



DATOS IDENTIFICATIVOS

Análise Espectroquímica Avanzada

Materia	Análise Espectroquímica Avanzada			
Código	V11M029V01132			
Titulación	Máster Universitario en Química Avanzada. RD. 1393/2007			
Descritores	Creditos ECTS	Sinale	Curso	Cuadrimestre
	4	OP	1	1c
Lingua de impartición				
Departamento	Química analítica e alimentaria			
Coordinador/a	Bendicho Hernandez, Jose Carlos			
Profesorado	Bendicho Hernandez, Jose Carlos			
Correo-e	bendicho@uvigo.es			
Web	http://webs.uvigo.es/posgradoquimica/?mod=curso&id=2			

Descrición xeral

Esta materia abordará o estudo das técnicas avanzadas de espectrometría atómica e de masas así coma os seus acoplamentos coas técnicas de separación cromatográficas e electroforéticas como principais ferramentas en Análise de Especiación e Metalómica. A identificación e cuantificación de especies químicas elementais adquiriu nos últimos anos unha importancia primordial, permitindo o avance en campos coma o medioambiente, a nutrición, a toxicoloxía, a medicina, etc. A investigación de procesos de mobilización, biotransformación, metabolización, destoxificación, bioacumulación nos que interveñen especies elementais (metais, metaloides e certos non-metais) require de información analítica precisa e exacta.

A análise de especiación ten como fin identificar e medir as concentracións de especies químicas, establecendo a distribución dun elemento nunha mostra real. A metalómica xurdiu nos últimos anos como un complemento á xenómica e á proteómica, tendo como fin o estudo das interaccións entre os elementos e os sistemas biolóxicos, incluíndo os aspectos funcionais. A metalómica se pode considerar unha extensión da análise de especiación centrado no esclarecemento do "metaloma", é dicir, conxunto de biomoléculas enlazadas con metais/metaloides presentes nunha célula, tecido ou órgano. Varios elementos son esenciais para o desenvolvemento da vida, mentres que outros exercen un efecto negativo sobre os sistemas biolóxicos sendo tóxicos, mutaxénicos ou carcinóxénicos. A complexidade das mostras reais xunto cos niveis extremadamente baixos de concentración ós que se presentan moitas das especies metálicas de interese constitúen un auténtico desafío, o cal impulsou o desenvolvemento de novas ferramentas analíticas que permitan por unha parte unha separación das distintas especies e por outro a súa identificación e cuantificación. Neste curso se estudarán os acoplamentos entre técnicas de separación e detectores atómicos e de masas coma ferramentas analíticas máis potentes de que se dispón. As especies químicas inclúen dende as máis simples, tales coma estados redox, organometálicos de baixo peso molecular, complexos con aminoácidos, péptidos, etc. hata as máis complexas coma as metaloproteínas. O estudo das interaccións entre metais e metaloides con macromoléculas é de especial complexidade, non sendo suficiente o emprego de acoplamentos entre técnicas separativas con detectores específicos sensibles (atómicos ou de masas) senón de estratexias "multiplex", que combinan detección atómica e molecular por espectrometría de masas. O curso inclúe en 6 temas, una introducción á especiación elemental e a metalómica, o estudo das técnicas espectrométricas atómicas e de masas inorgánicas (ICP-MS) e os seus acoplamentos con técnicas de separación por cromatografía e electroforesis, a espectrometría de masas con fontes de ionización por electrospray e de desorción por láser asistida por unha matriz (ESI-MS, MALDI-MS), os acoplamentos da vaporización electrotérmica e a ablación por láser con ICP-MS (ETV-ICP-MS y LA-ICP-MS). Inclúese un tema que aborda o fraccionamiento de especies metálicas en mostras sólidas e finalmente un tema onde se trata a metodoloxía de preparación de mostra, problemas de estabilidade das especies, erros e validación en especiación elemental e metalómica.

Competencias de titulación

Código	
A2	Coñecemento dos principios físico-químicos fundamentais que regulan os aspectos máis avanzados da Química

A3	Coñecemento dos aspectos máis avanzados dos elementos e compostos inorgánicos e orgánicos, así como biomoléculas, as rutas sintéticas e a súa caracterización estrutural
A4	Habilidade para facer uso de instrumentación química estándar e avanzada e a súa monitorización
A5	Demostración avanzada de habilidades para planificar, deseñar e executar experimentos químicos
A6	Demostración de habilidades para o traballo no laboratorio á hora de realizar procedementos químicos documentados, monitorización de propiedades químicas, eventos e documentación de todo o traballo realizado.
B2	Capacidade de traballo en grupo
B3	Capacidade de comunicación (oral e escrita) en lingua oficial e inglés

Competencias de materia

Resultados previstos na materia	Tipoloxía	Resultados de Formación e Aprendizaxe
Coñecer as técnicas avanzadas de espectrometría atómica e de masas na resolución de saber problemas de identificación e cuantificación de especies químicas en mostras reais		A2
Describir as técnicas acopladas entre espectrometría atómica (absorción, emisión e fluorescencia) e de masas con técnicas de separación, coma as cromatografías de gases e líquida, así coma a electroforesis	saber	A2
Recoñecer os principios que rixen a construción de interfases eficientes entre técnicas espectrométricas atómicas e de masas con técnicas separativas	saber facer	A4
Entender a importancia de sistemas de detección específicos ó elemento en técnicas separativas á hora de minimizar erros	saber	A2
Coñecer a metodoloxía de extracción, conservación, derivatización de especies químicas elementais a partires de mostras reais	saber	A3
Recoñecer a posibilidade de erros nas etapas preparativas de mostra, sabendo levar a cabo estudos de recuperación, balances de masa, procedementos de estabilización de especies e métodos de validación	saber facer	A5
Describir as interaccións entre especies elementais e sólidos de orixe medioambiental, coñecendo as estratexias analíticas para a súa extracción e medida	saber	A2
Describir aplicacións da especiación e metalómica en medios biolóxicos: metalotioneínas, fitoquelatinas, metal-superóxido dismutasas, selenoproteínas, etc	saber facer	A6
Participar na exposición e discusión dos traballos asignados	Saber estar / ser	B2 B3

Contidos

Tema	
Tema 1. Aspectos xerais da especiación elemental e a metalómica.	Definición de especiación química. Aspectos estruturais e metodolóxicos da especiación. Esencialidade e toxicidade dos elementos. Especies químicas de interese analítico: estados de oxidación; especies alquiladas; especies con enlace C-heteroátomo; metalodrogas; metalopéptidos, metaloporfirinas, etc. Áreas de aplicación: Medioambiente, nutrición, medicina, agricultura, toxicoloxía, etc.
Tema 2. Técnicas avanzadas de espectrometría atómica e de masas	Técnicas analíticas avanzadas en espectrometría de absorción, emisión e fluorescencia atómica. Atomización en células de cuarzo, fornos de grafito, chamas de difusión e plasmas. Sistemas de introducción de mostra. Optimización de parámetros instrumentais. Corrección de interferencias. Técnicas analíticas avanzadas en espectrometría de masas con fonte de plasma (ICP-MS). Eliminación de interferencias. Celdas de reacción e colisión. Plasma [frío]. Métodos de dilución isotópica. Acoplamento de sistemas de vaporización electrotérmica e ablación por láser con ICP-MS.
Tema 3. Acoplamentos de técnicas cromatográficas e electroforéticas con detectores atómicos e de masas en especiación elemental	Características dos acoplamentos entre a cromatografía de gases, de líquidos e da electroforesis capilar con espectrometría atómica e de masas atómicas. Deseño de interfases. Análise de especies organometálicas volátiles por cromatografía de gases: derivatización pre-columna. Especies de Pb, As, Sn, Sb, Se y Hg. Análise de especies polares e inestables térmicamente por cromatografía de líquidos de alta eficacia. Derivatización post-columna. Características analíticas. Aplicacións en mostras reais
Tema 4. Técnicas analíticas acopladas en metalómica	Identificación e cuantificación de metalobiomoléculas en mostras reais. Combinación de técnicas cromatográficas e electroforéticas con espectrometría de masas atómicas e moleculares. Sistemas de ionización. Modos molecular, disociación inducida por colisións coa fonte e disociación inducida por colisións cun gas neutro (MS/MS) en espectrometría de masas con ionización por electrospray. Identificación e cuantificación de metalotioneínas, fitoquelatinas, arsenoribósidos, selenoproteínas, cobalaminas, etc.

Tema 5. Técnicas de fraccionamiento de especies metálicas asociadas con muestras sólidas	Esquemas de extracción secuencial de especies metálicas en sólidos. Estudios de movilidad e biodisponibilidad. Características das distintas fraccións. Erros. Comparación dos diferentes esquemas de extracción. Validación e armonización de esquemas. Técnicas analíticas. Aplicacións a estudos en solos, sedimentos, cinzas voantes, residuos sólidos industriais, etc.
Tema 6. Técnicas de preparación de muestra en especiación elemental e metalómica	Métodos de extracción de especies metálicas a partir de muestras reais. Estudios de recuperación. Estabilidad e transformación de especies durante o tratamento de muestra. Erros durante a derivatización e preconcentración de especies. Validación de métodos analíticos en especiación e metalómica.

Planificación			
	Horas na aula	Horas fóra da aula	Horas totais
Prácticas de laboratorio	20	20	40
Presentacións/exposicións	9	9	18
Sesión maxistral	14	28	42

*Os datos que aparecen na táboa de planificación son de carácter orientador, considerando a heteroxeneidade do alumnado.

Metodoloxía docente	
	Descrición
Prácticas de laboratorio	Levaranse a cabo prácticas de laboratorio sobre as técnicas espectroscópicas estudadas con instrumentación básica, así como prácticas demostrativas con instrumentación sofisticada dispoñible nos servizos centrais da Universidade de Vigo.
Presentacións/exposicións	Estarán adicadas á exposición e discusión dos traballos asignados ó alumno.
Sesión maxistral	Serán clases maxistras mediante o uso de material audiovisual, e onde tamén se fomentará a participación do alumno a través de preguntas e discusión dos aspectos nos que o alumno teña máis dificultades de asimilar.

Atención personalizada	
Metodoloxías	Descrición
Sesión maxistral	Atención personalizada de forma presencial (directamente na aula) e de forma non presencial (a través do correo electrónico ou do campus virtual) dirixida a la resolución de dúbidas e preguntas.
Prácticas de laboratorio	Atención personalizada de forma presencial (directamente na aula) e de forma non presencial (a través do correo electrónico ou do campus virtual) dirixida a la resolución de dúbidas e preguntas.
Presentacións/exposicións	Atención personalizada de forma presencial (directamente na aula) e de forma non presencial (a través do correo electrónico ou do campus virtual) dirixida a la resolución de dúbidas e preguntas.

Avaliación		
	Descrición	Cualificación
Prácticas de laboratorio	Criterios de avaliación: Evaluarase o traballo continuo levado a cabo polo alumno e o informe final presentado de cada práctica. Ponderación: 30%	30
Presentacións/exposicións	Criterios de avaliación: Exposición de traballos bibliográficos. Ponderación: 30%	30
Sesión maxistral	Criterios de avaliación: Proba escrita con preguntas tipo test e razoamento relacionadas cos contidos teóricos do programa. Ponderación: 40%	40

Outros comentarios sobre a Avaliación

Bibliografía. Fontes de información

Cornelis, **Handbook of elemental speciation**, Wiley,

Cornelis, **Handbook of elemental speciation. Elements in situ**, Wiley,

European virtual institute for speciation analysis (EVISA, www.speciation.net),

Tessier, **Metal speciation and bioavailability in aquatic systems**, Wiley,

Caruso, **Elemental speciation. New approaches**, Elsevier,

Mester and Sturgeon, **Sample preparation for trace element analysis**, Elsevier,

Haraguchi, **Metalomics as integrated biometal science**, Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2004, 19, 5-14,
Cullen and Taylor, **Atomic Spectroscopy in elemental analysis**, CRC,
Nelms, **ICP Mass Spectrometry Handbook**, Blackwell Publishing,
Cela, **Técnicas de separación en Química Analítica**, Síntesis,

Recomendacións

Materias que se recomenda cursar simultaneamente

Bioinorgánica Avanzada/V11M029V01128
Cromatografía de Gases/V11M029V01106
Cromatografía de líquidos/V11M029V01103
Determinación Estructural Avanzada/V11M029V01130
Espectrometría de Masas/V11M029V01204
Espectroscopia Atómica/V11M029V01105
Mostraxe e Operacións Previas do Método Analítico/V11M029V01129
Química de Coordinación Supramolecular/V11M029V01133
Técnicas de Separación non Cromatográficas/V11M029V01127
