

DATOS DE LA ASIGNATURA					
Asignatura:	Técnicas Analíticas de Separación			Código:	757509208
Módulo:	Fundamental			Materia:	QUÍMICA ANALÍTICA
Carácter:	Obligatoria	Curso:	3º	Cuatrimestre:	1
Créditos ECTS	9	Teóricos:	6	Prácticos:	3
Departamento/s:	Química y CCMM, Prof JC Vílchez Matín		Área/s de Conocimiento:	Química Analítica	

PROFESOR/A		E-mail	Ubicación	Teléfono
Prof. 1: M ^a Angeles Fernández Recamales		recamale@uhu.es	M5-P3-11	959219958
Prof. 2. Tamara García Barrera		tamara@dqcm.uhu.es	M5-P3-09	959219962
Horario Tutorías		Prof. 1 L y X 13:00-15:00 h y J 17:00-19:00h		
		Prof. 2 M, X Y J 16:00-18:00		
		Prof. 3		
Campus Virtual	<input checked="" type="checkbox"/> Moodle <input type="checkbox"/> Página web:			

Contexto de la asignatura	<p><u>Enquadre en el Plan de Estudios</u> Esta asignatura obligatoria de 3º curso del Grado de Química complementa los contenidos en materia de Química Analítica de las asignaturas de primer y segundo Curso, Fundamentos de Química Analítica y Análisis Instrumental, a la vez que sirve de base para el resto de materias que se imparten en 4º curso. Se basa en los conceptos básicos explicados en la asignatura de primer curso, principalmente como parte integrante del proceso analítico, a la vez que son necesarios los conocimientos de las técnicas de separación para la comprensión y desarrollo de otras asignaturas dentro del contexto de la materia de Química Analítica.</p> <p><u>Repercusión en el perfil profesional</u> Los contenidos que se abordadn en esta materia contribuirá a la formación integral del alumno a la vez que le capacita para su ejercicio profesional, dado que le adiestrará en campos muy relacionados con las actividades económicas más frecuentes, como el ambiental, industrial, toxicológico, clínico y farmacéutico.</p>
Objetivo General de la Asignatura:	<p>Con esta asignatura se pretende que el alumno:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Comprenda por qué son necesarias las técnicas analíticas de separación, y ser capaz de situarlas dentro del proceso analítico. • Conozca el fundamento, la instrumentación y las aplicaciones de las diferentes técnicas de separación, tanto cromatográficas como no cromatográficas. • Adquiera una visión global de las técnicas analíticas de separación, su potencialidad y metodología de trabajo. • Sea capaz de elegir las técnicas de separación más adecuadas para resolver problemas analíticos concretos.

<p>Competencias básicas o transversales</p>	<ul style="list-style-type: none"> • B1. Capacidad de análisis y síntesis • B2. Capacidad de organización y planificación • B5. Capacidad para la gestión de datos y la generación de información / conocimiento • B6. Resolución de problemas • B8. Trabajo en equipo • B9. Razonamiento crítico • B10. Capacidad de aprendizaje autónomo para el desarrollo continuo profesional
<p>Competencias específicas</p>	<p>Competencias relativas al conocimiento</p> <ul style="list-style-type: none"> • C 3. Conocer los principios y procedimientos usados en el análisis químico y en la caracterización de los compuestos químicos. • C16. Conocer las técnicas instrumentales y sus aplicaciones. • C18. Conocer la metrología de los procesos químicos incluyendo la gestión de calidad. <p>Competencias relativas a las habilidades y destrezas cognitivas relacionadas con la química:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Q2. Capacidad de aplicar dichos conocimientos a la resolución de problemas cualitativos y cuantitativos según modelos previamente desarrollados. • Q3. Competencia para evaluar, interpretar y sintetizar datos e información Química. • Q4. Capacidad para reconocer y llevar a cabo buenas prácticas en el trabajo científico y profesional. • Q5. Competencia para presentar, tanto en forma escrita como oral, material y argumentación científica a una audiencia especializada. Q6. Destreza en el manejo y procesado informático de datos e información química. <p>Competencias relativas a las habilidades y destrezas prácticas relacionadas con la química:</p> <ul style="list-style-type: none"> • P1. Habilidad para manipular con seguridad materiales químicos, teniendo en cuenta sus propiedades físicas y químicas, incluyendo cualquier peligro específico asociado con su uso. • P2. Habilidad para llevar a cabo procedimientos estándares de laboratorio implicados en trabajos analíticos y sintéticos, en relación con sistemas orgánicos e inorgánicos. • P3. Habilidad para la observación, seguimiento y medida de propiedades, eventos o cambios químicos, y el registro sistemático y fiable de la documentación correspondiente. • P4. Habilidad para manejar instrumentación química estándar, como la que se utiliza para estudios estructurales y separaciones. • P5. Interpretación de datos procedentes de observaciones y medidas en el laboratorio en términos de su significación y de las teorías que la sustentan. P6. Capacidad para realizar valoraciones de riesgos relativos al uso de sustancias químicas y procedimientos de laboratorio.
<p>Recomendaciones</p>	<p>Haber cursado las asignaturas de Química Analítica y tener conocimientos sobre equilibrio químico, propiedades analíticas, proceso analítico en su conjunto (toma y preparación de la muestra, medición de la señal y tratamiento de datos) calibración, estándares</p>
<p>BLOQUES TEMÁTICOS</p>	<p>BLOQUE I. INTRODUCCIÓN A LAS TÉCNICAS ANALÍTICAS DE SEPARACIÓN (Tema 1) BLOQUE II. TÉCNICAS ANALÍTICAS DE SEPARACIÓN NO CROMATOGRÁFICAS (Temas 2-4) BLOQUE III. TÉCNICAS ANALÍTICAS DE SEPARACIÓN CROMATOGRÁFICAS (Temas 5-8) BLOQUE IV. TÉCNICAS ANALÍTICAS DE SEPARACIÓN ELECTROFORÉTICAS (Tema 9)</p>

**Temario Teórico y
Planificación
Temporal:**

TEMA 1 INTRODUCCIÓN A LAS TÉCNICAS ANALÍTICAS DE SEPARACIÓN (2horas)

1.Las técnicas de separación en el proceso analítico. 2. Clasificación de las técnicas analíticas de separación. 3. Fundamentos de los procesos de separación. 4. Parámetros de interés en las técnicas analíticas de separación. 5. Errores asociados a los procesos de separación: rendimiento.

TEMA 2. TÉCNICAS DE SEPARACIÓN CON FORMACIÓN IN SITU DE LA SEGUNDA FASE (2horas teoría+ 2 horas problema)

1.Introducción. 2. Precipitación y coprecipitación. 3. Volatilización y destilación. 4. Concentración de muestras por evaporación. 5. Técnicas de espacio de cabeza: Métodos estáticos y dinámicos (purga y atrapamiento).

TEMA 3. METODOS SEPARATIVOS BASADOS EN PROCESOS DE EXTRACCIÓN (4horas teoría+ 2 horas problema)

1.Extracción líquido-líquido. Características de los disolventes. Teoría del equilibrio de distribución. Influencia de la relación de fases y de las extracciones sucesivas. Factor de recuperación. Desviaciones de la ley de distribución. Relación de distribución. Factores que afectan al equilibrio de extracción. Influencia del pH. Formación de diversas asociaciones. Fenómenos de polimerización. Técnicas empleadas en separaciones por extracción. Aplicaciones.

2.Extracción sólido-líquido (lixiviación). Métodos tradicionales de extracción con Disolventes. Extracción acelerada por disolventes (ASE). Extracción asistida por microondas y otras energías auxiliares. Extracción con fluidos supercríticos (SFE): Fundamento e instrumentación, Aplicaciones.

3. Técnicas de microextracción líquida. Extracción con fibras huecas

TEMA 4. SEPARACIONES EN FASE SÓLIDA (2horas)

1.Extracción en fase sólida (SPE). Fundamento. Tipo de fases sólidas y propiedades. Características que rigen el proceso. Procedimientos off-line y on-line. 2.Microextracción en fase sólida (SPME). Fundamento y aplicaciones.

TEMA 5. INTRODUCCIÓN A LA CROMATOGRAFÍA. (5 horas)

1.Introducción. 2. Tipos de cromatografía. 3. Aspectos instrumentales de la cromatografía.

3.1. Relación entre tiempo de retención y coeficiente de reparto. 3.2. Escalado. **4. Eficacia de separación.** 4.1. Resolución. 4.2. Difusión. 4.3. Altura de plato. 4.4. Factores que influyen en la resolución. **5. ¿Por qué se ensanchan las bandas?.** 5.1. Ensanchamiento fuera de la columna. 5.2. Ecuación de altura de plato. 5.3. Difusión longitudinal. 5.4. Tiempo finito de equilibrado entre fases. 5.5. Caminos múltiples del flujo.

6. Ventajas de las columnas tubulares abiertas (en CG). 7. Bandas asimétricas

TEMA 6. CROMATOGRAFÍA DE GASES. (6 horas)

1. El proceso de separación. 1.1.Columnas tubulares abiertas. 1.2.Columnas empaquetadas. 1.3.Índice de retención. 1.4.Programación de temperatura y presión. 1.5.Gas portador. **2. Inyección de muestra.** 2.1. Inyección con división (split). 2.2. Inyección sin división (splitless). 2.3. Inyección en columna (on-column). 2.4.Vaporización de temperatura programada (PTV). 2.5. Inyector de grandes volúmenes. **3. Detectores.** 3.1. Detector de conductividad térmica, TCD. 3.2. Detector de ionización de llama (FID) 3.3. Detector de captura electrónica (ECD) 3.4. Detector de fotoionización (PID) 3.5. Detector fotométrico de llama (FPD) 3.5. Detector fotométrico de llama pulsado (PFPD). 3.6. Otros detectores. 3.7. Cromatografía de gases espectrometría de masas

TEMA 7. CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA EFICACIA (I). (6 horas)

1.El proceso cromatográfico. 1.1. Partículas pequeñas. 1.2. La columna. 1.3. La fase estacionaria. 1.4. El proceso de elución. 1.5. Elución isocrática y en gradiente. 1.6. Selección del modo de separación. 1.7. Disolventes. 1.8. Mantenimiento de la forma simétrica de los picos. **2. Inyección en HPLC. 3. Detectores en HPLC.** 3.1. Detectores espectrofotométricos. 3.2. Detector de índice de refracción (IR). 3.3. Detector de dispersión de luz previa evaporación. 3.4. Detector electroquímico. **4. Cromatografía/espectrometría de masas.** 4.1. Electronebulizador. 4.2. Ionización química a presión atmosférica. 4.3. Detección de un ion seleccionado y detección de una reacción seleccionada. 4.4. Ionización/desorción por láser asistida por matriz. 4.5. Electronebulización de proteínas.

TEMA 8. CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA EFICACIA (II). (5 horas)

1. Cromatografía de intercambio iónico. 1.1. Intercambiadores iónicos. 1.2. Selectividad del intercambio iónico. 1.3. Equilibrio Donnan. 1.4. Cuestiones prácticas. 1.5. Aplicaciones de intercambio iónico. **2. Cromatografía iónica**

2.1. Cromatografía aniónica y catiónica con supresión. 2.2. Cromatografía aniónica y catiónica sin supresión. **3. Cromatografía de pares iónicos. 4. Cromatografía de exclusión molecular.** 4.1. Ecuación de elución. 4.2. La fase móvil. 4.3. La fase estacionaria. 4.4. Determinación de fases estacionarias. **5. Cromatografía de afinidad.**

6. Cromatografía de fluidos supercríticos

<p>Temario Práctico y Planificación Temporal:</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Separación y determinación de níquel por extracción con dimetilgloxima (1 sesión= 5 horas presenciales). - Manejo de equipos y Optimización de los parámetros que influyen en la respuesta cromatográfica (1 sesión= 5 horas presenciales). - Separación y determinación de microcontaminantes orgánicos mediante HPLC utilizando detección fotométrica (1 sesión= 5 horas presenciales). - Determinación de fenoles en aguas mediante preconcentración por extracción en fase sólida y separación mediante cromatografía líquida de alta eficacia. (1 sesión= 5 horas presenciales). - Determinación de ácidos grasos por cromatografía de gases capilar con FID (1 sesión= 5 horas presenciales). - Separación de alcoholes por cromatografía de gases con columnas empaquetadas. (1 sesión= 5 horas presenciales). <p>Planificación temporal 5-12 noviembre de 2012.</p>
<p>Actividades Dirigidas y Planificación Temporal</p>	<ul style="list-style-type: none"> - Resolución grupal de Cuestiones Teóricas y Problemas relacionada con el temario teórico propuesto. Se realizarán dos actividades de este tipo al finalizar el bloque II y III. (2 horas). - Trabajo basado en la técnica puzzle. Cada miembro del grupo prepara una parte del tema propuesto de manera individual (actividad no presencial) y junto al resto de compañeros de otros grupos responsables de la misma parte (actividad presencial). Cada alumno debe prepararse para explicar su material a los compañeros de su grupo. Debe redactar dos preguntas sobre su parte y entregarla al profesor. Cada miembro del grupo explica al resto su parte, empleando los esquemas o gráficos que ha preparado. La evaluación se realiza mediante la resolución individual de un cuestionario sobre los materiales trabajados. Se realizarán dos actividades de este tipo, una sobre la materia de los bloques I Y II, y la otra sobre los temas del bloque III y IV (6,7 horas)
<p>Metodología Docente Empleada:</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. <u>Sesiones teóricas (clase magistral).</u> En cada tema, el profesor comentará los objetivos específicos del mismo y el contenido resumido, para a continuación, con el apoyo de proyecciones con ordenador, desarrollar el contenido de cada uno de los apartados incluyendo numerosos ejemplos y aplicaciones prácticas. Las clases se desarrollan de manera interactiva con los alumnos, discutiendo con ellos los aspectos que resultan más dificultosos o especialmente interesantes de cada tema. 2. <u>Sesiones prácticas de problemas.</u> Se resuelven problemas tipo, haciendo hincapié en la comprensión del mecanismo de resolución y resaltando la relación de los problemas con aplicaciones prácticas. Además, se profundizará en la utilización de Excel como herramienta para los cálculos y el tratamiento estadístico de datos. 3. <u>Sesiones prácticas de laboratorio.</u> Los alumnos/as aplicarán lo aprendido en las clases teóricas, mediante la realización de prácticas en el laboratorio, siempre dirigidos por el profesor. Al final las sesiones prácticas los alumnos entregarán un informe sobre los mismas. 4. <u>Realización de actividades académicas dirigidas.</u> Trabajo tutorizado con grupos reducidos donde el profesor/a orienta a los estudiantes para la realización de actividades que les ayuden a reforzar y asimilar los contenidos de la asignatura: <ul style="list-style-type: none"> - Resolución de cuestiones teórico-prácticas y ejercicios numéricos previamente planteados y que el alumno deberá resolver en grupo utilizando los conocimientos previamente adquiridos. Estos ejercicios serán posteriormente corregidos por los propios alumnos en clase. - Trabajo en grupo: propuesta de un tema relativo a los contenidos de la asignatura dividido en tantos apartados como miembros tengan los grupos. Cada miembro del grupo se responsabiliza de la preparación de uno de los apartados, que debatirá con los compañeros de otros grupos responsables de la misma parte, y después explicará al resto de los compañeros de su grupo. La evaluación se realiza mediante la resolución individual de un cuestionario sobre los materiales trabajados.

<p>Criterios de Evaluación:</p>	<p>La calificación final de la asignatura se obtendrá con los siguientes sumandos:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Calificación obtenida en el examen final de la asignatura. Supondrá el 60% de la calificación de la asignatura. El examen constará de cuestiones teórico-prácticas. 2. Calificación obtenida en la realización del trabajo práctico de laboratorio y en la evaluación del informe de resultados (supondrá el 20 % de la calificación final de la asignatura). Se evaluará la asistencia a las prácticas, la actitud y aptitud de alumno/a en el laboratorio, así como los resultados obtenidos. 3. Calificación obtenida por las actividades académicas dirigidas (supondrá el 20 % de la calificación de la asignatura) 				
<p>Distribución Horas Presenciales</p>	<p>Grupo Grande</p>	<p>Grupo Pequeño</p>	<p>Laboratorio</p>	<p>Lab. Informática</p>	<p>Campo</p>
	<p>28.4</p>	<p>16,7</p>	<p>30</p>	<p>-</p>	<p>-</p>
<p>Bibliografía:</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Técnicas de separación en Química Analítica. R. Cela, R.A. Lorenzo y M.C. Casais. Síntesis, Madrid, 2002. • Técnicas analíticas de separación. M. Valcárcel y A. Gómez Hens. Reverté, Barcelona, 1990. • Principios de Análisis Instrumental (5ª edición). D.A. Skoog, F.J. Holler y T.A. Nieman. McGraw Hill, Madrid, 2003. • Teoría y práctica de la extracción líquido-líquido, M. Valcarcel Cases y M. Silva, Ed. Alhambra, 1984. • Analytical chemistry by open learning, series. Ed. John Wiley and Sons: • Chromatographic separations, P.A. Sewell y B. Clarke, 1987 • High performance liquid chromatographic, S. Lindsay, 1992 • Gas cromatographic, I.A. Fowles, 1995 • Electroforesis capilar, C. Cruces. Univ. De Almería. Diputación de Almería, 1998. • Cromatografía y electroforesis en columna, M.V. Dabrio y col., Ed Springer- Verlag, 2000.. 				