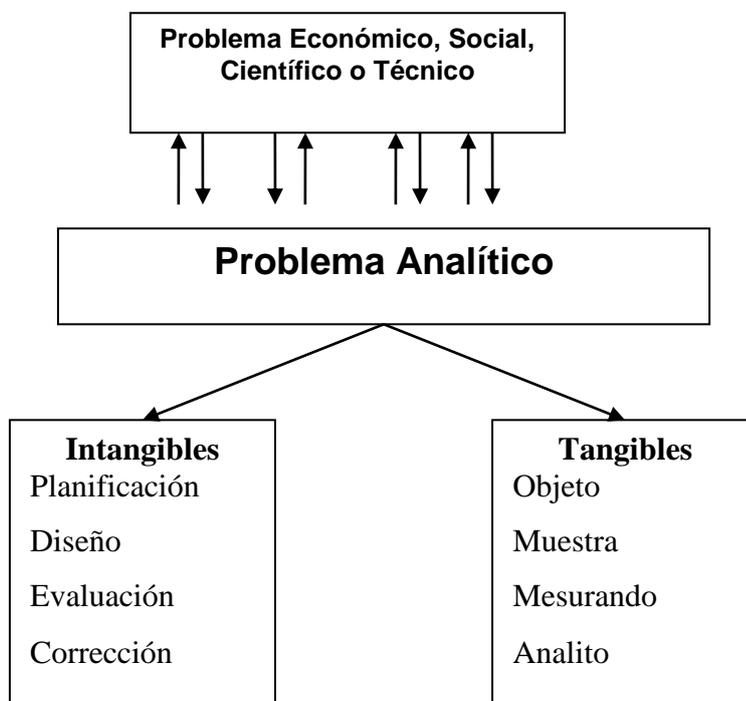
DEFINICIÓN INTEGRAL DEL PROBLEMA ANALÍTICO

El problema analítico puede considerarse como una interfase activa entre el “cliente” que solicita la información y el químico analítico que la genera. La calidad se define de forma práctica y contundente como satisfacción del “cliente”; es obvia pues la importancia estratégica del problema analítico.



ELEMENTOS DE UN PROBLEMA ANALÍTICO

Un problema analítico presenta dos tipos de elementos, tangibles e intangibles, siendo los dos necesarios para su definición correcta e integral.



ETAPAS EN LA RESOLUCIÓN DE UN PROBLEMA ANALÍTICO

Primera Etapa

Formulación clara del problema analítico y las características requeridas por el "cliente".

Ejemplos:

1- **Problema:** Contaminación de un río por vertidos orgánicos tóxicos de factorías aledañas.

Información requerida: - Tipo de industria o materias primas, productos, etapas productivas, sistemas de descontaminación, temporalidad en la producción, ubicación de los vertidos en la margen del río.

2- **Problema:** Deterioro de un entorno forestal producido por la lluvia ácida.

Objetivo: reducir el nivel de contaminantes atmosféricos (SO_2 , NO , NO_2) producidos en industrias cercanas y conservar los árboles.

Información requerida: Evolución de los niveles de azufre, fósforo, nitrógeno, etc., en las hojas de los árboles y niveles de contaminantes en la atmósfera.

Segunda Etapa

Transformación de la información (bio)química genérica en información analítica específica.

Ejemplo: Una ONG en defensa del consumidor plantea la comprobación de la veracidad del contenido graso especificado por los fabricantes de diversos Yogourt *lighth*. Este es el problema económico-social. El problema analítico se concreta con los siguientes aspectos:

- 1- Muestras de los diferentes tipos de Yogourt *lighth* que hay en el mercado (naturales, frutados, etc.)
- 2- Analitos: familia de analitos: grasa total (análisis global).
- 3- Muestreo: aspecto crítico del problema analítico. Las muestras deben ser representativas de las diversas marcas comerciales existentes.
- 4- Tipo de análisis: cualitativo (si/no hay grasa), cuantitativo proporción de grasa en porcentaje.
- 5- Propiedades analíticas: Buen nivel de exactitud y precisión (fiabilidad en la respuesta binaria).

Tercera Etapa

Planificación de la estrategia analítica, esta implica la decisión sobre los Procesos de Medida Química (PMQ) necesarios para obtener la información analítica. Los factores que influyen en la selección del PQM dependerán:

- De los medios materiales y humanos disponibles.
- De la exactitud de la información requerida.
- Si la información requerida es global o discriminada.
- De los costos estipulados por el “cliente”
- Si los analitos son pocos o muchos, de la misma o diferente naturaleza, si son macro componentes o vestigios.
- De las características físicas de las muestras y de la cantidad que se disponga de ellas.

Cuarta Etapa

Monitorización de los resultados generados.

Ejemplo: Presencia de Cd en juguetes amarillos importados. Después de desarrollar el PMQ, se observa que la concentración final en la muestra tratada está fuera o cercana al límite de cuantificación del intervalo de la recta de calibrado. Es evidente que no puede validarse la metodología con fines cuantitativos, ya que la incertidumbre del resultado en esta zona de concentración es muy elevada. Si la demanda informativa era solo cualitativa, es válida la respuesta binaria.

Quinta Etapa

Desarrollo de acciones correctoras. Si el resultado no ha sido validado en la cuarta etapa, se deberán desarrollar acciones correctoras a la estrategia analítica diseñada en la tercera etapa.

COHERENCIA ENTRE LA INFORMACIÓN REQUERIDA Y LA SUMINISTRADA

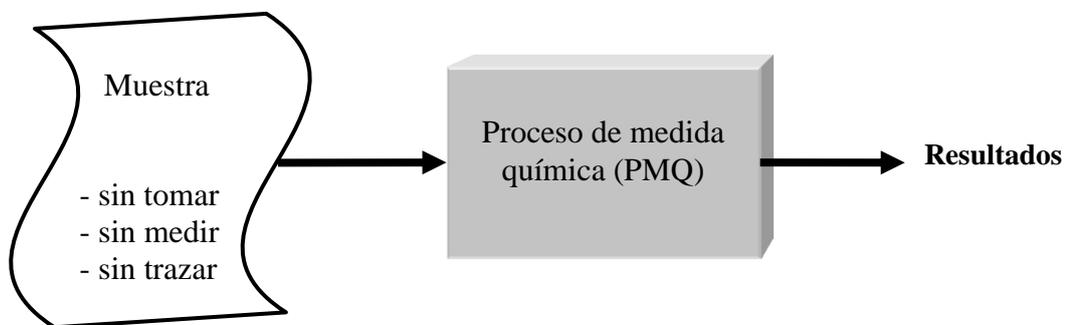
Un problema analítico está bien planteado o resuelto, si existe coherencia entre la información que pide el cliente y la que suministra el laboratorio.

Ejemplo: Para conocer a toxicidad de un agua, debido a especies metálicas potencialmente presentes, la información sobre la concentración total de cada uno de ellos es insuficiente, pues cada metal puede estar en diversas formas (estados de oxidación, formación de complejos, quelatos, compuestos organometálicos) que tienen un nivel de toxicidad muy diferente. Solo la concentración discriminada entre las posibles especies sería una información coherente con el problema económico social planteado.

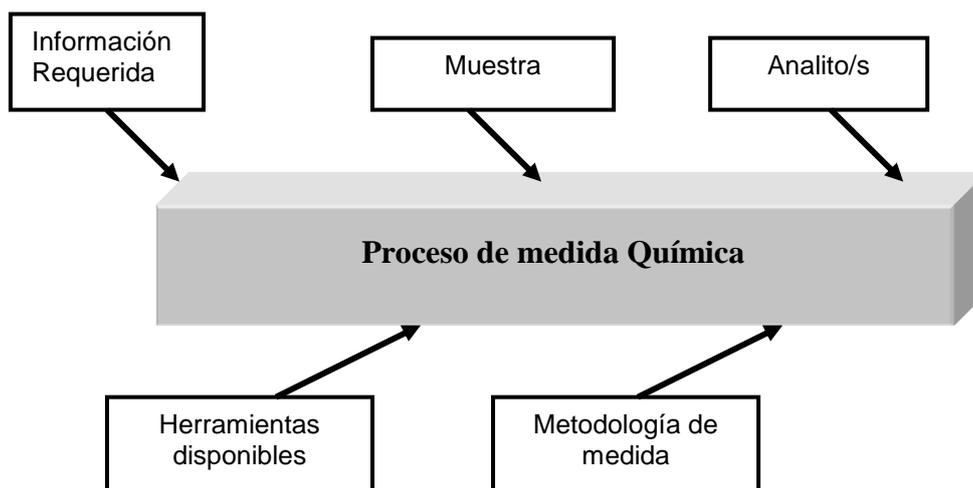
EL PROCESO DE MEDIDA QUÍMICO

DEFINICIÓN

Un proceso de medida química (PMQ) se define como *conjunto de operaciones que separan a la muestra (sin tomar, sin medir, sin tratar) de los resultados generados y expresados según los requerimientos del problema analítico planteado.*



Los factores que condicionan el número de etapas y el grado de dificultad de un PMQ se esquematizan a continuación:



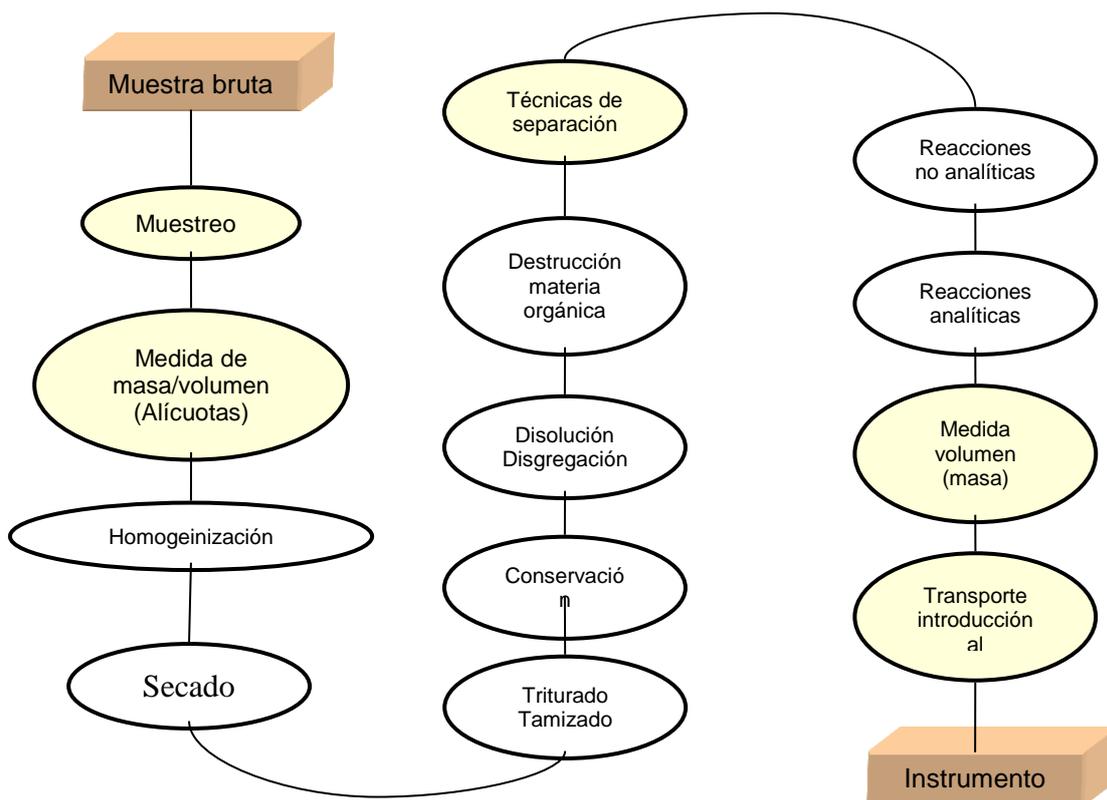
Por ejemplo: Si se requiere conocer con rapidez la humedad (% de H₂O) en un abono sólido se utilizará la medición directa mediante NIR (absorción molecular en la zona del infrarrojo cercano) que, sin tratar la muestra, genera resultados en un corto intervalo de tiempo. Los resultados están afectados por un $\pm 5-10$ % de error, pero el nivel es aceptable para el problema planteado. Si por el contrario se requiere una elevada exactitud y precisión, deberá emplearse el método de Kart-Fisher (valoración iodométrica del agua), que implica un PMQ más lento y complejo.

Las **operaciones previas** constituyen la primera etapa genérica de un PMQ, su objetivo es la adecuación de la muestra a la medición propiamente dicha. La segunda etapa es la **medida y transducción de la señal analítica**, directamente relacionada con las características/concentración de los analitos e implica el uso de un instrumento (técnica analítica). La **adquisición de señales y tratamiento de datos** para ofrecer los resultados según lo requerido, constituye la tercera etapa de un PMQ. Las tres etapas de PMQ, con frecuencia se integran entre sí, siendo difícil poder establecer claras diferencias entre las mismas.

OPERACIONES PREVIAS

Con el nombre genérico de *operaciones previas* se pretende describir una amplia variedad de operaciones que constituyen el nexo de unión entre la muestra (sin tomar, sin medir, sin tratar) y el empleo del instrumento principal de medida, que constituye la segunda etapa del PMQ.

Representación esquemática de algunas subetapas de las operaciones previas:



MEDIDA Y TRANSDUCCIÓN DE LA SEÑAL ANALÍTICA

La segunda etapa del proceso de medida química se lleva a cabo mediante la utilización de un instrumento de medida. Estas señales pueden ser de naturaleza variada: óptica, electroquímica, másica, térmica, entre otras, lo que da lugar a instrumentos muy diferentes. Esta señal primaria es transducida (y amplificada) a otra señal generalmente eléctrica. El instrumento puede ser el cuerpo humano (los sentidos) o un instrumento propiamente dicho que mida diferentes señales (óptica un espectrofotómetro, masa una balanza, etc.)

ADQUISICIÓN DE SEÑALES Y TRATAMIENTO DE DATOS

La tercera etapa es el nexo de unión entre el instrumento (2ª etapa) y los resultados expresados según requerimientos. Esta etapa implica dos subetapas secuenciales:

1) **Adquisición de las señales** transducidas, que son los datos primarios. La adquisición de los datos puede hacerse:

a) *Manualmente*: ver el color de un precipitado, leer en la escala graduada de una bureta, leer la posición de una aguja. etc.

b) *Semiautomático*: el instrumento origina una señal informativa y de esta se extraen los datos, por ejemplo de un espectro, grafica señal tiempo, cromatograma, etc.

c) *Automáticamente*: un ordenador recibe la señal y la procesa obteniéndose directamente el dato analítico.

2) *Tratamiento de datos* se realiza los cálculos necesarios, para expresar los resultados en la forma requerida.

Se presentan a continuación algunos ejemplos de variedad de muestras, analitos y operaciones previas:

Muestras	Analitos	Estado de agregación	Naturaleza		Tratamiento más frecuente
			Matriz	Analito	
Suelos	Metales	S	I	I	- Lixiviación - Disgregación
	Pesticidas	S	I	O	- Extracción con disolventes
Aguas	Trazas metálicas	L	I	I	- Cambio iónico - Extracción S-L
	Contaminantes orgánicos	L	I	O	- Extracción L-L
Zumo de naranja natural	Ácido ascórbico	L	B	O	- No son necesarias
	Edulcorantes artificiales	L	B	O	- Extracción L-L
	Trazas metálicas	L	B	I	- Cambio iónico / elusión