



FACULTADE DE QUÍMICA

MÁSTER UNIVERSITARIO EN INDUSTRIA E INVESTIGACIÓN QUÍMICA

ESPECTROMETRÍA DE MASAS ANALÍTICA DE
COMPUESTOS ORGÁNICOS

Guía Docente

Guía Docente.

1. Datos descriptivos de la materia.

Carácter: Formación optativa

Convocatoria: 1^{er} cuatrimestre

Créditos: 3 ECTS

Profesorado:

Carmen García Jares

Profesora Titular del Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología
Facultad de Química.

Universidad de Santiago de Compostela

Clases expositivas, seminarios y tutorías.

Isaac Rodríguez Pereiro

Profesor Titular del Departamento de Química Analítica, Nutrición y Bromatología
Facultad de Química.

Universidad de Santiago de Compostela

Clases expositivas, seminarios y tutorías.

Soledad Muniategui Lorenzo

Catedrática del Departamento de Química Analítica
Facultad de Ciencias.

Universidad de La Coruña

Seminarios y Tutorías

Idioma en que es impartida: Castellano

2. Situación, significado e importancia de la materia en el ámbito de la titulación.

2.1. Módulo al que pertenece la materia en el Plan de Estudios. Materias con las que se relaciona.

Módulo 2-5. Técnicas Analíticas Avanzadas. Se relaciona fundamentalmente con las demás asignaturas de dicho módulo, en particular con la materia "Cromatografía e Técnicas Analíticas de Separación" y "Técnicas de preparación de la Muestra". Además está relacionada con la materia de "Profundización en Química Analítica".

2.2. Papel que juega este curso en ese bloque formativo y en el conjunto del Plan de Estudios.

La espectrometría de masas es una herramienta indispensable en cualquier laboratorio de análisis químico, y se utiliza tanto para la identificación de especies de interés biológico, clínico y medioambiental, como para su determinación cuantitativa. Es por tanto, una materia imprescindible en un MÁSTER UNIVERSITARIO EN INDUSTRIA E INVESTIGACIÓN QUÍMICA, en el que se espera que el alumno profundice en los conocimientos de las técnicas instrumentales de análisis adquiridas durante el grado, y se familiarice con instrumentación de última generación.

2.3. Conocimientos previos (recomendados/obligatorios) que los estudiantes han de poseer para cursar la asignatura.

Los únicos conocimientos obligatorios son aquellos que se establecen como requisitos básicos para acceder a este Máster. Es recomendable disponer de nociones básicas sobre Espectrometría de Masas, adquiridas en las diferentes asignaturas que dan acceso al presente Máster. Se recomienda cursar también la Materia de "Cromatografía e Técnicas Analíticas de Separación"

3. Objetivos del aprendizaje y competencias a alcanzar por el estudiante con la asignatura.

3.1. Objetivos del aprendizaje.

- Adquisición completa de todos los aspectos de interés analítico sobre la espectrometría de masas para la determinación de compuestos orgánicos.
- Esta asignatura proporcionará conocimientos básicos y aplicados sobre las técnicas modernas de análisis basadas en la espectrometría de masas enfocada al análisis de compuestos orgánicos, y dotará al alumno de criterios para la selección de la técnica de espectrometría de masas más adecuada para resolver cada problema analítico, así como para interpretar los resultados obtenidos. Se pondrá especial atención en los fundamentos físicos y químicos de las técnicas descritas, la configuración instrumental, las condiciones experimentales y las principales aplicaciones analíticas.
- El alumno conocerá globalmente las fuentes de ionización en espectrometría de masas de compuestos orgánicos, diferenciando la información que es posible obtener de cada una de ellas, así como los mecanismos básicos implicados en la generación de iones en cada caso.
- Diferenciar los analizadores de masas según sus principios de funcionamiento.
- Conocer e interpretar las propiedades analíticas que definen las características de interés de los métodos instrumentales basados en la espectrometría de masas.
- Interpretación de espectros de masas de compuestos orgánicos.
- Interpretación y explicación de resultados en base a conocimientos teóricos adquiridos, así como de los obtenidos en el laboratorio y la consulta bibliográfica.
- Manejar bases de datos de espectros con fines cualitativos y comprender la filosofía de las diferentes aproximaciones empleadas para la obtención de datos cuantitativos mediante espectrometría de masas.

- Entender la interacción entre la espectrometría de masas y las técnicas de separación en continuo, en particular las técnicas cromatográficas, para la determinación de compuestos orgánicos en muestras complejas.

3.2. Competencias básicas y generales.

- Capacidad para manejar y comunicar, tanto por escrito, como de forma oral, los conceptos básicos aprendidos.
- Capacidad para organizar y planificar los conceptos fundamentales de la Química, de manera que permitan la resolución de problemas.
- Capacidad para estudiar y aprender de forma autónoma.
- Destreza en la búsqueda de información.

3.3. Competencias específicas.

- Capacidad de demostrar conocimiento y comprensión de los principios de funcionamiento de las distintas técnicas de espectrometría de masas para el análisis de compuestos orgánicos.
- Capacidad de aplicar dicho conocimiento a la selección de la técnica analítica más adecuada a problemas analíticos concretos.
- Capacidad de aplicación de dicho conocimiento para la resolución de problemas cuali y cuantitativos según modelos previamente desarrollados.
- Capacidad para discriminar las posibilidades de la espectrometría de masas como técnicas de determinación en procesos cromatográficos frente a detectores convencionales.
- Destreza en la evaluación e interpretación de información y datos químicos.
- Habilidad para manipular reactivos químicos y compuestos orgánicos con seguridad.
- Adquisición y utilización de información bibliográfica y técnica referida al análisis de los compuestos orgánicos mediante espectrometría de masas.
- Capacidad de entender las posibilidades, y limitaciones, de la espectrometría de masas y las técnicas híbridas en el análisis de compuestos orgánicos en diferentes matrices reales.

3.4. Competencias transversales.

- Capacidad para trabajar en grupo tanto en la resolución como en la discusión de problemas.

4. Contenidos del curso.

4.1. Epígrafes del curso:

Contenidos teóricos:

Tema 1. INTRODUCCIÓN A LA ESPECTROMETRÍA DE MASAS ANALÍTICA.

Tema 2. TÉCNICAS DE IONIZACIÓN. Fundamentos operaciones e instrumentación

Tema 3. ANALIZADORES DE MASAS. Principios operacionales, instrumentación y características básicas

Tema 4. HIBRIDACIÓN CON TÉCNICAS CROMATOGRÁFICAS

4.2. Bibliografía recomendada

4.2.1. Básica (manual de referencia).

C. Dass, *Fundamentals of Contemporary Mass Spectrometry*, Wiley, 2007

4.2.2. Complementaria.

E. de Hoffmann, V. Stroobant, *Mass Spectrometry: Principles and Applications*, 3a ed., Wiley, 2007

A. E. Ashcroft, *Ionization Methods in Organic Mass Spectrometry*, Royal Society of Chemistry, 1997

J. H. Gross, *Mass Spectrometry: a textbook*, Springer, 2005

K. Downard, *Mass Spectrometry: a Foundation Course*, RSC, 2004

TEMA 1. INTRODUCCIÓN A LA ESPECTROMETRÍA DE MASAS ANALÍTICA.

1. Sentido del tema (Introducción)

En este tema se abordarán los principios básicos de la espectrometría de masas analítica, centrada en la determinación de compuestos orgánicos. Se describirá la instrumentación general, para centrar finalmente el tema en la generación de los espectros de masas y los conceptos básicos relacionados.

2. Epígrafes del tema.

Descripción básica de la instrumentación: El espectrómetro de masas. Sistemas de vacío. Etapas en la generación de un espectro de masas. Calibración de masas y ajuste del espectrómetro de masas. Conceptos básicos en espectrometría de masas: Distribuciones isotópicas: masas promedio y monoisotópicas. Cálculo del defecto de masas. Evaluación de exactitud y resolución: masas nominales frente a exactas. Cargas simples y múltiples.

3. Bibliografía

- C. Dass, *Fundamentals of Contemporary Mass Spectrometry*, Wiley-Interscience, 2007.
- R. M. Smith, K.L. Busch, *Understanding Mass Spectra- A basic Approach*, John Wiley & Sons, 1999.

4. Actividades a desarrollar.

En el seminario correspondiente a este tema, los alumnos resolverán ejercicios relacionados con el tema. En concreto se propondrán cálculos de distribuciones isotópicas correspondientes a fórmulas empíricas de iones concretos, defectos de masas, cálculos de masas moleculares a partir de espectros conteniendo iones con cargas múltiples, etc.

Aquellos alumnos que tengan especial dificultad con los ejercicios que se realizan en este tema deberán contactar con el profesor para recibir el apoyo necesario.

Clases expositivas: 2 horas

Seminarios: 1 hora

TEMA 2. TÉCNICAS DE IONIZACIÓN. Fundamentos operaciones e instrumentación.

1. Sentido del tema (Introducción)

En este tema se abordará el estudio de las principales fuentes de ionización que se pueden utilizar y la información derivada de cada una de ellas.

2. Epígrafes del tema.

Introducción: dependencia analito-fuente de ionización-analizador de masas. Clasificación de las técnicas de ionización. Ionización Electrónica (EI). Ionización Química (CI). Selección de gases reactivos y mecanismos de ionización. Ionización a P atmosférica: ESI, APCI, APPI. Desorción Láser asistida por matriz (MALDI). Otras técnicas de ionización: DESI, DART

3. Bibliografía

- C. Dass, *Fundamentals of Contemporary Mass Spectrometry*, Wiley-Interscience, 2007.
- A. E. Ashcroft, *Ionization Methods in Organic Mass Spectrometry*, Royal Society of Chemistry, 1997.

4. Actividades a desarrollar.

En el seminario correspondiente a este tema, los alumnos resolverán ejercicios relacionados con el tema. Se presentarán ejemplos de espectros de masas adquiridos con diferentes fuentes de ionización y se discutirá la información, cuali- y cuantitativa, que puede derivarse de los mismos, en base a las características de la fuente. Además, se presentarán las bases de datos de espectros discutiendo su utilidad con fines cualitativos.

Aquellos alumnos que tengan especial dificultad con los ejercicios que se realizan en este tema deberán contactar con el profesor para recibir el apoyo necesario.

Clases expositivas: 4 horas

Seminarios: 1-2 horas

TEMA 3. ANALIZADORES DE MASAS. Principios operacionales, instrumentación y características básicas.

1. Sentido del tema (Introducción)

En este tema se abordarán el estudio de los principales analizadores que se pueden utilizar para el análisis de compuestos orgánicos, estudiando el principio de funcionamiento de cada uno de ellos, sus características básicas y sus principales aplicaciones.

2. Epígrafes del tema.

Principales analizadores. Cuadrupolos. Trampas de iones. Sistemas de tiempo de vuelo (TOF). De sector magnético. Orbitrap. Analizadores en tándem. Sistemas híbridos

3. Bibliografía

- C. Dass, *Fundamentals of Contemporary Mass Spectrometry*, John Wiley and Sons, 2007.
- R.K. Boyd, C. Basic, R.A. Behen, *Trace Quantitative Analysis by Mass Spectrometry*, John Wiley and Sons, 2008.

4. Actividades a desarrollar.

En el seminario correspondiente, los alumnos resolverán ejercicios relacionados con el tema.

Aquellos alumnos que tengan especial dificultad con los ejercicios que se realizan en este tema deberán contactar con el profesor para recibir el apoyo necesario.

Clases expositivas: 3 horas

Seminarios: 1 hora

TEMA 4. HIBRIDACIÓN CON TÉCNICAS CROMATOGRÁFICAS.

1. Sentido del tema (Introducción)

En este tema se abordarán el estudio de las principales hibridaciones de la espectrometría de masas con la cromatografía de gases y de líquidos, utilizadas para el análisis de compuestos orgánicos, estudiando las características básicas de cada una de ellas y sus principales aplicaciones.

2. Epígrafes del tema.

Aspectos técnicos. Obtención y tratamiento de datos. Adquisición. Modos de operación. Aplicaciones de la hibridación GC-MS y GC-MS/MS. Aplicaciones de la hibridación LC-MS y LC-MS/MS. Análisis cuantitativo. Dilución isotópica. Identificación de metabolitos y productos de transformación. Deconvolución espectral.

3. Bibliografía

- C. Dass, *Fundamentals of Contemporary Mass Spectrometry*, John Wiley and Sons, 2007.
- B. Ardrey, *Liquid Chromatography-Mass spectrometry: an introduction*, Wiley, 2003
- R. Willoughby, E. Sheehan, S. Mitrovich, *A global view of LC/MS*, Global View Publishing, 2nd edition, 2002.
- M. C. McMaster, *GC/MS, A Practical User's Guide*, John Wiley & Sons, 2008.
- W.M.A. Niessen, *Liquid Chromatography-Mass spectrometry*, Taylor and Francis, 2007

4. Actividades a desarrollar.

En los seminarios correspondientes, los alumnos resolverán ejercicios relacionados con el tema. En concreto se mostrarán ejemplos de aplicaciones tanto cuantitativas como cualitativas de GC-MS (MS) y LC-MS/MS basadas en el empleo de diferentes sistemas de ionización y analizadores de masas, destacando su carácter complementario y la necesidad de empleo de sistemas automáticos de identificación (búsquedas en bases de datos) y detección automática de metabolitos y productos de transformación a través del análisis de

muestras de diferente naturaleza. También se realizarán búsquedas dirigidas, y/o se propondrán a partir de espectros de masas teóricos. Así mismo, en el caso de GC-MS se destacará la necesidad de usar datos complementarios de identificación basados en índices de retención cromatográficos.

Aquellos alumnos que tengan especial dificultad con los ejercicios que se realizan en este tema deberán contactar con el profesor para recibir el apoyo necesario.

Clases expositivas: 3 horas

Seminarios: 3-4 horas

5. - Indicaciones metodológicas y atribución de carga ECTS.

5.1. Atribución de créditos ECTS.

TRABAJO PRESENCIAL EN EL AULA	HORAS	TRABAJO PERSONAL DEL ALUMNO	HORAS
Clases expositivas en grupo grande	12	Estudio autónomo individual o en grupo	48
Clases interactivas en grupo reducido (Seminarios)	7	Resolución de ejercicios, u otros trabajos	28
Tutorías en grupo muy reducido	2	Preparación de presentaciones orales, escritas, elaboración de ejercicios propuestos. Actividades en biblioteca o similar	8
Total horas trabajo presencial en el aula o en el laboratorio	21	Total horas trabajo personal del alumno	104

5.2. Actividades formativas en el aula con presencia del profesor

A) Clases expositivas en grupo grande ("E" en las tablas horarias): Lección impartida por el profesor que puede tener formatos diferentes (teoría, problemas y/o ejemplos generales, directrices generales de la materia...). El profesor puede contar con apoyo de medios audiovisuales e informáticos pero, en general, los estudiantes no necesitan manejarlos en clase. La asistencia a estas clases no es obligatoria, pero resulta muy recomendable.

B) Clases interactivas en grupo reducido (Seminarios, "S" en las tablas horarias): Clase teórico/práctica en la que se proponen y resuelven aplicaciones de la teoría, problemas, ejercicios... El alumno participa activamente en estas clases con la resolución de ejercicios en el aula, discusión de problemas, y otras tareas propuestas por el profesor. La asistencia a estas clases es obligatoria.

C) Tutorías de pizarra en grupo muy reducido ("T" en las tablas horarias): Se proponen actividades como la aclaración de dudas, problemas, ejercicios, lecturas u otras tareas; así como la presentación, exposición, debate o comentario de trabajos individuales o realizados en pequeños grupos. La asistencia a estas clases es obligatoria.

5.3. Recomendaciones para el estudio de la materia

- Es muy importante asistir a las clases expositivas.
- Es fundamental mantener el estudio de la materia "al día".

5.4. Calendario de actividades.

Diciembre						Otras actividades		Notas	
	L	Ma	Mi	X	Vi				
	1	2	3	4	5	<i>Exámenes</i>			
09-10						14 Enero	Examen final ordinario 16:00 h Aula Biología	Clases expositivas (teóricas) E1 (Tema 1), ...E12	
10-11				E1	E3			Clases interactivas (Seminarios) S1 (Grupo 1º), S2, ..., Sn	
11-12				E2	S1			Clases interactivas (tutorías) T1, T2	
12-13									
13-14									
	8	9	10	11	12	30 Junio	Examen de recuperación 10:00 h Aulas Q. O., Q. I.		
09-10								Clases expositivas: Aula de ...	
10-11		E4	E5	E7	E8			Seminarios: Aula de ...	
11-12		S2	E6	T1	S3			Tutorías:	
12-13									
13-14									
	15	16	17	18	19	<i>Horarios de tutoría y asistencia al alumnado del Profesor:</i>			
09-10						L, M, Mi, J	17.00 a 18.00 h Despacho Departamento de Química Analítica		
10-11	E9	E11	S4	S5	T2				
11-12	E10	E12	S4	S5		<i>Horarios de tutoría y asistencia al alumnado del Profesor:</i>			
12-13						L, M, Mi, J	17.00 a 18.00 h Despacho Departamento de Química Analítica		
13-14									

6. Indicaciones sobre la evaluación.

6.1. Procedimiento de evaluación.

La evaluación de esta materia se hará mediante evaluación continua y la realización de un examen final, estando condicionado el acceso al examen a la participación en al menos el 80% de las actividades docentes presenciales de asistencia obligatoria (seminarios y tutorías).

La evaluación continua (N1) tendrá un peso del 25% en la calificación de la asignatura y constará de dos componentes: clases interactivas en grupo reducido (seminarios) y clases interactivas en grupo muy reducido (tutorías). Los seminarios y las tutorías incluirán los elementos siguientes: resolución de problemas y casos prácticos (15%), y preguntas y cuestiones durante el curso (10%).

El examen final (N2) versará sobre la totalidad de los contenidos de la asignatura.

La calificación del alumno se obtendrá cómo resultado de aplicar la fórmula siguiente:

$$\text{Nota final} = 0.25 \times N1 + 0.75 \times N2$$

Siendo N1 la nota numérica correspondiente a la evaluación continua (escala 0-10) y N2 la nota numérica del examen final (escala 0-10).

Los alumnos repetidores tendrán el mismo régimen de asistencia a las clases que los que cursan la asignatura por primera vez.

6.2. Recomendaciones de cara a la evaluación.

El alumno debe repasar los conceptos teóricos introducidos en los distintos temas utilizando la bibliografía propuesta. El grado de acierto en la resolución de los ejercicios propuestos proporciona una medida de la preparación del alumno para afrontar el examen final de la asignatura. Aquellos alumnos que encuentren dificultades importantes a la hora de trabajar las actividades propuestas deben acudir en las horas de tutoría del profesor, con el objetivo de que éste pueda analizar el problema y ayudar a resolver dichas dificultades.