



MÉTODOS DE SEPARACIÓN I

Carrera/ Licenciatura en Química
Plan: 2013

Año: Octavo cuatrimestre

Régimen de Cursada: Cuatrimestral

Carácter: Obligatoria para el Núcleo B
y optativa para los núcleos A, C y D

Carga Horaria: 112 horas

OBJETIVOS GENERALES:

Adquirir una sólida formación en métodos separativos instrumentales a través de un desarrollo temático que incluya los contenidos teóricos básicos relacionados a una separación analítica. Específicamente, los objetivos son enseñar los conocimientos teóricos de las técnicas de separación y la importancia de las mismas; promover la comprensión profunda de los procesos de separación inherentes a las técnicas de separación más comunes; desarrollar e incentivar en forma permanente el espíritu crítico para encarar un análisis y discutir sus resultados; en estas asignaturas, específicamente, se promoverá el desarrollo de criterio para la elección de técnicas apropiadas al tipo de analito y su separación de la matriz en que se encuentra; impartir un sólido entrenamiento en el manejo de métodos cromatográficos, y en el instrumental empleado.

CONTENIDOS MINIMOS:

Ecuaciones fundamentales de cromatografía. Factores que determinan el flujo en cromatografía. Concepto de permeabilidad. Interacciones moleculares y retención. Constantes de distribución. Medición de propiedades de exceso por CG. Perfil de la banda de elución. Momentos estadísticos. Causas de asimetría en cromatografía. Efectos extra-columna. Dispersión. Teoría de velocidad. Optimización: ecuaciones fundamentales. Detectores de CG y de CL.

PROGRAMA ANALÍTICO

Clase 1. Introducción. Ecuaciones fundamentales de cromatografía. Teoría de platos. Definición de retención, selectividad, resolución. Tiempo de análisis.

Clase 2. Factores que determinan el flujo en cromatografía. Concepto de permeabilidad.



Clase 3. Volumen muerto. Concepto teórico y determinación de volumen muerto en CG y en CL

Clase 4. Interacciones moleculares y retención. Constantes de distribución.

Clase 5. Termodinámica de la cromatografía. Medición de propiedades de exceso por CG.

Clase 6. Momentos estadísticos. Propiedades de la función normal.

Clase 7. Causas de asimetría en cromatografía. Importancia y optimización.

Clase 8. Efectos extra-columna en cromatografía.

Clase 9. Dispersión. Teoría de velocidad.

Clase 10. Ecuaciones de dispersión (van Deemter, Golay, Knox, Giddings)

Clase 11. Optimización. Ecuaciones fundamentales

Clase 12. Diseño de columnas en CG en tubos capilares.

Clase 13. Diseño de columnas en CL.

Trabajos Experimentales de Métodos de Separación I

TP1. Simulación en cromatografía de líquidos. Uso de un software de educación.

TP2. Determinación de la permeabilidad de una columna rellena de material particulada de cromatografía de líquidos. Validación de la ecuación de Carman-Kozenny.

TP3. Determinación de la permeabilidad de una columna capilar de cromatografía de gases. Comparación con resultados teóricos obtenidos de la ecuación de Poiseville.

TP4. Determinación del tiempo muerto en CG. Comparación de distintos métodos: inyección del pico de aire y retención de n-alcános.

TP5. Determinación del tiempo muerto en CL. Comparación de resultados con distintos marcadores.

TP6. Determinación de coeficientes de actividad de hidrocarburos en columnas rellenas de escualano a distintas temperaturas por CG. Aplicación de correcciones (dos TPs).



TP7. Preparación de una columna capilar de CG por el método estático. Medición de eficiencia.

TP8. Determinación de coeficientes de partición gas-líquido empleando columnas capilares.

TP9. Determinación de eficiencia en función de velocidad de gas portador. Estimación de los parámetros de la ecuación de Golay (dos TPs).

TP10. Dispersión extracolumna en un cromatógrafo de líquidos. Determinación del volumen extracolumna en distintas condiciones experimentales.

DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES TEÓRICAS Y PRÁCTICAS

La Asignatura tiene una carga horaria semanal de 7 horas, tiene 112 horas totales, de las cuales 3 horas semanales (48 horas totales) son dedicadas a trabajos experimentales de laboratorio y 2 horas semanales (32 horas totales) es dedicada a resolución de problemas. Las 2 horas semanales restantes (32 horas totales) se dedican a las clases de teoría-seminario.

Los distintos ejes temáticos se discuten inicialmente en clases de teoría y problemas a cargo del Profesor con la totalidad de los alumnos. A continuación de estas actividades se realiza uno o más Trabajos Prácticos sobre el eje temático previamente tratado. De cada Trabajo Experimental, los alumnos deben realizar un Informe detallado con la discusión de los resultados obtenidos. Estas actividades experimentales son coordinadas por el Jefe de Trabajos Prácticos de la asignatura. Los alumnos preparan un seminario de exposición del tema Detectores de CG y de CL, donde discuten las características de los mismos.

BIBLIOGRAFÍA

| Título | Autor(es) | Editorial | Año de edición | Ejemplares disponibles |
|--|---|-------------------------|----------------|------------------------|
| Unified Separation Science | J. C. Giddings | John Wiley & Sons | 1991 | dos |
| An Introduction to Separation Science | B. L. Karger, L. R. Snyder y C. Horvath | John Wiley & Sons | 1973 | uno |
| Theory and Mathematics of Chromatography | A. S. Said, W. Bertsch, W. G. Jennings | Hütig Verlag | 1981 | dos |
| Physicochemical Measurements by Gas Chromatography | J. R. Conder y C. L. Young | Wiley-Interscience Pub. | 1979 | uno |
| Liquid Chromatography | R. P. W. Scott | John Wiley & | 1992 | uno |



| | | | | |
|--|------------------|--------------------|------|-----|
| Column Theory | | Sons | | |
| Fundamentals and applications of chromatography and related differential migration methods | E. Heffmann, Ed. | Elsevier | 2004 | uno |
| Chemical Separations. Principles, Techniques and Experiments | E. Meloan | Wiley-Interscience | 1999 | uno |

METODOLOGÍA DE ENSEÑANZA

La Asignatura tiene una carga horaria semanal de 7 horas, tiene 112 horas totales, de las cuales 3 horas semanales (48 horas totales) son dedicadas a trabajos experimentales de laboratorio y 2 horas semanales (32 horas totales) es dedicada a resolución de problemas. Las 2 horas semanales restantes (32 horas totales) se dedican a las clases de teoría-seminario.

Los distintos ejes temáticos se discuten inicialmente en clases de teoría y problemas a cargo del Profesor con la totalidad de los alumnos. A continuación de estas actividades se realiza uno o más Trabajos Prácticos sobre el eje temático previamente tratado. De cada Trabajo Experimental, los alumnos deben realizar un Informe detallado con la discusión de los resultados obtenidos. Estas actividades experimentales son coordinadas por el Jefe de Trabajos Prácticos de la asignatura. Los alumnos preparan un seminario de exposición del tema Detectores de CG y de CL, donde discuten las características de los mismos.

Las Separaciones Analíticas abarcan todos los aspectos relacionados con la separación física y química de sustancias, poniendo énfasis en la separación como herramienta para la identificación y cuantificación de analitos. Incluye un amplio grupo de métodos de separación, en evolución permanente. Emergen en forma continua nuevas metodologías cromatográficas, electroforéticas, sofisticadas técnicas de preparación de muestras, acoplamiento de métodos separativos (cromatografías bidimensionales), etc. dedicadas a la resolución de muestras cada vez más complejas. Es por lo tanto decisivo que los contenidos de estas asignaturas sean formativos de alumnos que se encuentran en el umbral de sus carreras científicas, sean académicas o profesionales. Se intenta mantener los contenidos informativos en un mínimo, indicando en cada caso, las referencias de la bibliografía donde hallar información detallada del tema. Es más importante entender *cómo* ocurre un dado proceso separativo, los fundamentos del mismo y, en menor medida, conocer la instrumentación básica empleada en las distintas técnicas y los métodos de preparación de muestras previas al método analítico separativo. Son discutidos con profundidad conceptos de optimización, de comparación de métodos, de evaluación de las variables que permiten



mejorar la performance de un método separativo y cuáles son los límites posibles de una dada separación.

La metodología de trabajo es de una estrecha vinculación entre teoría y práctica, incluyendo en las prácticas, los seminarios, los trabajos experimentales y la resolución de problemas numéricos. Se propone también la exposición de un tema puntual por parte de los alumnos a partir de la lectura y análisis de un trabajo manuscrito de bibliografía cuidadosamente seleccionado. Esta exposición crítica de un trabajo es individual, de modo de lograr una participación efectiva en la elaboración y discusión del trabajo.

Además del profesor, estas asignaturas cuentan con un Jefe de Trabajos Prácticos, con quien se coordina el contenido de cada una de las actividades prácticas a desarrollar y el calendario académico al comienzo de cada cuatrimestre. Estas actividades prácticas (problemas y trabajos experimentales) están estrechamente vinculadas con las unidades temáticas en discusión.

Instrumental disponible:

-cromatografos de gases: HP6890 con detector FID (FOMEC), Carlo Erba con detector FID (por donación, en reparación), Konik (dañado, en reparación).

-cromatografo liquido HP1100 con bomba binaria, inyector manual y detector uv-visible (FOMEC).

-una computadora personal compartida para las asignaturas de la orientación.

EVALUACIÓN

La evaluación consiste en dos exámenes parciales con sus recuperatorios. La promoción de la asignatura se obtiene con una nota de seis. Para la nota final se computan además los informes de todos los trabajos prácticos de laboratorio, que deben entregar al finalizar la asignatura. Dada la buena relación docente/alumno, los alumnos tienen también la oportunidad de incrementar su nota final rindiendo un escrito o una exposición oral de aquellos temas en los que hayan obtenido menor calificación en los exámenes parciales