

Guía docente de la asignatura

Fecha de aprobación por la Comisión Académica: 01/06/2022

**Aplicación de las Técnicas Separativas Híbridas (CI, Cg y Ec) a la Identificación y Cuantificación de Compuestos de Interés Biosanitario (M91/56/1/2)****Máster**

Máster Universitario en Investigación, Desarrollo, Control e Innovación de Medicamentos

**MÓDULO**

Módulo de Docencia

**RAMA**

Ciencias de la Salud

**CENTRO RESPONSABLE DEL TÍTULO**

Escuela Internacional de Posgrado

**Semestre**

Segundo

**Créditos**

3

**Tipo**

Optativa

**Tipo de enseñanza**

Presencial

**PRERREQUISITOS Y/O RECOMENDACIONES**

Los propios del Master

**BREVE DESCRIPCIÓN DE CONTENIDOS (Según memoria de verificación del Máster)**

Introducción. Generalidades. La cromatografía de líquidos como técnica analítica separativa. La cromatografía de gases 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

**COMPETENCIAS**

### COMPETENCIAS BÁSICAS

- CB6 - Poseer y comprender conocimientos que aporten una base u oportunidad de ser originales en desarrollo y/o aplicación de ideas, a menudo en un contexto de investigación.
- CB7 - Que los estudiantes sepan aplicar los conocimientos adquiridos y su capacidad de resolución de problemas en entornos nuevos o poco conocidos dentro de contextos más amplios (o multidisciplinares) relacionados con su área de estudio.
- CB8 - Que los estudiantes sean capaces de integrar conocimientos y enfrentarse a la complejidad de formular juicios a partir de una información que, siendo incompleta o limitada, incluya reflexiones sobre las responsabilidades sociales y éticas vinculadas a la aplicación de sus conocimientos y juicios.
- CB9 - Que los estudiantes sepan comunicar sus conclusiones y los conocimientos y razones últimas que las sustentan a públicos especializados y no especializados de un modo claro y sin ambigüedades.
- CB10 - Que los estudiantes posean las habilidades de aprendizaje que les permitan continuar estudiando de un modo que habrá de ser en gran medida autodirigido o autónomo.

### COMPETENCIAS GENERALES

- CG01 - Hablar bien en público
- CG02 - Capacitar a los alumnos a abordar problemas de forma científica, desde una perspectiva multidisciplinar, formulando hipótesis y objetivos para su resolución, extrayendo conclusiones fundadas que sean de aplicación en las ciencias farmacéuticas, biomédicas, tecnológicas y de la práctica farmacéutica, con especial énfasis en la investigación, desarrollo, control e innovación de productos farmacéuticos.
- CG03 - Realizar investigación en cualquier entorno del sector farmacéutico y de la salud.
- CG05 - Saber plantear un diseño experimental, comprender y resolver el análisis de los datos experimentales mediante programas computacionales e interpretar los resultados.
- CG06 - Utilizar eficazmente los recursos informáticos para la documentación, búsqueda de datos, confección y presentación de trabajos de investigación en los campos de las ciencias farmacéuticas.
- CG07 - 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 a usos de agentes químicos en el laboratorio.
- CG08 - Realizar trabajos bibliográficos sobre distintas patologías y los correspondientes prototipos terapéuticos.
- CG17 - Trabajar en equipos multidisciplinarios tanto a nivel de la industria farmacéutica como de organizaciones sanitarias.
- CG18 - Ser capaces de presentar públicamente ideas, procedimientos o informes de investigación, comunicando sus conclusiones y promoviendo el uso racional del medicamento.
- CG4 - Saber aplicar las técnicas de investigación, tanto metodológicas como tecnológicas, en distintas áreas de estudio y enseñar a redactar correctamente un trabajo científico, informe o protocolo, empleados asiduamente en la investigación de productos sanitarios.

### COMPETENCIAS ESPECÍFICAS

- CE02 - Interpretar resultados de características fisicoquímicas, aspectos tecnológicos de



producción y control de medicamentos y de pruebas farmacológicas, toxicológicas o diagnósticas.

- CE03 - Utilizar eficazmente los recursos informáticos para la documentación, búsqueda de datos, confección y presentación de trabajos de investigación en los campos de las ciencias farmacéuticas.
- CE05 - Saber cómo confeccionar y presentar comunicaciones científicas
- CE06 - Saber diseñar muestras representativas.
- CE07 - Publicar los resultados de la investigación.

## RESULTADOS DE APRENDIZAJE (Objetivos)

Profundizar y completar el estudio de las técnicas separativas mas frecuentes (CL, CG y EC) con los detectores de mejores características analíticas (MS, DDA, DL....). - Profundizar en los conocimientos de la metodología analítica para las validaciones farmacéuticas y la optimización de parametros químicos.

## PROGRAMA DE CONTENIDOS TEÓRICOS Y PRÁCTICOS

### TEÓRICO

#### 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. Metodología analítica. Aplicaciones



#### Tema 4.- Acoplamiento de técnicas en cromatografía.

Hibridación instrumental. Tipos de configuraciones. Acoplamiento cromatografía-detectores: cromatografía de gases-espectrometría de masas (GC-MS) (tipos de interfaces, ejemplos de aplicaciones)

#### Tema 5.- Espectrometría de Masas aplicada a la cromatografía de líquidos.

Definición. Partes del Espectrómetro de Masas. Tipos de interfaces. Masa nominal. Resolución isotópica. Alta Resolución y Baja Resolución. Acoplamiento cromatografía de líquidos-espectrometría de masas (LC-MS). Espectrometría de Masas en tándem (MS/MS). Aplicaciones.

### PRÁCTICO

#### PRÁCTICAS DE LABORATORIO:

Práctica 1: Calculo de parámetros cromatográficos

Práctica 2: Aplicación de la Cromatografía iónica al Análisis de Aguas

Práctica 3: Aplicación de la GC-MS al análisis cualitativo. Resolución de una mezcla de volátiles por head space

Práctica 4: Control de Calidad de compuestos farmacéuticos con HPLC-DAD.

Práctica 5: Determinación Estructural (Masa Exacta) de Compuestos Farmacéuticos mediante HRMS-TOF

Práctica 6: Obtención de la “huella dactilar” de un extracto natural con HPLC-TOF

### BIBLIOGRAFÍA

#### BIBLIOGRAFÍA FUNDAMENTAL

#### 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 Piro, 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 Spectrometry John Wiley and Sons UK 1995

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

- [http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es\\_ES/investigacion/cromatografia/espectrometria\\_de\\_masas.pdf](http://www.mncn.csic.es/docs/repositorio/es_ES/investigacion/cromatografia/espectrometria_de_masas.pdf)
- [http://www4.ujaen.es/~mjayora/docencia\\_archivos/Quimica%20analitica%20ambiental/Tema7.pdf](http://www4.ujaen.es/~mjayora/docencia_archivos/Quimica%20analitica%20ambiental/Tema7.pdf)
- [http://www.cbm.uam.es/joomla-rl/images/Servicios/080.Proteomica/documentos/Espectrometria\\_de\\_masas\\_ESI-MSMS\\_enero\\_2015.pdf](http://www.cbm.uam.es/joomla-rl/images/Servicios/080.Proteomica/documentos/Espectrometria_de_masas_ESI-MSMS_enero_2015.pdf)

## METODOLOGÍA DOCENTE

- MD01 Clases magistrales o lecciones teóricas.
- MD02 Seminarios, elaboración de trabajos encargados por el profesor y prácticas de laboratorio.
- MD03 Tutorías.
- MD04 Trabajo autónomo del estudiante.

## EVALUACIÓN (instrumentos de evaluación, criterios de evaluación y porcentaje sobre la calificación final)

### EVALUACIÓN ORDINARIA

La evaluación utilizada tratará de valorar los resultados del aprendizaje y 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.

Según lo estipulado en la NORMATIVA DE EVALUACIÓN Y DE CALIFICACIÓN DE LOS ESTUDIANTES DE LA UNIVERSIDAD DE GRANADA (Aprobada por Consejo de Gobierno en su sesión extraordinaria de 20 de mayo de 2013), y en los términos que en dicha guía se recogen, los estudiantes podrán acogerse a: (I) un sistema de evaluación continua; o (II) un sistema de evaluación única final.

#### (I) EVALUACIÓN CONTINUA

El derecho a la evaluación continua requiere la asistencia mínima del 85% de las sesiones presenciales.

Se trata 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

### EVALUACIÓN EXTRAORDINARIA

Realización de un examen en el Departamento de Química Analítica de la Universidad de Granada. Dicha prueba teórica y/o práctica podrá ser de respuesta múltiple, de preguntas cortas, de temas a desarrollar, y problemas.

Realización de un trabajo bibliográfico sobre alguno de los contenidos de la materia.

### EVALUACIÓN ÚNICA FINAL

#### EVALUACIÓN FINAL ÚNICA

La evaluación única final implica que los estudiantes deberán demostrar, al final de curso, el grado de adquisición de las competencias propias de la asignatura, incluyendo tanto el nivel de los conocimientos como las destrezas instrumentales adquiridas.

La evaluación se realizará en dos sesiones:

1. Prueba de conocimientos teóricos. La prueba constará de dos partes: (A) respuesta a una serie de cuestiones cortas y resolución de ejercicios numéricos; y (B) desarrollo de temas amplios.
2. Realización una entrevista con los profesores para evaluación de los conocimientos prácticos. Serán condición indispensable para realizar este segundo examen haber sido evaluado positivamente en el primer examen (calificación  $\geq 5$ )

Los estudiantes que se acojan a esta modalidad deberán presentar previamente, y de manera periódica, una serie de informes comentados sobre los contenidos desarrollados en cada uno de los temas.

Realización de un examen en el Departamento de Química Analítica de la Universidad de Granada. Dicha prueba teórica y/o práctica podrá ser de respuesta múltiple, de preguntas cortas, de temas a desarrollar, y problemas.

Realización una entrevista con los profesores para evaluación de los conocimientos prácticos

