

Guía docente

Identificación de la asignatura

Asignatura / Grupo	11351 - Cromatografía Líquida y de Gases / 1
Titulación	Máster Universitario en Ciencia y Tecnología Química
Créditos	3
Período de impartición	Primer semestre
Idioma de impartición	Castellano

Profesores

Horario de atención a los alumnos

Profesor/a	Hora de inicio	Hora de fin	Día	Fecha inicial	Fecha final	Despacho /
						Edificio
Manuel Miró Lladó	17:00	18:00	Viernes	01/09/2019	31/07/2020	Despatx QA213

Responsable
manuel.miro@uib.es

Contextualización

Asignatura obligatoria del módulo de técnicas instrumentales del Máster en Ciencia y Tecnología Química relativa a técnicas analíticas avanzadas. El profesor responsable de la asignatura, Dr. Manuel Miró, es Catedrático de Química Analítica desde 2017 y ha impartido clases teóricas y prácticas de técnicas analíticas de separación. Su investigación está centrada en el desarrollo de nuevos métodos analíticos cromatográficos para la determinación de contaminantes ambientales emergentes incluyendo metodologías avanzadas de microextracción para el tratamiento de muestras ambientales, por lo que su experiencia previa será sumamente útil para proponer y discutir casos prácticos en el ámbito de la asignatura.

Durante el curso 19-20 se espera contar con la participación de un investigador de una universidad europea quien colaborará en la impartición del tema de espectrometría de masas y su acoplamiento a cromatografía líquida y de gases, con ejemplos en el campo ambiental y bioanalítico.

Requisitos

Recomendables

Se recomiendan nociones de técnicas cromatográficas y de espectrometría de masas. Información básica sobre HPLC/GC estará disponible on-line en el recurso web didáctico Chromacademy (www.chromacademy.com/)

Competencias

Guía docente

Específicas

- * Desarrollar habilidades teórico-prácticas en el manejo y aplicación de técnicas analíticas instrumentales basadas en cromatografía líquida y de gases y en técnicas de preparación de muestra (E1)
- * Comprensión y dominio de técnicas de espectrometría de masas para la identificación y caracterización de compuestos orgánicos y su acoplamiento a cromatografía de gases y líquidos (E2)
- * Capacidad para la aplicación de metodologías separativas basadas en cromatografía líquida y de gases a la resolución de problemáticas medioambientales, forenses y biológicas (E3)
- * Capacidad de planificar métodos cromatográficos y de preparación de muestra de acuerdo con modelos teóricos y procedimientos analíticos (E4)

Genéricas

- * No consta en la memoria verificada

Básicas

- * Se pueden consultar las competencias básicas que el estudiante tiene que haber adquirido al finalizar el máster en la siguiente dirección: http://estudis.uib.cat/es/master/comp_basiques/

Contenidos

El temario se compone de 4 bloques teóricos y 3 prácticas de laboratorio.

Contenidos temáticos

Tema 1. Técnicas de preparación de muestra

Nuevas tendencias en técnicas de preparación de muestra previas a separaciones cromatográficas. Muestras ambientales y biológicas. Técnicas de extracción en fase sólida y líquida. Técnicas de microextracción en fase sólida y líquida: SPME, microSPE, SDLME, DLPME, MEPS, RAM, MIP. Automatización del pretratamiento de muestra: Sistemas robóticos, autosamplers versátiles, sistemas avanzados basados en las nuevas generaciones de análisis en flujo. Sistemas de extracción de sólidos (alimentos y sólidos ambientales) basados en QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe)

Tema 2. Cromatografía líquida

Cromatografía líquida. Conceptos y términos básicos. Equipamiento instrumental. Sistemas de inyección. Nuevas tendencias en fases estacionarias: Columnas monolíticas, columnas capilares, columnas core-shell, columnas hidrofílicas, columnas con nanopartículas metálicas y nanotubos, columnas sub 2 µm. Tipos de separaciones cromatográficas. Nuevas tendencias: HILIC, uPLC, nanoHPLC, ultraperformance convergence chromatography (UPC). Sistemas de detección clásicos: Ópticos y electroquímicos. Características diferenciales y ejemplos prácticos.

Tema 3. Cromatografía de gases

Cromatografía de gases. Conceptos y términos básicos. Equipamiento instrumental. Nuevas tendencias en fases estacionarias: Líquidos iónicos, columnas con nanopartículas. Sistemas de inyección de alto volumen (PTV): Implicaciones. Hornos con calentamiento convectivo vs. resistencias eléctricas. GC portátiles. Sistemas de detección. Ejemplos prácticos.

Tema 4. Espectrometría de masas

Guía docente

Espectrometría de masas acoplada a HPLC y GC. Tipos de analizadores y detectores. Espectrómetros de masas de alta resolución (Orbitrap, TOF, y Synapt). Fundamento físico. Características diferenciales. Ejemplos prácticos.

Práctica 1. Tratamiento de muestras ambientales y análisis LC

Determinación de residuos de pesticidas usados en Mallorca o compuestos policíclicos aromáticos en suelos y sedimentos de Mallorca. Extracción/Lixiviación mediante ultrasonidos QuEChERS. Aplicación de métodos de (micro)extracción en fase sólida. Selección del sorbente. Análisis mediante LC-UV o LC-Fluorescencia

Práctica 2. Cromatografía líquida

Diseño de un sistema cromatográfico en gradiente para la separación e identificación de fármacos antiinflamatorios no esteroides (ibuprofeno, diclofenaco, naproxeno y ketoprofeno) en muestras de orina y ambientales. Selección de fase estacionaria y sistema de detección. Evaluación de interferencias.

Práctica 3. Cromatografía de gases

Determinación de compuestos organofosforados (como por ejemplo los insecticidas etion, malation paration y carbofenotion) en muestras de polvo doméstico o suelos mediante GC-MS. Efecto del gradiente de temperatura. Sistemas Head-space y análisis de sólidos. Identificación de compuestos (target and untarget) mediante espectrometría de masas. Sistemas de derivatización.

Metodología docente

Se aplicarán metodologías docentes basadas en el método expositivo, trabajo autónomo en el laboratorio químico de técnicas de cromatografía, uso de nuevas tecnologías educativas (TIC) y aprendizaje colaborativo para fomentar el aprendizaje mixto y evaluación formativa según directrices EEES

Volumen

Debido a la inexistencia en el Departamento de Química de LC-MS operativo para prácticas de Máster, el volumen de clases teóricas es superior al esperado según la memoria verificada

Actividades de trabajo presencial (0,72 créditos, 18 horas)

Modalidad	Nombre	Tip. agr.	Descripción	Horas
Clases teóricas	Clases teóricas	Grupo grande (G)	Presentación de los contenidos de la asignatura	9
Seminarios y talleres	Clases de problemas y/o seminarios	Grupo mediano (M)	Resolución de casos prácticos e interpretación de separaciones cromatográficas planteadas	3
Clases prácticas	Clases prácticas en laboratorio	Grupo mediano (M)	Diseño, ejecución e interpretación de los resultados de las prácticas de laboratorio y casos prácticos experimentales indicadas en los contenidos de la asignatura	5
Evaluación	Examen	Grupo grande (G)	Evaluar la adquisición de las competencias cognitivas y procedimentales por parte del alumnado	1

Guía docente

Al inicio del semestre estará a disposición de los estudiantes el cronograma de la asignatura a través de la plataforma UIBdigital. Este cronograma incluirá al menos las fechas en las que se realizarán las pruebas de evaluación continua y las fechas de entrega de los trabajos. Asimismo, el profesor o la profesora informará a los estudiantes si el plan de trabajo de la asignatura se realizará a través del cronograma o mediante otra vía, incluida la plataforma Aula Digital.

Actividades de trabajo no presencial (2,28 créditos, 57 horas)

Modalidad	Nombre	Descripción	Horas
Estudio y trabajo autónomo individual	Estudio y/o trabajo autónomo	Estudio de los contenidos teóricos y teórico-prácticos de la asignatura	25
Estudio y trabajo autónomo individual o en grupo	Estudio y/o trabajo en grupo	Diseño de las prácticas de laboratorio, elaboración de las memorias correspondientes y resolución de casos prácticos planteados mediante aprendizaje colaborativo	32

Riesgos específicos y medidas de protección

Las actividades de aprendizaje de esta asignatura no conllevan riesgos específicos para la seguridad y salud de los alumnos y, por tanto, no es necesario adoptar medidas de protección especiales.

Evaluación del aprendizaje del estudiante

Sólo se aplicará la modalidad de evaluación continua ECTS. Es obligatoria la asistencia al 85% de actividades teóricas y prácticas planteadas. Es necesario obtener una calificación de 4 o superior para el examen de la asignatura

Fraude en elementos de evaluación

De acuerdo con el artículo 33 del Reglamento Académico, "con independencia del procedimiento disciplinario que se pueda seguir contra el estudiante infractor, la realización demostrablemente fraudulenta de alguno de los elementos de evaluación incluidos en guías docentes de las asignaturas comportará, a criterio del profesor, una minusvaloración en su calificación que puede suponer la calificación de «suspense 0» en la evaluación anual de la asignatura".

Guía docente

Clases de problemas y/o seminarios

Modalidad	Seminarios y talleres
Técnica	Trabajos y proyectos (recuperable)
Descripción	Resolución de casos prácticos e interpretación de separaciones cromatográficas planteadas
Criterios de evaluación	Resolución satisfactoria de casos prácticos relacionados con separaciones de LC y GC. Evaluación de competencias CB7, CB10 y E3

Porcentaje de la calificación final: 40%

Clases prácticas en laboratorio

Modalidad	Clases prácticas
Técnica	Informes o memorias de prácticas (no recuperable)
Descripción	Diseño, ejecución e interpretación de los resultados de las prácticas de laboratorio y casos prácticos experimentales indicadas en los contenidos de la asignatura
Criterios de evaluación	Presentación del diseño experimental, tratamiento de datos experimentales y resolución de cuestiones planteadas en los guiones de prácticas. Evaluación de competencias CB10, E1,E2 y E4

Porcentaje de la calificación final: 30%

Examen

Modalidad	Evaluación
Técnica	Pruebas objetivas (recuperable)
Descripción	Evaluar la adquisición de las competencias cognitivas y procedimentales por parte del alumnado
Criterios de evaluación	Solucionar correctamente cuestiones teóricas y problemas planteados. Evaluación de competencias CB7, E2 y E3

Porcentaje de la calificación final: 30%

Recursos, bibliografía y documentación complementaria

Bibliografía básica, avanzada y práctica sobre separaciones cromatográficas modernas

Bibliografía básica

R. Cela, R.A. Lorenzo, M.C. Casais, Técnicas de separación en Química Analítica, Ed. Síntesis, Madrid, 2002.
*Nota: En este curso se utilizará el recurso web didáctico (Chromacademy, www.chromacademy.com/) conteniendo animaciones sobre separaciones cromatográficas y desarrollos instrumentales, videotutoriales, webcasts, simulaciones de laboratorio y pautas para resolver problemas experimentales en casos reales, mantenido y actualizado por la revista LC-GC

Bibliografía complementaria

- 1.D.A. Skoog, F.J. Holler. S.R. Crouch, Principios de Análisis Instrumental, 6a Edición, Ediciones Paraninfo, Madrid, 2009.
2. R.E. Ardrey, Liquid Chromatography - Mass Spectrometry: An Introduction, Wiley, New York, 2003.
3. O.D. Sparkman, Z. Penton, F. G. Kitson, Gas Chromatography and Mass Spectrometry: A practical Guide, 2nd Edition, Academic Press, Oxford, 2011.



Guía docente

4. L. Novakova, V. Vlckova, A review of current trends and advances in modern bio-analytical methods:Chromatography and sample preparation, Analytica Chimica Acta, 656 (2009) 8–35.

