

materia

Instrumentación e Monitorización Ambiental

unidade didáctica 3

Técnicas cromatográficas utilizadas en monitorización ambiental

**Elena M^a Peña Vázquez
M^a Carmen Barciela Alonso**

Departamento de Química Analítica, Nutrición e Bromatoloxía
Facultade de Química

titulación

Máster en Enxeñaría Ambiental



VICERREITORÍA DE ESTUDANTES,
CULTURA E FORMACIÓN CONTINUA



unidade didáctica 3

Técnicas cromatográficas utilizadas en monitorización ambiental

Elena M^a Peña Vázquez

M^a Carmen Barciela Alonso

Departamento de Química Analítica, Nutrición e Bromatoloxía
Facultade de Química



© Universidade de Santiago de Compostela, 2013



Esta obra atópase baixo unha licenza Creative Commons BY-NC-SA 3.0. Calquera forma de reprodución, distribución, comunicación pública ou transformación desta obra non incluída na licenza Creative Commons BY-NC-SA 3.0 só pode ser realizada coa autorización expresa dos titulares, salvo excepción prevista pola lei. Pode acceder Vde. ao texto completo da licenza nesta ligazón: <http://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/3.0/es/legalcode.g>

Deseño
Unidixital
Servizo de Edición Dixital
da Universidade de Santiago de Compostela

Edita
Vicerreitoría de Estudantes,
Cultura e Formación Continua
da Universidade de Santiago de Compostela
Servizo de Publicacións
da Universidade de Santiago de Compostela

Imprime
Unidixital
Dep. Legal: C 50 - 2013
ISBN 978-84-9887-963-6

ADVERTENCIA LEGAL: reservados todos os dereitos. Queda prohibida a duplicación, total ou parcial desta obra, en calquera forma ou por calquera medio (elec-trónico, mecánico, gravación, fotocopia ou outros) sen consentimento expreso por escrito dos editores.

MATERIA: Instrumentación e monitorización ambiental.
TITULACIÓN: Máster en Enxeñería Ambiental.
PROGRAMA XERAL DO CURSO
Localización da presente unidade didáctica

Unidade I. Introducción á monitorización ambiental.

Mostraxe ambiental: tipos de mostrax e tipos de mostraxe
Plans e protocolos de mostraxe ambiental
Toma de mostra de aire
Obtención de mostrax representativas
Selección de aparatos para a mostraxe

Unidade II. Técnicas Espectroscópicas usadas en monitorización ambiental.

Espectroscopía de Absorción Molecular: UV-Vis, IR, FT-IR, DOAS
Espectroscopía de Emisión Molecular: fluorescencia, fosforescencia e quimioluminiscencia
Espectroscopía Atómica: absorción, emisión e fluorescencia

Unidade III. Técnicas Cromatográficas utilizadas en monitorización ambiental.

Fundamento e clasificación das técnicas cromatográficas
Cromatografía de líquidos: tipos e aplicacións ambientais
Cromatografía de gases: aplicacións ambientais

Unidade IV. Sensores en monitorización ambiental.

Introdución
Condicións que debe cumprir un sensor
Clasificación dos sensores: electroquímicos, ópticos, piezoeléctricos e termistores
Biosensores: principios de biorecoñecemento
Aplicacións na monitorización de auga e do aire

Unidade V. Sensores remotos.

Fundamento
Clasificación e configuracións dos sensores remotos
Sensores remotos de camiños integrados
Sensores remotos de resolución de recorridos

Unidade VI. Medida de emisións atmosféricas.

Introdución
Mostraxe en cheminea: parámetros a optimizar
Representatividade da mostra
Selección de equipos de medida
Calibración
Métodos analíticos estándar

Unidade VII. Medida da Calidade do Aire. Clasificación dos contaminantes.

Clasificación dos contaminantes
Medida e identificación de partículas
Medida e identificación de aerosois
Análise de gases
Redes de vixía da contaminación atmosférica

Unidade VIII. Instrumentación meteorolóxica

Introdución á medida das variables meteorolóxicas

Medida da temperatura

Medida de presión

Medida do vento

Medida da radiación

Medida de humidade atmosférica

Estacións meteorolóxicas automáticas: normas UNE para a instalación de estacións automáticas e sensores

Normas UNE para a adquisición de datos nas estacións automáticas

Índice

Presentación	8
Os obxectivos	9
Os principios metodolóxicos	10
Os contidos	12
1.Fundamento e clasificación das técnicas cromatográficas	12
2.Cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC).....	12
3.Cromatografía de gases (GC).....	12
4.Espectrometría de masas como detector en cromatografía	12
Actividades propostas	13
Avaliación da UD	14
Anexos	16
Anexo 1	16
Anexo 2	17
Anexo 3	18
Anexo 4	19
Anexo 5	22
Bibliografía	25

PRESENTACIÓN

O Máster de Enxeñería Ambiental impártese na Escola Técnica Superior de Enxeñería (ETSE) da Universidade de Santiago de Compostela, cuns 30 estudantes anuais de nova matrícula. Consta de 90 créditos ECTS e realízase nun período de 18 meses. No primeiro ano (60 ECTS) impártese cinco módulos, que se distribúen dende setembro a xullo. No segundo ano (30 ECTS), nos dous primeiros meses impártese as clases teóricas do módulo seis e o resto dos meses dedícanse ao Proxecto Fin de Máster.

Os módulos impartidos nos dous anos de Máster son os que se indican a continuación:

Primeiro ano:

Módulo I: Fundamentos.

Módulo II: Tratamento de Augas

Módulo III: Monitorización e Redución da Contaminación Atmosférica

Instrumentación e Monitorización Ambiental (IMA)

Medio Ambiente e Redución de Emisións

Técnicas de Análise Territorial

Laboratorio de Modelización

Módulo IV: Recuperación de Solos e Xestión de Residuos

Módulo V: Prácticas externas

Segundo ano:

Módulo VI: Xestión Ambiental.

Módulo VII: Proxecto Fin de Máster.

A materia de Instrumentación e Monitorización Ambiental (IMA) é unha materia obrigatoria de 3 créditos ECTS do Módulo III (Monitorización e redución da contaminación atmosférica). Os contidos impartidos en IMA introducen o alumno nas diferentes técnicas instrumentais empregadas na monitorización ambiental, dende a etapa de mostraxe ata a análise das mostras no laboratorio. O número de horas presenciais é 28, das cales 9 se empregan para o estudo da cromatografía.

No primeiro tema da materia estúdase a colección e tratamento da mostra previamente á análise. No segundo tema trátanse os métodos espectroscópicos, fundamentais para realizar un número moi elevado de análises. E por fin, no tema 3 trátanse os métodos cromatográficos, xa que unha vez que temos preparada a mostra e antes de realizar unha cuantificación dun composto, por exemplo utilizando métodos espectroscópicos, frecuentemente é necesario levar a cabo unha separación cromatográfica de dito composto para evitar a presenza doutras sustancias que interfíren na determinación. Así, as **técnicas cromatográficas** son un grupo de potentes ferramentas de separación, identificación e determinación de compostos químicos en mesturas complexas. Polo tanto son fundamentais nos laboratorios de análise, xa que a maior parte das mostras que chegan a eles son mostras complexas, xa sexa no ámbito clínico, industrial ou medioambiental.

Tralo tema de cromatografía trátanse os sensores (tema 4) e os sensores remotos (tema 5). En ámbolos dous casos, o obxectivo é realizar as medicións do modo máis sinxelo posible, a ser posible sen separación previa. Por último, nos temas finais do curso tamén se tratarán algunhas aplicacións da cromatografía relacionadas coa análise de contaminantes en chemineas e nas medidas da calidade de aire.

Para finalizar, é necesario dicir que se presupón que os estudantes teñen coñecementos básicos de química, e o dominio necesario do inglés para manexar unha parte da bibliografía da materia ou consultar páxinas web ou catálogos de cromatografía en Internet, e buscadores de información científica.

OS OBXECTIVOS

Obxectivos xerais da materia

Os **obxectivos xerais (O.X.)** que deben acadar os estudantes da materia *Instrumentación e Monitorización ambiental* son os seguintes:

O.X.1. Coñecer as bases científicas das principais técnicas de análise e os distintos tipos de instrumentación utilizados na monitorización ambiental

O.X.2. Aprender a seleccionar o tipo de mostraxe e método de pretratamento que se debe utilizar en función do tipo de mostra e do método e técnica analítica que se utilice para a determinación do analito nun problema ambiental.

O.X.3. Comparar e seleccionar entre as distintas técnicas dispoñibles para a monitorización ou análise ambiental co obxectivo de obter a información requirida e proporcionar datos analíticos de calidade.

O.X.4. Incrementar as destrezas relacionadas coa resolución de problemas e a toma de decisións en base á información obtida.

O.X.5. Ter un coñecemento global dos problemas ambientais máis importantes na actualidade.

O.X.6. Realizar estudos bibliográficos e sintetizar resultados.

O.X.7. Traballar eficazmente en equipos interdisciplinares.

O.X.8. Traballar de forma autónoma e organizar e distribuír os tempos e tarefas.

Obxectivos específicos da unidade didáctica

Ao remate da unidade didáctica o alumno deberá acadar os seguintes **obxectivos específicos (O.E.)**:

O.E.1. Entender os principios básicos de separación de substancias entre unha fase móbil e unha estacionaria, e manexar os distintos parámetros que inflúen nunha separación cromatográfica.

O.E.2. Calcular para un determinado cromatograma: o número de pratos teóricos, a altura equivalente de prato teórico, o factor de capacidade, o factor de selectividade e a resolución.

O.E.3. Establecer unha clasificación das técnicas cromatográficas segundo a disposición da fase estacionaria e o estado físico da fase móbil.

O.E.4. Describir os distintos mecanismos empregados nas separacións mediante cromatografía de líquidos de alta resolución (adsorción, reparto, intercambio iónico, exclusión por tamaño, afinidade).

O.E.5. Distinguir entre cromatografía de partición de fase reversa e fase normal, e entender como os tempos de retención dos analitos son influenciados pola polaridade da fase móbil nestas técnicas.

O.E.6. Explicar os mecanismos polos cales as fases estacionarias reteñen os compoñentes dunha mestura en cromatografía de gases.

O.E.7. Describir os compoñentes básicos dos instrumentos empregados en cromatografía, e o funcionamento dos detectores máis comúns.

O.E.8. Coñecer as principais aplicacións na análise medioambiental dos distintos tipos de cromatografía.

O.E.9. Ser capaz de seleccionar ás técnicas adecuadas de separación e determinación para distintos tipos de mostras.

O.E.10. Describir como se fai a identificación segundo os tempos de retención e recoñecer as súas limitacións.

O.E.11. Calcular a concentración dos analitos a partir de datos cromatográficos.

O.E.12. Explicar os principios básicos da espectrometría de masas e as súas vantaxes como detector en cromatografía.

O.E.13. Describir os compoñentes principais dun espectrómetro de masas (fonte de ións, analizador de masas, detector).

OS PRINCIPIOS METODOLÓXICOS

A metodoloxía empregada para o desenvolvemento desta unidade didáctica será unha combinación de clases maxistras e de actividades para promover a participación do alumnado.

Clases maxistras

O/a profesor/a exporá e discutirá os temas incluídos na unidade didáctica pola orde establecida e propoñendo distintos exemplos. Resaltaránse os aspectos de especial complexidade e acompañaranse as explicacións no encerado coa proxección de presentacións dixitais e vídeos para axudar aos estudantes a comprender o tema adecuadamente. Estas clases intercalaranse cos seminarios e titorías obrigatorias.

Curso na aula virtual da USC (na plataforma libre MOODLE)

Na aula virtual poráse a disposición do alumnado as diapositivas con antelación ás clases. Tamén se lle proporcionará ao alumnado material

complementario (guía docente, vídeos, enlaces a organismos relacionados co medio ambiente ou a cromatografía, normativas, casa comerciais, etc). Tamén é de utilidade para facilitar a titorización e para realizar os test de coñecementos previos.

Ademais servirá para poñer en común os traballos realizados polos estudantes durante o curso.

Seminarios e titorías obrigatorias

De forma intercalada coas clases maxistras, discutiranse os aspectos máis dificultosos ou interesantes de cada tema; nestes seminarios comentarase cos estudantes casos prácticos reais para fomentar a participación.

Ademais ao longo do curso os estudantes realizarán 2 traballos relacionados coa mostraxe e análise dun contaminante ou dunha familia de contaminantes ambientais. O tema do traballo será proposto polo/a profesor/a ao principio do curso e os estudantes traballarán en grupo, habitualmente de 3 persoas. Terán que facer unha revisión bibliográfica sobre un determinado problema ambiental e escoller os mellores procedementos e técnicas de análise para obter a información necesaria para solucionalo. Aproximadamente para resolver un 50-60% dos problemas propostos o método de elección emprega a cromatografía.

Os traballos realizados polo estudantes estarán a disposición dos demais estudantes na aula virtual da materia. Nos seminarios e nas titorías obrigatorias os estudantes exporán e discutirán estes traballos. Despois da exposición formularanse unha serie de cuestións para a avaliación. Estas cuestións servirán tamén para resaltar os contidos máis importantes da materia, para realizar un seguimento da evolución dos estudantes e resolver posibles dúbidas que se formulen. As titorías obrigatorias levaranse a cabo en horario de clases.

Visita ao Laboratorio de Medio Ambiente de Galicia (LMAG) de Coruña

Como complemento ás actividades realizadas na clase, nesta materia está programada a realización dunha visita ao Laboratorio de Medio Ambiente de Galicia dependente da Xunta de Galicia. Durante esta visita os estudantes aprenderán cales son e como se levan a cabo as tarefas e análises que diariamente se realizan no laboratorio para o control da calidade ambiental en Galicia.

Titorías convencionais

Os estudantes acudirán ás mesmas individualmente ou en grupos reducidos para ser titorizados na realización dos traballos, orientados en aspectos globais da materia ou con respecto a dúbidas concretas que puideran xurdir.

Tamén nestas horas de titorías se programarán as visitas optativas aos laboratorios do Departamento de Química Analítica, Nutrición e Bromatoloxía da Facultade de Química.

Por outra parte, os estudantes tamén poderán facer uso da aula virtual e o correo electrónico para a titorización e resolución de dúbidas.

OS CONTIDOS BÁSICOS

1. Fundamento e clasificación das técnicas cromatográficas

Definición. Cromatografía plana e en columna. Elución cromatográfica. Clasificación dos métodos cromatográficos. Parámetros cromatográficos: eficacia e resolución.

(Relacionado cos obxectivos específicos O.E.1, O.E.2, O.E.3)

2.-Cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC)

Instrumentación básica (bombas, sistemas de inxección, precolumnas, columnas, detectores). Detectores: UV-VIS, fluorescencia, índice de refracción, detector amperométrico, condutividade, AAS, espectrometría de masas.

Tipos de cromatografía en función da interacción coa fase estacionaria: reparto en fase normal e reversa, intercambio iónico, exclusión de tamaño, afinidade.

Aplicacións ambientais.

(Relacionado cos obxectivos específicos O.E.4, O.E.5, O.E.7-O.E.12)

3.- Cromatografía de gases (GC)

Instrumentación básica (inxeectores, cámaras de división de fluxo, columnas empacadas e capilares, detectores). Detectores: de condutividade térmica (TCD), de ionización de chama (FID), de fotoionización (PID), de captura electrónica (ECD), de fósforo-nitróxeno (NFD), e espectrometría de masas.

Cromatografía gas-sólido e gas-líquido.

Aplicacións ambientais.

(Relacionado cos obxectivos específicos O.E.6-O.E.12)

4.-Espectrometría de masas como detector en cromatografía

Os espectros de masas. Acoplamentos LC-MS e GC-MS. Instrumentación (cámaras de ionización, analizadores, detectores). Exemplos de aplicacións ambientais.

(Relacionado cos obxectivos específicos O.E.8-O.E.13)

ACTIVIDADES PROPOSTAS

1. Actividades de coñecementos previos e motivación

1.1 Verificación de coñecementos previos

Na plataforma MOODLE o estudantado terá dende o principio do curso un cuestionario con preguntas referidas a equilibrio químico, propiedades de disolucións e gases, estrutura das moléculas e como se atraen unhas a outras, electricidade elemental, concepto de polaridade, conceptos básicos de espectroscopía... Un exemplo de cuestionario atópase no **Anexo 1**.

Aos estudantes daráselles un intervalo curto de tempo para completalo (5-10 minutos), aproximadamente dúas semanas antes do comezo do tema. O obxectivo é verificar os coñecementos previos dos estudantes e tamén que lembren ou despois repasen algúns destes conceptos que se aplican en cromatografía.

1.2 Repaso de conceptos e investigación previa á visita do LMAG

Previamente e posteriormente á visita do LMAG, os estudantes responderán en MOODLE un breve cuestionario en relación coa importancia de certos contaminantes no medio ambiente e coas técnicas adecuadas para determinalos. A idea é motivar aos estudantes e que poidan aproveitar ao máximo as explicacións que reciban no centro. Varias das preguntas relacionadas con cromatografía aparecen no **Anexo 2**.

2. Actividades de desenvolvemento e consolidación

2.1 Traballo en grupo

Ao longo do curso os estudantes realizarán un traballo sobre a elaboración dun protocolo de mostraxe ambiental para a resolución dun problema ambiental concreto, e outro sobre a análise do contaminante. En case todos os traballos a análise do contaminante pode facerse empregando un método cromatográfico, e nun 50-60% dos traballos a cromatografía é o método de elección. Un exemplo dos temas propostos así como o esquema a seguir para a realización dos traballos móstrase no **Anexo 3**.

2.2. Discusión de casos prácticos e proxección de vídeos

Nas clases discutiranse os métodos cromatográficos empregados en informes reais medioambientais, noticias de prensa, contaminantes emerxentes analizados mediante estas técnica, etc... Animarase os estudantes a buscar novas ou información en internet relacionadas cos temas tratados na clase. Algúns dos exemplos a comentar amósanse no **Anexo 4**.

Tamén se proxectarán e comentarán vídeos sobre o funcionamento dos equipos empregados en cromatografía (ver **BIBLIOGRAFÍA**). Recoméndanse os vídeos da Royal Society of Chemistry (RSC) sobre

HPLC, GC e MS, o vídeo da Universidade Politécnica de Cataluña sobre GC-MS e o de Agilent sobre LC-MS de triple cuadrupolo.

2.3. Visita ao Laboratorio de Medio Ambiente de Galicia (obrigatoria)

Pasada a metade do curso, farase unha excursión ao Laboratorio de Medio Ambiente de Galicia. A duración da visita é de aproximadamente 3 horas, nas que os encargados propostos polo centro lles amosan aos estudantes os principais equipamentos empregados na análise e monitorización ambiental en Galicia.

Durante esta visita os estudantes deberán consultar todas aquelas dúbidas que teñan para poder resolver o cuestionario sobre analitos e técnicas de análise proposto no MOODLE previamente polo/a profesor/a.

2.4 Visita aos Laboratorios de Química Analítica da Facultade de Química (opcional)

Nas horas das titorías convencionais os estudantes que o desexen visitarán en grupo os Laboratorios de Química Analítica da Facultade de Química guiados polo/a profesor/a. Alí verán o equipamento que se utiliza neles para o tratamento de mostra e análise medioambiental. Esta visita faise despois da visita ao Laboratorio de Medio Ambiente, unhas 2 semanas antes da exame, e serve para resolver dúbidas, de repaso e reforzo dos conceptos adquiridos.

AVALIACIÓN DA UNIDADE DIDÁCTICA

Antes de comezar a unidade didáctica os estudantes responderán en MOODLE un cuestionario co obxecto de que o profesor/a poda coñecer os coñecemento previos que teñen os estudantes, e a necesidade de insistir nalgún concepto básico para a unidade didáctica.

Posteriormente, no sistema de avaliación da materia terá en conta os seguintes puntos:

- O dominio dos coñecementos teóricos desta unidade serán avaliados xunto cos das outras unidades didácticas nun exame final tipo test ou de cuestións curtas ao remate da materia (65% da nota final). As preguntas de cromatografía suporán o 20 % do exame (10 de 50 preguntas). Varios exemplos de cuestións atópanse no **Anexo 5**.
- Valoración dos traballos realizados ao longo do curso sobre diferentes temas relacionados co programa da materia. Cada alumno/a presentará dous traballos (un de mostraxe e outro referido a técnicas de análise; unha alta porcentaxe destes últimos incluíndo as técnicas cromatográficas). Os traballos realizaranse en grupo e a avaliación suporá un 25% da nota final da materia. Neste

apartado valorarase o traballo escrito, a exposición e as respostas do estudantes na discusión posterior.

- Valoración da asistencia, participación activa na clase, nas visitas e na discusión dos casos prácticos (10% na nota final).

ANEXOS

Anexo 1. Test de coñecementos previos para cromatografía

- A cromatografía é:
.....
.....
.....
- A cromatografía de gases diferénciase doutros tipos de cromatografía porque:
 - a) Emprega un detector
 - b) Emprega un gas como fase móbil
 - c) Emprega fase estacionarias líquidas
- A cromatografía de gases é un bo método para analizar:
 - a) O contido dunha botella de cámping gas
 - b) O cobre nunha mostra de fertilizante
 - c) Unha mostra de metal
- ELIXE A RESPOSTA FALSA. A volatilidade dun composto correlaciona bastante ben:
 - a) Co seu punto de ebulición
 - b) Coa presión de vapor saturado
 - c) Coa composición da fase estacionaria
- Un hidrocarburo saturado será máis soluble
 - a) En alcohol
 - b) En auga
 - c) Nunha mestura de hidrocarburos saturados
- Segundo o principio “o semellante dissolve ao semellante”, suxire cal dos seguintes pares de compostos será máis soluble no disolvente especificado:
 - a) Naftaleno e 1-naftol en benceno
 - b) Benzofenona e difenilmetano en propanona
 - c) Metanol e 1-butanol en auga
- Ordena a seguinte lista de disolventes en orde de polaridade crecente:

Auga, etil hexanoato, octan-1-ol, hexano, etanol, propanona
- ¿Que vantaxes teñen as medidas de fluorescencia con respecto ás medidas de absorbancia?

ANEXOS

Anexo 2. Test para a visita ao Laboratorio de Medio Ambiente de Galicia

- ¿Que tipo de cromatografía se emprega de forma habitual para determinar hidrocarburos alifáticos en augas? ¿E que detector?
- ¿Que tipo de cromatografía e que detectores se poden empregar para a análise de BTEX (benceno, tolueno, etilbenceno e xileno)? ¿Que detector se emprega na Coruña nos analizadores automáticos para a monitorización de BTEX no aire?
- Busca tres exemplos nos que se poida empregar GC-MS en análises de mostras medioambientais. ¿Como se inxecta a mostra?
- ¿Como separarías os distintos PAHs presentes nunha mostra de auga? ¿Que tipo de detector empregarías para determinar os PAHs? ¿Por que?
- ¿E para determinar herbicidas en augas ou en extractos de solos?
- ¿Cales son os ións que se determinan na auga de chuvia? ¿Que técnica cromatográfica se emprega? ¿Cal é o detector?
- E se quixeses determinar os contidos de óxidos de xofre ou de nitróxeno emitidos nunha cheminea, ¿poderías empregar cromatografía? ¿Cal sería o tratamento previo da mostra?

ANEXOS

Anexo 3. Trabajo en grupo sobre un problema medioambiental

Exemplos dos temas propostos para a elaboración dos traballos en grupos, utilizando cromatografía:

- Determinación de PCBs en mostras no entorno dunha incineradora
- Determinación de PAHs en mostras de aire
- Determinación de BTEX en mostras de aire dunha gran cidade
- Determinación de benceno en auga de río
- Determinación de fármacos en auga de río
- Determinación de herbicidas en solos
- Determinación de especies de mercurio en sedimentos
- Determinación de especies de estaño en moluscos

Esquema do traballo:

Descrición dos diferentes métodos atopados na bibliografía. Elección dun método de medida e xustificación. Fundamento teórico do método elixido. Procedemento. Límite de detección. Interferencias ou outros posibles problemas que deban ser destacados. Conclusións. Bibliografía

Formato do traballo:

5-10 páxinas en total, a espazo 1,5 e con letra tamaño 12

Presentación do traballo:

Tempo: 15 minutos. Deben intervir todos os membros do grupo

ANEXOS

Anexo 4. Discusión de casos prácticos

- Exemplo de informe medioambiental: Niveles de BTEX na cidade da Coruña.
<https://docs.google.com/file/d/0B5-cPhulGo2hdDlhbmX1b1RNNzg/edit?pli=1>
(Última consulta 12/7/12)



INFORME FINAL 2011

CONVENIO DE COLABORACIÓN ENTRE O CONCELLO DA
CORUÑA E A UNIVERSIDADE DA CORUÑA

“NIVELES DE BTEX (benceno, tolueno, etilbenceno y
xilenos) EN LA CIUDAD DE A CORUÑA”



- Estudio da eliminación de residuos de pesticidas a través do proceso de produción do viño, empregando HPLC-UV

(Entre eles está o flufenoxurón, o conflictivo pesticida prohibido pola Unión Europea en 2011 sobre o que hai unha solicitude á Xunta de Galicia para fumigar os eucaliptais galegos, o que podería afectar ás abellas)

Food Additives and Contaminants
Vol. 28, No. 2, February 2011, 189–197

Fate of three insect growth regulators (IGR) insecticides (flufenoxuron, lufenuron and tebufenozide) in grapes following field application and through the wine-making process

D.T. Likas and N.G. Tsiropoulos*

- Blog de ciencia de RTVE
Para interesar a los estudiantes en GC-MS e en la sensibilidad de las técnicas: *Contador, la biología y la ley*
<http://blog.rtve.es/retiarlo/2011/02/contador-la-biologia-C3%ADa-y-la-ley.html>
(Última consulta 12/7/12)

Blog RTVE.es Actualidad Radio Música Deportes Correspondientes Cine y TV

rtve.es
Retiarlo. Blog de ciencia

« AOL, Ariñana, y el futuro del periodismo harán » Portada del Blog | Cuando los alienígenas camaban sobre la Tierra »

Contador, la biología y la ley

16 Feb. 2011 Por Pepe Cervera 2 Comentarios

La orina de un ciclista presenta una sustancia prohibida que el cuerpo humano es incapaz de sintetizar, según un nuevo y ultrapreciso método de análisis capaz de detectar cantidades mínimas. El asunto debería estar claro, y la carrera de esta ciclista acabada para siempre. Y sin embargo Alberto Contador ha sido absuelto por las autoridades deportivas españolas, que han considerado que la presencia de una cantidad insignificante (y biológicamente insuficiente para causar efectos) de clemeterol en la orina del ciclista no indica 'culpa o negligencia'. La absolución puede todavía ser recurrida por los organismos internacionales antidopaje, pero en cualquier caso el asunto, junto a la detección de otros compuestos en muestras del deportista (plastificantes que podrían indicar la práctica de autotransfusiones) dejará una sombra de sospecha sobre las prácticas en este deporte. Y es que el caso Contador ilustra a la perfección un problema serio con el que se está encontrando no la lucha antidopaje, sino la medicina en general: **el perfeccionamiento de las técnicas de análisis y medición está superando a nuestra capacidad de decidir qué es normal y qué no.** Los nuevos aparatos y sistemas están resultando demasiado precisos.

El famoso laboratorio de dopaje de la Universidad del Deporte de Colonia es uno de los más famosos del mundo en su especialidad. Portada de los más modernos

Pepe Cervera

Pepe Cervera es periodista, biólogo y, entre muchas otras cosas, profesor de la Universidad Rey Juan Carlos. Colabora con diversos medios y es un apasionado de Internet.

Ver perfil »

Secciones

- » Portada del blog
- » Contacto
- » Suscríbete

- Comentario de novas de prensa
<http://www.rtve.es/noticias/20100322/cocaina-farmacos-cosmeticos-nuevos-contaminantes-del-agua/324674.shtml>
(Última consulta 12/7/12)

rtve.es

Busca en rtve

Noticias TV Radio Deportes El Tiempo Infantil

A la Carta Programación Telediario en 4 Blogs Mundo España Londres 2012 Autonomías Economía Cultura Tecnología Más Temas

24h Emisión en directo: comparecencia de Arias Cañete

18:00 El ministro de Agricultura, Alimentación y Medio Ambiente explica la gestión de la lucha contra los incendios de Valencia y Murcia

Noticias > Ciencia y tecnología

Cocaína, fármacos y cosméticos, los nuevos contaminantes del agua

- Se celebra el Día Mundial del Agua
- En España, el 20% de la población tra los fármacos por el retrete
- Los efectos de estos nuevos contaminantes son todavía desconocidos
- Semana Concienciados con el Medio Ambiente en RTVE

ver vídeo

Lo visto

- Minuto a minuto: así hemos contado el pleno en el que Rajoy ha presentado los nuevos recortes
- Cuarto encierro de San Fermín 2012
- Tercer encierro de San Fermín 2012
- Rajoy sube el IVA, quita una extra a los empleados públicos y recorta la prestación del paro
- Los mozos se lucen en el rapidísimo y limpio cuarto encierro de San Fermín 2012, de El Pilar
- Rápido y limpio quinto encierro de San Fermín 2012, de Fuente Ymbro
- Un mozo se cae a la entrada del callejón y logra meterse en la escapada
- Rapidísimo y limpio cuarto encierro de San Fermín 2012, de El Pilar
- Rápido y limpio quinto encierro de San Fermín 2012, de Fuente Ymbro
- Fugado' protagoniza tres comadas en un tercer encierro largo de San Fermín 2012, de Cebada Gago

- Utilización das páxinas web da USEPA (U.S. Environmental Protection Agency; www.epa.gov) e da Sociedade Española de Cromatografía e Técnicas Afines (aplicacións medioambientais, enlaces a organismos de interese...) <http://www.secyta.org/secyta/index.jsp>
- Trípticos de congresos de cromatografía e medio ambiente

Por exemplo: 8th Annual LC/MS/MS Workshop on Environmental Applications and Food Safety. 2-4 Xullo 2012, Barcelona (España)

Key note lectures

Occurrence and Fate of Pharmaceuticals and Personal Care Products in Municipal Wastewater Treatment Systems

Mehran Alaei, National Water Research Institute, Burlington, Canada

Enantiomeric profiling of chiral drugs in the environment with the usage of Chiral-LC-MS/MS

Barbara Kasprzyk-Hordern, Department of Chemistry, University of Bath, UK

From target to non-target screening of micropollutants in the aquatic environment by HPLC combined with high resolution mass spectrometry

Juliane Hollender, EAWAG, Dübendorf, Switzerland

Investigation of pharmaceutical metabolites/transformation products in urban wastewater by LC-QTOF MS

Juan Vicente Sancho Llopis, University Jaume I, Castellón, Spain

Identification of Pharmaceutical By-products After Advanced Oxidation and Biofiltration of Wastewater

Diana S. Aga, Chemistry Department, University at Buffalo, Buffalo, NY, USA

Analytical challenges in high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry for accurate determination of primary and secondary phthalate metabolites in real samples

María Jose Gonzalez, General Organic Chemistry Institute (CSIC), Madrid, Spain

Perfluorinated compounds determination by quadrupole time-of-flight mass spectrometry in environmental and food matrices

Yolanda Pico, Faculty of Pharmacy, University of Valencia, Spain

Novel micro and nano bioaffinity mass spectrometry tools for the detection of emerging contaminants in food and environment

Michel W.F. Nielen, RIKILT-Institute of Food Safety and Wageningen University, Wageningen, The Netherlands

Benefits and pitfalls in the evaluation of pesticide residues in food by LC-QTOF-MS

Amadeo Rodríguez Fernández-Alba, University of Almería, Almería, Spain

Reference Materials for Environmental and Food Analyses – LC/MS/MS in Their Development and Use

Stephen A. Wise, National Institute of Standards and Technology (NIST), Gaithersburg, USA

ANEXOS

Anexo 5. Exemplo de cuestións de avaliación da unidade didáctica no exame final

- Dous compostos (A e B) separáronse empregando unha columna capilar de cromatografía de gases. Os tempos de retención foron 15,1 e 18,0 min, e as anchuras de pico (na base) 0,82 e 0,93 para A e B respectivamente. Calcule: a) o factor de retención, b) o factor de selectividade, c) a resolución, d) o número medio de pratos teóricos
- A resolución dunha separación cromatográfica non depende:
 - a) da separación entre picos
 - b) da anchura do primeiro pico
 - c) do tempo morto
 - d) da anchura do segundo pico
- Unha mestura consistente en fenil metil cetona, nitrobenceno, benceno e metil benceno vaise separar nunha C-18 empregando unha fase móbil metanol/auga 60:40. Con estas condicións a cetona elúe primeiro. En que orde elúen os outros solutos?
 - a) Benceno, metilbenceno, nitrobenceno
 - b) Nitrobenceno, benceno, metilbenceno
 - c) Metilbenceno, benceno, nitrobenceno
- Na elución en gradiente:
 - a) Emprégase 1 só disolvente na separación cromatográfica
 - b) Empréganse 2 ou máis disolventes, variando a composición co tempo
 - c) Emprégase un disolvente de grao analítico
 - d) Empréganse 2 ou máis disolventes, pero sen variar a composición da mestura
- ¿Cal das seguintes características non é imprescindible para que un detector poida ser usado en cromatografía como detector ideal?:
 - a) adecuada sensibilidade
 - b) rápido tempo de resposta
 - c) resposta non lineal
 - d) boa estabilidade e reproducibilidade
- Deséxase estudar a posible contaminación por herbicidas en augas subterráneas, indica que técnica analítica utilizarías:
 - a) A cromatografía de líquidos – espectrometría de masas
 - b) A espectroscopia de absorción molecular UV
 - c) A fotometría de chama
 - d) A espectrometría de emisión atómica multielemental

- Entre os seguintes detectores de cromatografía de líquidos, sinala o detector cuxo fundamento se fundamenta na medida dunha propiedade da disolución:
 - a) Fluorescencia
 - b) Absorbancia UV
 - c) Índice de refracción
 - d) Detector amperométrico
- Tendo en conta os índices de refracción amosados na seguinte táboa:

Composto	Índice de refracción
Hexano	1,375
Octano	1,397
Nonano	1,405
Decano	1,410
Tridecano	1,425
Benceno	1,501
Tetrahidrofurano	1,405

Empregando tetrahidrofurano como fase móbil, ¿para que alcano se obtería a menor sensibilidade usando un detector de ir? Con que disolvente, benceno ou tetrahidrofurano se obtería unha maior sensibilidade na determinación de tridecano?

- Para a determinación de cloruros, bromuros, nitratos, etc. en auga de chuvia, a técnica máis adecuada é:
 - a) A cromatografía de reparto de fase unida quimicamente
 - b) A cromatografía de intercambio iónico (resina con grupos aniónicos)
 - c) A cromatografía de adsorción para determinar compostos de masa menor de 500
 - d) A cromatografía de intercambio iónico (resina con grupos catiónicos)
- En cromatografía de gases, se desexo modificar o tempo de retención dos compostos:
 - a) Realizaría unha programación da temperatura do forno do cromatógrafo
 - b) Realizaría unha elución en gradiente
 - c) Cambiaría a polaridade dos compoñentes da fase móbil
 - d) Ningunha das anteriores
- ¿Cal destas é unha vantaxe de traballar en cromatografía de gases programando a temperatura do forno?
 - a) Reducir sempre o tempo de análise
 - b) Analizar mesturas con temperaturas de ebulición moi variadas
 - c) Tempos de retención máis reproducibles
 - d) Aumentar o límite superior da temperatura de traballo

- Tendo unha columna de PEG-S (polietilen glicol succinato), di que composto eluirá antes, se o hexano (punto de ebulición 68°C) ou o 1-metiletil metanoato (punto de ebulición 68°C)
 - a) 1º hexano, 2º 1-metiletil metanoato
 - b) 1º 1-metiletil metanoato, 2º hexano
 - c) Os dous á vez

- Para determinar insecticidas clorados mediante cromatografía de gases, o mellor detector entre os seguintes sería:
 - a) O detector de ionización de chama, de ampla aplicación á análise de compostos orgánicos
 - b) O detector fotométrico de chama, que se emprega para analizar pesticidas
 - c) O detector de captura electrónica, que ten unha resposta moi selectiva
 - d) O detector de condutividade térmica

- ¿Cal é a principal característica do detector de captura electrónica?
 - a) Excelente linealidade
 - b) Boa selectividade
 - c) Sensibilidade
 - d) Universalidade

- O espectrómetro de masas utilízase como detector en cromatografía, principalmente debido a:
 - a) Que proporciona información semicuantitativa con respecto ás mostras
 - b) Á facilidade do acoplamento do cromatógrafo de líquidos co detector de masas
 - c) Á rapidez de obtención dos resultados
 - d) A que proporciona información cualitativa e cuantitativa de mostras complexas

- Das seguintes etapas necesarias para a obtención dun espectro de masas sinala cal é falsa:
 - a) Obtención de átomos en estado fundamental
 - b) Xeración de moléculas en fase gas
 - c) Separación de ións de acordo á súa masa
 - d) Detección de ións

BIBLIOGRAFÍA

1. Bibliografía básica

- SKOOG, D.A., HOLLER, F.J., NIEMAN, T. A. (2006): *Principios de Análisis Instrumental* 6ª ed., México: Cengage Learning.
- ZHANG, C.C.(2007) *Fundamentals of Environmental Sampling and Analysis*, Hoboken, New Jersey, EEUU: John Wiley and Sons.

2. Bibliografía complementaria

- SKOOG, D.A., WEST, D.N., HOLLER, F.J., CROUCH, S. R. (2005) *Fundamentos de Química Analítica*, 8ª ed., México: Thomson.
- HARRIS, D.C. (2006) *Análisis Químico Cuantitativo*, 6ª ed.,. Barcelona: Editorial Reverté.
- DOWNARD, K. (2004) *Mass Spectrometry. A foundation course*, Cornwall, UK: Royal Society of Chemistry.
- CELA, R., LORENZO, R.A., CASAIS, M.C. (2002) *Técnicas de Separación en Química Analítica*, Madrid: Editorial Síntesis.
- LINDSAY, S. (1997) *High Performance Liquid Chromatography*, en *Analytical Chemistry by Open Learning*, Londres, Reino Unido: John Wiley and Sons.
- WILLET, J.E. (1991) *Gas Chromatography*, en *Analytical Chemistry by Open Learning*, Londres, Reino Unido: John Wiley and Sons.
- BARKER, J. (1999) *Mass Spectrometry*, en *Analytical Chemistry by Open Learning*, Londres, Reino Unido: John Wiley and Sons.

3. Material complementario

3.1 Vídeos (última consulta 12/7/12)

- La cromatografía (I): cromatografía en capa fina .
Material para asignaturas de experimentación en química analítica.
Universidad Politécnica de Cataluña, Institut de Ciències de l'Educació,
Grup de recursos per a la Didàctica de la Química:
<http://www.youtube.com/watch?v=2OE91GORIro&feature=relmfu>
- Vídeo educativo feito pola Royal Society of Chemistry (UK) sobre a Cromatografía Líquida de Alta Resolución (HPLC)
http://www.youtube.com/watch?v=kz_egMtdnL4

Versión subtitulada en castelán:

http://www.youtube.com/watch?v=dXR9wck-LUo&feature=results_video&playnext=1&list=PL20D7355C36763ED1

- Vídeo educativo feito pola Royal Society of Chemistry sobre cromatografía de gases empregando un detector de ionización de chama, e cunha breve mención da cromatografía de gases masas (GCMS).
<http://www.youtube.com/watch?v=08YWhLTjifo>
- La cromatografía (II): cromatografía de gases / espectrometría de masas. Material para asignaturas de experimentación en química analítica. Universidad Politécnica de Cataluña, Institut de Ciències de l'Educación, Grup de recursos per a la Didáctica de la Química.
<http://www.youtube.com/watch?v=V1ymtuPZfOk&feature=relmfu>
- Vídeo educativo feito pola Royal Society of Chemistry sobre Espectrometría de Masas empregando un instrumento de sector magnético.
http://www.youtube.com/watch?v=J-wao0O0_qM
- Descrición do funcionamento dun LC-MS de triple cuadrupolo (Agilent 6400 Series Triple Quadrupole LC/MS systems)
<http://www.youtube.com/watch?v=-iLtW6XQMmw>

3.2 Outros recursos en Internet (páxinas web e outros contidos multimedia) (última consulta 12/7/12)

- Laboratorio de Medio Ambiente de Galicia (LMAG)
http://www.cmati.xunta.es/organizacion/c/SX_de_Calidad_e_Avaliacion_Ambiental_Laboratorio_de_medio_ambiente
- Consellería de Medio Ambiente, Territorio e Infraestruturas
<http://www.xunta.es/cmati>
- Ministerio de Agricultura, Alimentación y Medio Ambiente:
<http://www.magrama.gob.es/es/calidad-y-evaluacion-ambiental/temas/default.aspx>
- Eurolex (lexislación europea)
<http://eur-lex.europa.eu/es/index.htm>
- Sociedade Española de Cromatografía e Técnicas Afines:
<http://www.secyta.org/secyta/index.jsp>
Nomenclatura
<http://www.secyta.org/secyta/html/es/cromatografia/nomenclatura.jsp>
- Axencia Europea del Medio Ambiente:
<http://www.eea.europa.eu/es>
- Environmental Protection Agency (USA): <http://www.epa.gov/>

Índices de métodos da EPA:

<http://www.epa.gov/epahome/standards.html>

- National Environmental Methods Index (NEMI):
<http://www.nemi.gov>
- Chemical separations (presentacións educativas de cromatografía)
<http://ull.chemistry.uakron.edu/chemsep/>
- Chromedia (para a práctica de cromatografía)
<http://www.chromedia.org/>
- Basic Liquid Chromatography (curso de cromatografía de líquidos)
<http://hplc.chem.shu.edu/HPLC/index.html>
- HPLCsimulator (axuste de diversos parámetros para observar como afectan a unha separación cromatográfica)
<http://hplcsimulator.org/index.php>

Algúns casos comerciais con material de interese:

- Agilent Technologies: <http://www.chem.agilent.com>
- Bruker Corporation: <http://www.bruker.com/>
- GRACE: <http://www.discoverysciences.com/>
- Perkin Elmer: <http://las.perkinelmer.com>
- Shimadzu Corporation: <http://shimadzu.com>
- Teknokroma: <http://www.teknokroma.es>
- Thermo Scientific Dionex: <http://www.dionex.com>
- Waters Corporation: <http://www.waters.com>



Unha colección orientada a editar materiais docentes de calidade e pensada para apoiar o traballo do profesorado e do alumnado de todas as materias e titulacións da universidade



Impreso en papel 100% reciclado e libre de cloro



SERVIZO DE NORMALIZACIÓN LINGÜÍSTICA

