

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS

Presentación de curso de posgrado

Año	2024	Semestre	Primer semestre	
Indique la denominación del curso (actividad curricular)				
Métodos cromatográficos en columna. Cromatografía de gases, de líquidos, y de fluidos supercríticos. Optimización.				
Especificación clara si se lo considera válido para cubrir exigencias del Doctorado				
Sí, se trata de un curso válido para doctorado. Está destinado a graduados en Lic. en Química, en Bioquímica, Farmacia, Lic. en Biotecnología, en Tecnología Ambiental y en Alimentos e Ing. Química. Se trata de un curso que es continuación del curso "Fundamentos de separaciones cromatográficas".				
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.				
Si. Es un curso cuyos contenidos coinciden mayoritariamente con la asignatura "Métodos de Separación II", perteneciente a la currícula de Licenciatura en Química (Núcleo B) y que se dicta regularmente el primer semestre (9no. Cuatrimestre) para alumnos de Orientación Analítica. Esta asignatura también la cursaron alumnos de doctorado de manera informal en numerosas ocasiones.				
Profesor responsable (indicando cargo docente y/o investigación y las horas que participa del dictado de clases)				
Cecilia Castells, Prof. Titular (6 hs/semana)				
Docentes participantes (indicando cargo docente y/o investigación y las horas que participa del dictado de clases)				
Docentes: Agustín Acquaviva, JTP (6 hs/semana), Carlina Lancioni, JTP (6 hs/semana), Sebastián Caruso, Ayudante Diplomada (6 hs/semana). Son los responsables de los Trabajos experimentales y seminarios realizados en grupos de no más de 4 alumnos.				
Característica del curso (Teórico, práctico, teórico-práctico, etc)	Teórico y práctico			

Modalidad del curso (presencial, a distancia, combinada). Indicar en porcentaje el dictado a distancia.		Presencial	
Carga horaria semanal		7 hs/semana , un cuatrimestre (112 hs)	
Duración total en horas (distinguir horas de teoría, práctica, teoría/práctica, presencial y a distancia)		un cuatrimestre (112 hs totales). La distribución entre teoría y practica es de 60% teoría y seminarios/problemas y un 40% de trabajos experimentales	
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 tendrá dos instancias: 1) presentación y corrección de informes de todos los trabajos experimentales y 2) un examen escrito que se realizará en forma presencial. La aprobación del curso implica la presentación de los informes con las debidas correcciones (si las hubiera) y un 60% del examen completo.			
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 simulaciones y LIDMA para los TPs.			
Comienzo del dictado	Marzo 2024	Cupo de alumnos/as	12
Breve descripción de los contenidos y su vinculación con los objetivos de la carrera (máx. 1000 caracteres)			
El curso "Fundamentos de métodos cromatográficos" forma a los alumnos en los fundamentos teóricos, aplicables a cualquier técnica cromatográfica. En este curso se abordan sobre temas específicos de cada cromatografía y su aplicación a distintos tipos de muestras. Este ordenamiento temático implica que en este curso se individualizan las distintas estrategias separativas dependiendo de las propiedades físicas y químicas de los analitos y su matriz.			
Arancelamiento			
N O	X	Sí	Monto
Destino de los fondos		Es sin arancel para estudiantes de doctorado de la UNLP.	
Mecanismo de pago y administrador de fondos			
Describir los objetivos del curso (máx. 2000 caracteres)			

El objetivo general del curso consiste en proveer una sólida formación en técnicas cromatográficas: cromatografía de gases (GC) y de líquidos (LC).

Los objetivos específicos son que los alumnos del curso adquieran las siguientes competencias:

- identificar los procedimientos más apropiados al análisis y a la preparación de muestras en función del tipo de analito y de la matriz de la muestra;
- desarrollar cálculos fundamentales que les permitan la optimización de las variables involucradas en los procesos cromatográficos;
- usar adecuadamente los instrumentos y conocer los procedimientos operativos en modos isocráticos o en gradientes de solventes en HPLC o temperatura programada en GC.
- describir y usar métodos de calibración para calcular las concentraciones de los componentes de una muestra;
- adquirir conocimientos acerca de una validación de un método cromatográfico.

Indicar los contenidos del curso (máx. 2000 caracteres)

El curso prevé encuentros semanales de teoría, problemas y TPs integrados en los que se discutirán los siguientes temas:

Cuantificación en cromatografía. Cifras de mérito y validación de métodos cromatográficos.

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

Cromatografía de gases. Tipos de soportes, fases líquidas para columnas rellenas y capilares.

Introducción de muestras gaseosas. Temperatura programada

Cromatografía de líquidos (HPLC). Fases ligadas. Mecanismos de retención en fases inversas.

Modelos retentivos.

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

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

Cromatografía en fases normales. Interacción hidrofílica.

Cromatografías de biomoléculas. Interacción hidrofóbica, exclusión molecular.

Elución en gradiente. Teoría de la elución en gradiente y optimización

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

Cromatografía de fluidos supercríticos.

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

Se prevén los siguientes trabajos experimentales:

TP1. Cuantificación. Extracción en fase sólida (SPE): Determinación de compuestos fenólicos en agua residual.

TP2. Extracción empleando microfibras en fase sólida (SPME). Aplicación en muestras de vino blanco.

TP3. Derivatización pre-columna. Derivatización de profenos y análisis mediante CG-FID

TP4. Determinación de los índices de retención y clasificación de fases estacionarias en cromatografía de gases.

TP5. Separación de solutos en una muestra compleja con temperatura programada por cromatografía de gases.

TP6. Optimización de una separación isocrática a partir de datos de retención obtenidos en dos gradientes lineales de elución. Predicción de retención en gradiente

Los TPs serán desarrollados en el LIDMA.

Si el curso incluye horas a distancia indicar las previsiones 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.

Contacto con el responsable

Lugar de Trabajo División Química Analítica y LIDMA.

Teléfono 0221 4226977

Correo electrónico E-mail: lidma@exactas.unlp.edu.ar

Firmas del/los responsable/s



Adjuntar programa detallado de actividades

Programa de la asignatura

Teoría y práctica desarrolladas en un total de 112 horas.

1.- Cuantificación por métodos cromatográficos. Etapas del análisis cromatográfico. Precisión y exactitud asociadas. Métodos de calibración (normalización, estándar externo e interno, método del sobreagregado). Conceptos de validación de métodos cromatográficos.

2.- Técnicas de pre-tratamiento de muestras. Procesamientos previos de sólidos y de suspensiones, pretratamiento de muestras líquidas. Extracción en fase sólida y microextracción en fase sólida. Técnicas de preparación de muestras en membranas. Tratamiento de muestras gaseosas. Cromatografía bidimensional. Técnicas de derivatización.

3.- Cromatografía de gases. Rellenos para cromatografía gas-sólido: tipos y aplicaciones. Soportes para cromatografía gas-líquido.

Columnas de tubo abierto. Modificaciones de la pared interna del tubo. Métodos de cubrimiento del capilar con la fase estacionaria. Fases líquidas comunes. Polaridad. Índices de McReynolds.

Introducción de la muestra. Procesos generados en la cámara inyectora y la jeringa. Discriminación. Inyectores con y sin división de la muestra; variables operativas, reproducibilidad. Inyectores en columna: fenómenos generados.

Análisis con temperatura programada: tiempo y temperatura de retención; variables operativas.

4.- Cromatografía de líquidos. Tipos de cromatografías con fase móvil líquida. Diferencias básicas entre CG y CL. Fases estacionarias químicamente ligadas. Relaciones empíricas entre las características

de la fase enlazada y los parámetros cromatográficos. Mecanismos de retención con fases químicamente ligadas. Modelo solvofóbico. Clasificación de solventes por su polaridad; mezclas de solventes. Optimización de una separación: criterios de separación, variables, resultados y su evaluación. Características de la columna respecto a la resolución y el tiempo de análisis.

5.- Tipos de cromatografía en función del tipo de muestra. Cromatografía de líquidos para solutos ionizables; fases móviles con el agregado de soluciones reguladoras de pH, de agentes formadores de pares iónicos y de micelas. Cromatografía de iones. Características generales. Técnicas con y sin supresión iónica.

Cromatografía en fase normal. Mecanismo de retención. Soportes sólidos y fases móviles usadas. Cromatografía de interacción hidrofílica. Aspectos prácticos.

Métodos cromatográficos más comunes para muestras de origen biológico. Cromatografía de interacción hidrofóbica. Cromatografía de exclusión por tamaño. Mecanismo de retención. Relación entre volumen de retención y peso molecular.

6.- Elución con gradiente de composición de la fase móvil. Tiempo y volumen de retención en gradiente. Teoría de gradiente lineal. Ancho de banda, compresión de banda. Resolución, variables que intervienen; optimización en función de las características de la columna y variables operativas.

7.- Cromatografía de fluidos supercríticos. Características fundamentales de esta técnica. Relaciones entre presión y densidad de la fase móvil, y de estas variables con la retención y selectividad. Eficiencia y resolución.

Bibliografía

Textos generales sobre Separaciones:

C. E. Meloan, Chemical Separations. Principles, Techniques and Experiments, Wiley-Interscience Pub., John Wiley & Sons, New York, 1999

J. C. Giddings, Unified Separation Science, Wiley-Interscience Pub., John Wiley & Sons, New York, 1991

B. L. Karger, L. R. Snyder y C. Horvath, An Introduction to Separation Science, Wiley-Interscience Pub., John Wiley & Sons, New York, 1973

E. Heffmann, Ed., Chromatography, 6th. Edition. Fundamentals and applications of chromatography and related differential migration methods, Elsevier, Amsterdam, 2004

A. S. Said, Theory and Mathematics of Chromatography, W. Bertsch, W. G. Jennings, R. E. Kaiser Pub., Hüting Verlag, Heidelberg, 1981

P. J. Schoenmakers, Optimization of chromatographic selectivity. A guide to method development, Elsevier, Amsterdam, 1986

Textos específicos para CG:

J. R. Conder y C. L. Young, Physicochemical Measurements by Gas Chromatography, Wiley-Interscience Pub., John Wiley & Sons, New York, 1979

H. Purnell, Gas Chromatography, John Wiley & Sons, New York, 1962.

Textos específicos de LC:

R. P. W. Scott, Liquid Chromatography Column Theory, R.P. W. Scott y C. F. Simpson, Ed., John Wiley & Sons, New York, 1992

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

L.R. Snyder, J. J. Kirkland, J. L. Glajch, Practical HPLC Method Development, 2nd. Ed., Wiley-Interscience Pub., John Wiley & Sons, New York, 1997