



Grado en Ciencias Ambientales 25238 - Tecnología analítica en la detección de contaminantes

Guía docente para el curso 2011 - 2012

Curso: 4, Semestre: 1, Créditos: 6.0

Información básica

Profesores

- **Esther Asensio Casas** estherac@unizar.es

- **Raquel Zufiaurre Galarza** zufi@unizar.es

Recomendaciones para cursar esta asignatura

Deben tenerse conocimientos previos de Química básica (equilibrios, disoluciones, concentraciones...), así como conocimientos de Análisis Instrumental (análisis químico y análisis instrumental). Se recomienda haber superado la asignatura Análisis Instrumental en el Medio Ambiente (2º curso, obligatoria)

Se recomienda la asistencia a las clases de teoría, para la posterior planificación y realización, por parte de los alumnos, de los trabajos y prácticas planteados a lo largo del cuatrimestre en el que se imparte la asignatura.

Actividades y fechas clave de la asignatura

La docencia se impartirá en el primer cuatrimestre del cuarto curso. Las fechas y horarios de la asignatura, así como la fecha del examen final se encuentran publicados en la página web de la Escuela Politécnica Superior de Huesca. Los exámenes parciales y la entrega de trabajos y/o informes de prácticas se concretarán al inicio del curso.

Las sesiones prácticas se desarrollarán a lo largo del cuatrimestre, íntimamente relacionadas con la teoría impartida.

Inicio

Resultados de aprendizaje que definen la asignatura

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

1:
Es capaz de llevar a cabo, de manera individual y/o en equipo, un trabajo de investigación en el ámbito de la Química Analítica en el Medio Ambiente, de forma correcta y precisa. El alumno, sabrá realizar búsquedas bibliográficas relacionadas con el análisis de contaminantes en muestras medioambientales, abarcando la toma de muestra y la selección del método analítico más adecuado.

2:

Tiene capacidad de analizar críticamente los resultados obtenidos del trabajo experimental y extraer conclusiones correctas desde el punto de vista del análisis instrumental en el medio ambiente. El alumno, podrá proponer futuras modificaciones y mejoras al trabajo experimental realizado.

- 3:** Puede planificar el trabajo experimental que es necesario realizar para dar respuesta al problema medioambiental planteado. Para ello, el alumno es capaz de conocer la naturaleza de las muestras medioambientales, planificas y llevar a cabo el muestreo, y aplicar el proceso analítico más adecuado.
- 4:** Es capaz de manejar material e instrumentación específica y avanzada de un laboratorio de análisis químico medioambiental.
- 5:** Puede elaborar informes del trabajo experimental llevado a cabo y exponer correctamente los detalles y resultados obtenidos, con un razonamiento crítico sobre su significado y repercusión.

Introducción

Breve presentación de la asignatura

La asignatura Tecnología analítica en la detección de contaminantes se imparte en el primer cuatrimestre del cuarto curso del grado. Se encuentra ubicada en el plan de estudios como asignatura optativa.

El alumnado ya ha cursado en segundo curso la asignatura Análisis instrumental en el medio ambiente, que les proporcionará los conocimientos básicos para comenzar a trabajar en esta asignatura. Es recomendable estar familiarizado con el manejo de recursos bibliográficos relacionados con la materia.

Los conocimientos adquiridos en esta asignatura se complementan, en su parte experimental, con asignaturas ya cursadas por el alumno como son contaminación de suelos, contaminación de aguas y contaminación atmosférica.

Contexto y competencias

Sentido, contexto, relevancia y objetivos generales de la asignatura

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

La asignatura Tecnología analítica en la detección de contaminantes pretende dar a los alumnos que la cursan unos conocimientos avanzados sobre los pasos a seguir, los métodos analíticos a aplicar y las técnicas de análisis existentes, para llevar a cabo el análisis de contaminantes en muestras medioambientales (aguas, suelos, residuos, aire ...).

Profundizar en aspectos teóricos y prácticos de la preparación de muestra y pretratamientos novedosos, así como del análisis completo de muestras medioambientales y la interpretación de los resultados.

Como objetivo principal de esta asignatura está el adquirir los conocimientos y habilidades necesarias para diseñar, optimizar y desarrollar un método de análisis basado en técnicas instrumentales para el análisis de contaminantes a niveles traza en muestras de carácter medioambiental.

Contexto y sentido de la asignatura en la titulación

Esta asignatura aporta al alumno los conocimientos necesarios para utilizar las técnicas analíticas instrumentales en la resolución de problemas analíticos medioambientales.

Esta asignatura puede estar relacionada con otras materias que se imparten en el mismo curso, como son Evaluación de suelos, Aplicación de residuos al suelo y fertilidad y Ecosistemas fluviales. A lo largo del curso se podrán plantear actividades interdisciplinares con estas asignaturas.

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

- 1:** Realizar búsquedas bibliográficas sobre temas concretos de análisis de contaminantes en muestras medio ambientales utilizando las bases de datos científicas adecuadas. Adquirir habilidades de gestión de la información.
- 2:** Elegir los métodos analíticos que se necesitan para abordar problemas concretos que se plantean en un tema de investigación y qué información se puede obtener de ellas. Adquirir conocimiento sobre técnicas de muestreo de muestras ambientales, previas al análisis, en función de los contaminantes a analizar.
- 3:** Trabajar con técnicas de separación y/o preconcentración clásicas (extracción soxhlet, extracción líquido/líquido...), así como técnicas más novedosas (extracción en fase sólida (SPE) y la microextracción en fase sólida (SPME)). Adquirir conocimientos sobre las diferentes técnicas analíticas existentes destinadas al análisis de contaminantes y mostrar capacidad para seleccionar la más adecuada en función del problema medioambiental planteado.
- 4:** Trabajar con cromatografía de gases, cromatografía de líquidos, espectrometría de masas, detectores ultravioleta/visible y ECD, espectroscopia de absorción molecular y espectroscopia de absorción atómica.
- 5:** Seleccionar y modificar los parámetros instrumentales que intervengan en la sensibilidad, selectividad y reproducibilidad de medidas llevadas a cabo con equipos instrumentales. Mostrar capacidad de análisis y síntesis.
- 6:** Preparar las muestras adecuadas o poner a punto métodos de tratamiento de muestra para hacer uso de una técnica determinada. Mostrar una motivación por la calidad analítica del trabajo realizado.
- 7:** Preparar informes describiendo distintos tipos de experimentos y analizando los resultados que se obtienen de los mismos. Caracterización de una muestra medioambiental mediante la identificación y cuantificación de los contaminantes presentes. Capacidad de interpretación de los resultados obtenidos en los análisis realizados.
- 8:** Comunicación oral y escrita.
- 9:** Capacidad de trabajo autónomo y de evaluación.
- 10:** Capacidad de trabajo en equipo.

Importancia de los resultados de aprendizaje que se obtienen en la asignatura:

Los problemas medioambientales, tal y como ha podido comprobar el alumno a lo largo de los tres cursos superados en el grado, tienen en general carácter multidisciplinar y el análisis químico y análisis instrumental ayudan a identificarlos, valorarlos y establecer posibles actuaciones de mejora medioambiental.

Evaluación

Actividades de evaluación

El estudiante deberá demostrar que ha alcanzado los resultados de aprendizaje previstos

mediante las siguientes actividades de evaluación

- 1:** Realización de una prueba global presencial al final del semestre que estará constituida por: examen escrito y prácticas de laboratorio
- 2:** **Examen final escrito** que contendrá cuestiones teórico-prácticas relacionadas con las sesiones de teoría y de gabinete. Esta prueba se realizará de acuerdo al calendario de exámenes de la EPS.
- 3:** Realización de un conjunto de **prácticas de campo y de laboratorio** a lo largo de todo el cuatrimestre de acuerdo al programa de prácticas, así como la elaboración y presentación en plazo de los informes memoria correspondientes a los distintos bloques del programa.

Esta actividad de evaluación se puede realizar, y es lo recomendable, a lo largo del curso en las fechas señaladas en la planificación temporal de la asignatura o en la convocatoria oficial al final del cuatrimestre.

Criterios de evaluación

Criterios de evaluación

EXAMEN ESCRITO. Se valorarán los siguientes aspectos:

- Adecuación de las respuestas al contenido expuesto en las sesiones teóricas y de gabinete.
- Claridad en la exposición escrita.
- Capacidad de interrelacionar los diferentes conceptos.

Se calificará sobre 10 y la repercusión en la nota final será del 50%. Si la nota conseguida en esta prueba es inferior a 5, la asignatura no se considerará aprobada.

PRÁCTICAS DE CAMPO Y LABORATORIO. Se valorarán los siguientes aspectos y material que aporten los alumnos:

- La participación activa y el interés demostrado por el alumno en el trabajo de laboratorio.
- Preparación y planificación del trabajo a desarrollar en campo y laboratorio.
- Cuaderno de laboratorio individual. Se tendrá en cuenta la claridad, orden, anotación correcta de datos experimentales.
- Memoria de cada uno de los bloques de prácticas realizadas. Se valorará la presentación, comprensión de los métodos y técnicas empleadas, resultados obtenidos y discusión de los mismos.

Se calificará sobre 10 y la repercusión en la nota final será del 50%. Si la nota conseguida en esta prueba es inferior a 4,5, la asignatura no se considerará aprobada.

En el caso de que no se cumplan los requisitos mínimos para promediar las calificaciones de las dos actividades de evaluación, la asignatura no se considerará aprobada aunque la calificación final, CF, sea superior a 5. CF se obtendrá de la manera siguiente:

Si $CF \geq 4,5$, la calificación final será: suspenso (4,5)

Si $CF > 4,5$, la calificación final será: suspenso (CF)

Actividades y recursos

Presentación metodológica general

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

Al ser una asignatura que se imparte en 4º curso de Grado, se parte de la base de que el alumno ya ha recibido unos conocimientos básicos generales de Análisis Químico. Se pretende que el alumno afiance dichos conocimientos, los amplíe y que los ponga en práctica. Por ello, esta asignatura está programada para que sea eminentemente práctica.

Esta asignatura está diseñada para que se desarrolle en sesiones de 4 horas seguidas a la semana. En función de lo avanzado o no de la materia, se darán 2 sesiones de clase teóricas y a continuación 2 sesiones de clases aplicadas (sala informática, laboratorio, casos prácticos, problemas) o sesiones prácticas de laboratorio de 4 horas, además de las salidas de campo para la toma de muestras.

Por otro lado, las sesiones prácticas o aplicadas están abiertas y se pueden hacer modificaciones atendiendo a las posibles demandas de los alumnos matriculados, así como a la participación conjunta con otras asignaturas del mismo curso.

Esta asignatura es EMINENTEMENTE PRÁCTICA y en ella se pretende que los alumnos sean capaces de aplicar aquellos conocimientos y capacidades que han adquirido. Por ello, la docencia se ha programado dando un gran peso a la parte práctica y aplicada, pero partiendo de una intensificación de conocimientos teóricos, sobre los que se desarrollará el trabajo de laboratorio. Con el fin de optimizar el proceso de aprendizaje, las clases teóricas y las clases prácticas se intercalan, reduciendo el tiempo que transcurre desde que los alumnos adquieren los conocimientos necesarios o reciben las instrucciones correspondientes hasta que los aplican en el laboratorio.

Actividades de aprendizaje programadas (Se incluye programa)

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

- 1:** Sesiones teóricas . Consistirán en sesiones expositivas y participativas en el aula.
- 2:** Sesiones de gabinete. Se realizarán diversas actividades que incluyen: planificación del trabajo a desarrollar en las sesiones de laboratorio, exposición de casos reales, estudio de artículos de investigación, clases en aula de informática referente a búsquedas bibliográficas, bases de datos, etc.
- 3:** Sesiones de campo y laboratorio. Se pondrán en práctica los conocimientos teóricos adquiridos para aplicarlos al análisis de muestras reales (toma de muestras y análisis). El alumno deberá seguir los protocolos específicos de manejo de las distintas Técnicas Instrumentales de Análisis que se incluyen en la asignatura, incluyendo la toma de muestras, la preparación y tratamiento químico de las muestras, manejo de aparatos y recopilación y tratamiento de datos e interpretación de resultados.
- 4:** Tutorías. Sesiones, a demanda de los alumnos, para resolver cualquier tipo de dudas tanto de las sesiones teóricas como de las prácticas.

Planificación y calendario

Calendario de sesiones presenciales y presentación de trabajos

Programa de teoría

Programa de teoría

Tema 1. *Búsqueda bibliográfica relacionada con los métodos analíticos para la detección de contaminantes.* Legislación, revistas científicas, métodos oficiales y métodos normalizados.

Tema 2. Planificación del análisis de contaminantes en muestras ambientales. Protocolo de muestreo. Estudio de casos reales (prácticos) de análisis medioambiental.

Tema 3. *Métodos de calibración.* Calibrado externo, Adición estándar y uso del patrón interno. Estudio de parámetros de calidad en Análisis Químico. Quimiometría básica.

Tema 4. Determinación de metales en muestras medioambientales. Métodos de digestión/ descomposición. Espectroscopia

de emisión atómica- ICP. Espectroscopia de emisión-espectroscopia de masas. Introducción de muestras sólidas para la determinación de metales. Estudio de casos reales.

Tema 5. Determinación de contaminantes orgánicos en matrices medioambientales.

5.1- Métodos de separación, métodos de extracción convencionales y más específicos para el análisis de contaminantes orgánicos (extracción fase sólida, microextracción fase sólida, fluidos supercríticos). Métodos de limpieza de extractos. Estudio de casos prácticos (artículos de investigación).

5.2- Técnicas Cromatográficas de Análisis. Optimización en la separación cromatográfica. Selección de columnas cromatográficas. Introducción de muestras para el análisis de compuestos orgánicos volátiles (técnicas de purga y trampa y técnicas de espacio de cabeza). Sistemas de detección selectivo (ECD, detector nitrógeno-fósforo) y universal (espectrometría UV, espectrometría masas, FID). Estudio de casos prácticos.

Programa de prácticas de laboratorio

Programa prácticas de laboratorio

Bloque I- *Muestreo y caracterización de aguas potables de distinta procedencia.* Determinación de varios parámetros de calidad del agua (pH, conductividad, cloruros, cloro residual, dureza, nitratos, sulfatos, fosfatos, oxidabilidad).

Bloque II- *Muestreo y caracterización de aguas residuales urbanas (antes y después de la depuración).* Determinación de distintos parámetros contaminantes (Sólidos suspensión, Nitrógeno orgánico y amoniacal, fosfatos, DQO, DBO).

Bloque III- *Determinación de metales pesados en residuos sólidos (lodos depuradora, residuos industriales o agrícolas).* Estudio de biodisponibilidad.

Bloque IV- *Determinación de compuestos orgánicos (hidrocarburos poliaromáticos) en aguas y suelos.* Optimización de: métodos de extracción, separación cromatográfica (HPLC, gases), sistema de detección (Espectrometría de masas).

Bloque V- *Selección de un método para la determinación de un contaminante en una muestra medio ambiental poniendo en práctica diferentes técnicas de medidas, métodos de calibración y control de calidad.* Utilización de Material Estándar Certificado.

Bibliografía

Bibliografía

Bibliografía Básica

SOGORB SÁNCHEZ, M.A.; Técnicas analíticas de contaminantes químicos: aplicaciones toxicológicas, medioambientales y alimentarias. Díaz de Santos, 2004

CAMARA, C.; Análisis químico de trazas. Síntesis, 2011

Bibliografía complementaria

BETRÁN, J.; Análisis químico de aguas residuales, 2004

HARRIS, D.; Análisis químico cuantitativo. Reverté, 2007

REVÉ, R.; Environmental analysis; Wiley 2003

DEAN, J.; *Methods for environmental trace analysis.* Wiley, 2003

DUNNIVANT, F.; *Environmental laboratory exercises.* Wiley, 2004

DEAN, J.R.; *Extraction methods for environmental analysis.* Wiley 1999

HEIN, H.; Environmental analysis by spectrometry and chromatography: from laboratory design to data interpretation, 2002

BARCELÓ, D.; Trace determination of pesticides and their degradation products in water; Elsevier, 1997

Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales. Madrid, Díaz de Santos, 1992

Métodos oficiales de análisis. Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación, 1994

Métodos analíticos en alimentaria: aguas. Panreac, Montplet & Esteban, 1983

Referencias bibliográficas de la bibliografía recomendada

- Aguas / PANREAC . Barcelona [etc.] : Montplet & Esteban, 1983
- Análisis químico de trazas / Editoras: Carmen Cámara, Concepción Pérez-Conde . Madrid : Sintesis, 2011
- Dean, John R.. Extraction methods for environmental analysis/ John R. Dean. . - Reprint. Chichester [etc.]: John Wiley & Sons, 1998.
- Dean, John R.. Methods for environmental trace analysis / John R. Dean . Chichester [etc.] : Wiley , cop. 2003
- Dunnivant, Frank M.. Environmental laboratory exercises for instrumental analysis and environmental chemistry / Frank M. Dunnivant Hoboken, New Jersey : John Wiley & Sons, cop. 2004
- Harris, Daniel C.. Análisis químico cuantitativo / Daniel C. Harris . 3ª ed. Barcelona [etc.] : Reverté, cop. 2007
- Hein, Hubert. Environmental Analysis by Spectrometry and Chromatography : from laboratory design to data interpretation John Wiley & Sons, 2002
- Métodos normalizados : para el análisis de aguas potables y residuales / preparado y publicado conjuntamente por American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution control Federation ; directora de edición Mary Ann H. Franson Madrid : Díaz de Santos, D.L. 1992
- Métodos oficiales de análisis / [publicados por el] Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación, Dirección General de Política Alimentaria . Madrid : Secretaría General Técnica, Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación, 1993-1994
- Reeve, Roger N.. Introduction to environmental analysis / Roger N. Reeve Chichester [etc.] : John Wiley & Sons, cop. 2002
- Sogorb Sánchez, Miguel Angel. Técnicas analíticas de contaminantes químicos : aplicaciones toxicológicas, medioambientales y alimentarias / Miguel Ángel Sogorb Sánchez, Eugenio Vilanova Gisbert . Madrid : Díaz de Santos, 2004
- Trace determination of pesticides and their degradation products in water / [edited by] Damià Barceló, Marie- Claire Hennion . 2nd. ed. Amsterdam [etc.] : Elsevier, 2003