



## Máster en Investigación Química 60617 - Análisis instrumental avanzado

Guía docente para el curso 2015 - 2016

Curso: , Semestre: , Créditos: 6.0

---

### Información básica

---

#### Profesores

No están disponibles estos datos.

#### Recomendaciones para cursar esta asignatura

Se recomienda tener conocimientos básicos sobre Química Analítica y sobre Técnicas Instrumentales de Análisis.

#### Actividades y fechas clave de la asignatura

Las fechas concretas en que tendrán lugar la entrega de trabajos a lo largo del curso se comunicarán a los estudiantes con suficiente antelación.

Las pruebas de evaluación global tendrán lugar en las fechas que se determinan en el calendario de la Facultad de Ciencias (consultar el tablón de anuncios o la página web).

---

### Inicio

---

### Resultados de aprendizaje que definen la asignatura

**El estudiante, para superar esta asignatura, deberá demostrar los siguientes resultados...**

- 1:** Puede escoger la técnica más adecuada para llevar a cabo el análisis de una muestra en función de la naturaleza y el número de los analitos a determinar, de las características de la muestra, de la información a obtener y de otros requerimientos específicos del análisis (tiempo, coste, etc...).
- 2:** Dispone de los conocimientos y criterios necesarios para desarrollar un método instrumental y es capaz de ejecutarlo en la práctica, optimizando las distintas etapas del mismo.
- 3:** Es capaz de evaluar la calidad de los resultados obtenidos y establecer si se adecuan a las expectativas previas.
- 4:** Puede planificar los controles necesarios para garantizar, en el tiempo, el correcto funcionamiento de un método instrumental.

**5:** Es capaz de diseñar y construir algunos tipos de (bio)sensores.

## Introducción

### Breve presentación de la asignatura

La asignatura de Análisis Instrumental Avanzado es una asignatura obligatoria que se enmarca dentro del módulo Fundamental del Master Universitario en Investigación Química de la Facultad de Ciencias. Trata de ofrecer una perspectiva general sobre los fundamentos, la metodología y las aplicaciones de las diferentes técnicas instrumentales de análisis, permitiendo profundizar en algunas técnicas seleccionadas, hasta el punto de que los alumnos sean capaces de diseñar nueva metodología analítica basada en el empleo de las mismas.

---

## Contexto y competencias

---

### Sentido, contexto, relevancia y objetivos generales de la asignatura

#### La asignatura y sus resultados previstos responden a los siguientes planteamientos y objetivos:

El conjunto de conocimientos que abarca el curso es, ciertamente, muy amplio. No obstante, no se pretende abordar todos ellos con el mismo grado de profundidad. Básicamente, dentro del curso se puede diferenciar entre aquellas técnicas con las que el alumno debe estar familiarizado (ej. GC, HPLC o FAAS) y aquellas que pueden resultar más novedosas por no haber sido impartidas durante los estudios previos o haber sido impartidas en asignaturas optativas solamente (ej. SEM-EDX). Respecto a las segundas, el objetivo fundamental debe ser darlas a conocer a los alumnos, permitiendo una evaluación crítica de sus posibilidades, comparadas con las técnicas más establecidas. Por el contrario, respecto a las primeras, el objetivo es proveer al alumno de los conocimientos y herramientas necesarias para diseñar, optimizar, gestionar y operar un método de análisis instrumental para el análisis de trazas. Asimismo, se incidirá en los problemas concretos que pueden plantearse en función del tipo de muestra, de analito y del tipo de información requerida.

#### Contexto y sentido de la asignatura en la titulación

En el marco del Máster en Investigación Química esta asignatura del área de Química Analítica pretende aportar los conceptos y herramientas necesarios para la obtención de información química cuantitativa o cualitativa.

#### Al superar la asignatura, el estudiante será más competente para...

- 1:** Determinar *a priori* y verificar mediante experimentación cuáles son las etapas metodológicas críticas de un método instrumental.
- 2:** Optimizar cada una de las etapas metodológicas que componen métodos de cromatografía instrumental, espectrometría atómica y sensores analíticos.
- 3:** Realizar las operaciones de instalación y mantenimiento asociadas a un método instrumental de separación.
- 4:** Identificar para que tipos de problemas analíticos un (bio)sensor puede ser útil y para cuáles no.
- 5:** Diseñar, de forma global, (bio)sensores analíticos que resuelvan problemas reales sobre muestras de diferente complejidad química.
- 6:** Desarrollar en el laboratorio dispositivos experimentales sencillos basados en diseños previos realizados por el propio estudiante.

## Importancia de los resultados de aprendizaje que se obtienen en la asignatura:

Esta asignatura debe permitir a los alumnos adquirir todos los criterios necesarios para decidir cuál ha de ser el diseño general de un método instrumental para obtener información cuantitativa o cualitativa sobre cualquier tipo de muestra, atendiendo tanto a las características de la misma como a las de los analitos.

---

## Evaluación

### Actividades de evaluación

**El estudiante deberá demostrar que ha alcanzado los resultados de aprendizaje previstos mediante las siguientes actividades de evaluación**

- 1:**
- Resolución colecciones de preguntas que se irán entregando a lo largo del curso. Las colecciones de preguntas básicas se recogerán y evaluarán, devolviéndose al alumno para su re-estudio si el % de respuestas correctas es inferior al 70%. La resolución de estas cuestiones supondrá el 70% de la nota final.
  - Exposición de casos prácticos y realización de las prácticas programadas. Se evaluará su grado de acierto en el diagnóstico de problemas y en la solución de los mismos. Los guiones de prácticas también serán discutidos con los alumnos y evaluados. Estas actividades contribuirán en un porcentaje del 30% a la nota final.

- 2:**
- Quienes no se acojan a la evaluación continua, no superen la asignatura por ese procedimiento o deseen mejorar su calificación podrán realizar una prueba global que supondrá el 100 % de la calificación.

- 3:**
- El número de convocatorias oficiales de examen a las que la matrícula da derecho, así como el sistema de evaluación y calificación se ajustarán a la normativa vigente en la Universidad de Zaragoza.

[http://wzar.unizar.es/servicios/maste/docum/rto\\_%20permanencia14.pdf](http://wzar.unizar.es/servicios/maste/docum/rto_%20permanencia14.pdf)

<http://wzar.unizar.es/servicios/coord/norma/evalu/evalu.html>

---

## Actividades y recursos

### Presentación metodológica general

**El proceso de aprendizaje que se ha diseñado para esta asignatura se basa en lo siguiente:**

La impartición de un número de clases magistrales participativas (30 h), complementadas con un número elevado de seminarios (4 h) y clases prácticas (26 h), con objeto de que los estudiantes sean capaces no sólo de aplicar todo el conocimiento adquirido sobre las técnicas estudiadas sino de diseñar sus propios experimentos.

### Actividades de aprendizaje programadas (Se incluye programa)

**El programa que se ofrece al estudiante para ayudarle a lograr los resultados previstos comprende las siguientes actividades...**

1:	Actividad formativa	Nº Horas	% Presencialidad
----	---------------------	----------	------------------

AF1. Repaso de conceptos básicos de cromatografía y de la teoría cromatográfica <b>(Metodología M1)</b>	2	100
AF2. Cromatografía de gases <b>(Metodología M1)</b>	4	100
AF3. Manejo de un instrumento GC-MS <b>(Metodología M3)</b>	4	100
AF4. Cromatografía de líquidos (Metodología M1)	4	100
AF5. Manejo de un instrumento HPLC <b>(Metodología M3)</b>	4	100
AF6. Ejemplos seleccionados de métodos de análisis basados en técnicas cromatográficas <b>(Metodología M2)</b>	2	100
AF7. Repaso de conceptos básicos de sobre las distintas técnicas atómicas y campos de aplicación preferente de cada una de ellas <b>(Metodología M1)</b>	2	100
AF8. Absorción atómica <b>(Metodología M1)</b>	2	100
AF9. Desarrollo de un método de absorción atómica <b>(Metodología M3)</b>	4	100
AF10. Técnicas de análisis elemental basadas en el plasma de acoplamiento inductivo <b>(Metodología M1)</b>	2	100
AF11. Desarrollo de un método multi-elemental mediante ICP-MS <b>(Metodología M3)</b>	3	100
AF12. Técnicas de análisis elemental basadas en Rayos X (Metodología M1)	2	100
AF13. Desarrollo de un método multi-elemental basado en emisión de Rayos X <b>(Metodología M3)</b>	3	100
AF14. Conclusiones <b>(Metodología M1)</b>	2	100
AF15. Conceptos teóricos en (bio)sensores electroanalíticos <b>(Metodología M1)</b>	5	100
AF16. Conceptos teóricos en (bio)sensores ópticos <b>(Metodología M1)</b>	5	100
AF17. Discusión de ejemplos seleccionados <b>(Metodología M2)</b>	2	100
AF18. Diseño y construcción de biosensores <b>(Metodología M3)</b>	8	100

### **Metodología M1**

Exposición de los contenidos por el profesor. Entrega de listado de preguntas para resolver individualmente por los estudiantes y devolución al profesor para corrección.

### **Metodología M2**

Puesta en común en clase, mediante seminarios, de casos prácticos elegidos previamente.

### **Metodología M3**

Clases prácticas en el laboratorio y entrega del correspondiente informe por el estudiante.

A continuación se detallan los temas abordados.

## **Temario Teoría:**

### **Tema 1. Introducción general**

Los métodos instrumentales en el mundo actual.

### **Tema2: Conceptos básicos de cromatografía.**

Retención y ensachamiento, selectividad, modos de separación, cuantificación. Teoría general de la cromatografía. Clasificación de las técnicas cromatográficas.

### **Tema 3: Cromatografía de gases (GC)**

Instrumentación en GC. Operación de un GC. Selección del caudal de gas portador. Problemas asociados a la inyección. Estrategias de inyección de pequeños y grandes volúmenes. Diagnóstico de problemas asociados a la inyección. Selección del tipo y dimensiones de la columna cromatográfica. Temperatura de trabajo. Evaluación y diagnóstico de problemas asociados a la columna. Operación y diagnóstico de los detectores más comunes: FID y ECD. Acoplamiento cromatografía de gases con espectrometría de masas (GC-MS) para el análisis cuantitativo.

### **Tema 4: Cromatografía de líquidos (HPLC)**

Instrumentación en HPLC. Bombas, inyector, conducciones, columnas y precolumnas, detectores, sistemas de reacción postcolumna y sistemas de gradiente. Acoplamiento cromatografía de líquidos con espectrometría de masas (HPLC-MS) para el análisis cuantitativo.

### **Tema 5: Técnicas de Espectroscopia Atómica en análisis de trazas inorgánico.**

Absorción atómica. Emisión atómica. Fluorescencia atómica. Espectrometría de masas atómica. Comparación de ventajas e inconvenientes de las distintas técnicas según los requerimientos del análisis. Equipamiento de un laboratorio de análisis de ultratrazas. Revisión de la bibliografía básica de las técnicas.

### **Tema 6: Absorción atómica (AA) en el UV-Vis.**

AA en llama. Características básicas de la cámara de grafito y ventajas respecto de otros atomizadores. Nuevos desarrollos instrumentales: AA de alta resolución con fuente continua. Influencia de los diferentes parámetros instrumentales en los resultados obtenidos. Optimización de parámetros y desarrollo de un método nuevo. Estrategias a seguir en función de las características físico-químicas del analito y del tipo de muestra. Aplicaciones.

### **Tema 7: Análisis elemental e isotópico empleando dispositivos basados en plasmas analíticos.**

Plasma de acoplamiento inductivo. Configuraciones y parámetros de funcionamiento. Espectrometría de emisión atómica. Potencial del acoplamiento a espectrometría de masas. Condiciones de operación y prestaciones: límites de detección, rangos de linealidad, precisión, interferencias. Análisis isotópico. Sistemas de introducción de muestras. Aplicaciones.

### **Tema 8: Absorción y emisión [atómica] de rayos X.**

Fundamentos de la espectrometría de Rayos X. Fluorescencia de rayos X: configuración instrumental. Emisión de rayos X con fuentes de electrones: microsondas y microscopios electrónicos. Metodología analítica: preparación de muestras, propiedades analíticas y calidad de los resultados. Aplicaciones al análisis elemental cualitativo y cuantitativo: composición global y análisis espacial.

### **Tema 9: Consideraciones finales.**

Comparación entre las técnicas: Pros-contras. Implicaciones de las regulaciones y buenas prácticas en ámbitos concretos (clínicos, producción de alimentos,...). Tendencias. Resumen.

### **Tema 10.- (Bio)sensores analíticos**

Importancia de los sensores y biosensores químicos. Definiciones generales y clasificaciones. Evaluación genérica de las propiedades analíticas.

### **Tema 11.- (Bio)sensores optoquímicos**

Procedimientos de inmovilización, receptores y transductores en (bio)sensores optoquímicos. Instrumentación general: Componentes básicos. Aplicaciones más importantes. Dispositivos comerciales y de investigación. Diseño de un (bio)sensor. Modelado de la señal.

### **Tema 12.- Desarrollo práctico de un (bio)sensor óptico**

Inmovilización por adsorción, entrapamiento y unión covalente. Construcción de una lámina sensora específica y su evaluación analítica.

### **Tema 13.- Sensores electroanalíticos I**

Fundamentos generales. Tipos de Receptores y su inmovilización en sensores electroanalíticos. Biosensores enzimáticos. Biosensores de afinidad: Inmunosensores. Aplicaciones en biotecnología, clínica, medioambiente, defensa y campos anexos. Análisis "in vivo"

### **Tema 13.- Sensores electroanalíticos II.**

(Bio)sensores potenciométricos: Sensibilidad, calibración backside y aplicaciones. (Bio)sensores conductimétricos: Impedancia de interfase.

## **Planificación y calendario**

### **Calendario de sesiones presenciales y presentación de trabajos**

Se impartirán 4 horas de clase a la semana, en sesiones de 1 hora (excepto en los casos en los que sea preciso realizar clases prácticas más prolongadas), en los que se irán alternando los tipos de clase detallados en el apartado anterior. Para un horario definitivo, consultar la web del centro.

## **Bibliografía**

### **BIBLIOGRAFÍA BÁSICA**

1. B. Welz, H. Becker-Ross, S. Florek, U. Heitmann, High-resolution continuum source AAS, Wiley, Weinheim, 2005.
2. R. Thomas, Practical Guide to ICP-MS: A tutorial for Beginners., CRC Press, Boca Ratón, 2013.
3. W. Jennings , E. Mittlefehldt, P. Stremple, Analytical Gas Chromatography, Academic Press, 1997.
4. L. R. Snyder , J. J. Kirkland, J. W. Dolan, Introduction to Modern Liquid Chromatography, Wiley, New Jersey, London, 2009.
5. J. H. Gross, Mass Spectrometry, A textbook, Springer, Heidelberg, 2011.
6. Anthony P. F. Turner, Isao Karube, George S. Wilson, Biosensors: Fundamentals and Applications, Oxford University Press, Oxford, 1990.
7. J. Cooper, T. Cass, Biosensors (Practical Approach), Oxford University Press, Oxford, 2004.

<http://biblioteca.unizar.es/buscar/bibliografia.php>

## **Referencias bibliográficas de la bibliografía recomendada**