REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

"APLICACIÓN NUEVAS TECNOLOGÍAS EN EL LABORATORIO DE ANÁLISIS QUÍMICOS"

AUTORÍA

CARLOS JAVIER GARCÍA MACHADO

BEATRIZ PRETEL VALLEJO

JOAQUÍN RUIZ MOLINA

MARIA DEL CARMEN SALVADOR SALVADOR

TEMÁTICA

NUEVAS TECNOLOGÍAS, ESTADÍSTICA, ANÁLISIS QUÍMICOS

ETAPA

CICLOS FORMATIVOS

Resumen

Basándonos en la enorme transformación que se está produciendo en el sector químico gracias a la aplicación de las nuevas tecnologías, la presente experiencia educativa trata de incidir en aspectos como el trabajo en equipo para intercomparaciones entre distintos laboratorios, normativa de calidad, quimiometría, prevención de riesgos laborales, etc. ayudándonos para ello de hojas de cálculo.

Palabras clave

Estadística, Cualimetría, Excel, Laboratorio análisis químico.

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

1. INTRODUCCIÓN

En el Ciclo Formativo de Grado Superior de Laboratorio de Análisis y Control de Calidad de la Familia Profesional de Química, y dentro del módulo de Análisis Químico aparecen como c**ompetencias profesionales**, **personales y sociales del título** que deben alcanzarse con este módulo las siguientes:

- Preparar y mantener en las condiciones establecidas los materiales y equipos necesarios para la determinación analítica de la muestra.
- Evaluar los datos obtenidos del análisis, redactando los informes técnicos correspondientes y registrarlos en los soportes establecidos.

En este contexto y dada la escasa bibliografía al respecto profesoras y profesores de este módulo de Almería y Granada hemos percibido la necesidad de conocer los aspectos estadísticos necesarios para aplicarlos mediante el uso de hojas de cálculo que ayuden en la elaboración de informes de resultados por parte de nuestros alumnos y alumnas dentro del ámbito de la normativa de Buenas Prácticas de Laboratorio. Para ello, durante el curso 2008 – 2009, creamos un grupo de trabajo en el CEP de Granada en el que hemos formado parte varios profesores de la Familia Profesional de Química y un profesor de Matemáticas, que nos ayudó en todos los aspectos relacionados con la teoría de la Estadística, labor muy interesante en nuestro cometido.

Por otro lado, y como aplicación tanto para la consecución de estas capacidades por el alumnado, así como para un desarrollo integral de éste, hemos preparado una experiencia educativa en la que poder aplicar conjuntamente los siguientes aspectos:

- **Intercomparación de métodos** en el que han participado los alumnos del primer curso del CFGS de Laboratorio de Análisis y Control de Calidad de los institutos de Almería y Granada.

Con este trabajo en equipo tratamos que los alumnos puedan discutir resultados con total libertad y respeto a las opiniones de los demás alumnos y alumnas, comparar mediante herramientas estadísticas si los resultados obtenidos son significativamente reproducibles en distintos laboratorios, etc.

- **Coeducación de alumnas y alumnos**: Hemos tratado en todo momento de formar parejas alumno- alumna, en las cuáles se produzca un trabajo común de plena colaboración en todas las tareas: limpieza de material, trabajo coordinado, discusión democrática de resultados, etc.

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

- **Utilización de las nuevas tecnologías,** como elemento fundamental de trabajo, que ha quedado patente en diversos momentos de las prácticas:
  - Mediante el uso de herramientas como el Messenger los alumnos y alumnas de los diferentes institutos y grupos han podido compartir experiencias, resolver dudas, etc.
  - La utilización de Excel para la realización de las diferentes rectas de regresión, elaboración de gráficos, resolución de test de hipótesis para intercomparación, etc.
  - Utilización de cámaras fotográficas, programas de tratamiento de imágenes, etc. con las que poder plasmar el desarrollo de la experiencia.
- **Prevención de Riesgos Laborales y Gestión de Residuos** para el cuidado del medio ambiente: durante el desarrollo de toda la experiencia hemos procurado que los alumnos y las alumnas utilicen los Equipos de Protección Individual y Colectiva necesarios en cada momento: Campana extractora de Gases, guantes y gafas de seguridad, gestión de los residuos químicos generados en función de su potencial peligrosidad para el medio ambiente, etc.

2. REALIZACIÓN DE LA EXPERIENCIA EDUCATIVA EN EL LABORATORIO

La experiencia que hemos elegido para el desarrollo de nuestro trabajo ha sido la "Determinación del % de Manganeso en una muestra de acero".

La elección de esta experiencia respecto a otras es debida a su cierto grado de complejidad en todos los aspectos relacionados con el método analítico.

De este modo, los alumnos y las alumnas podrán desarrollar un análisis completo de muestras reales, puedan observar el grado de aprendizaje que han desarrollado y comprendan lo importante del trabajo en equipo, respetando a los demás compañeros y la normativa vigente.

2.1.- Objetivo y selección de la muestra a estudiar.

Como sabemos, el hierro puro apenas tiene aplicaciones industriales. Sin embargo, formando aleaciones con carbono y otros elementos es el metal más utilizado actualmente, con gran diferencia sobre los demás metales. Como hemos comentado, además del carbono, el acero contiene otros elementos muy importantes en su estructura como pueden ser cromo o manganeso. Este último es el responsable de la forjabilidad del acero y de lo poco oxidable del mismo por ataques de sulfuros. Este metal se encuentra en una proporción que oscila entre el 0´30 % y el 0´80 % de Manganeso en acero, siendo un parámetro fundamental en la calidad de estos. Para nuestra experiencia hemos seleccionado virutas de acero comprado en una ferretería, repartiéndolo entre los dos laboratorios.

2.2.- Tratamiento de la muestra.

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

Hemos tomado 2 g de muestra, con una precisión mínima de 0´0001 g, en cada laboratorio de acero, previamente desengrasado con acetona, y lo hemos disuelto ayudándonos de ácido nítrico concentrado y en caliente. Una vez enfriada la disolución hemos enrasado en un matraz aforado hasta un volumen de **1000 mL**.

En **Granada** la cantidad de acero tomada ha sido **2,0907 g** y en **Almería 2,0709 g**.

Tratamiento muestra **Alumno controlando disolución acero**

2.3.- Selección del método de análisis.

El método de análisis seleccionado ha sido **Espectrofotometría de Absorción Molecular UV-visible**, técnica bastante interesante y que ofrece una gran precisión en sus resultados. Para ello hemos utilizado diferentes espectrofotómetros en cada laboratorio, siendo estos equipos de última generación, aunque el de Almería destaca sobre el de Granada en disponer de un equipo informático acoplado al mismo, siendo un espectrofotómetro de doble haz.

La utilización de ambos espectrofotómetros será totalmente autónoma por parte de los alumnos, siguiendo las instrucciones precisas de los profesores, pero bajo su propia responsabilidad. Con el uso de esta técnica ponemos de manifiesto que en los **IES andaluces de Formación Profesional de la rama de Química** disponemos de una tecnología totalmente adaptada a la demanda por parte de las empresas del sector.

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

IES Los Ángeles (Almeria) ***Espectrofotometros UV vis*** IES Zaidín Vergeles (Granada)

2.4.- Selección de la longitud de onda para el análisis

Realizamos el espectro del manganeso (VII) con ambos espectrofotómetros, para lo cual introducimos una **muestra patrón de Manganeso**, **5 mg Mn/L**, en el Espectrofotómetro UV vis y una referencia blanco de matriz.

Realizamos un barrido de longitudes de onda desde 470 nm hasta 600 nm y con ayuda de Excel podemos ver que el **máximo de Absorbancia** que ofrece el permanganato en todo el espectro Ultravioleta visible.

Como podemos ver en el espectro que hemos obtenido a partir de los datos obtenido, el máximo de absorción para el permanganato se encuentra en una longitud de onda de **525 nm**, que será, por tanto, la **longitud de onda** que debemos seleccionar para realizar las medidas de la muestra y de los diferentes patrones con los que realizar la recta de calibración de este método.

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

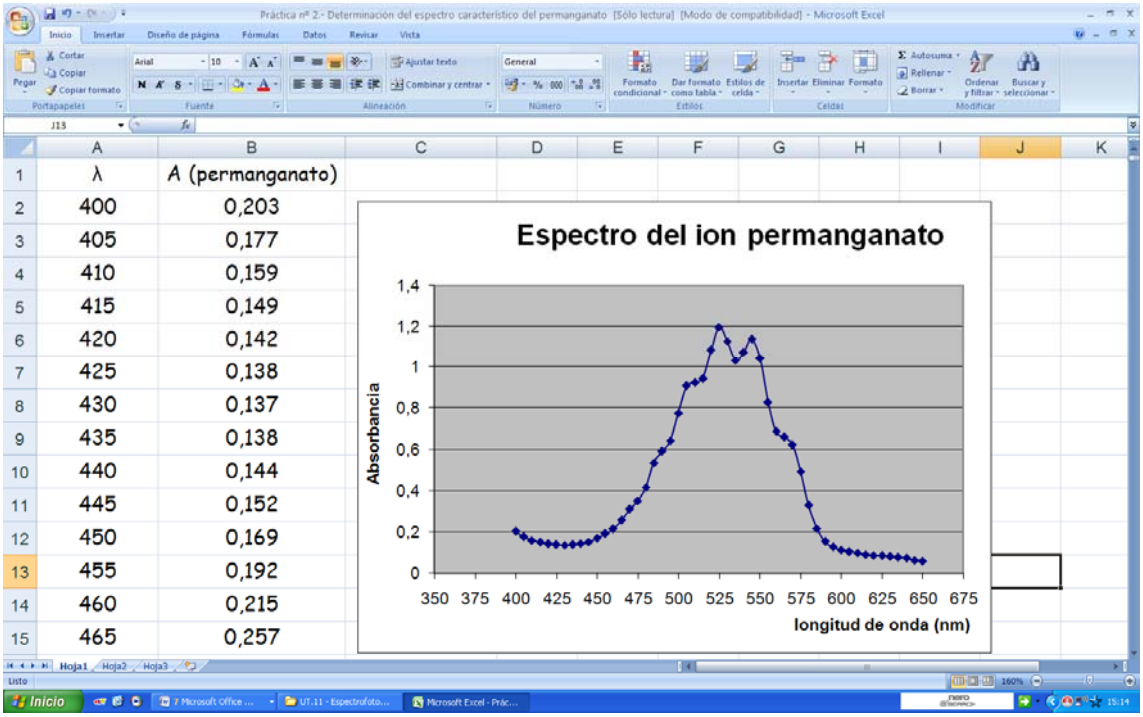


Gráfico A frente λ para permanganato

2.5.- Tratamiento disolución acero

Tomamos la muestra de acero, filtramos dicha disolución, y una vez realizado, oxidamos por medio de persulfato sódico, con lo cual el metal Mn(II) pasa a adquirir un fuerte color violeta debido a su oxidación a ión permanganato, con lo cual podemos analizarlo directamente en el espectrofotómetro al no tener interferencias significativas del resto de la matriz.

2.6.- Preparación de los patrones de medida:

2.6.1.- Preparación disolución madre:

Preparamos una disolución de 1000 mg Mn/L, para ello, tomamos 1´44 g de KMnO4 y lo diluimos en un matraz aforado de 500 mL, ya que:

$$1000\frac{mgMn}{L}\times\frac{1molMn}{54'94gMn}\times\frac{1molMn}{1molMnO_4^-}\times 0{,}500L\times\frac{158{,}04g\ \ MnO_4^-}{1mol\ \ MnO_4^-}=1{,}44gMnO_4^-$$

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

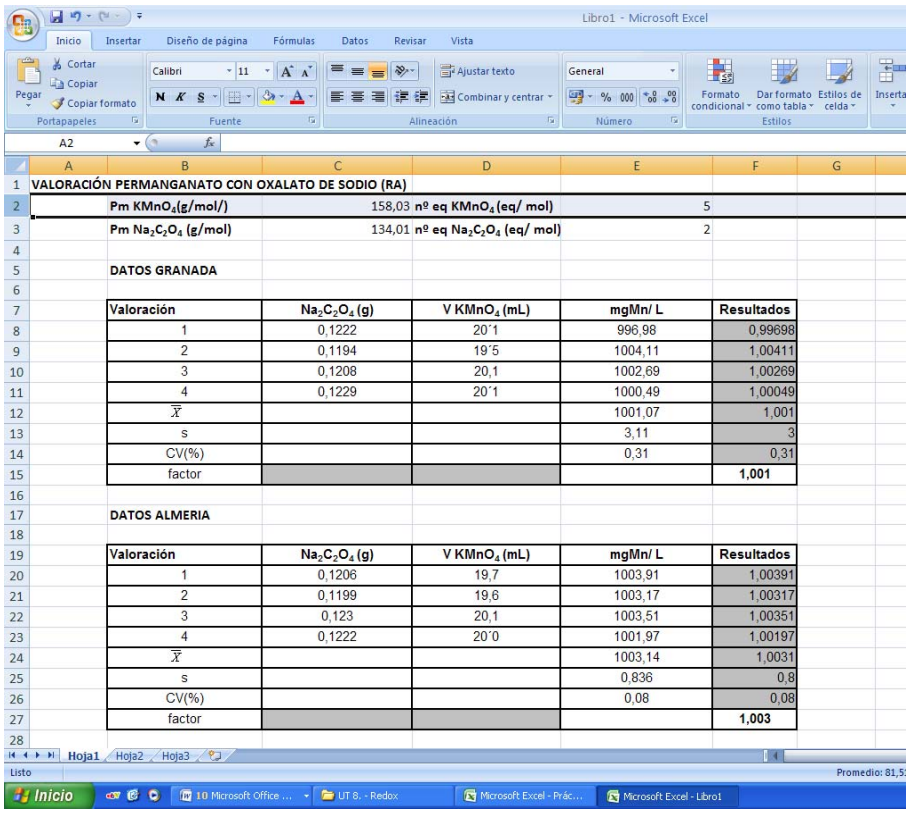
ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

Como no es patrón primario debemos contrastarlo frente a oxalato de sodio (RA), actuando de la siguiente forma: Tomamos una cantidad adecuada de oxalato de sodio y se le somete a desecación durante una hora a 110 ºC. Pasada la hora, se lleva a un desecador para dejarlo enfriar y pesamos, con la precisión de 0,1 mg, del orden de 0,1200 g de oxalato de sodio, se colocan en un matraz Erlenmeyer, se agregan 12 mL de ácido sulfúrico 1:1 y se agita hasta que el sólido se disuelve por completo.

2.6.2.- Valoración de la disolución de Manganeso (VII)

A continuación, desde una bureta de 25 mL, se calienta la disolución hasta una temperatura de 60-80°C y se valora frente a permanganato hasta la aparición de un color rosado que permanezca durante 30 segundos. En cada laboratorio realizamos 3 valoraciones para con la media poder determinar el factor de cada disolución:

Los datos obtenidos los podemos ver en la siguiente imagen, en la que podemos ver las tablas de Excel de tratamiento de los datos estadísticos del estudio de la disolución:



VALORACIÓN PERMANGANATO CON OXALATO DE SODIO (RA)

Pm $KMnO_4$(g/mol/)	158,03	nº eq $KMnO_4$ (eq/ mol)	5
Pm $Na_2C_2O_4$ (g/mol)	134,01	nº eq $Na_2C_2O_4$ (eq/ mol)	2

DATOS GRANADA

Valoración	$Na_2C_2O_4$ (g)	V $KMnO_4$ (mL)	mgMn/ L	Resultados
1	0,1222	20´1	996,98	0,99698
2	0,1194	19´5	1004,11	1,00411
3	0,1208	20,1	1002,69	1,00269
4	0,1229	20´1	1000,49	1,00049
$\overline{X}$			1001,07	1,001
s			3,11	3
CV(%)			0,31	0,31
factor				1,001

DATOS ALMERIA

Valoración	$Na_2C_2O_4$ (g)	V $KMnO_4$ (mL)	mgMn/ L	Resultados
1	0,1206	19,7	1003,91	1,00391
2	0,1199	19,6	1003,17	1,00317
3	0,123	20,1	1003,51	1,00351
4	0,1222	20´0	1001,97	1,00197
$\overline{X}$			1003,14	1,0031
s			0,836	0,8
CV(%)			0,08	0,08
factor				1,003

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

2.6.3.- Preparación de patrones de medida:

En primer lugar, preparamos una disolución hija de 100 ppm de Mn a partir de la disolución de 1000 ppm de Mn. Para ello, tomamos 50 mL de la disolución madre y los diluimos en un matraz aforado de 500 mL.

A continuación, de esta disolución madre preparamos 15 patrones de diferente concentración de Mn: tres de 1 ppm, tres de 3 ppm, tres de 5 ppm, tres de 7 ppm y, finalmente, tres de 9 ppm de Mn. Esto lo realizamos añadiendo el volumen adecuado mediante la regla de las diluciones (está recogido en la última hoja de cálculo)

Preparación de patrones para medida.

Medida de la absorbancia de patrones

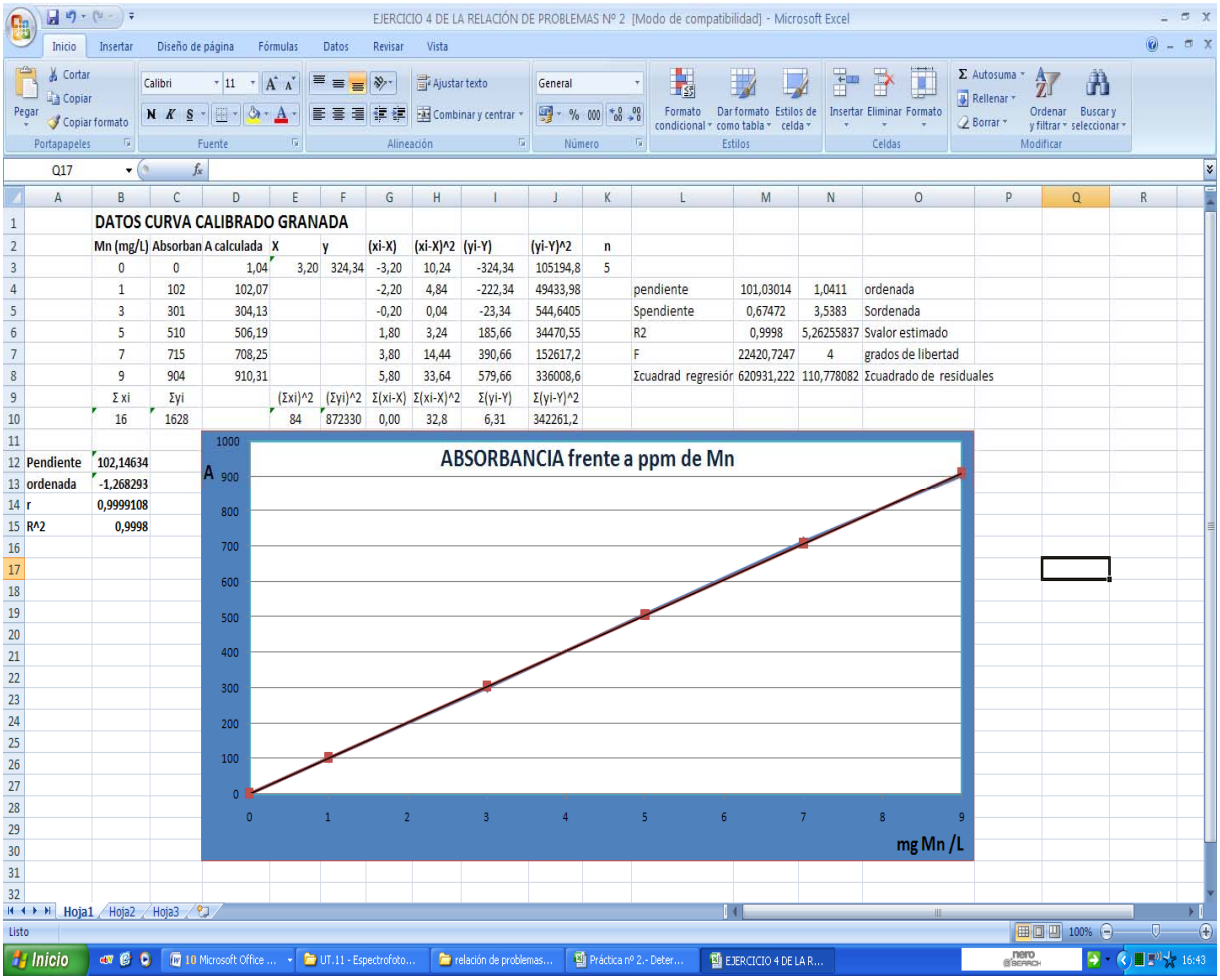
2.6.4.- Realización de la recta de regresión con ayuda de los patrones:

Introducimos cada uno de los patrones en el espectrofotómetro de Absorción Molecular UV-visible, y vamos anotando la Absorbancia que el equipo nos ofrece. Según la Ley de Lambert Beer, esta Absorbancia será proporcional a la concentración de Mn presente en cada muestra. Por tanto, mediante una recta de regresión podemos representar como varía la Absorbancia en función de los diferentes patrones (también recogido en la siguiente hoja de cálculo).

La ecuación de la recta de regresión de Granada es: **$A= 1,04+ 101,0\ C_{Mn}$**

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

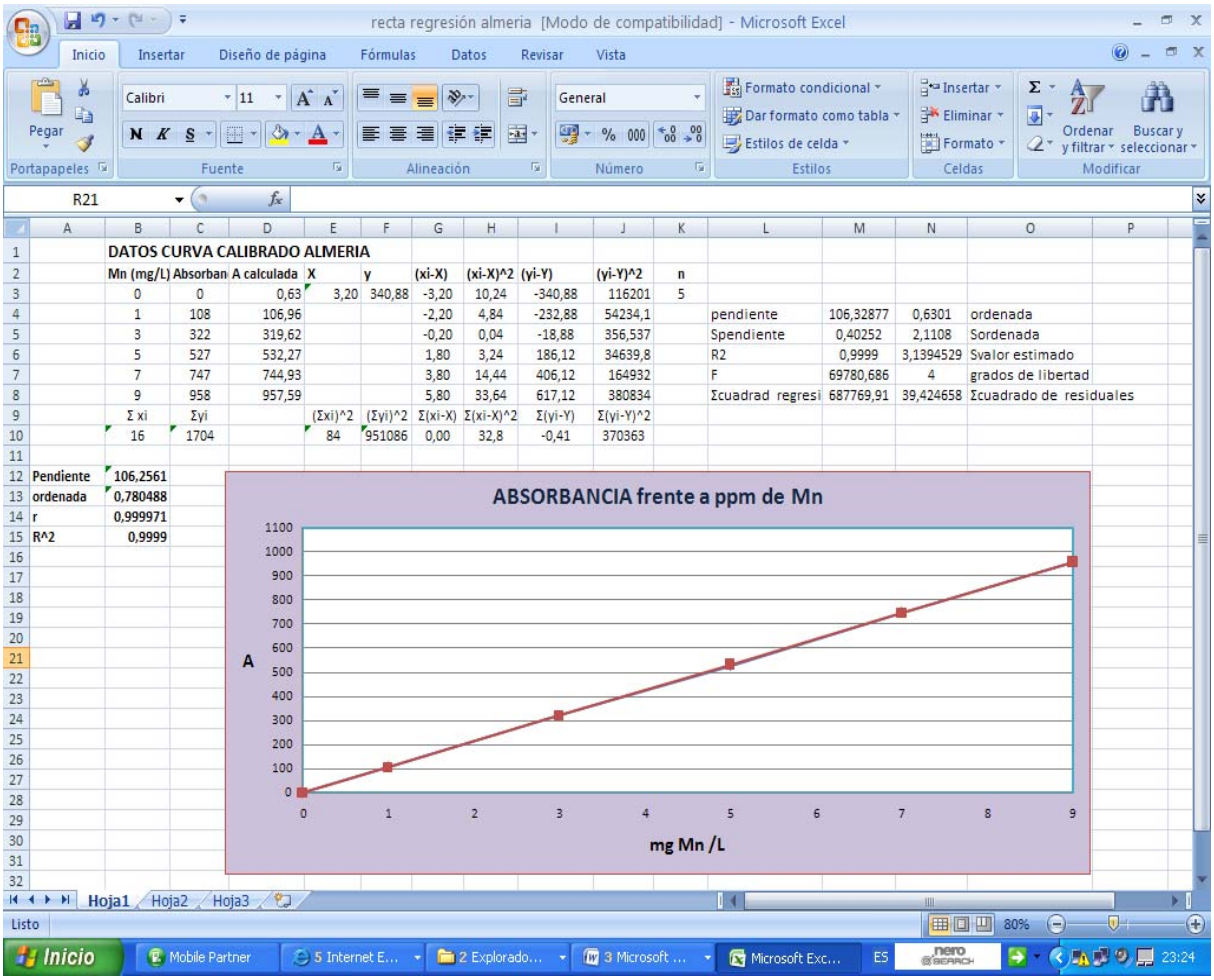


	DATOS CURVA CALIBRADO GRANADA													
	Mn (mg/L)	Absorban	A calculada	X	y	(xi-X)	(xi-X)^2	(yi-Y)	(yi-Y)^2	n				
	0	0	1,04	3,20	324,34	-3,20	10,24	-324,34	105194,8	5				
	1	102	102,07			-2,20	4,84	-222,34	49433,98		pendiente	101,03014	1,0411	ordenada
	3	301	304,13			-0,20	0,04	-23,34	544,6405		Spendiente	0,67472	3,5383	Sordenada
	5	510	506,19			1,80	3,24	185,66	34470,55		R2	0,9998	5,26255837	Svalor estimado
	7	715	708,25			3,80	14,44	390,66	152617,2		F	22420,7247	4	grados de libertad
	9	904	910,31			5,80	33,64	579,66	336008,6		Σcuadrad regresiór	620931,222	110,778082	Σcuadrado de residuales
	Σ xi	Σyi		(Σxi)^2	(Σyi)^2	Σ(xi-X)	Σ(xi-X)^2	Σ(yi-Y)	Σ(yi-Y)^2					
	16	1628		84	872330	0,00	32,8	6,31	342261,2					
Pendiente	102,14634													
ordenada	-1,268293													
r	0,9999108													
R^2	0,9998													

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

Trabajando de mismo modo, los datos de la curva de calibrado de Almería son: **A= 0,63+ 106,3 C_{Mn}**



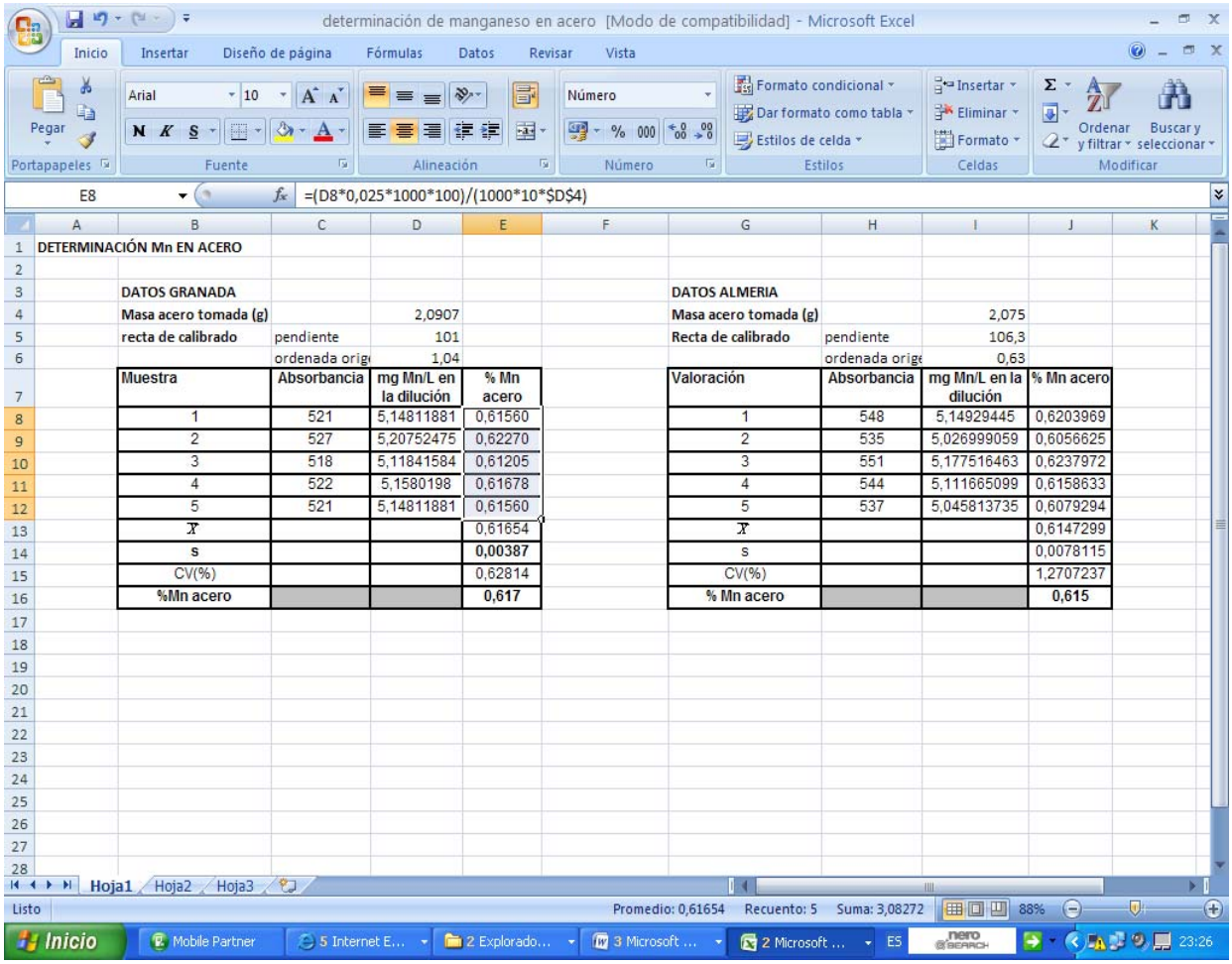
	DATOS CURVA CALIBRADO ALMERIA													
	Mn (mg/L)	Absorban	A calculada	X	y	(xi-X)	(xi-X)^2	(yi-Y)	(yi-Y)^2	n				
	0	0	0,63	3,20	340,88	-3,20	10,24	-340,88	116201	5				
	1	108	106,96			-2,20	4,84	-232,88	54234,1		pendiente	106,32877	0,6301	ordenada
	3	322	319,62			-0,20	0,04	-18,88	356,537		Spendiente	0,40252	2,1108	Sordenada
	5	527	532,27			1,80	3,24	186,12	34639,8		R2	0,9999	3,1394529	Svalor estimado
	7	747	744,93			3,80	14,44	406,12	164932		F	69780,686	4	grados de libertad
	9	958	957,59			5,80	33,64	617,12	380834		Σcuadrad regresi	687769,91	39,424658	Σcuadrado de residuales
	Σ xi	Σyi		(Σxi)^2	(Σyi)^2	Σ(xi-X)	Σ(xi-X)^2	Σ(yi-Y)	Σ(yi-Y)^2					
	16	1704		84	951086	0,00	32,8	-0,41	370363					
Pendiente	106,2561													
ordenada	0,780488													
r	0,999971													
R^2	0,9999													

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

2.7. – Medida de las réplicas de la muestra de acero:

Para ello, en cada laboratorio hemos tomado 10 mL de la disolución de acero y los hemos llevado a un volumen final de 25 mL. De esta forma hemos analizado 5 réplicas de la muestra, las cuáles las hemos preparado obteniéndose los resultados recogidos en la siguiente hoja de cálculo.



DETERMINACIÓN Mn EN ACERO

DATOS GRANADA			
Masa acero tomada (g)		2,0907	
recta de calibrado	pendiente	101	
	ordenada origi	1,04	
Muestra	Absorbancia	mg Mn/L en la dilución	% Mn acero
1	521	5,14811881	0,61560
2	527	5,20752475	0,62270
3	518	5,11841584	0,61205
4	522	5,1580198	0,61678
5	521	5,14811881	0,61560
$\bar{x}$			0,61654
s			0,00387
CV(%)			0,62814
%Mn acero			0,617

DATOS ALMERIA			
Masa acero tomada (g)		2,075	
Recta de calibrado	pendiente	106,3	
	ordenada origi	0,63	
Valoración	Absorbancia	mg Mn/L en la dilución	% Mn acero
1	548	5,14929445	0,6203969
2	535	5,026999059	0,6056625
3	551	5,177516463	0,6237972
4	544	5,111665099	0,6158633
5	537	5,045813735	0,6079294
$\bar{x}$			0,6147299
s			0,0078115
CV(%)			1,2707237
% Mn acero			0,615

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

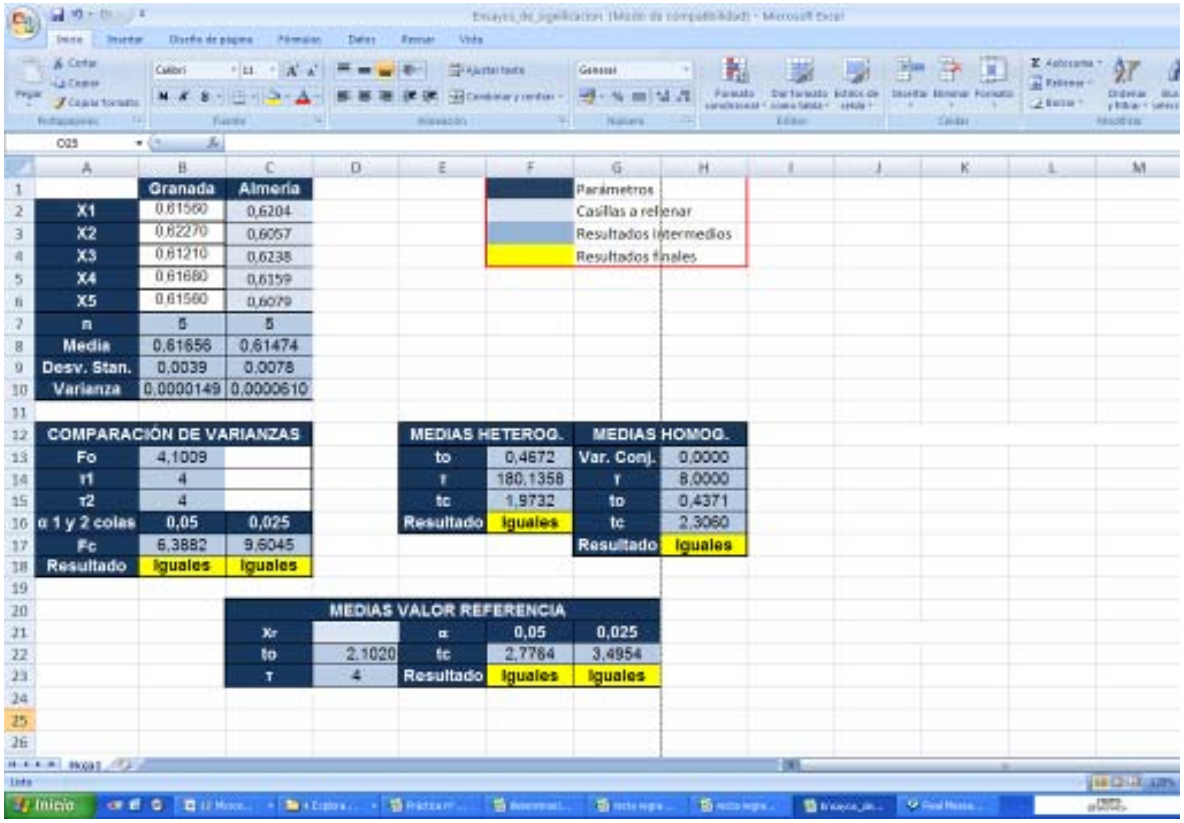
ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

En resumen, los resultados en cada laboratorio son los siguientes:

Granada: % Mn acero: 0,617 % Almería: % Mn acero: 0,615 %

S: 0,004 % S: 0,008 %

Para saber si estos resultados son significativamente iguales, realizamos diferentes test de hipótesis en los que ver si la varianza es homogénea, vemos que si lo son, con ello realizamos el test de comparación de medias, sale que las medias son iguales, y que las varianzas son iguales.



	Granada	Almería
X1	0,61560	0,6204
X2	0,62270	0,6057
X3	0,61210	0,6238
X4	0,61680	0,6159
X5	0,61560	0,6079
n	5	5
Media	0,61656	0,61474
Desv. Stan.	0,0039	0,0078
Varianza	0,0000149	0,0000610

Parámetros	
Casillas a rellenar	
Resultados intermedios	
Resultados finales	

COMPARACIÓN DE VARIANZAS		
Fo	4,1009	
ν1	4	
ν2	4	
α 1 y 2 colas	0,05	0,025
Fc	6,3882	9,6045
Resultado	Iguales	Iguales

MEDIAS HETEROG.		MEDIAS HOMOG.	
to	0,4672	Var. Conj.	0,0000
ν	180,1358	ν	8,0000
tc	1,9732	to	0,4371
Resultado	Iguales	tc	2,3060
		Resultado	Iguales

MEDIAS VALOR REFERENCIA				
Xr		α	0,05	0,025
to	2,1020	tc	2,7764	3,4954
ν	4	Resultado	Iguales	Iguales

REVISTA DIGITAL INNOVACIÓN Y EXPERIENCIAS EDUCATIVAS

ISSN 1988-6047 DEP. LEGAL: GR 2922/2007 Nº 22- SEPTIEMBRE DE 2009

CONCLUSIÓN:

En lo referente a los resultados obtenidos podemos decir que en ambos laboratorios se ha trabajado siguiendo unas mismas pautas, además de obtener un resultado similar, que aunque no podemos comparar con un supuesto verdadero es bastante asumible dadas las características del acero.

La valoración general de la experiencia educativa ha resultado muy satisfactoria e ilustrativa ya que se trata de una actividad que ha dado mucho de sí, especialmente desde el punto de vista de la discusión de los resultados, introducción de conceptos relativos a calidad, utilizando en todo momento las posibilidades que nos ofrecen las nuevas tecnologías de la información, destacando el empleo de una herramienta fundamental para el tratamiento estadístico de los resultados, como es el caso de la hoja de cálculo.

Por otro lado, resaltar el elvado y constante grado de participación entre el alumnado de ambos centros, tanto en el intercambio de información, resolución de dudas, como en la discusión de los resultados obtenidos tras la experiencia de laboratorio y el correspondiente tratamiento estadístico de los mismos.

REFERENCIAS:

- Skoog West Holler y Crouch. *Química Analítica*. McGraw Hill. Séptima Edición. 2001. México.
- Miller y Miller. Estadística para Química Analítica. Ed. John Wiley. 2002.
- Valcárcel y Ríos. *La calidad en los laboratorios analíticos.* Ed. Reverté. 1992.

Autoría

- **Nombre y Apellidos:**

CARLOS JAVIER GARCÍA MACHADO.

BEATRIZ PRETEL VALLEJO.

JOAQUÍN RUIZ MOLINA.

MARÍA DEL CARMEN SALVADOR SALVADOR.

- E-mail:

jruizmolina@mixmail.com