

Curso Académico: 2021/22

## 60650 - Metrología química en el laboratorio

### Información del Plan Docente

**Año académico:** 2021/22

**Asignatura:** 60650 - Metrology in the Chemistry Laboratory

**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:

El objetivo principal de la asignatura es adquirir una visión muy práctica de los procesos de medición en química que, desde la comprensión de los principios básicos de la calidad de las medidas, permita:

1. Presentar los resultados de procesos de medición de manera consistente con su calidad
2. Ajustar los requisitos del sistema de medida y de cada una de las etapas del proceso de medición a las necesidades de la información requerida para resolver un problema de índole industrial o ambiental
3. Evaluar los parámetros de calidad de la información generada por cualquier sistema de medida, con hincapié en los sistemas químicos, y diagnosticar posibles problemas con efecto en la calidad
4. Calibrar y diagnosticar el estado de balanzas, material volumétrico y otros dispositivos simples de medida
5. Diseñar, implementar y evaluar el sistema de calibración más adecuado para transformar los datos instrumentales en concentración
6. Diseñar e implementar el sistema de calidad necesario para asegurar que la información generada por el sistema de medida se adecúa a las necesidades pre-establecidas
7. Tomar decisiones estadísticamente contrastadas con base en los datos obtenidos y en sus características de calidad

### 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 relacionadas con la obtención, presentación, evaluación y diagnóstico de datos de naturaleza química y con la gestión de los sistemas de medida, imprescindibles en cualquier departamento de una industria química, particularmente en los departamentos de calidad, control de procesos y en el laboratorio de análisis

### 1.3. Recomendaciones para cursar la asignatura

Ninguna adicional a las necesarias para cursar el máster.

## 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 la calidad de la información de naturaleza química necesarios para resolver problemas de la química industrial y ambiental.

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.

Diseñar y ejecutar las pruebas necesarias para obtener estimaciones razonadas de los parámetros de calidad de la información suministrada por cualquier sistema de medición

Presentar los resultados de las pruebas de medición de manera consistente con su calidad

Calibrar y diagnosticar el estado de balanzas, material volumétrico y otros dispositivos simples de medida

Diagnosticar, y en su caso, corregir, los problemas de falta de calidad de las medidas suministradas por un sistema de medida de naturaleza química, analizando todo el sistema de medición paso a paso

Proponer el sistema de calibración más adecuado para transformar las señales medidas en datos de concentración.

Tomar decisiones con base estadística a partir de los datos suministrados y de su calidad

## 2.2. Resultados de aprendizaje

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

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

Conoce la naturaleza de los conceptos esenciales de la calidad de los sistemas de medida (trazabilidad, exactitud e incertidumbre) de naturaleza química y es capaz de interpretarlos en el contexto de la solución de problemas de tipo industrial o medioambiental

Conoce y es capaz de aplicar las distintas pruebas necesarias para evaluar la calidad de los resultados de los procesos de medición

Es capaz de analizar, etapa a etapa, los procesos de medición en química, determinando la contribución a la incertidumbre y exactitud del resultado de cada paso metodológico

Es capaz de calibrar y de diagnosticar el estado de balanzas, material volumétrico y otros sistemas de medida simples

Es capaz de diseñar, implementar y evaluar el sistema de calibración más adecuado

Es capaz de diseñar un sistema de validación y control de la calidad de los resultados del sistema de medida consistente con los requisitos de la calidad de la información necesaria

Es capaz de tomar decisiones con base en la estadística inferencial en función de los datos obtenidos y de sus características de calidad

## 2.3. Importancia de los resultados de aprendizaje

Los resultados del aprendizaje de esta asignatura permitirán al estudiante adquirir los conocimientos necesarios para ~~ta~~ diseñar, evaluar y optimizar sistemas de medición de carácter químico de acuerdo con las normas básicas que rigen la gestión de la calidad de los procesos de medición y con los requisitos específicos del problema industrial o medioambiental planteado, así como a tomar decisiones ~~básicas~~ consistentes con los niveles de incertidumbre y exactitud 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, casos prácticos y cuestiones tipo test (nota1).

De manera optativa, realización de una prueba teórico-práctica escrita en la convocatoria de exámenes correspondiente a los periodos de evaluación global (nota2).

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

i) Considerando la evaluación progresiva:

Calificación final= nota 1

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

Calificación final= nota2

Para aprobar, la calificación media será igual o superior a 5.

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 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.- 12h de clases magistrales participativas (1,2 ECTS).
- 2.- 12h de clases de problemas/casos. En ellas se plantearán y resolverán tanto problemas de carácter numérico como casos prácticos (1,2 ECTS).
- 3.- 6h de clases prácticas en el aula de informática (0,6 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.

Las actividades docentes y de evaluación se llevarán a cabo de modo presencial salvo que, debido a la situación sanitaria, las disposiciones emitidas por las autoridades competentes y por la Universidad de Zaragoza obliguen a realizarlas de forma telemática o semi-telemática con aforos reducidos rotatorios.

### 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 de los procesos de medición.

#### 2. 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  $\alpha$  y  $\beta$ . Distribución F de Fisher y sus aplicaciones. Introducción al ANOVA. ANOVA anidado para el aislamiento de fuentes de incertidumbre de métodos analíticos

#### 3. Exactitud e incertidumbre de los resultados

Naturaleza y origen de la Incertidumbre. Presentación de resultados. Aproximación inicial a la estimación de incertidumbres. Distribuciones de resultados. Precisión, incertidumbre y desviación estándar. Combinación y propagación de incertidumbre. Exactitud. Tipos de errores. Errores sistemáticos y su corrección.

#### 4. Exactitud e incertidumbre en la medida de masas

Concepto de tolerancia. Incertidumbres expandidas. La balanza analítica y el proceso de pesada. Exactitud en la pesada. Calibración y diagnóstico de la balanza. Incertidumbre en la medida de la masa con la balanza analítica.

#### 5. Exactitud e incertidumbre en la medida de volúmenes

Generalidades acerca de la medida del volumen. Incertidumbre en la medida del volumen. Calibración y certificación de

material volumétrico.

#### **6. Cálculo bottom up de la incertidumbre de resultados analíticos según Eurachem**

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.

#### **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. Validación y control de calidad de sistemas analíticos**

Estrategias de calibración. Estrategias para la validación de la reproducibilidad. Estrategias para la validación de la exactitud. Conceptos básicos de acreditación y de proficiency testing?

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

#### Calendario de sesiones presenciales y presentación de trabajos

Calendario de sesiones presenciales y presentación de trabajos

Clases magistrales: 12h durante el segundo semestre.

Problemas y casos prácticos: 12h durante el segundo semestre.

Prácticas de ordenador: 6h durante el segundo semestre que se impartirán en el aula de informática.

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).