



DATOS IDENTIFICATIVOS

Mostraxe e Operacións Previas do Método Analítico

Materia	Mostraxe e Operacións Previas do Método Analítico			
Código	V11M029V01129			
Titulación	Máster Universitario en Química Avanzada. RD. 1393/2007			
Descritores	Creditos ECTS	Sinale	Curso	Cuadrimestre
	2	OP	1	1c
Lingua de impartición				
Departamento	Química analítica e alimentaria			
Coordinador/a	Lavilla Beltran, Maria Isela			
Profesorado	Lavilla Beltran, Maria Isela			
Correo-e	isela@uvigo.es			
Web	http://http://webs.uvigo.es/posgradoquimica			

Descrición xeral Hoy en día la calidad del medio ambiente, de los productos alimenticios, farmacéuticos, industriales, así como de los servicios públicos y privados es una exigencia; siendo los resultados generados por los laboratorios analíticos un aspecto clave de esta calidad. En países tecnológicamente avanzados se considera que al menos el 5% del producto interior bruto se emplea en procesos analíticos, lo que da idea de la importancia de los mismos. Debe ser, por lo tanto, un objetivo prioritario de cualquier laboratorio que los resultados aportados por el mismo sean a su vez resultados de calidad.

La importancia de la toma de muestra y del tratamiento de la misma es en la actualidad una cuestión indiscutible para alcanzar la calidad de los resultados analíticos. Sin embargo, tanto una como otra siguen siendo considerados el "talón de Aquiles" de los procesos de medida química (PMQ). Si el siglo XX se puede considerar el de los grandes desarrollos instrumentales en Química Analítica, los grandes esfuerzos de I+D en la actualidad se están centrando en la preparación de la muestra.

Entre un 60 y un 90% del tiempo de un PMQ se dedica al tratamiento de la muestra. En general, son procesos multietapa en los que se emplean una gran variedad de herramientas analíticas, implican un alto grado de participación humana y conllevan la necesidad de diseñar y optimizar los mismos para cada problema analítico.

Con esta materia se pretende, además de transmitir conocimientos actualizados y avanzados de los distintos procedimientos utilizados en el tratamiento de la muestra, hacer hincapié en su importancia en la calidad de los resultados analíticos.

Esta materia aporta al alumno conocimientos fundamentales y complementarios respecto al análisis instrumental.

Competencias de titulación

Código	
A2	Coñecemento dos principios físico-químicos fundamentais que regulan os aspectos máis avanzados da Química
A4	Habilidade para facer uso de instrumentación química estándar e avanzada e a súa monitorización
A6	Demostración de habilidades para o traballo no laboratorio á hora de realizar procedimentos químicos documentados, monitorización de propiedades químicas, eventos e documentación de todo o traballo realizado.
B2	Capacidade de traballo en grupo
B3	Capacidade de comunicación (oral e escrita) en lingua oficial e inglés
B4	Capacidade para a xestión e tratamento de datos e xeración de información e coñecemento
B5	Capacidade de resolución eficaz e eficiente de problemas demostrando principios de orixinalidade e auto-dirección
B6	Capacidade de aprendizaxe autónomo para o desenvolvemento continuo

Competencias de materia

Resultados previstos na materia	Tipología	Resultados de Formación e Aprendizaxe
- El alumno debe adquirir una visión global y actualizada de las implicaciones del muestreo y la preparación de la muestra en los resultados proporcionados en un laboratorio.	Saber estar / ser	A2 B6
- Conocer y racionalizar las principales fuentes de error asociadas a la preparación de la muestra.		A2 B6
- Conocer y utilizar los desarrollos más recientes en preparación de la muestra.	saber saber hacer	A2 A4 A6
- Saber controlar de forma sistemática los distintos procesos implicados.	saber saber hacer	A2 A4 A6
- Seleccionar el método de preparación de muestra más adecuado considerando el problema analítico planteado.	saber Saber estar / ser	A2 B2 B5
- Utilizar de forma adecuada los aparatos e instrumentos en el laboratorio.	saber hacer	A2 A4 A6 B2 B6
- Participar en la resolución de casos prácticos.	saber hacer Saber estar / ser	B3 B5 B6
- Discutir y exponer de forma adecuada los trabajos asignados.	saber hacer	B2 B3 B6
- Evaluar la calidad de los resultados obtenidos en el laboratorio.	saber saber hacer	A2 A6 B2 B4

Contidos

Tema	
- Tema 1: Importancia de los procesos de toma y preparación de muestra.	Definición del problema analítico. Operaciones previas: de la muestra bruta al instrumento. La importancia actual del análisis de trazas. El problema de la contaminación en la toma de muestra y en el laboratorio. Discusión de un caso práctico.
- Tema 2: Tratamientos previos de la muestra, submuestreo y conservación.	Principales problemas en la conservación de la muestra: la importancia del contenedor. El secado de la muestra: comparación de distintos procesos de secado y principales problemas. Homogeneización de la muestra: posibles problemas y dificultades. Reducción del tamaño de muestra. Discusión de un caso práctico.
- Tema 3: Disolución de la muestra para la determinación de analitos inorgánicos.	Generalidades. Principales métodos para la disolución de las muestras de naturaleza orgánica o inorgánica. Descomposición por fusión. Mineralización por vía seca: calcinación, combustión Schöniger y mineralización en plasma de oxígeno a baja temperatura. Digestión asistida por microondas: reactores y sistemas de microondas utilizados. Métodos avanzados de oxidación. Discusión de casos prácticos.

- Tema 4. Análisis directo de muestras sólidas.	<p>Ventajas e inconvenientes del análisis directo de muestras sólidas. Introducción de sólidos directos en ETAAS, ETV-ICP-MS y ETV-ICP-OES: dispositivos y dificultades a considerar en el trabajo analítico. Introducción de suspensiones o "slurries": sistemas de agitación-homogeneización y estabilización de suspensiones. Preparación de una suspensión. Suspensiones versus sólidos directos. Preparación de la muestra para el análisis por fluorescencia de RX. Discusión de casos prácticos.</p>
- Tema 5. Técnicas de extracción.	<p>Generalidades. Extracción con fluidos supercríticos y extracción con agua subcrítica. Extracción acelerada. Extracción asistida por microondas. Extracción asistida por ultrasonidos. Purga y atrapamiento. Extracción en fase sólida: nuevos sorbentes. Microextracción en fase sólida. Microextracción líquido-líquido. Extracción con membranas. Discusión de casos prácticos.</p>

Planificación

	Horas na aula	Horas fóra da aula	Horas totais
Seminarios	2	4	6
Prácticas de laboratorio	8	4	12
Sesión maxistral	8	4	12
Estudo de casos/análise de situacións	2	8	10
Informes/memorias de prácticas	0	3	3
Traballos e proxectos	0	7	7

*Os datos que aparecen na táboa de planificación son de carácter orientador, considerando a heteroxeneidade do alumnado.

Metodoloxía docente

	Descrición
Seminarios	Seminarios dedicados al análisis y exposición de artículos científicos recientes. Se seleccionarán temas de gran interés por su actualidad y en los que a la vez sea evidente la aplicación de los distintos contenidos de la asignatura.
Prácticas de laboratorio	Los alumnos realizarán prácticas de laboratorio centradas en los distintos métodos de preparación de muestra tratados, ej. extracción asistida por ultrasonidos, digestión asistida por ultrasonidos, microextracción líquido-líquido etc. Se llevarán a cabo también algunas demostraciones prácticas.
Sesión maxistral	Clases magistrales en las que se expondrán los conceptos e ideas claves. Se utilizarán diferentes herramientas docentes para la presentación de los mismos, como proyecciones y artículos científicos. La participación activa del alumno se considerará imprescindible. La clase magistral se desarrollará en una fase de inicio o introducción, un cuerpo (donde se incluirán los contenidos previstos) y una fase final o conclusiones.

Atención personalizada

Metodoloxías	Descrición
Sesión maxistral	Atención personalizada de forma presencial en el aula, en el laboratorio y en tutorías. Atención de forma no presencial a través del correo electrónico o del campus virtual.
Seminarios	Atención personalizada de forma presencial en el aula, en el laboratorio y en tutorías. Atención de forma no presencial a través del correo electrónico o del campus virtual.
Prácticas de laboratorio	Atención personalizada de forma presencial en el aula, en el laboratorio y en tutorías. Atención de forma no presencial a través del correo electrónico o del campus virtual.

Probos	Descrición
Estudo de casos/análise de situacións	
Informes/memorias de prácticas	
Traballos e proxectos	

Avaliación

	Descripción	Cualificación
Seminarios	Se valorará la exposición del trabajo bibliográfico elaborado por el alumno.	15
Prácticas de laboratorio	Se valorará de forma continua el trabajo del alumno en el laboratorio.	20
Estudo de casos/análise de situaciones	Se valorará la capacidad del alumno para la resolución o el análisis de los casos propuestos.	25
Informes/memorias de prácticas	Se valorará el informe final de laboratorio elaborado por el alumno.	15
Trabajos e proxectos	Se valorará la elaboración por parte del alumno, en cuanto a contenidos, de un trabajo bibliográfico.	25

Outros comentarios sobre a Avaliación

Bibliografía. Fontes de información

Cámara, C., **Toma y tratamiento de muestras**, Síntesis,
Mitra, S., **Sample preparation techniques in analytical chemistry**, Willey,
Sturgeon, R., **Sample preparation for trace element analysis**, Elsevier,
Rosenfeld, J.M., **Sample preparation for hyphenated analytical techniques**, Blackwell,
Pawliszyn, J., **Sampling and sample preparation for field and laboratory: fundamentals and new directions in sample preparation**, Elsevier,
Stoeppler, M., **Sampling and sample preparation**, Springer,
<http://www.anachem.umu.se/cgi-bin/jumpstation.exe?SamplePreparation>,
<http://www.sampleprep.duq.edu>,

Recomendacións