



FACULTAD DE CIENCIAS EXPERIMENTALES

GUIA DOCENTE

CURSO 2023-24

GRADO EN QUÍMICA

DATOS DE LA ASIGNATURA

Nombre:

TÉCNICAS ANALÍTICAS DE SEPARACIÓN

Denominación en Inglés:

ANALYTICAL SEPARATION TECHNIQUES

Código:

757509209

Tipo Docencia:

Presencial

Carácter:

Obligatoria

Horas:

	Totales	Presenciales	No Presenciales
Trabajo Estimado	150	90	60

Créditos:

Grupos Grandes	Grupos Reducidos			
	Aula estándar	Laboratorio	Prácticas de campo	Aula de informática
6	0	3	0	0

Departamentos:

QUIMICA.PROF. JOSE CARLOS VILCHEZ MARTIN

Áreas de Conocimiento:

QUIMICA ANALITICA

Curso:

3º - Tercero

Cuatrimestre

Primer cuatrimestre

DATOS DEL PROFESORADO (*Profesorado coordinador de la asignatura)

Nombre:	E-mail:	Teléfono:
Gema Rodríguez Moro	gema.moro@dqcm.uhu.es	
Belen Callejon Leblic	belen.callejon@dqcm.uhu.es	959 219 033
* Tamara Carmen Garcia Barrera	tamara.garcia@dqcm.uhu.es	
Cecilio Parra Martinez	cecilio.parra@dqcm.uhu.es	

Datos adicionales del profesorado (Tutorías, Horarios, Despachos, etc...)

Tamara García Barrera

Facultad de Ciencias Experimentales, Campus El Carmen (planta 3, núcleo azul, Despacho 1).

Tutorías: L 9-11 h, M 10-12 h, X 16-18 h

Tlf. 959219962. tamara@uhu.es

Gema Rodríguez Moro

Facultad de Ciencias Experimentales

Tutorías: Martes 10-13 h y Jueves 9 -12 h (con cita previa)

Despacho: EX-P3-N5-07

email: gema.moro@dqcm.uhu.es

Belén Callejón Leblic

Facultad de Ciencias Experimentales

Tutorías: Lunes, martes y miércoles 12:00 a 14:00h

Despacho: EX-P3-N5-07

email: belen.callejon@dqcm.uhu.es

Cecilio Parra Martínez

Facultad de Ciencias Experimentales

Tutorías: Lunes, martes y miércoles 12:00 a 14:00h

Despacho: EX-P3-N5-12

email: cecilio.parra@dqcm.uhu.es

DATOS ESPECÍFICOS DE LA ASIGNATURA

1. Descripción de Contenidos:

1.1 Breve descripción (en Castellano):

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, respectivamente, a la vez que sirve de base para el resto de materias que se imparten en 4º curso. La asignatura permitirá avanzar en los conceptos básicos de la asignatura de primer curso, principalmente como parte integrante del proceso analítico, a la vez que avanzar en conocimientos nuevos sobre de las técnicas de separación para la comprensión y desarrollo de aplicaciones en el contexto de la materia de Química Analítica.

1.2 Breve descripción (en Inglés):

This obligatory subject that corresponds to the 3rd year of the Chemistry Degree, complements the contents of the Analytical Chemistry matter developed during the first and second Courses: Fundamentals of Analytical Chemistry and Instrumental Analysis, respectively, at the same time as it serves as fundament for other subjects. It is related to the basic concepts explained in the first year course as well as new concepts related with the separation process in analytical chemistry. As an integral part of the analytical process, the students has the technical knowledge of separation techniques for the understanding and development of other new applications within the context of Analytical Chemistry.

2. Situación de la asignatura:

2.1 Contexto dentro de la titulación:

Los contenidos que se abordan en esta materia contribuirán 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. 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, respectivamente, a la vez que sirve de base para el resto de materias que se imparten en 4º curso. La asignatura permitirá avanzar en los conceptos básicos de la asignatura de primer curso, principalmente como parte integrante del proceso analítico, a la vez que avanzar en conocimientos nuevos sobre de las técnicas de separación para la comprensión y desarrollo de aplicaciones en el contexto de la materia de Química Analítica.

2.2 Recomendaciones

Haber cursado las asignaturas de Fundamentos 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.

3. Objetivos (resultado del aprendizaje, y/o habilidades o destrezas y conocimientos):

Con esta asignatura se pretende que el alumno comprenda por qué son necesarias las técnicas analíticas de separación, y sea 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.

4. Competencias a adquirir por los estudiantes

4.1 Competencias específicas:

C16: Conocer las técnicas instrumentales y sus aplicaciones.

C18: Conocer la metrología de los procesos químicos incluyendo la gestión de calidad.

C35: Iniciativa y espíritu emprendedor.

C36: Capacidad de análisis y síntesis.

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.

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.

C1: Conocer los aspectos principales de terminología química, nomenclatura, convenios y unidades

4.2 Competencias básicas, generales o transversales:

CB3: Que los estudiantes tengan la capacidad de reunir e interpretar datos relevantes (normalmente dentro de su área de estudio) para emitir juicios que incluyan una reflexión sobre temas relevantes de índole social, científica o ética.

CB4: Que los estudiantes puedan transmitir información, ideas, problemas y soluciones a un

público tanto especializado como no especializado.

CB5: Que los estudiantes hayan desarrollado aquellas habilidades de aprendizaje necesarias para emprender estudios posteriores con un alto grado de autonomía.

CG1: Que los estudiantes hayan desarrollado y demostrado poseer habilidades de aprendizaje y conocimientos procedentes de su campo de estudio, siendo capaces de aplicarlos en su trabajo, interpretando datos relevantes para emitir juicios de temas de diversa índole pudiendo transmitirlos a un público tanto especializado como no especializado.

CT1: Dominar correctamente la lengua española, los diversos estilos y los lenguajes específicos necesarios para el desarrollo y comunicación del conocimiento en el ámbito científico y académico.

CT2: Desarrollo de una actitud crítica en relación con la capacidad de análisis y síntesis.

5. Actividades Formativas y Metodologías Docentes

5.1 Actividades formativas:

- Grupo teórico práctico.
- Grupo docente de laboratorio.
- Grupo de Actividades Dirigidas.
- Grupo de Trabajo Tutorizado.

5.2 Metodologías Docentes:

- Clases presenciales relativas a los contenidos teóricos y prácticas (problemas) de la asignatura, utilizando recursos didácticos tales como transparencias, presentaciones informatizadas y videos.
- Seminarios y conferencias sobre temas específicos de los contenidos propios de la asignatura, presentación de material de video y multimedia para ilustrar temas del programa teórico.
- Prácticas de laboratorio con grupos reducidos manejo de técnicas experimentales, discusión de resultados, obtención de conclusiones, presentación de una memoria final.
- Realización de presentaciones por los estudiantes de aspectos relativos al temario de la asignatura.
- Discusión de artículos científicos.

5.3 Desarrollo y Justificación:

La metodología docente se basa en la combinación de clases teóricas, de problemas y prácticas de laboratorio que permitirán el desarrollo de competencias fundamentales para el futuro profesional de un graduado en química. Asimismo, se llevarán a cabo trabajos relacionados con la asignatura

que serán presentados en clase así como discusión de artículos científicos que permitirá al alumno conocer las principales líneas de investigación y aplicaciones relacionadas con las técnicas analíticas de separación.

6. Temario Desarrollado

TEMA 1. METODOS SEPARATIVOS BASADOS EN PROCESOS DE EXTRACCIÓN (2h T+ 2 h P)

1. Introducción. 2. El equilibrio de distribución. 2.1. Eficacia de extracción. 2.2. Influencia del pH. 2.3. Extracción de un agente quelante con un metal.

TEMA 2. INTRODUCCIÓN A LA CROMATOGRAFÍA. (5 h T)

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 3. CROMATOGRAFÍA DE GASES. (6 h T)

1. El proceso de separación. 1.1. Columnas tubulares abierta 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 4. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA EL ANÁLISIS POR CROMATOGRAFÍA DE GASES (4h T).

1. Etapas. 2. Técnicas más utilizadas. 2.1. Extracción sólido-líquido (SPE). 2.2. Extracción soxhlet. 2.3. Extracción mediante fluidos supercríticos (SFE). 2.4. Extracción acelerada con disolventes (ASE). 2.5. Microextracción en fase sólida (SPME). 2.5. Extracción con fibras huecas.

TEMA 5. CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA EFICACIA (I). (4 h T + 2 h P)

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 6. CROMATOGRAFÍA DE LÍQUIDOS DE ALTA EFICACIA (II). (4 h T)

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.

TEMA 7. ELECTROFORESIS (2 h T)

1. Introducción. 2. Teoría de las separaciones electroforéticas. 2.1. Influencia del pH sobre la movilidad electroforética. 3. Modos de electroforesis. 3.1. Electroforesis de frente móvil. 3.2. Electroforesis de zona. 3.2.1. Electroforesis en papel. 3.2.2. Electroforesis sobre tiras de acetato de celulosa. 3.2.3. Electroforesis sobre gel. 3.2.3.1. Electroforesis en gel de poliacrilamida con SDS (SDS-PAGE). 3.2.3.2. Electroforesis en gel con gradiente de porosidad. 3.3. Isotacoforesis. 3.4. Isoelectroenfoque (enfoque isoelectrónico). 3.5. Electroforesis capilar.

TEMA 8. ELECTROFORESIS CAPILAR (2 h T)

1. Introducción. 2. Parámetros analíticos. 2.1. Tiempo de migración. 2.2. Eficacia. 2.3. Resolución. 3. Modificación del flujo. Electroosmótico. 4. Modos de electroforesis capilar. 4.1. Electroforesis capilar en zona. 4.2. Isotacoforesis. Isoelectroenfoque. 4.3. Electroforesis capilar en geles. 5. Cromatografía electrocinética micelar. 6. Detectores.

PRÁCTICAS DE LABORATORIO:

- Determinación de aromas en zumo de naranja mediante GC-FID
- Determinación de cafeína, teobromina y teofilina en bebidas mediante HPLC
- Separación de níquel y cinc por intercambio iónico
- Determinación de hidrocarburos aromáticos polinucleares en aguas por HPLC
- Determinación de bifenilos policlorados (PCBs) por GC-ECD

7. Bibliografía

7.1 Bibliografía básica:

TEORÍA Y PRÁCTICA DE LA EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO, M. Valcarcel Cases y M. Silva, B O R R A D O R Ed. Alhambra, 1984

TÉCNICAS ANALÍTICAS DE SEPARACIÓN, M. Valcárcel Cases y A. Gómez Hens, Ed. Reverté, 1988.

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. Fowlis, 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.
QUÍMICA ANALÍTICA CONTEMPORÁNEA, J.F. Rubinson y K.A. Rubinson, Prentice Hall, México, 2000.

ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO, D.C.Harris, Edit. Reverté, 2ªedición, 2001

PRINCIPIOS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL, D.A.Skoog, F.J.Holler, T.A.Nieman, 5ª edición, Edit. McGraw Hill, 2001. TÉCNICAS DE SEPARACIÓN EN QUÍMICA ANALÍTICA, R. Cela, R.A. Lorenzo y M.C. Casais, Ed. Síntesis, 2002

7.2 Bibliografía complementaria:

8. Sistemas y criterios de evaluación

8.1 Sistemas de evaluación:

- Examen final.
- Trabajo práctico de laboratorio e informe.
- Evaluación continua.

8.2 Criterios de evaluación relativos a cada convocatoria:

8.2.1 Convocatoria I:

1) Se realizarán tres actividades académicamente dirigidas, relacionadas con la resolución de problemas con el objetivo de reforzar los conocimientos adquiridos durante las clases presenciales y detectar posibles dudas. Al tratarse de resolución de problemas, los criterios de evaluación estarán relacionados con la obtención de un planteamiento y/o resultado correcto/s. No será requisito obtener una calificación mínima para que estas pruebas computen en la calificación final del alumno. (10 % de la nota final). La puntuación obtenida por el alumno se sumará sólo si LA CALIFICACIÓN OBTENIDA EN EL EXAMEN FINAL ES 5.0.

2) Asimismo, se valorará positivamente la asistencia participativa del alumno, la cual contabilizará un 5% de la nota final. La puntuación obtenida por el alumno se sumará sólo si LA CALIFICACIÓN OBTENIDA EN EL EXAMEN FINAL ES 5.0.

3) Se realizarán prácticas de laboratorio que se evaluarán atendiendo a los siguientes criterios: asistencia, resultados obtenidos, grado de participación del alumno e informe de resultados (15%). Será necesario asistir a todas las prácticas, salvo causa debidamente justificada. En cualquier caso, el alumno debe asistir al 90% de las mismas o bien superar un examen teórico-práctico relacionado con las mismas. La puntuación obtenida por el alumno se sumará sólo si LA CALIFICACIÓN OBTENIDA EN EL EXAMEN FINAL ES 5.0.

4) Se realizará un examen parcial opcional y con carácter eliminatorio del contenido impartido hasta la fecha de este examen. El alumno podrá elegir si hacer el examen parcial y eliminar materia para el examen final o presentarse directamente a este último. En el primer caso, se calculará el promedio entre la calificación obtenida en ambos exámenes, ponderando en su caso, si por cuestiones organizativas la distribución de temas en ambas pruebas no fuese equitativa. Esta prueba, junto con el examen final contabilizará con un 70 % en la nota final de la asignatura. Será requisito indispensable obtener una calificación mínima de 5.0 para la eliminación de materia, así como para la obtención de una nota media respecto a la evaluación del resto de la asignatura.

5) Se realizará un examen final en el que se evaluarán todos los contenidos teórico-prácticos de la asignatura. La calificación obtenida en el examen final de la asignatura, que constará de preguntas teóricas y problemas contabilizará con un 70% en la nota final del alumno. Para la evaluación de las preguntas relacionadas con la resolución de problemas, los criterios de evaluación estarán relacionados con la obtención de un planteamiento y/o resultado correcto/s (capacidad para relacionar los conceptos teórico con la resolución de problemas, correcta interpretación de los resultados obtenidos, etc). Por otro lado, las preguntas de carácter teórico aplicado se evaluarán atendiendo al material didáctico proporcionado al alumno o recomendado en la bibliografía. La puntuación obtenida por el alumno en la evaluación continua y en las prácticas de laboratorio

descrita previamente, se sumará sólo si LA CALIFICACIÓN OBTENIDA EN EL EXAMEN FINAL ES 5.0

8.2.2 Convocatoria II:

Para la segunda evaluación ordinaria habrá posibilidad de realizar una evaluación continua o de evaluación única final, de igual forma que para la evaluación ordinaria I.

EVALUACIÓN CONTINUA:

Se realizará un examen final, similar al realizado en la convocatoria ordinaria I, y aplicando idénticos criterios de evaluación, ponderación (70%) y requisito de nota mínima. El 30% restante se contabilizará a partir de los resultados obtenidos durante el curso en la evaluación continua si existieran. En el caso de la inexistencia de los mismos, el alumno deberá entregar una relación de actividades resueltas para su evaluación de carácter similar a las realizadas durante el curso. En el caso de la inexistencia de nota de prácticas de laboratorio, el alumno deberá realizar un examen teórico-práctico relacionado con las mismas. Para su contabilización en la nota final, el alumno debe obtener en el examen una calificación mínima de 5.0

8.2.3 Convocatoria III:

Idéntica a la II

8.2.4 Convocatoria extraordinaria:

Idéntica a la II

8.3 Evaluación única final:

8.3.1 Convocatoria I:

El alumno que tenga imposibilidad de asistir a clase, podrá optar por un sistema de evaluación única atendiendo a los siguientes criterios:

1) Se realizarán prácticas de laboratorio que se evaluarán atendiendo a los siguientes criterios: asistencia, resultados obtenidos, grado de participación del alumno e informe de resultados (30%). Será necesario asistir a todas las prácticas, salvo causa debidamente justificada. En cualquier caso, el alumno debe asistir al 90% de las mismas o bien superar un examen teórico-práctico relacionado con las mismas. La puntuación obtenida por el alumno se sumará sólo si LA CALIFICACIÓN OBTENIDA EN EL EXAMEN FINAL ES 5.0.

2) Se realizará un examen parcial opcional y con carácter eliminatorio del contenido impartido hasta la fecha de este examen. El alumno podrá elegir si hacer el examen parcial y eliminar materia para el examen final o presentarse directamente a este último. En el primer caso, se calculará el promedio entre la calificación obtenida en ambos exámenes, ponderando en su caso, si por cuestiones organizativas la distribución de temas en ambas pruebas no fuese equitativa. Esta prueba, junto con el examen final contabilizará con un 70 % en la nota final de la asignatura. Será requisito indispensable obtener una calificación mínima de 5.0 para la eliminación de materia, así como para la obtención de una nota media respecto a la evaluación del resto de la asignatura.

3) Se realizará un examen final en el que se evaluarán todos los contenidos teórico-prácticos de la asignatura. La calificación obtenida en el examen final de la asignatura, que constará de preguntas teóricas y problemas contabilizará con un 70% en la nota final del alumno. Para la evaluación de las preguntas relacionadas con la resolución de problemas, los criterios de evaluación estarán relacionados con la obtención de un planteamiento y/o resultado correcto/s (capacidad para relacionar los conceptos teórico con la resolución de problemas, correcta interpretación de los resultados obtenidos, etc). Por otro lado, las preguntas de carácter teórico-aplicado se evaluarán atendiendo al material didáctico proporcionado al alumno o recomendado en la bibliografía. La puntuación obtenida por el alumno en las prácticas de laboratorio descrita previamente, se sumará sólo si LA CALIFICACIÓN OBTENIDA EN EL EXAMEN FINAL ES 5.0.

8.3.2 Convocatoria II:

Idéntica a la convocatoria I

8.3.3 Convocatoria III:

Idéntica a la convocatoria I

8.3.4 Convocatoria Extraordinaria:

Idéntica a la convocatoria I

9. Organización docente semanal orientativa:

Fecha	Grupos Grandes	G. Reducidos				Pruebas y/o act. evaluables	Contenido desarrollado
		Aul. Est.	Lab.	P. Camp	Aul. Inf.		
11-09-2023	4	0	0	0	0		T1
18-09-2023	4	0	0	0	0	Actividad dirigida (AD) 1	T1
25-09-2023	4	0	0	0	0		T2
02-10-2023	4	0	0	0	0	AD 2	T2
09-10-2023	4	0	0	0	0		T3
16-10-2023	4	0	0	0	0	AD 3	T3
23-10-2023	4	0	0	0	0		T4
30-10-2023	4	0	0	0	0	AD 4	T4
06-11-2023	4	0	25	0	0		T5
13-11-2023	4	0	5	0	0	AD 5	T5
20-11-2023	4	0	0	0	0		T6
27-11-2023	4	0	0	0	0	AD 6	T6
04-12-2023	4	0	0	0	0		T7
11-12-2023	4	0	0	0	0	AD 7	T7
18-12-2023	4	0	0	0	0	AD 8	T8

TOTAL 60 0 30 0 0