

Guía Docente:

EXPERIMENTACIÓN EN QUÍMICA ANALÍTICA



FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID CURSO 2010-2011



I.- IDENTIFICACIÓN

CARÁCTER:

NOMBRE DE LA ASIGNATURA: Experimentación en Química

Analítica Obligatoria

MATERIA: Química Analítica MÓDULO: Fundamental

TITULACIÓN: Grado en Química SEMESTRE/CUATRIMESTRE: Segundo semestre (tercer curso)

DEPARTAMENTO/S: Ouímica Analítica

PROFESOR/ES RESPONSABLE/S:

Coordinador

Profesora: CONCEPCIÓN PÉREZ CONDE

Departamento: Química Analítica

Despacho: QB-435

e-mail: cpconde@quim.ucm.es

II.- OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Se trata de una asignatura experimental donde se pretende que el estudiante aprenda a resolver problemas analíticos concretos actuando en diversos campos: clínico, agroalimentario, toxicológico, ambiental e industrial.

El alumno aplicará en el laboratorio todas las etapas del proceso analítico, abarcando desde diferentes tratamientos de muestra hasta la obtención del resultado final mediante la utilización de la técnica analítica adecuada. Por último, los estudiantes deberán presentar un informe que contenga los resultados obtenidos en el laboratorio, con el consiguiente tratamiento de los datos e interpretación de los resultados.

Para ello, los estudiantes deben familiarizarse con el manejo de la instrumentación más habitual en un laboratorio de Análisis Químico, tanto para el tratamiento de la muestra, digestores, extractores sólido-liquido, liquido-liquido, evaporadores, entre otros, como para la determinación de los analitos, espectrofotómetros atómicos y moleculares, cromatógrafos de gases y líquidos, o analizadores en continuo.

En todo caso tendrán que conocer los aspectos teóricos relacionados con los métodos analíticos empleados, muchos de adquiridos en las asignatura Química Analítica II cursada en el primer semestre de este mismo curso.

Por otra parte, durante todo el laboratorio, el alumno debe adquirir unos hábitos de trabajo correctos y unos conocimientos claros de las normas de trabajo y de seguridad en el laboratorio.



■ OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Aplicar las metodologías asociadas al tratamiento de la muestra como etapa del proceso analítico.
- Utilizar las metodologías más usuales para llevar la muestra a disolución o extraer el analito a determinar.
- o Aprender a validar un método de análisis, evaluando sus características analíticas
- Desarrollar la capacidad de elegir una técnica instrumental adecuada para resolver un problema analítico concreto.
- Desarrollar en los estudiantes la habilidad para aplicar las principales técnicas instrumentales y de separación para la resolución de problemas analíticos concretos.
- Aplicar las técnicas quimiométricas como herramientas para resolver problemas analíticos.
- Saber presentar un informe de los resultados obtenidos atendiendo a los aspectos metrológicos de calidad.
- Manipular con seguridad materiales químicos. Valorar los riesgos del uso de las sustancias químicas y procesos químicos.

III.- CONOCIMIENTOS PREVIOS Y RECOMENDACIONES

■ CONOCIMIENTOS PREVIOS:

Es deseable tener conocimientos previos de espectroscopia cursados en la asignatura Química-Física I de la materia obligatoria Química-Física del Módulo Fundamental

■ RECOMENDACIONES:

Se recomienda haber superado las asignaturas *Química General* y *Operaciones Básicas de Laboratorio* y las asignaturas *Química Analítica I* y *II* de la materia obligatoria Química Analítica del Módulo Fundamental.

IV.- CONTENIDOS

■ BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS CONTENIDOS:

Procedimientos de tratamiento de muestra aplicados a problemas concretos de interés en el contexto industrial, agroalimentario, clínico, medioambiental y social. Aplicaciones de las principales técnicas instrumentales ópticas y electroanalíticas para la determinación de especies y compuestos en muestras de interés. Aplicación de técnicas de separación cromatográficas y electroforéticas a muestras representativas.

■ PROGRAMA:

Se realizaran 15 sesiones de prácticas de 4 horas de duración cada una. La relación de prácticas es la siguiente:



1. Principios generales

 Práctica 1: Determinación de parámetros de interés en suelos: humedad, pH, conductividad, fosfato y potasio extraíbles. Ejercicio Intercomparación (2 sesiones).

2. Métodos ópticos

- Práctica 2: Determinación fluorimétrica de tiamina en un preparado farmacéutico (1 sesión).
- Práctica 3: Análisis de leche en polvo. Determinación de humedad, cenizas,
 Fe, Zn y Ca. Ejercicio Intercomparación (1 sesión).
- Práctica 4: Análisis de muestras biológicas: Determinación de Se por A.A.
 con generación de hidruros y Determinación de Hg por vapor frío (2 sesiones).
- Práctica 5: Determinación de ácidos grasos en posición "trans" en margarinas por Espectrometría Infrarroja (1 sesión).

3. Cromatografía

- Práctica 6: Determinación de triazinas y productos de degradación en agua y suelos (2 sesiones).
- Práctica 7: Determinación de paracetamol y ácido acetilsalicílico por HPLC.
 Ejercicio intercomparación (1 sesión).
- Práctica 8: Determinación de ácidos grasos por CG e índice de refracción en aceites vegetales (1 sesión).
- Práctica 9: Determinación de pH, acidez y etanol. Ejercicio Intercomparación (1 sesión).

4. Electroanálisis

- Práctica 10: Determinación de Pb y Cd en miel y zumos por voltamperometría de redisolución anódica (1 sesión).
- Práctica 11: Potenciometría. Determinación de fluoruros en pastas dentríficas y té (1 sesión).
- Práctica 12: Biosensor amperométrico para determinar etanol en zumos y cervezas sin alcohol (1 sesión).

V.- COMPETENCIAS

■ GENERALES:

- o **CG1-MF1:** Reconocer la importancia de la Química Analítica en diversos contextos.
- o **CG2-MF1:** Relacionar la Química Analítica con otras disciplinas.
- **CG6-MF1:** Analizar y resolver problemas cualitativos y cuantitativos.
- o **CG7-MF1:** Reconocer nuevos problemas de índole analítica y planear estrategias para solucionarlos.
- O CG8-MF1: Consultar e interpretar datos e información química dentro del ámbito de la Química Analítica.



o **CG9-MF1:** Demostrar una base sólida y equilibrada de conocimientos sobre materiales de laboratorio y habilidades prácticas.

o **CG10-MF1:** Manipular con seguridad materiales químicos.

o **CG10-MF2:** Reconocer y valorar los riesgos en el uso de sustancias químicas y procedimientos de laboratorio.

o **CG11-MF1:** Manejar instrumentación química estándar.

O CG11-MF2: Desarrollar la capacidad de aplicar las técnicas de caracterización de las especies químicas.

CG12-MF1: Interpretar datos procedentes de observaciones y medidas en el laboratorio de análisis.

CG13-MF1: Reconocer e implementar buenas prácticas científicas de medida y experimentación en Química Analítica.

ESPECÍFICAS:

• **CE4-MFQA1:** Describir las etapas del proceso analítico y saber ponderar la importancia de cada una de ellas.

O **CE4-MFQA2:** Aplicar las metodologías y reconocer la problemática asociadas a la toma y al tratamiento de la muestra.

 CE5-MFQA1: Aplicar los conceptos adquiridos en el estudio de los equilibrios iónicos en disolución a la resolución de problemas analíticos cuantitativos mediante técnicas volumétricas y gravimétricas.

 CE6-MFQA1: Aplicar los fundamentos básicos de las principales técnicas instrumentales ópticas y electroanalíticas, así como de las técnicas cromatográficas y electroforéticas.

o **CE6-MFQA2:** Proponer una técnica analítica adecuada para la identificación o cuantificación de un determinado analito.

 CE7-MFQA1: Aplicar conceptos básicos de quimiometría como herramienta para resolver problemas analíticos, de la metrología y de la gestión de calidad.

O CE7-MFQA2: Desarrollar en los estudiantes la habilidad de aplicar en el laboratorio tanto los métodos clásicos cuantitativos como las principales técnicas instrumentales y de separación para la resolución de problemas analíticos concretos.

■ TRANSVERSALES:

o **CT1-MF1:** Elaborar y escribir informes de carácter científico y técnico.

o **CT2-MF1:** Colaborar con otros estudiantes mediante el trabajo en equipo.

o **CT3-MF1:** Aplicar el razonamiento crítico y autocrítico.

o **CT5-MF1:** Utilizar información química, bibliografía y bases de datos especializadas.

• **CT7-MF1:** Utilizar herramientas y programas informáticos para el tratamiento de resultados experimentales.

o **CT11-MF1:** Desarrollar el aprendizaje autónomo.

o CT12-MF2: Desarrollar la sensibilidad sobre temas medioambientales.



VI. – HORAS DE TRABAJO Y DISTRIBUCIÓN POR ACTIVIDAD

| Actividad | Presencial (horas) | Trabajo autónomo (horas) | Créditos |
|------------------------------------|--------------------|--------------------------------|----------|
| Clases teóricas | | | |
| Seminarios | 11 | 16,5 | 1,1 |
| Tutorías/Trabajos dirigidos | | | |
| Laboratorios | 60 | 45 | 4,2 |
| Preparación de trabajos y exámenes | 9 | 8,5 | 0,7 |
| Total | 80 | 70 | 6 |

VII.- METODOLOGÍA

La práctica docente seguirá una metodología basada en el aprendizaje cooperativo y el autoaprendizaje. Esta metodología se desarrollará a través de 15 sesiones de prácticas de laboratorio rotativas (4,2 créditos) y de seminarios (1,1 créditos). Con anterioridad a las sesiones de prácticas se hará una serie de seminarios para la preparación de las mismas y, con posterioridad, se realizará algún seminario encaminado a la discusión de los resultados con vistas a la participación en ejercicios interlaboratorio. Los exámenes y la preparación de memorias supondrán un total de 0,7 créditos.

Cada alumno realizará tres sesiones de prácticas semanales, en una franja horaria diferente a la de sus sesiones de clases. Antes de cada sesión se realizará un seminario de 30 minutos al que deberá asistir obligatoriamente, donde se explicarán contenidos importantes relacionados con las prácticas, bien a través de clases magistrales, o bien mediante videos. El departamento de Química Analítica ha elaborado diverso material audiovisual que puede ser utilizado por los alumnos para una mejor comprensión de las prácticas de laboratorio. Se fomentará la búsqueda y estudio personal de la bibliografía y datos relevantes utilizando las herramientas que brinda la UCM.

Se utilizará el **Campus Virtual** como instrumento para poner a disposición de los alumnos el material que los profesores consideren necesario y para permitir la comunicación entre profesores y alumnos

VIII.- BIBLIOGRAFÍA

■ BÁSICA:

- Guiones de laboratorio.
- O Douglas A. Skoog, F. James Holler, Stanley R. Crouch, "Principios de Análisis Instrumental", Ed. Cengage Kearning, 6ª ed., 2008



- o <u>Lucas Hernández Hernández, Claudio González Pérez, "Introducción al análisis instrumental"</u>, Ed. Ariel Ciencia, 1ª ed, 2002
- o Daniel C. Harris, "Análisis Químico Cuantitativo", Ed. Reverté, 3ª ed., 2007

■ COMPLEMENTARIA:

- Métodos Oficiales de Análisis.
- O Si fuese necesario, además de los textos anteriores podrá indicarse a los alumnos la bibliografía específica para cada sesión de laboratorio.

IX.- EVALUACIÓN

Para la evaluación final es obligatoria la asistencia a las diferentes sesiones de prácticas y seminarios. La falta de asistencia a una sesión de prácticas será calificada con un cero en dicha práctica. Para poder realizar un examen final escrito será necesario que el alumno haya participado al menos en el 70% de las actividades presenciales.

El alumno deberá presentar una memoria al finalizar la sesión de laboratorio donde figuren los resultados obtenidos en la misma, así como deberá responder a una serie de cuestiones teóricas relacionadas con la práctica realizada. La no presentación del informe en el plazo señalado supondrá ser calificada con un cero.

El rendimiento académico del alumno y la calificación final de la asignatura se computarán, de forma ponderada, atendiendo a los porcentajes que se muestran en cada uno de los aspectos recogidos a continuación. Todas las calificaciones estarán basadas en la puntuación absoluta sobre 10 puntos, siendo necesario alcanzar 5 puntos para aprobar la asignatura.

- Examen final escrito 60% (es necesario obtener una nota mínima de 3,5)
- Memorias de laboratorio 20%
- Trabajo personal en el laboratorio 10% y participación en actividades 10%.

Para aquellos alumnos que no alcancen la nota mínima de 5 puntos se realizará un examen en la convocatoria de septiembre. En este examen se deberá contestar a un conjunto de preguntas relacionadas con los aspectos teórico-prácticos de la asignatura. Los alumnos que tengan suspensa la parte experimental deberán hacer una práctica elegida mediante sorteo de entre todas las realizadas durante el periodo lectivo Los porcentajes para la calificación de este examen serán de 40% para la parte experimental y de 60% para la parte escrita. En ambas pruebas se debe obtener una nota mínima de 4 puntos.

Experimentación en Química Analítica



PLANIFICACIÓN DE ACTIVIDADES – CRONOGRAMA

| TEMA | ACTIVIDAD | HORAS | INICIO | FINAL |
|--|-----------------------|-------|-----------------------|------------------------|
| Información general, realización de un informe final de los resultados | Seminario | 1,5 | Semana 8 4/4-8/4 | |
| Práctica 1 | Laboratorio/seminario | 9 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Práctica 2 | Laboratorio/seminario | 4,5 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Práctica 3 | Laboratorio/seminario | 4,5 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Práctica 4 | Laboratorio/seminario | 9 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Práctica 5 | Laboratorio/seminario | 4,5 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Práctica 6 | Laboratorio/seminario | 9 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Práctica 7 | Laboratorio/seminario | 4,5 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Práctica 8 | Laboratorio/seminario | 4,5 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Práctica 9 | Laboratorio/seminario | 4,5 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Práctica 10 | Laboratorio/seminario | 4,5 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Práctica 11 | Laboratorio/seminario | 4,5 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Práctica 12 | Laboratorio/seminario | 4,5 | Semana 9 11/4-15/4 | Semana 13 16/5-20/5 |
| Discusión resultados – información ejercicio de intercomparación externo e interno | Seminario | 1,5 | Semana15 30/5-3/6 | |