

CURSO DOCTORADO
TÉCNICAS DE SEPARACIÓN NO CROMATOGRÁFICAS AVANZADAS

PROFESORES

María Teresa Tena Vázquez de la Torre (Coordinadora, UR).....	1.0 crédito
M.C. Cristina Nerín de La Puerta (U. Zaragoza).....	1.0 crédito
Isaac Rodríguez Pereiro (U. Santiago de Compostela).....	1.0 crédito
Olatz Zuloaga Zubietta (U. País Vasco).....	1.0 crédito

OBJETIVOS

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

METODOLOGÍA DOCENTE

El programa se desarrollará de forma presencial a través de clases magistrales y actividades en grupo (75%) y el resto se impartirá en línea utilizando una plataforma de teleformación (WebCT). Utilizando esta plataforma, se realizarán autoevaluaciones sobre los aspectos más importantes tratados en cada unidad temática. El programa se completa con la realización de casos prácticos por parte del alumno que posteriormente serán expuestos y debatidos en clase.

EVALUACIÓN

La evaluación se realizará atendiendo a varios aspectos:

- a) Asistencia a clase (40%)
- b) Autoevaluaciones (30%)
- c) Participación en la resolución de los casos prácticos (30%)

PROGRAMA

Programa teórico

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. Técnicas de operación: 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. Fundamentos. Extractor de fluidos supercríticos. Aspectos 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.

Programa práctico

A modo de ejemplo se muestran alguno de los casos prácticos que se tratarán en clase. La lista de temas se podrá ampliar para adaptarla al número de alumnos matriculados en el curso.

- Caso práctico 1. Estudio y debate sobre la metodología múltiple en la calibración metodológica para evitar los errores por efecto matriz.
- Caso práctico 2. Desarrollo de métodos PLE. Optimización multivariante.
- Caso práctico 3. Desarrollo de métodos MAE. Optimización multivariante.
- Caso práctico 4. Comparación y elección de técnicas de separación para la preparación de muestra en un problema analítico concreto.

BIBLIOGRAFÍA

- R. Cela, R.A. Lorenzo y M.C. Casais. *TÉCNICAS DE SEPARACIÓN EN QUÍMICA ANALÍTICA*. Síntesis, Madrid, **2002**
- 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.T. Tena y J.D. Carrillo. Multiple solid-phase microextraction: Theory and applications. *TrAC-Trends in Analytical Chemistry*, 2007, 26, 206-214.
- C. Dietz, J. Sanz y C. Cámara. Recent developments in solid-phase microextraction coatings and related techniques. *Journal of Chromatography A*, 2006, 1103, 183-192 .
- K.E. Rasmussen y S. Pedersen-Bjergaard. Developments in hollow fibre-based, liquid-phase microextraction. *TrAC-Trends in Analytical Chemistry* **2004**, 23, 1-10.
- 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**.
- B.E. Richter, B.A. Jones, J.L. Ezzell, N. L. Porter, N. Avdalovic y C. Pohl. Accelerated Solvent Extraction: A Technique for Sample Preparation. *Analytical Chemistry*, **1996**, 68, 1033-1039.
- R. Carabias-Martínez, E. Rodríguez-Gonzalo, P. Revilla-Ruiz y J. Hernández-Méndez. Pressurized liquid extraction in the análisis of biological samples. *Journal of Chromatography A*, **2005**, 1089, 1-17.
- Current use of pressurised liquid extraction and subcritical water extraction in environmental analysis. *Journal of Chromatography A*, **2002**, 975, 3-29.
- H.M. Kingston y S.J. Haswell (Eds.). *Microwave-Enhanced Chemistry: Fundamentals, Sample Preparation and Applications*. American Chemical Society, Washington, D.C., **1997**.
- V. Camel. Microwave-assisted solvent extraction of environmental samples. *TrAC-Trends in Analytical Chemistry*, **2000**, 19, 229-248.

- J.R. Dean y R. Xiong. Extraction of organic pollutants from environmental matrices: Selection of extraction technique. *TrAC-Trends in Analytical Chemistry*, **2000**, 19, 553-564.