

GRADO EN QUÍMICA

DATOS DE LA ASIGNATURA

ASIGNATURA	TÉCNICAS ANALÍTICAS DE SEPARACIÓN	SUBJECT	SEPARATION TECHNIQUES IN ANALYTICAL CHEMISTRY
CÓDIGO	757509209		
MÓDULO	FUNDAMENTAL	MATERIA	Q. ANALÍTICA
CURSO	3 ^º	CUATRIMESTRE	1 ^º
DEPARTAMENTO	QUÍMICA PROFESOR JOSÉ CARLOS VÍLCHEZ MARTÍN	ÁREA DE CONOCIMIENTO	QUÍMICA ANALÍTICA
CARÁCTER	OBLIGATORIA	CAMPUS VIRTUAL	MOODLE

DISTRIBUCIÓN DE CRÉDITOS

	TOTAL	TEÓRICOS GRUPO GRANDE	TEÓRICOS GRUPO REDUCIDO	PRÁCTICAS DE INFORMÁTICA	PRÁCTICAS DE LABORATORIO	PRÁCTICAS DE CAMPO
ECTS	9	3.78	2.22	0	3	0

DATOS DEL PROFESORADO

COORDINADOR

NOMBRE TAMARA GARCÍA BARRERA

DEPARTAMENTO QUÍMICA PROFESOR JOSÉ CARLOS VÍLCHEZ MARTÍN

ÁREA DE CONOCIMIENTO QUÍMICA ANALÍTICA

UBICACIÓN FACULTAD DE CIENCIAS EXPERIMENTALES EX-P3-05-09

CORREO ELECTRÓNICO tamara@uhu.es

TELÉFONO 959219962

URL WEB

CAMPUS VIRTUAL MOODLE

DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA ASIGNATURA

DESCRIPCIÓN GENERAL

Esta asignatura obligatoria de 3^º 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 4^º 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.

ABSTRACT

This obligatory subject of the 3rd year of the Degree of Chemistry complements the contents in the matter of Analytical Chemistry of the subjects of first and second Courses, Fundamentals of Analytical Chemistry and Instrumental Analysis, at the same time as it serves as fundament for the rest of subjects. It is related to the basic concepts



Grado en QUÍMICA

Curso 2018/2019



explained in the first year course. As an integral part of the analytical process, the students has the technical knowledge of separation techniques for the understanding and development of other subjects within the context of Analytical chemistry.

OBJETIVOS: RESULTADOS DEL APRENDIZAJE

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.

REPERCUSIÓN EN EL PERFIL PROFESIONAL

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

RECOMENDACIONES AL ALUMNADO

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

COMPETENCIAS

COMPETENCIAS BÁSICAS

CB1 - Que los estudiantes hayan demostrado poseer y comprender conocimientos en un área de estudio que parte de la base de la educación secundaria general, y se suele encontrar a un nivel que, si bien se apoya en libros de texto avanzados, incluye también algunos aspectos que implican conocimientos procedentes de la vanguardia de su campo de estudio.

CB2 - Que los estudiantes sepan aplicar sus conocimientos a su trabajo o vocación de una forma profesional y posean las competencias que suelen demostrarse por medio de la elaboración y defensa de argumentos y la resolución de problemas dentro de su área de estudio.

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.

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.

B11 - Sensibilidad hacia temas medioambientales.

COMPETENCIAS GENERALES

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.

COMPETENCIAS TRANSVERSALES

COMPETENCIAS ESPECÍFICAS

- C3 - 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.
- C19 - Capacidad para organizar, dirigir y ejecutar tareas del laboratorio químico y de producción en instalaciones complejas donde se desarrollen procesos químicos. Asimismo, para diseñar la metodología de trabajo a utilizar.
- 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.
- 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.

TEMARIO Y DESCRIPCIÓN DE LOS CONTENIDOS

TEORÍA

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. **1. El proceso de separación.** 1.1. Columnas tubulares abiertas 1.2. Columnas empacadas.
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 isoeléctrico). 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

Planificación temporal

Por determinar

METODOLOGÍA DOCENTE

Grupo grande	<ul style="list-style-type: none"> 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.
Grupo reducido	<ul style="list-style-type: none"> 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	<ul style="list-style-type: none"> Clases presenciales relativas a los contenidos teóricos y prácticas (problemas) de la asignatura, utilizando recursos didácticos tales como transparencias, presentaciones informatizadas y videos. Prácticas de laboratorio con grupos reducidos manejo de técnicas experimentales, discusión de resultados, obtención de conclusiones, presentación de una memoria final.

CRONOGRAMA ORIENTATIVO I

SEMANAS (S):	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10	S11	S12	S13	S14	S15
GRUPO GRANDE	T-1	T-2	T-3	T-4	T-4	T-5	T-5	T-5	T-6	T-6	T-6	T-7	T-7	T-7	T-8
GRUPO REDUCIDO	T-1	T-2	T-3	T-4	T-4	T-5	T-5	T-5	T-6	T-6	T-6	T-7	T-7	T-7	T-8
PRÁCTICAS DE LABORATORIO															
PRÁCTICAS DE INFORMÁTICA															
PRÁCTICAS DE CAMPO															

EVALUACIÓN DE LA ASIGNATURA

PRIMERA EVALUACIÓN ORDINARIA (FEBRERO/JUNIO)

EVALUACIÓN CONTINUA

PORCENTAJE

20 %



Universidad
de Huelva

Grado en QUÍMICA

Curso 2018/2019



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. (5 % de la nota final) 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 en la evaluación continua descrita previamente, 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 (10%).

¿Existe opción alternativa a la evaluación continua arriba contemplada? NO

EVALUACIÓN FINAL **PORCENTAJE** 80 %

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 80% en la nota final del alumno. 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

¿Contempla una evaluación parcial voluntaria? SÍ

Se realizará un examen parcial de la asignatura con carácter eliminatorio del contenido impartido hasta la fecha de este examen. 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. 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

SEGUNDA EVALUACIÓN ORDINARIA (SEPTIEMBRE) Y OTRAS EVALUACIONES

Para la segunda evaluación ordinaria (septiembre) se realizará un examen final, similar al realizado en la convocatoria de junio, y aplicando idénticos criterios de evaluación, ponderación (80%) y requisito de nota mínima. El 20% 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. Para su contabilización en la nota final, el alumno debe obtener en el examen una calificación mínima de 5.0.

OTROS CRITERIOS DE EVALUACIÓN

¿Contempla la posibilidad de subir nota una vez realizadas las pruebas? NO

Requisitos para la concesión de matrícula de honor

Obtener un 10.0 en el examen como en las actividades de evaluación continua. Cuando dicha circunstancia no se produzca tras la evaluación de todas las pruebas de los alumnos, se podrá asignar MH a aquel alumno que obtenga la máxima calificación global siempre que ésta supere un 9.0.

REFERENCIAS

BÁSICAS

Técnicas de separación en Química Analítica. R. Cela, R.A. Lorenzo y M.C. Casais.

Síntesis, Madrid, 2002.



Universidad
de Huelva

Grado en QUÍMICA

Curso 2018/2019



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

ESPECÍFICAS

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 chromatographic, 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.