



GUÍA DOCENTE 2012-2013

Quimiometría y Experimentación en Química Analítica

1. Denominación de la asignatura:

Quimiometría y Experimentación en Química Analítica

Titulación

Grado en Química

Código

5289

2. Materia o módulo a la que pertenece la asignatura:

Química Analítica

3. Departamento(s) responsable(s) de la asignatura:

Química

4.a Profesor que imparte la docencia (Si fuese impartida por mas de uno/a incluir todos/as) :

M. Cruz Ortiz Fernández, Ana Herrero Gutiérrez y Silvia Sanllorente Méndez



4.b Coordinador de la asignatura

María Cruz Ortiz

5. Curso y semestre en el que se imparte la asignatura:

Tercer curso, 6º semestre

6. Tipo de la asignatura: (Básica, obligatoria u optativa)

Obligatoria

7. Número de créditos ECTS de la asignatura:

6

8. Competencias que debe adquirir el alumno/a al cursar la asignatura

En prácticas:

E1, E18

G2, G4, G5, G6, G8, G9, G11, G12, G14, G16, G17, G18

T1, T2, T3, T4, T5, T6, T8, T9, T11, T12

En teoría:

E1, E6, E15, E18

G4, G5, G6, G8, G9, G12, G14, G16, G17

T1, T2, T6, T8, T9, T11

Trabajo en grupo:

T4, T8, T10, T18, T20

Exposición:

T8, T21, T20

Evaluación escrita:

T1, T2, T8



9. Programa de la asignatura

9.1- Objetivos docentes
O1. Comprender la importancia económica y social de los sistemas de garantía de calidad y buenas prácticas de laboratorio. O2. Conocer, interpretar y aplicar las normas internacionales que definen la calidad y adecuación de los procedimientos de análisis químico. O3. Saber poner a punto, optimizando mediante el diseño de experimentos, métodos, técnicas y procedimientos de medida. O4. Saber asignar la incertidumbre asociada a las distintas etapas de un procedimiento analítico. O5. Establecer estrategias óptimas para determinar analitos en matrices complejas. O6. Elegir y aplicar el método estadístico adecuado a cada problema en el ámbito del análisis químico. O7. Realizar protocolos normalizados de trabajo y expresar correctamente los resultados de un análisis. O8. Diseñar ensayos interlaboratorio y de capacitación e interpretar sus resultados. O9. Conocer la metodología para asegurar la fiabilidad de medidas y procesos químicos. O10. Manejar métodos multivariantes para la identificación y cuantificación de analitos.
9.2- Unidades docentes (Bloques de contenidos)
Programa Teórico de la Asignatura Tema 1. Validación de las medidas Químicas. Quimiometría e información en Química Analítica. Validación de un procedimiento analítico. Parámetros de calidad en contextos regulados: Exactitud, veracidad, precisión, repetibilidad, reproducibilidad, sensibilidad, rango lineal, límite de detección, fiabilidad y robustez. Análisis comparativo de algunas definiciones usuales (ISO, IUPAC). Tema 2. Comparación de dos procedimientos analíticos. Modelo para los errores aleatorios y sistemáticos. Materiales de referencia para evaluar el sesgo. Comparación de la veracidad y la precisión de dos procedimientos y/o métodos de análisis mediante contraste de hipótesis. Cálculo de tamaños muestrales para obtener la precisión y veracidad deseada.



Tema 3. Comparaciones múltiples.

Determinación de repetibilidad y reproducibilidad según la normativa ISO-5725 mediante un análisis de la varianza

Fuentes de variabilidad de un resultado analítico.

Cálculo de tamaños muestrales en ensayos interlaboratorios realizados mediante un ANOVA.

Finalidad de los ensayos de aptitud y de los ensayos interlaboratorios. Análisis de z-scores.

Detección de datos anómalos en ensayos interlaboratorio.

Test para comparar múltiples medias. Homogeneidad de varianzas.

ANOVA de dos o más factores: estudio de distintos efectos y sus interacciones.

Aproximación para el cálculo de la interacción entre factores.

ANOVA anidado: asignación de varianzas a las distintas etapas de un procedimiento y/o proceso químico.

Tema 4. Calibración lineal.

Aplicaciones de modelos de calibrado basados en regresiones por mínimos cuadrados.

Distribución de los patrones de calibrado en calibrados lineales para obtener una precisión óptima en las determinaciones.

Sensibilidad analítica.

Método de adición estándar.

Comparación de métodos mediante regresión lineal.

Datos anómalos, efecto sobre los parámetros del calibrado y sobre el rango lineal.

Detección de datos anómalos mediante regresión robusta.

Tema 5. Capacidad de detección de un método de análisis.

Definiciones del límite de detección (ISO 11843, IUPAC, Decisión 2002/657/CE).

Métodos de estimación del límite de detección basados en un calibrado.

Evaluación de las probabilidades de falso positivo y falso negativo.

Límite de decisión.

Capacidad de detección.

Curvas operativas.

Capacidad de detección en los métodos cualitativos de análisis: método frecuentométrico.

Tema 6. Cálculo de la incertidumbre de un procedimiento analítico.

Incertidumbre. Incertidumbre compuesta.

Propagación de errores en el cálculo de la incertidumbre.

Transmisión del error: i) en funciones lineales; ii) en funciones no lineales de una o más variables; iii) en ausencia de relación funcional.

Algunas aplicaciones analíticas en procedimientos complejos de cálculo de incertidumbres.



Tema 7. Fiabilidad y robustez de procedimientos analíticos.

Control “a priori” del procedimiento: Diseños Plackett-Burman para evaluar la robustez.

Control “a posteriori” del procedimiento: Cartas de control.

Cartas de control para la media, para la varianza y para el rango.

Covarianza de parámetros. Cartas de control multivariantes.

Tema 8. Introducción al análisis multivariante.

Distintos niveles del reconocimiento de pautas.

Concepto de componente principal y su utilidad en la Química Analítica.

Análisis en componentes principales. Interpretabilidad de las componentes.

Calibración multivariante basada en regresión sobre componentes principales.

Programa Práctico de la Asignatura

Prácticas de Laboratorio

1. Optimización, mediante la metodología de diseño de experimentos, de una extracción líquido-líquido. Extracción de hierro con metil isobutilcetona.
2. Optimización de parámetros instrumentales en espectrofotometría de absorción atómica. Determinación de hierro en mejillones.
3. Determinación del límite de decisión y de la capacidad de detección de un procedimiento de análisis mediante espectrofotometría de absorción molecular UV/Visible.
4. Evaluación del límite de decisión y de la capacidad de detección con electrodos selectivos. Electrodo selectivo de cloruros.
5. Control a lo largo del tiempo de varios parámetros (pH, concentración de cloruros y conductividad eléctrica) en el agua de la red de abastecimiento. Utilización de un toma muestras automático.
6. Comparación del poder blanqueante de varios productos de limpieza en polvo.
7. Análisis del efecto de varios interferentes en la determinación de cinc mediante espectrofotometría de absorción atómica y un diseño Plackett-Burman.
8. Estudio del efecto de las etapas de muestreo, dilución y medida en la determinación de un analito. Evaluación de la variabilidad atribuible a cada etapa. Cálculo de la incertidumbre individual y compuesta de acuerdo a la norma ISO 5725.
9. Comparación de dos métodos analíticos para la determinación de cobre.
10. Análisis del efecto de varios factores en la determinación de propil y metil paraben por HPLC usando un diseño Plackett-Burman.
11. Análisis “interlaboratorio” (intergrupo) con datos obtenidos en las prácticas. Determinación de repetibilidad y reproducibilidad intermedia. Detección de datos anómalos por niveles. Estudio de la homogeneidad de medidas entre grupos.
12. Estudio del efecto de dos factores (analista y muestra) así como de su interacción



sobre los resultados obtenidos al calcular el poder blanqueante de un producto de limpieza en polvo por los distintos estudiantes.

13. Trabajo colaborativo: Establecimiento de un grupo de trabajo para la puesta en común, análisis y discusión de los resultados obtenidos en la actividad 5 por los distintos grupos.

9.3- Bibliografía

BIBLIOGRAFÍA BÁSICA

D.L. Massart, B.G.M. Vandeginste, L.M.C. Buydens, S. de Jong, P.J. Smeyers-Verbeke. , (1997) Handbook of Chemometrics and Qualimetrics; Part A and Part B in Data Handling in Science and Technology, Elsevier, Amsterdam,

L. Sachs., (1982) Applied Statistics, Springer-Verlag, New York,

M. C. Ortiz, L. A. Sarabia, M. S. Sánchez, and A. Herrero., (2009) "Quality of Analytical Measurements: Statistical Methods for Internal Validation", Elsevier, Amsterdam, Comprehensive Chemometrics, , (1) 17-76

M. C. Ortiz, M. S. Sánchez, and L. A. Sarabia., (2009) "Quality of Analytical Measurements: Univariate Regression", Elsevier, Amsterdam, Comprehensive Chemometrics, , (1) 127-169

Meier, Z, (2000) Statistical Methods in Analytical Chemistry, 2ª, John Wiley & Sons, New York, ISBN 0-471-29363-6,

R. Cela, (1994) Avances en Quimiometría Práctica, Servicio de publicaciones e Intercambio científico de la Universidade de Santiago de Compostela, 8481210935,

R. Kellner, J.M.Mermet, M. Otto and H.M. Widmer., (1998) Analytical Chemistry: The approved text to the FECS curriculum analytical chemistry., Wiley-VCH, 3527288813,

10. Metodología de enseñanza y aprendizaje y su relación con las competencias que debe adquirir el estudiante:

Metodología	Competencia relacionada	Horas presenciales	Horas de trabajo	Total de horas
Clases Teóricas	E1, E6, E15, E18, G4, G5, G6, G8, G9, G12, G14, G16, G17, T1, T2, T6, T8, T9, T11	16	32	48
Clases Prácticas	E1, E18, G2, G4, G5, G6, G8, G9, G11, G12, G14, G16, G17, G18, T1, T2, T3, T4,	18	24	42



	T5, T6, T8, T9, T11, T12			
Seminarios	T17	17	18	35
Realización de trabajos e informes	T1, T2, T6, T8	0	6	6
Realización de trabajo en grupo	T4, T8, T10, T18, T20	0	10	10
Exposiciones y debates	T8, T21, T20	1	6	7
Evaluación escrita	T1, T2, T8	2	0	2
Total		54	96	150

11. Sistemas de evaluación:

Las prácticas de la asignatura son actividades no recuperables en 2ª convocatoria.

Procedimiento	Peso en la calificación final
Prueba de conocimientos mínimos	40 %
Exposiciones orales y debate, informes escritos	30 %
Trabajo en grupo, debate en grupo	10 %
Prueba práctica individual	20 %
Total	100 %

12. Recursos de aprendizaje y apoyo tutorial:

Tutoría personalizada, cada práctica que está coordinada con los temas teóricos, es evaluada de forma continua por las profesoras una vez terminada y antes de hacer la prueba de conocimientos mínimos. Trabajo experimental en grupo colaborativo con análisis de sus resultados en el propio grupo, supervisado y con exposición oral. Material de apoyo, de cursos previos en los que se imparten materias relacionadas con la asignatura. Casos de estudio con datos reales. Se dispone de ordenadores y software para: el diseño de experimentos, (NEMROD, el análisis de regresión, test de hipótesis y ANOVA (STATGRAPHICS), el análisis multivariante de datos experimentales (PARVUS).



13. Calendarios y horarios:

Los establecidos por la Facultad y la UBU

14. Idioma en que se imparte:

español