



Carrera/ Licenciatura en Química

MÉTODOS DE SEPARACIÓN II

Plan: 2013

Año: Noveno 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:

Desarrollar en el estudiante la competencia para identificar los procedimientos más apropiados a un análisis y a la preparación de muestras en función del tipo de analito y de la matriz de la muestra; para desarrollar cálculos fundamentales que les permitan la optimización de las variables involucradas en los procesos cromatográficos y electroforéticos, para usar adecuadamente los instrumentos y conocer los procedimientos operativos; describir y usar métodos de calibración para calcular las concentraciones de los componentes de una muestra real.

CONTENIDOS MINIMOS:

Pretratamiento de muestras. Cuantificación en cromatografía. Validación de métodos cromatográficos. Cromatografía de gases: soportes y fases estacionarias. Temperatura programada. Cromatografía de líquidos. Fases ligadas. Mecanismos de retención en fases inversas. Solventes, clasificación, polaridad. Fases móviles reguladas. Equilibrios secundarios en cromatografía. Equilibrios ácido-base, pares iónicos, sistemas micelares. Cromatografía en fase normal, de interacción hidrofílica, de interacción hidrofóbica, exclusión molecular, columnas quirales. Elución en gradiente. Desarrollo de métodos en CL. Cromatografía de fluidos supercríticos. Electroseparaciones.

PROGRAMA ANALÍTICO

Clase 1. Pretratamiento de muestras. Distintas técnicas dependiendo del tipo de muestra (tres clases)

Clase 2. Cuantificación en cromatografía. Cifras de mérito en cromatografía. Validación de métodos cromatográficos.



Clase 3. Cromatografía de gases. Tipos de soportes, fases líquidas para columnas rellenas y capilares. Introducción de muestras gaseosas. Temperatura programada

Clase 4. Cromatografía de líquidos. Fases ligadas. Mecanismos de retención en fases inversas. Modelo solvofóbico. Modelos empíricos.

Clase 5. Solventes, clasificación, polaridad. Fases móviles reguladas. Definiciones de pH en medios hidroorgánicos.

Clase 6. Equilibrios secundarios en cromatografía. Equilibrios ácido-base, formación de pares iónicos, sistemas micelares.

Clase 7. Cromatografía en fases normales. Interacción hidrofílica.

Clase 8. Cromatografías de biomoléculas. Interacción hidrofóbica, exclusión molecular.

Clase 9. Elución en gradiente. Ecuaciones teóricas y predicciones

Clase 10. Desarrollo de métodos en CL.

Clase 11. Cromatografía de compuestos quirales. Columnas para CG y para CL.

Clase 12. Cromatografía de fluidos supercríticos.

Clase 13. Electroseparaciones.

Trabajos Experimentales de Métodos de Separación II

TP1. Cuantificación. Método de adiciones estándar. Determinación de paracetamol en un jarabe pediátrico por cromatografía de líquidos. Determinación de cifras de mérito del método. (dos TPs)

TP2. Cuantificación. Método del sobregregado. Determinación de BTEX en agua por cromatografía de gases.

TP3. Derivatización pre-columna. Determinación de salinomicina en alimentos para aves por cromatografía de líquidos.

TP4. Extracción en fase sólida de hidrocarburos poliaromáticos en agua. Estudio de recuperación. (dos TPs)

TP5. Determinación de los índices de McReynolds de una columna de cromatografía de gases de Carbowax20M.



TP6. Separación de solutos en una muestra compleja por CG en temperatura programada.

TP7. Optimización de una separación isocrática a partir de datos de retención obtenidos en dos gradientes lineales de elución. Predicción de retención.

TP8. Electroforesis capilar. Determinación de movilidad electrosmótica y electroforética de ácidos carboxílicos. Instrumentación.

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 actividades de seminario. Las 2 horas semanales restantes (32 horas totales) se dedican a las clases de teoría.

Los distintos temas se discuten inicialmente en una (o más) clases de teoría y problemas. A continuación de los temas teóricos se realiza uno o más Trabajos Prácticos o Clase de Seminario. 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.

BIBLIOGRAFÍA

Título	Autor(es)	Editorial	Año de edición	Ejemplares disponibles
HPLC Columns. Theory, Technology and Practice	U. D. Neue	Wiley	1997	dos
Introduction to Modern Liquid Chromatography, 3 rd . Ed.	L R. Snyder, J. J. Kirkland, J. W. Dolan	Wiley-Interscience	2010	dos



High Performance Capillary Electrophoresis. Theory, Techniques, and Applications	M. G. Khaledi, ed.	John Wiley & Sons	1998	uno
Modern Practice of Gas Chromatography, 4 th .Ed.	R. L. Grob y E. F. Barry	Wiley Interscience	2004	dos

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 actividades de seminario. Las 2 horas semanales restantes (32 horas totales) se dedican a las clases de teoría.

Los distintos temas se discuten inicialmente en una (o más) clases de teoría y problemas. A continuación de los temas teóricos se realiza uno o más Trabajos Prácticos o Clase de Seminario. 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 temas de las asignaturas Métodos de Separación I y II se dictan con un orden temático diferente al que tenían en el Plan 2001. El cambio se debe a una organización más integral de las técnicas separativas. Estas asignaturas son dictadas a alumnos que han cursado las tres materias del área Química Analítica Básica entre el cuarto y sexto cuatrimestre, tres cuatrimestres de Físicoquímica, tres cuatrimestres de Química Orgánica y Fenómenos de Transporte I en el séptimo cuatrimestre. Por lo tanto, los alumnos ya adquirieron los conocimientos básicos de conceptos fisicoquímicos fundamentales tales como solubilidad, propiedades físicas de líquidos y de gases, equilibrio químico y los conceptos básicos de cromatografía de gases y de líquidos, así como la instrumentación básica asociada a estas técnicas. También han adquirido los fundamentos teóricos de técnicas separativas clásicas como destilación y extracción. En base a estos conocimientos previos y dada la permanente introducción de nuevas estrategias separativas, de preparación de muestras complejas y de acoplamiento de técnicas que hace insuficiente el presupuesto de tiempo para abordar a todas estas metodologías, se decidió mantener los fundamentos teóricos, aplicables a cualquier técnica cromatográfica, en una asignatura inicial (Métodos de Separación I) discutiendo, cuando es necesario, las particularidades de un tipo de cromatografía. Los temas específicos de cada cromatografía y su aplicación a distintos tipos de muestras se abordan en la segunda asignatura (M. de Separación II). Este ordenamiento, diferente al descrito en el Plan 2001, implica primero comprender los fundamentos de



un proceso separativo, los cuales son esencialmente idénticos en la mayoría de los métodos cromatográficos, discutir variables de optimización, comparación de métodos, y los límites esperables de un dado método. En la segunda parte se individualizan las distintas estrategias dependiendo de las propiedades físicas del analito y su matriz.

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

El método de evaluación consiste en dos exámenes con sus recuperatorios y un flotante que abarca casi todos los contenidos de la asignatura. Además de ese examen deben preparar una exposición que es evaluada sobre temas de instrumental de detección en las distintas metodologías separativas. Esta exposición se da en una fecha acordada con los alumnos e independiente del examen escrito. Además deben confeccionar informes completos de los TPs que se realizan. La promoción de la asignatura se obtiene con una nota de seis (promedio de los parciales). Para la nota final los alumnos tienen también la oportunidad de incrementar su nota con el seminario de exposición.