

# FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS

## Presentación de curso de posgrado

Año	2022	Semestre	Segundo semestre		
Indique la denominación del curso (actividad curricular)					
Desarrollo de métodos en Cromatografía Líquida de Alta Eficiencia (HPLC). Estrategias de optimización (Exp. Original 700-006781/001).					
Especificación clara si se lo considera válido para cubrir exigencias del Doctorado					
Es la revalidación de un curso que fue aprobado como valido para doctorado (asignándole oportunamente tres créditos).					
Indique el/las área/s de Doctorado para las que el curso es dirigido					
Cs. Biológicas	X	Física		Ciencias Ambientales	X
Química	X	Matemática			
Indique si el curso es o forma parte de una materia de grado. Especifique.					
NO					
Profesor responsable (indicando cargo docente y/o investigación y las horas que participa del dictado de clases)					
Mario R. Reta (8 hs), Sonia Keunchkarian (6 hs), Lilian Romero, (6 hs) Leonardo Gagliardi (6hs) y Cecilia Castells (Responsable con 8 hs de clases)					
Docentes participantes (indicando cargo docente y/o investigación y las horas que participa del dictado de clases)					
Participaran los siguientes becarios doctorales de Conicet y tesistas de esta Facultad, que no poseen cargos docentes: Sebastián Caruso, Matías Diaz Merino, Emilia Frickel Critto, Sol Giovannoni, Federico Castañeda, y Belen Cingolani					
Característica del curso (Teórico, práctico, teórico-práctico, etc)	Teórico y practico				
Modalidad del curso (presencial, a distancia, combinada). Indicar en porcentaje el dictado a distancia.	presencial				
Carga horaria semanal	25 hs/semana , dos semanas				

Duración total en horas (distinguir horas de teoría, práctica, teoría/práctica, presencial y a distancia)		50 horas (35 horas teoría y 15 horas de TPs)	
Tipo de evaluación y requisitos de aprobación (máx. 2000 caracteres). Si la evaluación no es presencial indicar los instrumentos y soportes que se emplearán para evaluar los aprendizajes y competencias de los/as alumnos/as.			
La evaluación es escrita y presencial. El curso se suspendió durante los años 2020 y 2021 por la imposibilidad de realizar los TPs. Se prevé que sea una modalidad intensiva y que los TPs sean de grupos no mayores a 5 estudiantes/docente colaborador.			
Ámbito o lugar de desarrollo (Instituto, Centro, Laboratorio, cátedra, aula, etc). Si hay más de uno indicar cuántas horas en c/u y qué actividades se desarrollarán en cada lugar			
Aulas asignadas para las teorías, aula de PC para una jornada y LIDMA para los TPs.			
Comienzo del dictado	31/10/2022 al 11/11/2022	Cupo de alumnos/as	30
Breve descripción de los contenidos y su vinculación con los objetivos de la carrera (máx. 1000 caracteres)			
Se trata de un curso de cromatografía de líquidos con trabajos prácticos, que incluyen conceptos de optimización de la resolución de muestras complejas, pretratamiento de las mismas y posterior cuantificación de los analitos principales. Como técnica analítica, se trata de una de las más difundidas en laboratorios de ciencias químicas, ambientales y biológicas, de amplio uso, pero de demanda permanente de recursos formativos que la carrera, por currícula (presupuesto horario) no puede brindar.			
Arancelamiento			
NO	<input type="checkbox"/>	SÍ	<input checked="" type="checkbox"/>
			Monto
Destino de los fondos		Es sin arancel para estudiantes de doctorado de esta Facultad. El costo es de \$10.000 para alumnos de doctorado externos y de \$12.000 para graduados en ámbitos no académicos.	
Mecanismo de pago y administrador de fondos		Fundación Ciencias Exactas.	

Describir los objetivos del curso (máx. 2000 caracteres)

El objetivo primario de este curso es impartir conocimientos básicos de optimización de métodos de análisis en cromatografía de líquidos (HPLC). El curso será de carácter teórico en un 70% y práctico en un 30%. Los aspectos teóricos incluyen: modelos cromatográficos clásicos. Retención, selectividad, eficiencia, resolución, sensibilidad. Propiedades físicas y químicas de columnas. Optimización. Métodos cromatográficos según el tipo de muestra. Pretratamiento de muestras. Gradientes de elución. Optimización en gradiente. Cuantificación. Componentes instrumentales.

Indicar los contenidos del curso (máx. 2000 caracteres)

El curso prevé ocho encuentros de teorías y problemas. Los aspectos teóricos incluyen: modelos cromatográficos clásicos. Parámetros elementales: retención, selectividad, eficiencia, resolución, sensibilidad. Propiedades físicas y químicas de columnas. Optimización. Distintos métodos cromatográficos, selección según el tipo de muestra. Pretratamiento de muestras. Gradientes de elución. Optimización en gradiente. Métodos de calibración: características y aplicación en HPLC. Conceptos básicos de validación de métodos. Componentes de Instrumentos.

Se prevén 4 TPs de laboratorio. El cupo de alumnos se fija en función del desarrollo de la tarea experimental y disponibilidad de docentes colaboradores para llevar a cabo esta tarea con no más de 5 alumnos en cada turno.

Si corresponde, describir las actividades prácticas previstas, indicando lugar donde se desarrollarán, modalidad de supervisión y modalidades de evaluación (máx. 2000 caracteres).

TP1: Simulación cromatográfica. Influencia de las distintas variables operacionales sobre el cromatograma.

TP2. Análisis cualitativo de una mezcla. Descripción y manejo del instrumento. Influencia de la composición y tipo de solvente orgánico en la retención, selectividad y resolución de una mezcla real.

TP3. Pretratamiento de una mezcla compleja. Detección y separación de aminoácidos derivatizados en productos alimenticios.

TP4. Cuantificación de hidrocarburos poliaromáticos en agua, previa extracción y preconcentración de analitos por extracción en fase sólida. Validación de los datos.

Los TPs serán desarrollados en el LIDMA.

Si el curso incluye horas a distancia indicar las provisiones metodológicas y pedagógicas, las actividades que se realizarán en las horas presenciales y en las virtuales y el modo en que se articularán, las interacciones docente-estudiantes y estudiantes-estudiantes

previstas, y los mecanismos de seguimiento, supervisión y evaluación de esas actividades.	
<b>Contacto con el responsable</b>	
Lugar de Trabajo	Division Química Analítica y LIDMA.
Teléfono	0221 4226977
Correo electrónico	E-mail: lidma@exactas.unlp.edu.ar

Adjuntar programa detallado de actividades

### Programa del curso.

1. Conceptos fundamentales Introducción: El proceso cromatográfico, migración diferencial y dispersión en la columna, retención. Eficiencia de la columna: ensanchamiento de bandas, influencia de la velocidad de la fase móvil, efectos intra y extra columna, efecto del tamaño de muestra. Resolución: ¿Cuánta resolución es necesaria para el análisis? Resolución vs. condiciones experimentales: a) fuerza del solvente, b) selectividad de la fase móvil, c) tipo de columna y temperatura. Capacidad de picos. Tiempo de análisis y limitaciones instrumentales.
2. Descripción del equipamiento básico Bombas: bombas de pistón simple y doble, pistones en tandem, bombas a jeringa y de diafragma. Mezclado a alta y baja presión. Volumen de retardo. Tratamiento de la fase móvil: diferentes tipos de desgasado, filtración. Inyectores y autoinyectores: diseño y operación. Ejemplos comerciales. Detectores más comunes: UV-visible, arreglo de diodos, fluorescencia, índice de refracción, electroquímico, dispersión de luz y detector de masas. Tuberías y acoples: tipos, construcción de una conexión típica. Prevención y solución de algunos problemas comunes en el uso del instrumento.
3. Desarrollo del método cromatográfico Introducción: Naturaleza de la muestra, pretratamiento y detección. Objetivos de la separación. Selección del método y condiciones iniciales. Selección de la columna: propiedades físicas y químicas de los materiales empleados como relleno. Diseño de columnas. Importancia de las características geométricas de la columna.
4. Preparación de la muestra: tipos de muestra. Pretratamiento de muestras sólidas y líquidas. Muestras bioquímicas: aminoácidos, proteínas y ácidos nucleicos. Extracción en fase sólida (SPE), acelerada con solventes (ASE) y con microondas (MASE). Microextracción en fase sólida (SPME) y microextracción dispersiva líquido-líquido (DLLE).
5. Elección del tipo de cromatografía en función de las características de la muestra. Muestras no iónicas: fase normal y fase inversa. Optimización de la separación. Muestras iónicas: fase inversa, par iónico e intercambio iónico. Control del pH, empleo de buffers y modificadores orgánicos. Desarrollo del método. Breve descripción de otros tipos de cromatografía con fases líquidas: exclusión molecular,

interacción hidrofóbica, interacción hidrofílica y cromatografía quiral. Elución en gradiente para el desarrollo del método cromatográfico: ¿separación isocrática o en gradiente? Teoría de gradiente de elución. Estimación de las condiciones óptimas para el análisis final. Separaciones fáciles, típicas y difíciles.

6. Análisis cuantitativo: Detectabilidad. Influencia de las condiciones experimentales. Detectabilidad versus resolución. Métodos de cuantificación. Método del estándar interno, del estándar externo y método del sobregregado. Ventajas y desventajas de cada uno. Curvas de calibración. Cifras de mérito: límite de detección y de cuantificación, rango lineal, sensibilidad, especificidad, exactitud, precisión y robustez.

### **Trabajos Prácticos:**

TP1: Simulación cromatográfica. Influencia de las distintas variables operacionales sobre el cromatograma.

TP2. Análisis cualitativo de una mezcla. Descripción y manejo del instrumento. Influencia de la composición y tipo de solvente orgánico en la retención, selectividad y resolución de una mezcla.

TP3. Pretratamiento de una mezcla compleja. Detección y separación de polifenoles en una muestra alimenticia.

TP4. Cuantificación de hidrocarburos poliaromáticos en agua. Extracción y preconcentración de analitos por extracción en fase sólida.

### **Bibliografía**

HPLC Columns. Theory, Technology and Practice, U. D. Neue, Wiley, 1997

Introduction to Modern Liquid Chromatography, 3<sup>rd</sup>. Ed., L R. Snyder, J. J. Kirkland, J. W. Dolan, Wiley Interscience, 2010

SPME, Theory and Applications, J. Pawliszyn, 2007.

### **Evaluación.**

Evaluación escrita al finalizar el curso.