

**TÉCNICAS AVANZADAS DE SEPARACIÓN NO CROMATOGRÁFICA**  
**GUÍA DOCENTE**  
 Curso 2011-2012

<b>Titulación:</b>	Máster en Química Avanzada	<b>Código</b>	755M
<b>Asignatura:</b>	Técnicas avanzadas de separación no cromatográfica	<b>Código</b>	755305000
<b>Materia:</b>			
<b>Módulo:</b>	Optativo		
<b>Semestre:</b>	1º		
<b>Créditos ECTS:</b>	4	<b>Horas presenciales:</b>	40
		<b>Horas de trabajo autónomo estimadas:</b>	60
<b>Idiomas en los que se imparte:</b>	Español		
<b>Idiomas del material de lectura o audiovisual:</b>	Español e inglés		

**Departamentos responsables de la docencia:**

<b>DEPARTAMENTO DE QUÍMICA</b>		<b>Código</b>	
<b>Dirección:</b>	C/ Madre de Dios 51	<b>Código postal:</b>	26006
<b>Teléfono:</b>	+34 941 299620	<b>Fax:</b>	+34 941 299621
		<b>Correo electrónico:</b>	dpto.quimicas @unirioja.es

**Profesores**

<b>Profesor responsable de la asignatura:</b>	María Teresa Tena Vázquez de la Torre		
<b>Teléfono:</b>	+34 941 299 627	<b>Correo electrónico:</b>	maria-teresa.tena@unirioja.es
<b>Despacho:</b>	1110	<b>Edificio:</b>	CCT
<b>Horario de tutorías:</b>	Lunes y miércoles de 12:00 a 14:00, martes de 13:00 a 14:00, jueves de 12:00 a 13:00.		
<b>Nombre profesor:</b>	Consuelo Pizarro Millán		
<b>Teléfono:</b>	+34 941 299626	<b>Correo electrónico:</b>	consuelo.pizarro@unirioja.es
<b>Despacho:</b>	1109	<b>Edificio:</b>	CCT
<b>Horario de tutorías:</b>	Martes y miércoles de 9:30 a 12:30.		

**Descripción de contenidos:**

--

- Extracción en fase sólida (SPE)
- Microextracción en fase sólida (SPME)
- Microextracción líquido-líquido (LPME)
- Extracción con fluidos supercríticos (SFE)
- Extracción con líquidos presurizados (PLE)
- Extracción asistida por microondas (MAE)
- Extracción sólido líquido con ultrasonidos focalizados (FUSLE)

#### Requisitos previos:

Asignaturas de Química Analítica en las Licenciaturas o Grados en Química y Farmacia

### PROGRAMA GENERAL

#### Contexto:

Esta asignatura que está incluida en el bloque de materias sobre instrumentación, técnicas espectroscópicas y separación, proporciona al alumno conocimientos y habilidades que le permitirán ser capaz de seleccionar las técnicas de separación más adecuadas y optimizar las condiciones experimentales para realizar el tratamiento previo de la muestra en análisis cromatográfico. Estos conocimientos y habilidades constituyen un punto de partida para la realización del trabajo fin de master y en su caso la tesis doctoral, especialmente en el área de Química Analítica.

#### Competencias:

- Conocer el fundamento, la instrumentación, la metodología y las aplicaciones de las técnicas de separación más recientes para la preparación de muestra.
- Conocer los aspectos más relevantes para la implementación de las técnicas estudiadas en un método de análisis, con especial atención al desarrollo y la calibración metodológica.

#### Resultados del aprendizaje:

- El alumno conoce las técnicas de separación más recientes para la preparación de muestra. Es capaz de decidir qué técnica es la más adecuada para cada problema analítico concreto.
- El alumno conoce las variables que debe estudiar para desarrollar un método y es capaz de proponer un esquema de optimización de las mismas. El alumno sabe como debe calibrarse un método de análisis para obtener resultados exactos, no afectados por errores predeterminados.

#### Temario:

Tema 1. Introducción

Objetivos. Cromatográficas versus no cromatográficas. Aspectos avanzados. Clasificación. Eficacia.

Factor de preconcentración.

### **Tema 2. Extracción en fase sólida (SPE)**

Aspectos generales. Metodología y etapas. Fundamento. Fases sólidas y mecanismos de retención. SPE y derivatización. Formatos de trabajo: cartuchos, discos y sistemas automáticos en línea. Aplicaciones.

### **Tema 3. Microextracción en fase sólida (SPME)**

Aspectos generales. Metodologías en SPME. Fundamento. Cinética de extracción. Tipos de fibras. Transferencia al instrumento: desorción térmica y elución con disolventes. SPME y derivatización. Aplicaciones. Calibración de métodos. Metodología múltiple. Otros formatos: Extracción en barra agitadora (SBSE). Comparación con la extracción en fase sólida.

### **Tema 4. Microextracción líquido-líquido**

Introducción. Fundamento y clasificación. Técnicas de gota única (SDME). Metodología y aplicaciones. Técnicas con membrana. Metodología y aplicaciones. Comparación con SPME.

### **Tema 5. Extracción con fluidos supercríticos (SFE)**

Introducción. Características de los fluidos supercríticos. Fundamento. Extractor de fluidos supercríticos. Variables que afectan a la lixiviación supercrítica. Modalidades: Fuera de línea y en línea. SFE y derivatización. Aplicaciones.

### **Tema 6. Extracción con líquidos presurizados (PLE)**

Introducción. Componentes de un extractor ASE. Aspectos y parámetros que influyen en la extracción. Limpieza en línea mediante el uso de sorbentes en la celda. Aplicaciones.

### **Tema 7. Extracción asistida por microondas (MAE)**

Uso de las microondas en la preparación de la muestra. Componentes de un extractor de microondas. Aspectos y parámetros que influyen en la extracción. Aplicaciones.

### **Tema 8. Extracción sólido-líquido con ultrasonidos focalizados (FUSLE)**

Uso de los ultrasonidos en extracción. Fundamento y fenómeno de cavitación. Sistemas instrumentales para extracción asistida por ultrasonidos. Sistemas focalizados. Parámetros que influyen en la extracción FUSLE. Aplicaciones.

## **Bibliografía:**

### Libros generales:

- R. Cela, R.A. Lorenzo y M.C. Casais. TÉCNICAS DE SEPARACIÓN EN QUÍMICA ANALÍTICA. Síntesis, Madrid, 2002.
- J.R. Dean. EXTRACTION TECHNIQUES IN ANALYTICAL SCIENCES, John Wiley & Sons, Chichester, 2009.

### Monografías especializadas:

- J. S. Fritz. ANALYTICAL SOLID-PHASE EXTRACTION. Wiley-VCH, Nueva York, 1999.
- M.S. Mills y E.M. Thurman. SOLID-PHASE EXTRACTION: PRINCIPLES AND PRACTICE. Wiley, Nueva York, 1998.
- J. Pawliszyn. SOLID PHASE MICROEXTRACTION. THEORY AND PRACTICE. Wiley-VCH, Nueva York, 1997.
- S.A. Scheppers Wercinski. SOLID PHASE MICROEXTRACTION. A PRACTICAL GUIDE. Marcel Dekker, Nueva York, 1999.
- J. Pawliszyn (Editor). APPLICATIONS OF SOLID PHASE MICROEXTRACTION. (RSC

Chromatography Monographs). Royal Society of Chemistry, Cambridge, 1999.

- M.D. Luque de Castro, M. Valcárcel y M.T. Tena. EXTRACCIÓN CON FLUIDOS SUPERCRÍTICOS EN EL PROCESO ANALÍTICO. Reverté, Barcelona, 1993.
- L.T. Taylor. SUPERCRITICAL FLUID EXTRACTION. John Wiley & Sons, New York, 1996.
- J.L. Capelo Martínez. ULTRASOUND IN CHEMISTRY. ANALYTICAL APPLICATIONS. Wiley-VCH, Weinheim, 2009

Otro material bibliográfico (disponible en la página web de la biblioteca de la UR):

- SCOPUS
- Revistas científicas de Química Analítica

## Metodología

Modalidades organizativas:	Métodos de enseñanza:
<ul style="list-style-type: none"> <li>- MO1: Clases teóricas</li> <li>- MO2: Seminarios y talleres</li> <li>- MO3: Clases prácticas</li> <li>- MO5: Tutorías</li> <li>- MO7: Estudio y trabajo autónomo del alumno</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ME1: Lección magistral</li> <li>- ME2: Estudio de casos</li> <li>- ME3: Resolución de ejercicios y problemas</li> <li>...</li> </ul>

## Organización

Actividades presenciales:	Horas
- Clases teóricas	20
- Clases prácticas de aula	12
- Pruebas presenciales de evaluación	2
- Otras actividades	6
<b>Total horas presenciales</b>	<b>40</b>

Actividades no presenciales (trabajo autónomo):	Horas estimadas
- Estudio autónomo individual o en grupo	30
- Resolución individual de ejercicios, cuestiones u otros trabajos, actividades en biblioteca o similar	15
- Preparación en grupo de trabajos, presentaciones (orales, debates,...), actividades en biblioteca o similar	15
<b>Total horas estimadas de trabajo autónomo</b>	<b>60</b>
<b>Total horas</b>	<b>100</b>

## Evaluación

Sistemas de evaluación:	% sobre total	Recuperable/ No Recuperable

- SE1: Pruebas escritas	30	Recuperable
- SE3: Trabajos y proyectos	20	Recuperable.
- SE6: Sistemas de Autoevaluación	25	No Recuper.
- SE7: Escalas de actitudes	5	No Recuper.
- SE9: Portafolio	20	Recuperable

#### Criterios críticos para superar la asignatura:

- Calificación media en las pruebas escritas y autoevaluaciones  $\geq 5$  (sobre 10)
- Presentación obligatoria del portafolios y de los trabajos y proyectos
- Asistencia a las sesiones presenciales  $\geq 70\%$

#### Estudiantes a tiempo parcial:

Para los estudiantes a tiempo parcial (reconocidos como tales por la Universidad), las actividades de evaluación no recuperable podrán ser sustituidas por otras, a especificar en cada caso. Esta posibilidad se habilitará siempre y cuando la causa que le impida la realización de la actividad de evaluación programada sea la que ha llevado al reconocimiento de la dedicación a tiempo parcial.