

CENTRO DE APOYO A LA INVESTIGACIÓN EN QUÍMICA

DATOS IDENTIFICATIVOS

Curso Académico: 2005-2006

Director: Dr. Manuel Gómez Rubio

1- UNIDAD DE INSTRUMENTACIÓN CIENTÍFICA

Centro de Difracción de Rayos X y Técnicas Afines

Ubicación: Facultad de Farmacia

I. PERSONAL

No hay mas personal adscrito a este centro de investigación que el propio director y por tanto, son los propios investigadores los usuarios y al mismo tiempo los encargados del mantenimiento de la instalación.

II. FINALIDADES Y OBJETIVOS

La existencia de este Centro tiene como finalidad dotar a los departamentos de de la Universidad de Alcalá de los medios instrumentales que permitan realizar una investigación de alta calidad y competitividad. Los objetivos planteados son fundamentalmente:

- 1- mantener la operatividad de los equipos existentes mediante actualizaciones que impidan su desfase,
- 2- garantizar el acceso a estos equipos al mayor número posible de usuarios, y
- 3- ampliar el número de medios instrumentales para cubrir el mayor número de necesidades posible.

III. PRESTACIONES

El equipamiento científico existente en el Centro de Apoyo es sumamente específico en cuanto a la preparación de la muestra y al tipo de información que suministra la técnica, siendo muy diverso su campo de aplicabilidad.

Espectrómetro visible-ultravioleta, "Lambda 18" Perkin-Elmer.

Las medidas de absorción de radiación ultravioleta o visible encuentran muchas aplicaciones en el análisis cuantitativo y cualitativo. Una de sus ventajas es la de crear una alteración mínima en el sistema en estudio (excepto cuando se produce la descomposición fotoquímica).

La absorción de la radiación ultravioleta o visible, se produce por lo general como consecuencia de la excitación de los electrones de enlace, debido a esto, la longitud de onda de los picos de absorción se puede correlacionar con los tipos de enlace existentes en la especie que se estudia. Por tanto, la espectroscopia de absorción resulta muy valiosa para la identificación de los grupos funcionales en una molécula.

Espectropolarímetro de dicroísmo circular "Jasco 715"

La actividad óptica es una medida de la capacidad de ciertas sustancias para hacer girar la luz polarizada en un plano. El término polarimetría puede definirse como el estudio de la rotación de luz polarizada por sustancias transparentes. La dirección y el grado de rotación es útil para el análisis cualitativo y cuantitativo, y para la elucidación de estructuras químicas.

El dicroísmo circular es un método físico que se basa en la interacción de la radiación polarizada circularmente con una especie ópticamente activa y permite obtener información estructural referente a sistemas orgánicos y biológicos, así como a los complejos metal-ligando.

Surface Plasmon Resonance "Biacore"

Método óptico que relaciona cambios de índice de refracción con cambios de masa. La aplicación fundamental del equipo es el análisis de la deposición de masa tanto para polímeros como para moléculas biológicas, lo que permite abarcar un amplio intervalo de valores. Este análisis permite obtener información acerca de las interacciones entre moléculas biológicas o entre polímeros.

Dipolarímetro "DM01 WTW"

Aparato diseñado para la medida de los momentos dipolares.

Balanza magnética "Bruker Magnet B-E15"

La balanza magnética sirve para medir directamente las susceptibilidades magnéticas y calcular posteriormente el momento magnético de una muestra. Este valor permitirá confirmar el comportamiento paramagnético del compuesto a analizar y obtener información estructural difícil de obtener con el resto de las técnicas disponibles.

Difractómetro de Rayos-X de monocristal “Enraf Nonius CAD4 FR590” y “Bruker-Nonius KappaCCD”

Desde su descubrimiento en 1912 por von Laue, la difracción de rayos-X ha proporcionado importante información a la ciencia y a la industria. Mucho de lo que se conoce acerca de la disposición de los átomos en materiales cristalinos se ha deducido directamente de los estudios de difracción. Actualmente, el trabajo de difracción de rayos-X es de principal importancia para la elucidación de las estructuras de productos naturales tan complejos como esteroides, vitaminas y antibióticos.

Los equipos disponibles en el Centro de Investigación permiten el estudio de moléculas orgánicas e inorgánicas, siempre que cumplan con la condición de cristalizar en forma de monocristal.

Espectrofluorímetro modular de resolución temporal y estado estacionario Modelo FS/FL900 de Edinburgh Analytical Instruments.

En modalidad de estado estacionario, con lámpara de xenón, permite la obtención de espectros de excitación y emisión y polarización de fluorescencia. En modo dinámico con lámpara de destellos de N₂ o H₂, mide tiempos de vida de fluorescencia, espectros TRES y de decaimiento de la anisotropía. En ambos casos, las medidas se pueden realizar sobre muestras en estado sólido o en disolución. Campos de aplicación: estudios de reacciones fotofísicas y fotoquímicas en estado excitado o fundamental, formación de complejos, procesos de transferencia de energía electrónica inter- o intramolecular, procesos de difusión, rotación molecular, cambios conformacionales, interacciones entre moléculas o con el medio, etc...

Polarímetro, Perkin-Elmer modelo 341.

Esta técnica permite distinguir entre sí los isómeros ópticamente activos, a partir de la medida de la rotación óptica de la sustancia. Además, se puede utilizar como criterio de identidad y pureza, inclusive con fines cuantitativos.

Dispone de dos lámparas, una de sodio y otra de mercurio y las medidas pueden ser termostalizadas.

VII. PUBLICACIONES Y OTROS RESULTADOS

Como Centro de Apoyo a la Investigación en el que los usuarios realizan sus propios experimentos, utilizando las técnicas disponibles en el centro, los resultados y publicaciones se encuentran recogidos en las aportaciones que cada uno de los departamentos implicados comunica al vicerrectorado para la elaboración de la Memoria de investigación anual.

CENTRO DE ESPECTROMETRÍA DE MASAS, ANÁLISIS ELEMENTAL Y TÉCNICAS ASOCIADAS

Datos Identificativos

Ubicación: Facultad de Farmacia.

I. PERSONAL

José María Arribas Bricio - Técnico Especialista de Espectrometría de Masas.

Ana Isabel Albasanz Saiz - Técnico Auxiliar de Análisis Elemental.

II. FINALIDADES Y OBJETIVOS

Este Centro pone a disposición de los investigadores y grupos de investigación de la comunidad universitaria y de empresas públicas y privadas, los equipos científicos relacionados con las siguientes técnicas de análisis químico: espectrometría de masas, análisis elemental y espectroscopía infrarroja. Además, dispone de un laboratorio de reacciones peligrosas ubicado en un edificio anexo al de Farmacia.

El Centro se ocupa también del mantenimiento del depósito de nitrógeno líquido de 8.400 Kg que se encuentra junto al Edificio de Farmacia y que dispensa nitrógeno líquido a los departamentos universitarios y grupos de investigación de la universidad.

III. PRESTACIONES

Dotación instrumental:

- 1- *Espectrómetro de Masas* AGILENT 6210 time-of-flight LC/MS, con fuente multimodo (MM ESI/APCI), fuente de ionización doble spray (ESI), fuente MALDI modelo G1974A y sistema de cromatografía líquida con bomba cuaternaria de HPLC Agilent 1100. Sistema de masas con una exactitud de 1 ppm (0.0001 uma).
- 2- *Espectrómetro de Masas* “5988 A, HEWLETT-PACKARD” con cromatógrafo de gases “5890. SERIES II” acoplado e Inyector Split/Splitless.
- 3- *Espectrómetro de Masas* “Automass MULTI, TermoQuest FINNIGAN” con cromatógrafo de gases (Trace CG) acoplado al espectrómetro de masas CG/MS, con inyector automatico (AS 2000), sondas para compuestos sólidos DIP y DEP, y sistema de cromatografía líquida acoplada a espectrómetro de masas LC/MS con las técnicas de API (APCI y ESI). Detector de array de fotodiodos UV6000LP, Termo Quest acoplado en serie con el espectrómetro de masas.
- 4- *Analizador elemental* “CHN-O-RAPID (HERAEUS)”.

- 5- *Analizador elemental* “CHNS-932 Y VTF-900 (LECO)”.
- 6- *Balanza analítica de precisión* “SARTORIUS SUPERMICRO S4”.
- 7- *Infrarrojos IR-FT*, “SPECTRUM 2000. (PERKIN-ELMER)”.
- 8- GPCV “Waters” modelo GPCV-2000.

Líneas de investigación

El Centro apoya con sus determinaciones analíticas, con el mantenimiento del laboratorio de reacciones peligrosas y con el depósito de nitrógeno líquido, la investigación de los grupos más competitivos del área de Química, aunque los pertenecientes a los Departamentos de *Química Orgánica* y de *Química Inorgánica* son los principales usuarios del centro. También se realizan análisis para algunas empresas de la zona relacionadas con el sector químico y para usuarios de otras universidades, Rey Juan Carlos y Castilla-La Mancha.

Espectrometría de Masas

Su objetivo primordial es determinar la masa molecular de la sustancia de interés, así como proporcionar información estructural de la misma. Para ello, es necesario ionizar la molécula mediante diferentes técnicas tales como Impacto Electrónico (EI), Ionización Química (CI), Ionización a Presión Atmosférica (API) ESI-APCI, todas ellas disponibles en este centro de apoyo. Los iones formados son acelerados y enfocados hacia el analizador, que los separa en función de su relación masa/carga (m/z) y son recogidos en un colector o detector, que registra la señal producida. Estas señales son digitalizadas y enviadas a un sistema informático que permite estudiar las señales recibidas, manipularlas y compararlas con librerías comerciales de espectros ya registrados. Las combinaciones cromatográficas disponibles, tales como la GC/MS y la LC/MS, permiten realizar determinaciones cuantitativas de mezclas de compuestos en muestras complejas.

Análisis Elemental

La técnica de análisis elemental determina los porcentajes de Carbono, Hidrógeno, Nitrógeno, Azufre y Oxígeno, presentes en muestras puras, homogéneas y libres de disolventes. Es por tanto, un indicador de pureza utilizado para control de calidad, en síntesis de productos, tanto nuevos como de rutina, en líneas de producción, etc. Las muestras a analizar pueden ser de muy distintos orígenes: productos de síntesis, farmacéuticos, polímeros, suelos, aceites, productos de refino del petróleo y otros. Esta técnica, es importante tanto para determinar la pureza de los compuestos como para confirmar estructuras de moléculas de nueva síntesis.

Espectroscopia infrarroja

Se emplea en procesos de control de calidad y seguimiento analítico, o bien para completar información estructural. Aunque se ofrece a Empresas, éstas no suelen solicitar el servicio de IR, siendo los usuarios más habituales los investigadores y becarios de los Departamentos de Química Orgánica e Inorgánica.

Caracterización de polímeros

La técnica de GPCV se basa en la utilización de un cromatógrafo de permeación de gel y se utiliza para la caracterización de polímeros a alta temperatura mediante cromatografía líquida, utilizando dos detectores: refractómetro y viscosímetro.

Laboratorio de reacciones peligrosas

Existe una demanda creciente de lugares que posean las medidas de seguridad necesarias para realizar ciertas reacciones que, en un ambiente de laboratorio común, resultarían peligrosas. Por ello, se ha dotado a este Servicio de un laboratorio independiente del edificio general, con instalaciones adecuadas para la realización de tales experimentos. El laboratorio dispone de:

- i-líneas de gases con hidrógeno de alta y media presión, etileno, propileno, argón, cloruro de hidrógeno, y monóxido de carbono,
- ii-varias campanas de extracción para el trabajo que requiera el aislamiento de la reacción del medio de trabajo,
- iii-detectores de fuga de alta sensibilidad para los gases más peligrosos con los que se trabaja, y detectores de presión para monitorizar la presión en la línea de gas, antes de que ésta se quede vacía.

Además, el edificio posee cámaras con diseño antideflagración, para la instalación de autoclaves para hidrogenaciones a alta y media presión. Todos los gases están instalados en una caseta exterior como exige la normativa vigente de Seguridad e Higiene. En los últimos años se han mejorado estas instalaciones, con financiación del Servicio de Seguridad e Higiene y del propio CAI. Dadas sus características, este servicio sólo se ofrece a los investigadores de la UA, siendo los usuarios pertenecientes a los Departamentos de Química Orgánica y de Química Inorgánica.

El Centro y sus técnicos se encargan de la supervisión, mejoras y cuidado de este laboratorio y paga una revisión anual de las líneas de gases de la instalación que lleva a cabo AIR LIQUIDE ESPAÑA, SA.

Depósito de nitrógeno líquido

Los Departamentos y grupos de investigación de Farmacia, Medicina y Ciencias son los usuarios principales de este servicio.

VI. PUBLICACIONES Y OTROS RESULTADOS

El Centro no realiza investigación propiamente dicha, pero sus análisis sirven a un buen número de investigadores de las áreas de Química Orgánica e Inorgánica fundamentalmente, que publican en prestigiosas revistas internacionales de sus respectivas especialidades.

VII. OTROS ÍNDICES VALORABLES

Se han realizado 600 muestras de Análisis Elemental, 750 muestras de Espectrometría de Masas y 50 muestras de GPC, la mayor parte para usuarios internos y un pequeño porcentaje para universidades de la CAM y para varias empresas químicas de nuestro entorno. Esto supone un fuerte apoyo a la investigación por parte de este servicio, para los grupos y líneas de investigación más productivas de nuestros centros, fundamentalmente de los departamentos de química, y una colaboración importante con las empresas químicas de nuestra área geográfica más próxima, un sector que está experimentando una fuerte expansión en el corredor del Henares.

CENTRO DE ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNETICA NUCLEAR

DATOS IDENTIFICATIVOS

Ubicación: Edificio de la Facultad de Farmacia

I. PERSONAL

Dr. Miguel Galájov (Prof. Dr. Mikhail V. Galakhov), Titulado Superior (Grupo A).

II. FINALIDADES Y OBJETIVOS

El Centro ofrece a la comunidad universitaria, así como a otras instituciones públicas y privadas, un método físico potente con el equipamiento necesario para investigar sobre la estructura, la naturaleza fluxional y las propiedades físico-químicas de los compuestos orgánicos, inorgánicos, organometálicos y naturales.

El conjunto de espectrómetros instalados en el Centro permite a todos los usuarios llevar a cabo las investigaciones que requieren un amplio uso de todas las aplicaciones modernas que ofrece la espectroscopía de RMN de alta resolución en estado líquido y sólido. Además, el Centro está dispuesto para analizar y efectuar el tratamiento completo de todos los datos obtenidos en los estudios científicos realizados.

III. PRESTACIONES

El Centro dispone de espectrómetros de RMN con imanes superconductores: UNITY- 300; UNITY^{Plus} - 500; GEMINI-2000 a 200 MHz y MERCURY – VX 300 MHz.

Servidor de RMN (Intra/Internet) y Terminal de Intranet.

Instalación de aire comprimido seco y ecológico.

V. INFRAESTRUCTURA ADQUIRIDA EN EL CURSO

Se ha modernizado la consola del equipo UNITY^{Plus} – 500 por la nueva consola tipo VNMS 500 modelo 2005, lo que prolongará considerablemente la vida fructífera del espectrómetro y dará respuesta, a la demanda de las prestaciones que vienen realizando los usuarios, lo que indudablemente, añadirá mayor calidad y competitividad a sus aportaciones científicas.

VI. PUBLICACIONES Y OTROS RESULTADOS

- De acuerdo con las cláusulas de los Contratos de Investigación fueron preparados 23 informes científicos.
- Se ha supervisado permanentemente la actividad investigadora de los usuarios en relación con la Espectroscopia de RMN avanzada.
- Se ha realizado entrenamiento a algunos investigadores y profesores del Departamento de Química Inorgánica sobre el uso básico de los espectrómetros de RMN “Gemini”, “Unity” y “Mercury” y también, sobre la posibilidad de utilizar la vía FTP en el intercambio de información entre ordenadores HOSTS y personales.
- Además, como Centro de Apoyo a la Investigación en el que los usuarios realizan sus propios experimentos utilizando la infraestructura disponible, los resultados y publicaciones se encuentran recogidos en las aportaciones que cada uno de los departamentos implicados comunica al Vicerrectorado de Investigación para la elaboración de la Memoria de Investigación anual.

CENTRO DE TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS Y SERVICIOS BIOSANITARIOS

DATOS IDENTIFICATIVOS

Ubicación: Facultad de Farmacia

I. PERSONAL

Técnico Especialista de Laboratorio: Ángel Abarca Pascual
Técnico Especialista de Laboratorio: Enrique Canfranc Muela
Becaria de la CAM: Patricia Pérez Carrasco
Becaria de la CAM: M^a Concepción Bravo Abujeta
Becaria FINNOVA: Luz M^a Pacheco Romero

II. FINALIDADES Y OBJETIVOS

El Centro de Tecnología de Alimentos y Servicios Biosanitarios pone a disposición de la comunidad universitaria y de otras instituciones públicas y privadas, las técnicas analíticas de separación, identificación y cuantificación de componentes diversos y diferentes técnicas microbiológicas para el análisis de muestras de distinta procedencia.

Para cumplir sus objetivos, este Centro ha sido dotado con una instrumentación científica variada que le confiere un carácter multidisciplinar.

III. PRESTACIONES

1- El Centro de Tecnología de Alimentos y Servicios Biosanitarios dispone de dos áreas diferenciadas: una correspondiente a la realización de análisis físico-químicos y otra, cuya finalidad es la realización de estudios de carácter microbiológico.

2- Dada la variedad y la complejidad de la instrumentación científica disponible en el Centro, son múltiples las posibilidades de realización de cualquier estudio químico, físico-químico o microbiológico.

3- Identificación, separación y determinación de componentes de naturaleza variada (orgánicos e inorgánicos) así como, ensayos microbiológicos de recuento, aislamiento e identificación de microorganismos, se pueden llevar a cabo en muestras de diferente procedencia tales como alimentos, productos farmacéuticos, cosméticos, aguas, suelos, etc.

4- También se realizan estudios de validaciones de métodos analíticos o microbiológicos, control de calidad en sistemas de producción diversos y estudios de estabilidad de muestras.

El Centro cuenta como infraestructura más relevante con el siguiente equipamiento:

HPLC- Detector Masas Ion Trap, Agilent 1100.

HPLC- Detectores DAD y Fluorescencia, Agilent 1100.

HPLC- Detector DAD Beckman System Gold.

GC- Detectores FID y ECD, HP 5890.

GC- Detector Masas, HP 5890.

Espectrómetro de absorción atómica con llama y cámara de grafito, Perkin-Elmer 110013.

Microcalorímetro TAM Thermometric.

Ultracentrífuga SORVALL Discovery 905E.

IV. CONTRATOS DE INVESTIGACIÓN (art. 83)

FERNANDO LABORDA RODRÍGUEZ “Validación de métodos analíticos. Realización de análisis químicos y microbiológicos” 6/2005, Mc Neil Ibérica, SLU, 2.370,46 €(01 ene 06-31 dic 06).

VIII. OTROS ÍNDICES VALORABLES

Normas para la solicitud de prestaciones

i- Las solicitudes de prestaciones se formalizarán en los impresos que están a disposición de los usuarios en las dependencias del Centro.

ii- La dirección del Centro será competente para decidir sobre la realización de los trabajos, siguiéndose un orden cronológico.

iii- El personal técnico del Centro asesorará a los usuarios sobre las condiciones de recepción de las muestras.

2-TALLER DE VIDRIO

DATOS IDENTIFICATIVOS

Ubicación: Edificio de la Facultad de Farmacia

I. PERSONAL

Luis Miguel Yago. Técnico Especialista.
José Javier Lueches del Álamo. Técnico Especialista.
José Enrique Mateu García. Técnico Especialista.

II. FINALIDADES Y OBJETIVOS

Ofrecer a todos los miembros y centros de la Universidad de Alcalá, así como a otros centros de investigación públicos o privados, un conjunto de prestaciones relacionadas con el soplado del vidrio.

III. PRESTACIONES

- 1- Realización de equipos de vidrio de diseño específico para fines de investigación o docencia.
- 2- Fabricación de piezas de vidrio que se encuentran catalogadas.
- 3- Reparación de piezas de vidrio para uso en el laboratorio.
- 4- Reparación "in situ" de aparatos de vidrio que no puedan ser trasladados al Taller.
- 5- Recuperación de vidrio y reciclado del mismo proveniente de sistemas, aparatos y piezas de imposible reparación.
- 6- Vitrificado de calcos de símbolos, logotipos y anagramas para cualquier útil de vidrio.
- 7- Asesoramiento a los usuarios sobre adquisición de piezas en el mercado, novedades que aparecen en el mismo, posibilidades de introducir mejoras en sistemas de diseño, información sobre firmas comerciales, etc.

V. INFRAESTRUCTURA ADQUIRIDA DURANTE EL CURSO

Durante el curso 2005-06 se adquirió:

- 1- Diversa maquinaria para reemplazar la ya existente deteriorada y obsoleta, así como de diversos materiales, útiles y moldes. (Torno, Horno, Sopletes, Cortadora de disco de diamante,...).
- 2- Complementos y recambios para maquinaria utilizada en operaciones de mecanizado del vidrio.

- 3- Nueva iluminación para implementar las medidas de seguridad con puntos de luz sobre la maquinaria.
- 4- Instalación de conexiones rápidas homologadas para los sopletes utilizados con diferentes gases.