GUÍA DOCENTE DE LA MATERIA/ASIGNATURA :

APLICACION DE LAS TÉCNICAS SEPARATIVAS HIBRIDAS (CL, CG Y EC) A LA IDENTIFICACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE COMPUESTOS DE INTERES BIOSANITARIO

MÓDULO	MATERIA	ASIGNATURA	CURSO	SEMESTRE	CRÉDITOS	CARÁCTER
I	2	–	1º	2º	3,0	Optativa

PROFESOR(ES)	DIRECCIÓN DE CONTACTO PARA TUTORÍAS
• Jose Luis VILCHEZ QUERO: Tema 1 Tlfno.: 958 243398; Email: jvilchez@ugr.es • Alberto FERNANDEZ GUITIERREZ: Tema 2 Tlfno.: 958 243297; Email: albertof@ugr.es	Departamento de Química Analítica, Facultad de Ciencias (Bloque I, 3ª Planta, Despacho Nº 1, y Bloque 2 Planta B Despacho Nº 7), Campus de Fuente Nueva, 18071 Granada
	HORARIO DE TUTORÍAS
	L,M,X,J, DE 11 a 14. Concertar cita

MASTER EN EL QUE SE IMPARTE	OTROS MÁSTERES A LOS QUE SE PODRÍA OFERTAR
INVESTIGACIÓN, DESARROLLO, CONTROL E INNOVACIÓN EN MEDICAMENTOS	QUÍMICA, BIOTECNOLOGÍA

PRERREQUISITOS Y/O RECOMENDACIONES (*si procede*)

PRERREQUISITOS: No se contemplan.

RECOMENDACIONES: Tener conocimientos previos sobre:

- Técnicas Separativas
- Gestión de métodos e instrumentos analíticos

BREVE DESCRIPCIÓN DE CONTENIDOS (*SEGÚN MEMORIA DE VERIFICACIÓN DEL MASTER*)

Introducción. Generalidades. La cromatografía líquida como técnica analítica separativa. La cromatografía de gases como técnica analítica separativa. La electroforesis capilar como técnica analítica separativa. Fundamentos. Metodologías. Sistemas de detección (DAD, FIL y MS). El espectro de masas aplicaciones al análisis cualitativo y cuantitativo. El espectrómetro de masas. Necesidad del alto vacío. Tipos de bombas. Sistemas de ionización. (Impacto electrónico e ionización química). Sistemas de detección. Tipos de acoplamientos. Optimización de parámetros instrumentales. Metodología analítica. Técnicas de trabajo (espacio en cabeza, microextracción en fase sólida).

Optimización de parámetros químicos. Aplicaciones analíticas

Programa práctico: Se realizaran ocho prácticas en sesiones de tres horas y grupos de 4-6 alumnos.

COMPETENCIAS GENERALES Y ESPECÍFICAS (*SEGÚN MEMORIA DE VERIFICACIÓN DEL MASTER*)

PROFESIONALES

- CPE6. Conocer los sistemas de gestión de la calidad que se pueden aplicar con relación a los ensayos de laboratorio para el control de calidad de fármacos, así como en el desarrollo de actividades de prevención frente a los riesgos debidos al uso de agentes químicos en el laboratorio.

ACADÉMICAS

- CAE1. Manejar fuentes de información y documentación.
- CAE2. Saber cómo confeccionar y presentar comunicaciones científicas.
- CAE9. Conocer y aplicar los principales requisitos técnicos relacionados con la validación de procesos de ensayo y con la calificación de equipos instrumentales.

TRANSVERSALES

- CTE5. Adquirir la capacidad de aprendizaje continuado mediante un estudio autodirigido y autónomo.

OBJETIVOS (*EXPRESADOS COMO RESULTADOS ESPERABLES DE LA ENSEÑANZA*)

Una vez cursada la materia, el estudiante deberá saber/comprender:

1. La importancia de las técnicas separativas en Química Analítica.
2. Los fundamentos de las separaciones y su importancia en el ámbito de los ensayos químico-farmacéuticos.
3. Las diferentes técnicas separativas, fundamentos y su aplicación.
4. La morfología del Cromatograma y el significado y obtención de los diferentes parámetros analíticos.
5. La estructura de un cromatógrafo, sus componentes y su gestión.
6. Los detectores de Masas de mayor uso
7. La interpretación de un espectro de Masas
8. La metodología analítica.

De la misma forma, el estudiante será capaz de:

9. Elegir la técnica cromatográfica más adecuada para un problema concreto
10. Diferenciar el uso de los diferentes detectores.
11. Seleccionar las columnas y fases móviles adecuadas.
12. Comprender la información obtenida por la aplicación de las diferentes técnicas cromatográficas.
13. Comprender la información obtenida por la aplicación de la Electroforesis capilar.

TEMARIO DETALLADO DE LA MATERIA / ASIGNATURA

TEMARIO TEÓRICO:

Tema 1.- Conceptos fundamentales en cromatografía. Introducción al proceso cromatografico. El proceso cromatográfico. Retención, equilibrio y elución. Cromatograma y parámetros cromatográficos: relaciones de tiempo, relaciones de espacio, relaciones de volumen. Ensanchamiento de banda, origen e importancia. Factores que influyen en el ensanchamiento de banda. Eficacia del proceso cromatográfico y factores de los que depende. Influencia de la velocidad de la fase móvil. Separación de mezclas. Resolución y optimización. Procedimientos generales para mejorar la resolución cromatográfica.

Tema 2.- Cromatografía de líquidos en columna: Fundamento, Instrumentación. Aplicaciones. Introducción. Clasificación. El cromatógrafo de líquidos. Suministro de fase móvil: composición y características de la fase móvil, Sistemas de bombeo. Medidor de presión. Mezcla de los disolventes de la fase móvil. Programación de gradientes de elución. Sistemas de inyección de muestra. Calidad de la inyección. Columnas cromatográficas: tipos, preparación y características generales. El relleno cromatográfico. Sistemas de detección: tipos y características

generales. Toma y tratamiento de datos. Metodología analítica. Aplicaciones. Cromatografía preparativa.

Tema 3.- Cromatografía de gases : Fundamento Instrumentación Aplicaciones.
Fundamento. Instrumentación. Gas portador. Sistemas de introducción de la muestra. Tipos de columnas. Tipos de fases estacionarias: sólidos sorbentes y fases líquidas (Cromatografía gas-sólido y gas-líquido). Columnas capilares. Deposición de la fase estacionaria. Fases estacionarias inmovilizadas. Programación de temperatura. Programación del flujo. Sistemas de detección: tipos y características. Metyodología analítica. Aplicaciones

Tema 4.- Acoplamiento de técnicas en cromatografía. El detector de Masas
Hibridación instrumental. Tipos de configuraciones. Acoplamiento cromatografía-espectrometría de masas: cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS) (tipos de interfases, ejemplos de aplicaciones), cromatografía de líquidos-espectrometría de masas (HPLC-MS) (tipos de interfases, ejemplos de aplicaciones).

Tema 5.- Electroforesis
Introducción. Fenómenos de transporte en disolución. Factores que afectan a la movilidad electroforética. ***Electroforesis tradicional:*** Clasificación de las técnicas electroforéticas. Electroforesis libre. Electroforesis sobre gel. Isotacoforesis. Electroforesis con isoelectroenfoque. ***Electroforesis Capilar (EC):*** Fundamento de la separación en capilares. Eficacia y resolución. Instrumentación. Reacciones de formación de derivados. Modalidades de electroforesis capilar. Aplicaciones.

TEMARIO PRÁCTICO:

Práctica 1: Cálculo de parámetros cromatográficos. Optimización del flujo representación de la ecuación de Van Deempter

Práctica 2: Aplicación de la GC-MS al análisis cualitativo. resolución de una mezcla de volátiles por head space

Práctica 3: Determinación de los homólogos del LAS en una formulación comercial

Práctica 4: Determinación Estructural (Masa Exacta) de Compuestos Farmacéuticos mediante HPLC-TOF

Práctica 5. Caracterización de compuestos de aguacate mediante CE-IT-MS

Práctica 6. Determinación de perfiles de aceite de oliva mediante HPLC-IT-MS

Práctica 7: Caracterización de extractos vegetales bioactivos mediante HPLC-TOF-MS

Práctica 8: Screening de compuestos fenólicos mediante HPLC-qTOF-MS

BIBLIOGRAFÍA

BIBLIOGRAFÍA FUNDAMENTAL:

- Luis Esteban. ***La Espectrometría de Masas en imágenes***. ACN Editores 84-87687-18-O. 1993
- J.M. García Segura, J.G. Gavilanes, A. Martínez del Pozo, F. Montero, M. Oñaderra, F. Vivanco. ***Técnicas instrumentales de análisis en Bioquímica.*** Editorial Síntesis, 2004
- Susan R. Mikkelsen, Eduardo Cortón. ***Bioanalytical Chemistry***. Wiley-interscience. 2004
- O. Valls, B. del Castillo, ***Técnicas Instrumentales en Farmacia y Ciencias de la Salud***, Ediciones Piros, 2009.
- M.C. D'Ocon Davaza, M.J. García García-Saavedra, J.C. Vicene García, ***Fundamentos y Técnicas de Análisis Bioquímico. Principios de Análisis Instrumental***, Paraninfo, Madrid, 2006
- R.F. Venn (ed), ***Principles and Practice of Bioanalysis***, CRC Press, 2008
- C.A. Curtis, E.R. Ashwood, Tietz, ***Fundamentals of Clinical Chemistry***, Saunders Company, 2008.

BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA:

- J.R. Chapman Practical Organic Mass Spaectrometry John Wiley and Sons UK 1995
- A. Fernández-Gutiérrez y A. segura Carretero (ed), Electroforeis capilar: Aproximación según la técnica de detección. EUG, 2006.
- George Lunn (Ed), Capillary electrophoresis methods for pharmaceutical análisis, Wiley-Interscience, 2009.
- R.B. Cole (Ed), Electrospray ionization mass spectrometry, Wiley-Interscience, 2000.

ENLACES RECOMENDADOS

- https://books.google.es/books?isbn=842917527X
- http://www.ugr.es/~quiored/espec/ms1.htm
- http://www.scielo.org.ar/scielo.php?pid=S0325-29572011000100003&script=sci_arttext
- http://biblioteca.uns.edu.pe/saladocentes/archivoz/curzoz/espectrometria_de_masas.pdf
- http://science.widener.edu/svb/massspec/massspec.pdf
- http://www.princeton.edu/chemistry/macmillan/group-meetings/SL-mass%20spect.pdf
- http://scs.illinois.edu/massSpec/SLM530.pdf
- http://www.research.uky.edu/ukmsf/jeolioniz.pdf
- http://fiehnlab.ucdavis.edu/teaching/MCB221b_2010/MCB221b_2010_mass%20spec%20fundamentals.pdf
- http://www.absciex.com/downloads/mass-spectrometry-literature
- http://theory.caltech.edu/~politzer/supplements/mass-spectroscopy.pdf

METODOLOGÍA DOCENTE

Con objeto de aumentar la eficacia del proceso enseñanza-aprendizaje, las diferentes modalidades organizativas (clases teóricas, seminarios/talleres, tutorías, trabajo autónomo y en grupo) se desarrollarán utilizando los siguientes métodos de enseñanza-aprendizaje:

a) método expositivo/lección magistral;
b) resolución de ejercicios prácticos
c) aprendizaje orientado a proyectos y estudio de casos
d) aprendizaje autónomo y cooperativo.

Las clases teóricas se orientarán a facilitar la información a los estudiantes, promover la comprensión de los conocimientos y estimular su comprensión.

Los seminarios/talleres se fundamentarán en el trabajo en equipo de los estudiantes. Se utilizarán para trabajar las estrategias metodológicas correspondientes a los apartados b) a d). Así se construirán los grupos de trabajo o equipos. A cada equipo se le asignará un tópico concreto en el contexto de la materia que deberán buscar en la literatura especializada (textos y web). Una vez preparado el tema se expondrá y discutirá en público.

Los talleres de estudio de casos se impartirán antes que los seminarios. El profesor desarrollará los casos detalladamente para su estudio previo a la exposición pública.

Las tutorías se dedicarán a la discusión preliminar de los seminarios y talleres, así como a la consulta sobre el contenido de las sesiones teóricas.

Para el desarrollo de la asignatura se utilizarán:

i) recursos didácticos: pizarra y sistemas de proyección (presentaciones informatizadas),
ii) recursos audiovisuales: vídeo, cañón, multimedia.
iii) materiales de apoyo y fuentes de información para guiar el proceso de aprendizaje de los estudiantes: bibliografía, informes, guías de trabajo, material virtual de la red, otras fuentes de información y prácticas.

EVALUACIÓN *(INSTRUMENTOS Y CRITERIOS DE EVALUACIÓN Y PORCENTAJE SOBRE LA CALIFICACIÓN FINAL, etc.)*

La evaluación utilizada tratará de valorar las competencias adquiridas, y por ello será diseñada de modo que tenga que ver con el rendimiento y el trabajo total del estudiante y no sólo en los conocimientos. Se tratará pues de una evaluación continua formativa-sumativa que incluirá una valoración centrada en las capacidades, destrezas y procedimientos relacionados con el trabajo realizado por los estudiantes y su relación con los perfiles académicos y/o profesionales definidos. En la medida que sea posible se incluirá al propio alumnado en el proceso recurriendo a la evaluación entre iguales (co-evaluación) que se tendrá en cuenta conjuntamente con la evaluación tradicional (profesor-alumno).

Esto supone una estrategia de evaluación global basada en cuatro pilares:

a) actitud y disposición en las sesiones de clase
b) inquietud y madurez en el trabajo autónomo
c) responsabilidad y compromiso en el trabajo en grupo
d) progreso en el conocimiento adquirido

Se evaluará de forma continua: (i) la actitud durante el desarrollo de la materia (control de asistencia y participación); (ii) las habilidades y destrezas adquiridas (presentación de casos prácticos para trabajo en grupo); y (iii) los conocimientos alcanzados (entrevista evaluación). En cada caso se diseñaran los instrumentos de evaluación más adecuados (listas de control y cotejo, rúbricas, encuestas, etc.).

Para la materialización del resultado final de la evaluación se utilizarán los siguientes criterios de calificación:

i) Participación, resolución de cuestiones y ejercicios prácticos (20%);
ii) Calidad de informes escritos y presentaciones orales (50%); y
iii) Entrevista de evaluación (30%).

INFORMACIÓN ADICIONAL

- Escuela de Posgrado (Universidad de Granada): http://escuelaposgrado.ugr.es/
- Información Institucional del Máster: http://oficinavirtual.ugr.es/apli/posgrado/detalle_ofic.jsp?ano=2011&dto=M91&plan=56&num=1
- Página Oficial de Máster: http://farmacia.ugr.es/masterdesarrollo/cursos.htm