

60650 - Metrología química en el laboratorio

Información del Plan Docente

Año académico: 2019/20

Asignatura: 60650 - Metrología química en el laboratorio

Centro académico: 100 - Facultad de Ciencias

Titulación: 540 - Máster Universitario en Química Industrial

Créditos: 3.0

Curso: 1

Periodo de impartición: Segundo semestre

Clase de asignatura: Optativa

Materia: ---

1. Información Básica

1.1. Objetivos de la asignatura

La asignatura y sus resultados previstos responden a los siguientes planteamientos y objetivos:

1. Que el alumno desarrolle la capacidad y los criterios necesarios para la estimación cuantitativa de la incertidumbre de resultados numéricos representativos de parámetros químicos.
2. Que desarrolle la capacidad para adecuar dicha incertidumbre a los requisitos de la información requerida en el problema planteado, así como para tomar las decisiones pertinentes.
3. Que adquiera los criterios necesarios para la acreditación de métodos y laboratorios químicos.

1.2. Contexto y sentido de la asignatura en la titulación

Esta asignatura se enmarca en un módulo optativo del máster de Química Industrial y pretende aportar al estudiante conocimientos y habilidades de naturaleza metrológica imprescindibles en el ámbito industrial en general, y en particular en el laboratorio analítico.

1.3. Recomendaciones para cursar la asignatura

Se recomienda haber cursado las asignaturas de Química Analítica del grado en Química además de la asignatura de Estadística.

2. Competencias y resultados de aprendizaje

2.1. Competencias

Al superar la asignatura, el estudiante será más competente para...

Identificar, analizar y definir los requisitos de información principales de un problema analítico para resolverlo con rigor en el entorno de la Química Industrial.

Gestionar, discriminar y seleccionar las fuentes de información bibliográfica pertinentes.

Utilizar de forma efectiva las tecnologías de la información y la comunicación como herramienta de trabajo.

Utilizar inglés científico tanto para la obtención de información como para la transferencia de la misma.

Comprender el concepto de trazabilidad como base de la metrología química

Evaluar la trazabilidad de un método analítico

Diferenciar las fuentes de incertidumbre en un proceso de medida química y evaluar la incertidumbre global de un resultado.

Utilizar la incertidumbre de los resultados analíticos en la toma de decisiones relacionada con procesos de la industria química.

Conocer las bases de los programas y pruebas de aptitud y acreditación de laboratorios analíticos.

2.2. Resultados de aprendizaje

El estudiante, para superar esta asignatura, deberá demostrar los siguientes resultados...

Describir y diferenciar los conceptos de trazabilidad e incertidumbre, así como la jerarquía de conceptos en la gestión de la calidad en un laboratorio de análisis.

Diferenciar el distinto valor metrológico de las técnicas y métodos de análisis.

Diferenciar y aplicar las formas de evaluar la trazabilidad de un procedimiento analítico y usar adecuadamente los test estadísticos necesarios para llevar a cabo la toma de decisiones en relación a la trazabilidad.

Evaluar la incertidumbre de un resultado y aplicar los test estadísticos pertinentes.

Aplicar la teoría básica de errores en el entorno de la toma de decisiones en un laboratorio de análisis químico.

Describir los procedimientos necesarios para superar pruebas de aptitud o acreditación de laboratorios analíticos.

Conocer y aplicar métodos quimiométricos multiparámétricos de eliminación de interferencias, cuantificación o clasificación.

2.3.Importancia de los resultados de aprendizaje

Los resultados del aprendizaje de esta asignatura permitirán al estudiante adquirir los conocimientos necesarios para la obtención de un resultado numérico de naturaleza química de acuerdo con las normas básicas que rigen la gestión de la calidad, así como a tomar decisiones básicas consistentes con los niveles de incertidumbre de dichos resultados. Este proceso de toma de decisiones es crucial en el desarrollo de la competitividad y de la calidad de los productos de la industria química.

3.Evaluación

3.1.Tipo de pruebas y su valor sobre la nota final y criterios de evaluación para cada prueba

El estudiante deberá demostrar que ha alcanzado los resultados de aprendizaje previstos mediante las siguientes actividades de evaluación

Evaluación progresiva del proceso de aprendizaje mediante la resolución de problemas y casos prácticos a lo largo del curso (nota1).

Realización, presentación y discusión de trabajos e informes (nota2).

Realización de una prueba teórico-práctica escrita en la convocatoria de exámenes correspondiente a los periodos de evaluación global (nota3).

La **calificación final** se podrá obtener en función de los siguientes criterios:

i) Considerando la evaluación progresiva:

$$\text{Calificación final} = 0,2 \cdot \text{nota1} + 0,5 \cdot \text{nota2} + 0,3 \cdot \text{nota3}$$

ii) Considerando sólo las calificaciones de las pruebas de los periodos de evaluación global:

$$\text{Calificación final} = 0,5 \cdot \text{nota2} + 0,5 \cdot \text{nota3}$$

Para aprobar, la calificación media será igual o superior a 5 y además, se debe haber obtenido una calificación igual o superior a 4.0 en los apartados 2 y 3. Si no fuera así, el alumno obtendría la calificación de suspenso.

Las calificaciones superiores a 4,0 se mantendrán durante la vigencia de la matrícula.

El número de convocatorias oficiales de examen a las que la matrícula da derecho (2 por matrícula) así como el consumo de dichas convocatorias se ajustará al [Reglamento de permanencia en títulos oficiales adaptados al Espacio Europeo de Educación Superior en la Universidad de Zaragoza](#) y al [Reglamento de Normas de Evaluación del Aprendizaje de la Universidad de Zaragoza](#). A este último reglamento también se ajustarán los criterios generales de diseño de las pruebas y sistema de calificación y, de acuerdo a la misma, se hará público el horario, lugar y fecha en que se celebrará la revisión al publicar las calificaciones.

Según el [Reglamento de Normas de Evaluación del Aprendizaje de la Universidad de Zaragoza](#), el estudiante tendrá derecho a una prueba global en la que se evaluarán las competencias desarrolladas en la asignatura. Esta prueba global se realizará en la fecha prevista por el [calendario de exámenes](#) de la Facultad de Ciencias.

4.Metodología, actividades de aprendizaje, programa y recursos

4.1.Presentación metodológica general

El proceso de aprendizaje que se ha diseñado para esta asignatura se basa en lo siguiente:

El aprendizaje por el estudiante está basado fundamentalmente en la resolución de problemas y casos, pero debe ir acompañado de unas sesiones de teoría que le ayuden a la comprensión y resolución de los mismos, por lo que el desarrollo de la asignatura se concreta de la siguiente forma:

- 1.- 10h de clases magistrales participativas (1 ECTS).
- 2.- 10h de clases de problemas/casos. En ellas se plantearán y resolverán tanto problemas de carácter numérico como casos prácticos (1 ECTS).
- 3.- 7h de clases prácticas en el aula de informática (0,7ECTS).

4.- 3h para la presentación y defensa de los trabajos realizados por los estudiantes (0,3 ECTS).

4.2.Actividades de aprendizaje

El programa que se ofrece al estudiante para ayudarle a lograr los resultados previstos comprende las siguientes actividades:

1) Adquisición de conocimientos necesarios en Metrología Química.

Metodología: Clases magistrales participativas en grupo grande.

2) Resolución de problemas y análisis de casos prácticos.

Metodología: Aprendizaje basado en problemas y casos relativos a la metrología en el laboratorio químico.

3) Realización de casos prácticos con el ordenador.

Metodología: Aprendizaje individual basado en problemas y cuestiones relativas a las herramientas estadísticas usadas en metrología.

4) Presentación y discusión de casos prácticos resueltos por el alumno con tutela del profesor.

Metodología: Planteamiento de un caso práctico, con tutorías individuales o en grupo pequeño, seguido de la elaboración, presentación y discusión en el grupo de clase.

4.3.Programa

1. Conceptos fundamentales de metrología química: Técnicas, métodos, sistemas de medida y trazabilidad.

Sistemas de medición en química. Naturaleza de los procesos de medición. Propiedades analíticas y Técnicas, Métodos e Instrumentos de análisis. Trazabilidad.

2. Exactitud e incertidumbre de los resultados

Incertidumbre. Presentación de resultados. Origen de la incertidumbre. Estimación de incertidumbres. Distribuciones de resultados. Precisión, incertidumbre y desviación estándar. Exactitud. Tipos de errores. Errores sistemáticos y su corrección.

3. Cálculo de la incertidumbre en sistemas químicos sencillos

Combinación y propagación de incertidumbres. Incertidumbre en la medida de la masa con la balanza analítica. El certificado de calibración de la balanza. Incertidumbre en la medida del volumen. Calibración y certificación de material volumétrico.

4. Cálculo de la incertidumbre en sistemas analíticos complejos

Incertidumbre en la preparación de una disolución de concentración conocida (estándar de calibración). Incertidumbre en la estandarización de agente valorante. Incertidumbre en la operación volumétrica. Incertidumbre en métodos instrumentales que emplean un factor de respuesta.

5. Incertidumbre instrumental: ruido

Tipos de ruido y su origen. Estudio y predicción de la incertidumbre instrumental en algunas técnicas analíticas. Métodos matemáticos para minimizar la incertidumbre instrumental. Diseño de métodos que respondan a criterios de incertidumbre.

6. Elementos básicos de inferencia estadística.

Distribuciones de referencia. Pruebas de significación para comparar dos mensurables. Introducción al problema general de la toma de decisiones numéricas: errores α y β . Distribución F de Fisher y sus aplicaciones. Introducción al ANOVA.

7. Calibración lineal univariante de métodos analíticos

Regresión lineal para calibrar métodos de análisis. Diagnóstico de rectas de calibrado. Incertidumbre en la recta y en los resultados. Rectas ponderadas. Adición estándar. Uso de las derivadas. Estrategias de calibración e incertidumbre de los resultados.

8. Calibración no lineal univariante de métodos analíticos

Regresión logarítmica, polinomial y función logística. Adición estándar en regresión no lineal. Cálculo de incertidumbre de resultados.

9. Calibración multivariante de métodos analíticos

Necesidad y evaluación de los métodos multivariantes. Regresión lineal múltiple. Regresión multivariante basada en Componentes principales: PCR y PLS

10. Los programas y pruebas de aptitud de los laboratorios profesionales (Proficiency Testing).

Proveedores de pruebas de aptitud. Voluntariedad/Obligatoriedad. Requisitos de las pruebas de aptitud. Acreditación de métodos y laboratorios.

4.4. Planificación de las actividades de aprendizaje y calendario de fechas clave

Calendario de sesiones presenciales y presentación de trabajos

Clases magistrales: 10h durante el segundo semestre.

Problemas y casos prácticos: 10h durante el segundo semestre.

Prácticas de ordenador: 7h durante el segundo semestre que se impartirán en el aula de informática.

Presentación de trabajos: 3h en el segundo semestre

El calendario concreto estará a disposición de los alumnos a principio del curso. Se colgará en la página web de la Facultad y en el Anillo Digital Docente.

La asignatura se impartirá en el segundo semestre del curso.

Las fechas concretas en que tendrán lugar las distintas sesiones, así como para las distintas pruebas que, dentro de la evaluación progresiva, tendrán lugar a lo largo del curso, se comunicarán a los alumnos con suficiente antelación.

Las pruebas de evaluación global tendrán lugar en las fechas que se determinen en el calendario de la Facultad de Ciencias (a consultar en <http://ciencias.unizar.es/web/horarios.do>).

4.5. Bibliografía y recursos recomendados

BIBLIOGRAFÍA RECOMENDADA

1. Quality Assurance in Analytical Chemistry. E. Prichard, V. Barwick, Ed. Wiley-VCH .2007.

2. Garantía de calidad en los laboratorios analíticos. R. Compañó, A. Ríos, Ed. Síntesis 2010

3.- Evaluación de datos de medición Guía para la Expresión de la Incertidumbre de Medida. EDICIÓN DIGITAL 1 en español (traducción 1ª Ed. Sept. 2008) Primera edición Septiembre 2008. Centro Español de Metrología.

4.- Metrología química en el laboratorio analítico y bioanalítico. Vicente Ferreira, Universidad de Zaragoza Apuntes de la asignatura

5.- EURACHEM / CITAC Guide CG 4 Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Third Edition
Editors S L R Ellison (LGC, UK) A Williams (UK)

OTRO MATERIAL

- * Utilización de Excel ® para calibración Univariante y multivariante
- * Descripción y uso de Unscrambler 7.0 ® para calibración multivariante
- * Colección de Presentaciones de clase (archivos de cálculos vinculados).