

<b>UNIVERSIDAD NACIONAL DEL SUR</b>					1/5
BAHIA BLANCA		ARGENTINA			
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA					
PROGRAMA DE: ANÁLISIS INDUSTRIAL CROMATOGRÁFICO DE MOLÉCULAS ORGÁNICAS				CÓDIGO: 6011	
				ÁREA NRO: II	
HORAS DE CLASE				PROFESORA RESPONSABLE	
TEÓRICAS		PRÁCTICAS		Dra. Adriana E. Zúñiga	
Por semana	Por cuatrimestre	Por semana	Por cuatrimestre		
4	60	4	60		
ASIGNATURAS CORRELATIVAS PRECEDENTES					
APROBADAS			CURSADAS		
QUÍMICA ORGÁNICA ANALÍTICA (6393)			QUÍMICA ANALÍTICA INSTRUMENTAL (6295)		
<b>DESCRIPCIÓN / OBJETIVOS</b>					
<p>El curso de Análisis Industrial Cromatográfico de Moléculas Orgánicas comprende el estudio de los principios básicos en Cromatografía Gas-Líquido (CGL), Líquida de Alta Presión (HPLC) y Cromatografía Gas - Líquido/ Espectroscopía de Masa CGL/EM.</p> <p>En la primera parte se desarrollan los principios teóricos correspondientes al proceso cromatográfico, Teoría de la velocidad, Fuerzas Intermoleculares y Fundamentos de la CGL/EM.</p> <p>En la segunda parte, estos principios se aplican a la resolución de problemas inherentes a la separación e identificación de moléculas obtenidas en procesos industriales.</p> <p>Con respecto a la parte práctica se utilizan las técnicas experimentales adecuadas para el reconocimiento cromatográfico de compuestos representativos. Se complementa con la resolución de problemas teóricos que permitan la integración de los conceptos anteriormente desarrollados. Por otra parte cada alumno deberá realizar una monografía analizando cada uno de los temas específicos.</p>					
<b>PROGRAMA SINTÉTICO</b>					
TEMA I: Aspectos básicos. Tipos de cromatografía.					
TEMA II: Cromatografía de gases. Descripción del equipo. Soportes sólidos. Fases estacionarias. Detectores. Registradores.					
TEMA III: Teoría del proceso cromatográfico. Teoría de la velocidad. Fuerzas intermoleculares. Factor de capacidad. Factor de separación. Resolución.					
TEMA IV: Columnas. Fases líquidas. Solutos. Índices de Retención de Kovats. Constantes de Rohrschneider y Mc. Reynolds. Soportes sólidos.					
TEMA V: Detectores. Descripción de: Detector de conductividad térmica (TCD), Detector de ionización de llama (FID), Detector de captura electrónica (ECD), Detector de N, P (NPD), Detector de fotoionización.					
TEMA VI: Análisis cualitativo. Análisis cuantitativo.					
VIGENCIA AÑOS	2022				

**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL SUR**

BAHIA BLANCA

ARGENTINA

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

PROGRAMA DE: ANÁLISIS INDUSTRIAL  
CROMATOGRÁFICO DE MOLÉCULAS ORGÁNICAS

CÓDIGO: 6011

ÁREA NRO: II

**TEMA VII:** Cromatografía Líquida de Alta Performance. Componentes de un equipo de cromatografía líquida. Columnas. Detectores: UV-Visible. Índice de Refracción. Fluorométricos. Infrarrojo. Electroquímicos.

**TEMA VIII:** La columna. Evaluación y especificaciones. Fase reversa y fase normal. Solventes. Fuerza del solvente y polaridad. Selectividad.

**TEMA IX:** Aspectos básicos en cromatografía líquida. Retención. Capacidad. Selectividad. Eficiencia. Resolución.

**TEMA X:** Análisis Cualitativo. Análisis Cuantitativo. Cromatografía Líquida Preparativa.

**TEMA XI:** Cromatografía de Gases acoplada al Detector de Masas. Fundamentos de CG/EM. Condiciones de CG, derivatización e interpretación (breve) de los Espectros de masa. Cuantificación.

**PROGRAMA ANALITICO****TEMA I: CONCEPTOS GENERALES**

Aspectos básicos. Tipos de cromatografía. Descripción. Cromatografía de adsorción. Cromatografía de Partición. Cromatografía de filtración con geles y Cromatografía de intercambio iónico. Consideraciones teóricas. Técnicas cromatográficas.

**TEMA II: CROMATOGRAFÍA DE GASES**

Descripción del equipo. Técnica. Ventajas. Gas portador. Introducción de la muestra. Columnas, descripción de columnas empaquetadas y capilares. Soportes sólidos. Fases estacionarias. Temperatura. Detectores. Microprocesador. Registradores, software de la computadora adicionada al equipo.

**TEMA III: TEORÍA DEL PROCESO CROMATOGRÁFICO.**

Eficiencia de la columna (Teoría de la velocidad). Eficiencia de la fase estacionaria. Fuerzas intermoleculares que influyen en la separación de los diferentes compuestos. Factor de capacidad. Factor de separación. Resolución.

**TEMA IV: COLUMNAS, TEORÍA Y TÉCNICA.**

Introducción. Fases líquidas. Elección de las mismas. Clasificación de los solutos. Clasificación de las fases líquidas. Ejemplos. Casos especiales. Sistemas de Índices de Retención de Kovats. Constantes de Rohrschneider y Mc. Reynolds. Soportes sólidos. Modificación química de los mismos. Porcentajes ideales para fases líquidas. Temperatura de la columna. Ejemplos. Identificación de sustancias en cromatografía de gases. Aplicaciones.

**TEMA V: DETECTORES.**

Introducción. Características generales: selectividad, sensibilidad, respuesta, ruido y cantidad mínima detectable. Descripción de: Detector de conductividad térmica (TCD), Detector de ionización de llama (FID), Detector de captura electrónica (ECD), Detector de N, P (NPD), Detector de fotoionización.

**TEMA VI: ANÁLISIS CUALITATIVO.**

Identificación cromatográfica, reproducibilidad del tiempo de retención. Sustancias "Patrones". Análisis cuantitativo.

VIGENCIA AÑOS 2010

2011

**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL SUR**

BAHIA BLANCA

ARGENTINA

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

PROGRAMA DE: ANÁLISIS INDUSTRIAL  
CROMATOGRÁFICO DE MOLÉCULAS ORGÁNICAS

CÓDIGO: 6011

ÁREA NRO: II

**TEMA VII: CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA DE ALTA PERFORMANCE (HPLC)**

Componentes de un equipo de cromatografía líquida. Columnas. Desgasificación de la muestra. Sistema de bombeo. Formadores de gradientes. Inyectores. Microválvulas automáticas de inyección. Microprocesador. Otras partes del equipo. Detectores: UV-Visible. Índice de Refracción. Fluorométricos. Infrarrojo. Electroquímicos.

**TEMA VIII: LA COLUMNA DE HPLC**

Características y uso de diferentes empaquetamientos. Evaluación y especificaciones. Columnas para cromatografía en fase unida. Fase reversa y fase normal. Reacciones químicas usadas en la preparación de los empaquetamientos. Grado de cobertura de los empaquetamientos. Columnas para cromatografía líquido-líquido, líquido-sólido, de exclusión por tamaño (SEC), de intercambio iónico. Solventes. Introducción. Propiedades físicas. Interacciones intermoleculares entre la muestra y las moléculas de la fase móvil. Fuerza del solvente y polaridad. Selectividad.

**TEMA IX: ASPECTOS BÁSICOS EN CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA.**

El proceso cromatográfico. Retención. Ancho de banda. Capacidad. Selectividad. Eficiencia. Resolución. Control de la resolución. Variación de la resolución variando la capacidad ( $k'$ ), la selectividad ( $\alpha$ ) y la eficiencia (N). Efectos de la fuerza del solvente. Variables que afectan (N). Cromatografía de fase unida: Problemas especiales. Aplicaciones. Cromatografía Líquido-Líquido: Variables de separación. Aplicaciones. Cromatografía Líquido-Sólido: Variables de separación. Aplicaciones. Cromatografía de Intercambio Iónico: Aplicaciones. Cromatografía de Exclusión: Variables de separación. Aplicaciones. Cromatografía de Fluidos Supercríticos: Variables de separación. Aplicaciones.

**TEMA X: ANÁLISIS CUALITATIVO / CUANTITATIVO.**

Cromatografía Líquida Preparativa: Introducción. Estrategia de separación. Condiciones experimentales. Variables operativas. Aplicaciones.

**TEMA XI: CROMATOGRAFÍA DE GASES/ ESPECTROMETRÍA DE MASAS GC/MS**

Fundamentos de CG/EM. Cuantificación. Condiciones de CG, derivatización e interpretación (breve) de los Espectros de masa de: Ácidos, alcoholes, aldehídos, amidas, aminas, aminoácidos, ésteres, éteres, compuestos halogenados, hidrocarburos, isocianatos, cetonas, nitrilos, nitroaromáticos, etc. Análisis de nucleósidos, pesticidas, compuestos fosforados, plastificantes, prostaglandinas, esteroides, monosacáridos y compuestos de azufre. Solventes residuales e impurezas en solventes industriales.

VIGENCIA AÑOS 2022

**PROGRAMA DE TRABAJOS PRÁCTICOS**

- 1.-Estudio por TLC de una mezcla de sustratos orgánicos. Efectos de la polaridad de solvente de elusión. Comportamiento frente a distintos reveladores.
- 2.-Separación de una mezcla de compuestos por cromatografía en columna. Gradiente de elusión. Evaluación de purificación por TLC.
- 3.-Análisis de volátiles de Gas oil por CGL utilizando técnica de Headspace.
- 4.-Análisis cuantitativo en CGL.
- 5.-Presentación del Equipo de HPLC. Separación de productos naturales por HPLC. Detector UV.
- 6.-Estudio por CG-Masa de volátiles de Gas oil por headspace. Identificación de los distintos componentes. Comparación con los resultados obtenidos en el Trabajo práctico.N° 3.
- 7.-Monografía personal aplicando los distintos conceptos estudiados (CGL, HPLC y CG-Masa) en temas de interés y actuales vinculados con las carreras de los alumnos participantes (estudio de PCB en aceite de transformadores, hidrocarburos, halometanos en agua, drogas de abuso, control de calidad de medicamentos, etc.) que incluye exposición oral de las mismas.

**METODOLOGÍA DE LA ENSEÑANZA**

Esta asignatura es optativa de la Carrera de la Licenciatura en Química y consta de una parte teórica que aporta las herramientas necesarias para la comprensión del fundamento de los distintos métodos cromatográficos y tiene como objetivo desarrollar en el alumno los criterios de selección del método y las condiciones de trabajo más apropiadas.

En la parte práctica se complementa el trabajo básico de laboratorio, con la utilización del instrumental correspondiente.

**FORMA DE EVALUACIÓN**

Se exige la asistencia a los prácticos de laboratorio, la presentación de una monografía con su correspondiente exposición oral y un examen final.

VIGENCIA AÑOS

2010

2011

BAHIA BLANCA

ARGENTINA

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

PROGRAMA DE: ANÁLISIS INDUSTRIAL  
CROMATOGRÁFICO DE MOLÉCULAS ORGÁNICAS

CÓDIGO: 6011

ÁREA NRO: II

**BIBLIOGRAFÍA BÁSICA**

Snyder, Lloyd R., Joseph J. Kirkland, and John W. Dolan. Introduction to modern liquid chromatography. John Wiley & Sons, 2011.

Reich, Eike, and Tiên TK Do. "THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY| Method Development." (2019): 76-83.

Sherma, Joseph, and Bernard Fried, eds. Handbook of thin-layer chromatography. CRC press, 2003.

McNair, Harold M., James M. Miller, and Nicholas H. Snow. Basic gas chromatography. John Wiley & Sons, 2019.

Grob, Robert L., and Eugene F. Barry, eds. Modern practice of gas chromatography. John Wiley & Sons, 2004.

Gruber, Beate, Frank David, and Pat Sandra. "Capillary gas chromatography-mass spectrometry: Current trends and perspectives." TrAC Trends in Analytical Chemistry 124 (2020): 115475.

Lough, W. John, and Irving W. Wainer, eds. High performance liquid chromatography: fundamental principles and practice. CRC press, 1995.

Ho, Win Fung, Brian Stuart, and Elizabeth R. Prichard. High performance liquid chromatography. Vol. 17. Royal Society of Chemistry, 2003.

Stuart, Brian. Gas chromatography. Vol. 16. Royal Society of Chemistry, 2003.

Sparkman, O. David, Zeldia Penton, and Fulton G. Kitson. Gas chromatography and mass spectrometry: a practical guide. Academic press, 2011.

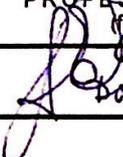
Robards, Kevin, and Danielle Ryan. Principles and practice of modern chromatographic methods. Academic Press, 2021.

Grob, Konrad. Split and splitless injection in capillary gas chromatography. Hüthig, 1993.

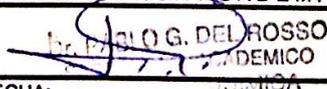
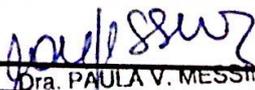
Jennings, Walter. Analytical gas chromatography. Academic Press, 1987.

Jennings, Walter. Gas chromatography with glass capillary columns. Academic Press, 1980.

Hamilton, Richard J., Shiela Hamilton, and David Kealey. Thin layer chromatography. 1987.

AÑO	PROFESORA RESPONSABLE (firma aclarada)	AÑO	PROFESORA RESPONSABLE (firma aclarada)
2022	 Dra. Adriana Zuripa		

**VISADO**

COORDINADORA ÁREA	SECRETARÍA/A ACADÉMICA/A	DIRECTORA - DECANA/A
 Dra. Gerbino	 Dra. G. DEL ROSSO SECRETARÍA ACADÉMICA	 Dra. PAULA V. MESSINA DIRECTORA DECANA DEPTO. DE QUIMICA

FECHA: \_\_\_\_\_ FECHA: \_\_\_\_\_ FECHA: \_\_\_\_\_