



GUÍA DOCENTE 2022-2023

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) :

Ana Herrero Gutiérrez y Silvia Sanllorente Méndez

4.b Coordinador de la asignatura

SILVIA SANLLORENTE MÉNDEZ

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

Práctica de laboratorio:

E1, E18

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

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

Clases de teoría:

E1, E6, E15, E18

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

T1, T2, T6, T8, T9, T11, T20

Exposición oral:

T8, T21, T20

Evaluación escrita:

T1, T2, T8

Competencias básicas desarrolladas en prácticas, teoría, exposición oral y evaluación escrita

CB1 - Que los estudiantes hayan demostrado poseer y comprender conocimientos en un área de estudio que parte de la base de la educación secundaria general, y se suele encontrar a un nivel que, si bien se apoya en libros de texto avanzados, incluye también algunos aspectos que implican conocimientos procedentes de la vanguardia de su campo de estudio

CB2 - Que los estudiantes sepan aplicar sus conocimientos a su trabajo o vocación de una forma profesional y posean las competencias que suelen demostrarse por medio de la elaboración y defensa de argumentos y la resolución de problemas dentro de su área de estudio

CB3 - Que los estudiantes tengan la capacidad de reunir e interpretar datos relevantes (normalmente dentro de su área de estudio) para emitir juicios que incluyan una reflexión sobre temas relevantes de índole social, científica o ética

CB4 - Que los estudiantes puedan transmitir información, ideas, problemas y soluciones a un público tanto especializado como no especializado

CB5 - Que los estudiantes hayan desarrollado aquellas habilidades de aprendizaje necesarias para emprender estudios posteriores con un alto grado de autonomía



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 nacionales (UNE) e internacionales (ISO) 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. Modelo para los errores aleatorios y sistemáticos. 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). Comparación de dos procedimientos analíticos. 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 2. 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.

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 3. 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.

Detección de datos anómalos mediante regresión robusta: efecto de los datos anómalos sobre el límite de detección.

Tema 4. 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.

Tema 5. 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 6. 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 multivariantes.

Tema 7. 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.



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. Cálculo de la recuperación y determinación de hierro en mejillones por espectrofotometría de absorción atómica de llama.
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 tomamuestras automático.
6. Análisis y comparación de la concentración de yodo de varias marcas comerciales de sal yodada.
7. 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.
8. Comparación de dos métodos analíticos para la determinación de cobre.
- 9a. Análisis del efecto de varios factores en la determinación de propil y metil paraben por HPLC usando un diseño Plackett-Burman.
- 9b. Análisis de la robustez en la determinación de etanol y butanol en medio acuoso por cromatografía de gases (CG) usando un diseño Plackett-Burman para tres factores experimentales.
10. Análisis “interlaboratorio” (intergrupo) con los datos obtenidos en sus prácticas. Determinación de repetibilidad y reproducibilidad intermedia. Detección de datos anómalos por niveles. Estudio de la homogeneidad de medidas entre grupos.
11. Estudio del efecto de dos factores (analista y muestra) así como de su interacción sobre los resultados obtenidos al calcular la concentración de yodo de varias marcas comerciales de sal yodada por los distintos grupos de estudiantes.
12. Análisis en componentes principales para detectar un fraude en muestras de whisky
13. Determinación de cobre mediante adición estándar.

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,

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, Jonh 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,

9.4- Acceso a la Bibliografía Recomendada desde Leganto

https://leganto.ubu.es/leganto/public/34BUC_UBU/lists?courseCode=5289&auth=SAML

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	14	26	40
Clases prácticas	E1, E18, E20 G2, G4, G5, G6, G8, G9, G11, G12, G14, G16, G17, G18, T1, T2, T3, T4, T5, T6, T8, T9, T11	33	44	77
Seminarios teóricos/prácticos	T17	4	10	14
Realización de trabajos e informes	T1, T2, T6, T8,	0	4	4
Exposiciones y debates	T8, T21, T20	1	4	5
Evaluación escrita	T1, T2, T8	2	8	10



Total	54	96	150
--------------	----	----	-----

11. Sistemas de evaluación:

Las prácticas de la asignatura que forman parte de los procedimientos: "Prácticas del laboratorio y presentación de informes" por su propia naturaleza, son actividades no recuperables en 2ª convocatoria. Si el alumno tiene cursadas las actividades no recuperables, en segunda convocatoria se mantendrá la calificación obtenida en la primera.

Además se requiere un mínimo de 4 (sobre 10) en la evaluación de cada procedimiento individual y es necesario alcanzar un 5 sobre 10 para aprobar la asignatura.

Aquellos alumnos que hayan superado la asignatura en la primera convocatoria tendrán la posibilidad de mejorar su calificación en los procedimientos de "prueba de conocimientos" (40 %) y/o "prueba práctica individual" (20 %), realizando de nuevo dichas pruebas en la segunda convocatoria, de acuerdo a la normativa vigente.

Nota: La realización fraudulenta de alguna prueba o de los trabajos exigidos en la evaluación de alguna asignatura comportará una calificación de cero en la convocatoria correspondiente, sin perjuicio de la posible apertura de expediente disciplinario. Además, en caso de que este hecho se produzca en la primera convocatoria, la calificación de la segunda será también de cero. Según art. 17.2 de RESOLUCIÓN de 29 de julio de 2019, del Rectorado de la Universidad de Burgos, Acuerdo del Consejo de Gobierno, de 22 de julio de 2019.

El profesor podrá utilizar cualquier herramienta antiplagio que la Universidad ponga a su disposición para asegurar que no ha habido copia o plagio en ninguna de las pruebas de evaluación realizadas por los estudiantes. Si el estudiante no autorizara su uso no podrá ser evaluado de ese procedimiento y se le calificará con un cero.

Procedimiento	Peso primera convocatoria	Peso segunda convocatoria
Prueba de conocimientos mínimos	40 %	40 %
Prácticas del laboratorio y presentación de informes escritos	30 %	30 %
Prueba práctica individual y destrezas alcanzadas en sesiones de laboratorio	20 %	20 %
Exposición oral y debate	10 %	10 %
Total	100 %	100 %



Evaluación excepcional:

Para aplicar esta modalidad es obligatorio la realización de las prácticas de laboratorio de la asignatura con el fin de evaluar las habilidades/destrezas en el laboratorio de análisis y en el laboratorio de cómputo. Además se requiere un mínimo de 4 (sobre 10) en la evaluación de las siguientes pruebas que se valorarán con los siguientes procedimientos de evaluación:

Prueba individual de conocimientos mínimos: 40%

Prueba individual de habilidades y destrezas en el laboratorio: 40%

Realización y presentación de trabajos de forma oral y/o escrita : 20%

Es necesario alcanzar un 5 sobre 10 para aprobar la asignatura.

El sistema de evaluación para estudiantes de intercambio deberá ser modificado en el supuesto de que los calendarios académicos de las universidades de origen y de destino no sean coincidente.

12. Recursos de aprendizaje y apoyo tutorial:

Tutoría personalizada, cada práctica 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. 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 (NEMRODOW). Para el análisis de regresión, test de hipótesis, ANOVA, análisis en componentes principales y carta de control multivariante (STATGRAPHICS). Este último es software libre para los alumnos matriculados en la Universidad de Burgos. DETARCHI para determinar la capacidad de detección según ISO 11843.

13. Calendarios y horarios:

Los que establezca la Facultad, que se encuentran publicados en la hoja Web del título.

14. Idioma en que se imparte:

español