



## Máster en Investigación Química 60623 - Preparación de muestras para análisis

Guía docente para el curso 2015 - 2016

Curso: , Semestre: , Créditos: 3.0

---

### Información básica

---

#### Profesores

No están disponibles estos datos.

#### Recomendaciones para cursar esta asignatura

No hay recomendaciones específicas para esta asignatura.

#### Actividades y fechas clave de la asignatura

El calendario de la asignatura, los horarios de las clases y las fechas de los exámenes se pueden consultar en la página web de la Facultad de Ciencias.

---

### Inicio

---

### Resultados de aprendizaje que definen la asignatura

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

- 1:** Posee una visión general y transversal de las técnicas y métodos de preparación de muestras para el análisis inorgánico y orgánico.
- 2:** Es capaz de planificar estrategias analíticas relacionadas con la preparación de muestras para el análisis inorgánico y orgánico.
- 3:** Desarrolla experiencias en el laboratorio utilizando procedimientos ya descritos e introduce modificaciones para adaptarlos a nuevas condiciones.

### Introducción

#### Breve presentación de la asignatura

Módulo Optativo

Duración: (ECTS) 3

Periodo de impartición: Primer semestre

El tratamiento adecuado de una muestra teniendo en perspectiva el correspondiente análisis es un aspecto clave. Suele consumir mucho tiempo y está sujeto a la introducción de numerosos errores. En esta asignatura, que constituye un complemento muy importante de la asignatura Análisis Instrumental Avanzado, se va a profundizar en las técnicas y métodos de preparación de muestras (incluyendo tratamientos previos) tanto para análisis inorgánico como orgánico.

---

## 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:

El objetivo fundamental de la asignatura es que se conozcan los principios en los que se basan las técnicas de preparación de muestras para análisis y que se adquieran los conocimientos básicos para aplicar dichas técnicas.

#### Contexto y sentido de la asignatura en la titulación

Esta asignatura está estrechamente relacionada con el trabajo fin de máster que se cursará a lo largo de todo el año. En el trabajo experimental, con toda seguridad, hay que poner en práctica alguna de las competencias adquiridas en esta asignatura.

También está relacionada con la asignatura del máster Análisis Instrumental Avanzado, ya que casi todos los procesos analíticos comienzan con un tratamiento de muestra adecuado.

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

- 1:** Comprender los fundamentos científicos y conocer las modalidades experimentales más comunes y el rango fundamental de aplicación de las técnicas y métodos de preparación de muestras para el análisis inorgánico y orgánico
- 2:** Evaluar los parámetros experimentales más importantes que afectan a las distintas técnicas y métodos objeto de estudio.
- 3:** Identificar las aportaciones de las técnicas y métodos de preparación de muestras en el contexto de los procesos de análisis, así como los problemas y limitaciones de cada uno de ellos.
- 4:** Aplicar los métodos de preparación de muestras más habituales a situaciones reales de determinación de analitos inorgánicos y orgánicos a niveles de trazas en diversas matrices.

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

Los resultados de aprendizaje de la asignatura son esenciales para todo estudiante o profesional que necesite manipular muestras. En la mayoría de los métodos de análisis el tratamiento de la muestra es una etapa previa que condiciona el resultado y la bondad del método. En este sentido, los resultados complementan los obtenidos en las otras asignaturas del máster, y permiten al estudiante disponer de una visión diferente y completa de los principales métodos de tratamiento de muestra utilizados actualmente y de su aplicación a diferentes sistemas objetos de estudio.

---

## Evaluación

---

### Actividades de evaluación

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

**1:**

**Actividad 1.** Cuestionarios realizados en cada unidad didáctica (30% de la calificación final)

**Actividad 2.** Resolución de problemas y casos (30% de la calificación final)

**Actividad 3.** Trabajos docentes (20% de la calificación final)

**Actividad 4.** Cuestiones previas, realización de la práctica y elaboración de informes de las sesiones de laboratorio (20% de la calificación final). La superación de esta actividad es condición indispensable para que el estudiante pueda aprobar la asignatura.

Los resultados de aprendizaje 1 y 2 son evaluados con las actividades 1, 2 y 3. Los resultados de aprendizaje 3 son evaluados con la actividad 4.

Las actividades de evaluación 1, 2 y 3 tendrán lugar en las fechas que se indicarán con suficiente antelación. La actividad 4 se evaluará de forma continua y valorando los resultados e informes de las prácticas.

La docencia práctica se considera superada si se supera la actividad 4.

Para superar la asignatura la calificación final debe ser igual o superior a 5 sobre 10 puntos.

La calificación final se obtiene sumando de forma ponderada las calificaciones de las actividades 1, 2, 3 y 4, siendo necesario obtener al menos 5 puntos sobre 10 en la actividad 4

**2:**

Quienes no se acojan a la evaluación continua, no superen la asignatura por ese procedimiento o deseen mejorar su calificación podrán realizar una prueba global que supondrá el 100 % de la calificación.

**3:**

El número de convocatorias oficiales de examen a las que la matrícula da derecho, así como el sistema de evaluación y calificación se ajustarán a la normativa vigente en la Universidad de Zaragoza.

[http://wzar.unizar.es/servicios/maste/docum/rto\\_%20permanencia14.pdf](http://wzar.unizar.es/servicios/maste/docum/rto_%20permanencia14.pdf)

<http://wzar.unizar.es/servicios/coord/norma/evalu/evalu.html>

---

## Actividades y recursos

---

### Presentación metodológica general

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

- 12.5 horas de clases magistrales participativas. Son presenciales y en ellas se tratan los contenidos de cada tema, alternando la teoría con ejemplos, cuestiones y problemas. La dinámica de estas sesiones será fundamentalmente expositiva, abierta a debate y con cuestiones sobre el material disponible (libros, artículos, material elaborado por el profesor). Las sesiones magistrales han de servir para establecer las bases teóricas de las distintas técnicas que se

desarrollan.

- 5 horas de problemas y casos. Cada unidad didáctica contará con unos cuestionarios para el trabajo autónomo del estudiante, que permitirán además evaluar su progreso.
- 2.5 horas de trabajos docentes. Consiste en el estudio de casos reales. Los estudiantes elaborarán informes y posteriormente harán una exposición oral.
- 10 horas de prácticas de laboratorio. Las sesiones en el laboratorio se harán de forma individual o en grupos reducidos supervisados por el profesor. Se realizarán unas cuestiones previas a la sesión. El estudiante dispondrá de un guion para la realización de las mismas, que tiene cuestiones y conclusiones a sacar.

## **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: BLOQUE I. Introducción**

Tema 1.- Planteamiento global de la preparación de muestra en el proceso analítico. Cambio de estado de agregación. Separación. Concentración. Resolución de interferencias. Derivatización

Tema 2.- Tratamientos previos a la preparación de muestras. Almacenamiento y conservación de muestras. Molido y secado de muestras sólidas. Filtrado de muestras líquidas y gaseosas.

Actividades de enseñanza-aprendizaje:

Clases magistrales: 1 hora

Problemas y casos: 1 hora

Trabajo autónomo del estudiante: 0.5 hora de estudio

### **BLOQUE II. Preparación de muestras para análisis inorgánico**

Tema 3.- Disolución/Lixiviación. Matrices inorgánicas: disolución sin cambio químico, disolución con ácidos, disgregación. Matrices orgánicas y biológicas: calcinación, digestión con ácidos. Disolución asistida por microondas. Preparación de suspensiones o slurries.

Tema 4.- Separación/Preconcentración. Extracción líquido-líquido. Extracción en fase sólida.

Tema 5.- Derivatización. Formación de complejos metálicos. Formación de especies volátiles.

Tema 6.- Preparación de muestras para análisis de especiación

Actividades de enseñanza-aprendizaje:

Clases magistrales: 4 horas

Problemas y casos: 1.5 horas

Trabajo docente: 1 hora

Trabajo autónomo del estudiante: 5 horas de estudio y 7.5 horas para preparar el trabajo docente

### **BLOQUE III. Preparación de muestras para análisis orgánico**

Tema 7.- Matrices líquidas. Extracción líquido-líquido. Extracción líquido (gota)-gas (espacio de cabeza estático). Extracción sólido-líquido (SPE): directa o espacio de cabeza (estático y dinámico -purga y trampa-). Microextracción sólido-líquido (SPME): directa o espacio de cabeza. Extracción en Stir Bar

Tema 8.- Matrices gaseosas. Muestreo in situ: balones, sorbentes (traps, SPME) y membranas. Análisis directo. Desorción térmica (térmica, traps, SPME). Desorción con disolventes.

Tema 9.- Matrices sólidas. Extracción sólido-líquido: Soxhlet y variantes (Soxtec), extracción acelerada con disolventes (ASE, PLE), extracción asistida por microondas (MAE), extracción asistida por ultrasonidos (en baño y con sonda). Extracción con fluidos supercríticos (SFE). QuEChERS

Tema 10.- Técnicas especiales para analitos volátiles. Espacio de cabeza (HS, Purga y trampa). SPME

Tema 11.- Derivatización. Formación de compuestos volátiles para análisis por GC (acilación, alquilación, silylación). Formación de compuestos fluorescentes para análisis por HPLC

#### Actividades de enseñanza-aprendizaje:

Clases magistrales: 7.5 horas

Problemas y casos: 2.5 horas

Trabajo docente: 1.5 horas

Trabajo autónomo del estudiante: 10 horas de estudio y 15 horas para preparar el trabajo docente

### **BLOQUE IV. Prácticas laboratorio**

Práctica 1 Preparación de muestras para análisis inorgánico

Práctica 2 Preparación de muestras para análisis orgánico I.

Practica 3 Preparación de muestras para análisis orgánico II.

#### Actividades de enseñanza-aprendizaje:

Clases prácticas: 10 horas

Trabajo autónomo del estudiante: 7 horas de estudio y preparación de guiones.

## **Planificación y calendario**

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

Las fechas e hitos clave de la asignatura están descritos con detalle en la página web de la Facultad de Ciencias

En cualquier caso, la información detallada se proporcionará en clase y se publicará con antelación suficiente en el tablón de anuncios del Departamento.

## **Bibliografía**

1. Chemical Separations. Principles, techniques and experiments. Clifton E. Meloan. Willey-Interscience. 1999
2. Sample Preparation Techniques in Analytical Chemistry, Edited by Somenath Mitra, 2003 John Wiley & Sons, Inc.
3. Handbook of Sample Preparation. Janusz Pawliszyn (Editor), Heather L. Lord (Editor), 2010, Wiley-Blackwell.
4. Microwave-Enhanced Chemistry. Fundamentals, Sample Preparation and applications. Edited by H.M. Kingston, S.J. Haswell, 1997, American Chemical Society.

## **Referencias bibliográficas de la bibliografía recomendada**