



Millora del nivell de formació realitzen pràctiques en Serveis de Suport a la Recerca. Un cas pràctic real.

Autor: J.Bartrolí, J.Coello, A.Lermo, M^aJ.Sanchez, R.Olivé.

Departament: Química UAB

E-Mail: Jordi.Bartroli@uab.cat

Coautors: J.M^a.Paulis, A.Eustaquio, M^aJ.Berge

Motivació del projecte. Diagnosi de la situació inicial

Mantenir els laboratoris de pràctiques de titulacions experimentals “actualitzats”, és a dir incorporant tècniques que es fan servir de manera habitual a la indústria o la recerca, és una feina gairebé impossible degut, en primer lloc, a l'alt cost de la instrumentació implicada, però també a la dificultat de mantenir els instruments en perfecte estat d'operació, ja que els laboratoris de pràctiques funcionen només durant unes hores en un període determinat de l'any i la nova instrumentació està pensada per a funcionar contínuament, amb un gran esforç per a la posta a punt de l'aparell i una gran facilitat de manteniment en un règim continu.

Un tema que va paral·lel a la sofisticació de la instrumentació és el del tipus de problema al que s'enfronten els alumnes. Els aparells senzills del que es disposa als laboratoris permeten abordar problemes senzills, centrats només en la mesura d'una mostra, i d'aquesta forma no es fa èmfasi en que el procés d'anàlisi comporta moltes etapes (presa de mostra, tractament previ, etc...) abans d'arribar a la mesura pròpiament dita. Unes pràctiques ben dissenyades han de tenir tot això en compte.

Fins ara, com a mínim en el que coneixem de la nostra Facultat de Ciències, s'ha desapropiat l'existència de serveis generals d'instrumentació, creats, inicialment, per a donar suport a la recerca. En particular, el Servei d'Anàlisi Química (SAQ) disposa actualment de gran part de les tècniques instrumentals d'anàlisi punteres amb un manteniment constant de les seves instal·lacions i actualització de les seves mètodes aplicades a problemes analítics reals, tant de recerca com de l'entorn socioeconòmic.

La motivació del present projecte és intentar aprofitar els recursos de que disposa el SAQ per a que alumnes de diferents titulacions (Químiques, Ciències Ambientals i Enginyeria Química) puguin fer pràctiques d'anàlisi instrumental amb aparells de característiques similars als que es trobaran quan surtin de la Universitat i tractant els problemes analítics amb una perspectiva global.

Finalitat del projecte

En aquest projecte volem assajar si és possible compaginar el desenvolupament d'assignatures de caire pràctic en espais de serveis generals d'instrumentació de la Universitat.



Això que podria semblar senzill no ho és tant, en la mesura que a les assignatures pràctiques hi ha un gran nombre d'alumnes que podria col·lapsar el funcionament normal del servei si el seu personal hagués de fer alguna cosa més que el suport tècnic. Implica que, per part de l'equip docent que desenvoluparà el projecte, sigui necessari un esforç en la preparació de materials docents que permetin als alumnes entendre el problema d'anàlisi abordat i enfrontar-se al repte que presenta la utilització d'instrumentació sofisticada. Si l'experiència és reeixida, podria ser una bona eina per a l'adaptació de titulacions experimentals a l'espai educatiu europeu amb crèdits ECTS.

Metodologia del projecte

La ciència química no és una estructura acabada sinó una estructura que creix, en la qual encara busquem la resposta a diferents preguntes. Qualsevol resposta a aquestes preguntes normalment demana el disseny d'experiments, i d'un utilitatge i una instrumentació concreta, i en conjunt no hi ha la certesa de quin serà el resultat. És difícil d'aconseguir observacions objectives si ja se sap el resultat o si els experiments s'ajusten a un text o a un curs magistral. En el projecte que es presenta, s'insisteix principalment en el "temps de laboratori", entenent que preparar-s'hi i pensar-hi després són també aspectes tant o més importants, inclosos en l'estructura del projecte.

L'estudi atent del conjunt de materials (campus virtual UAB, programes de simulacions, documents específics ...) ha de permetre a l'alumne anar al laboratori del SAQ amb una idea ben clara de quin és l'objectiu de l'experiència a desenvolupar i per què s'utilitza un determinant procediment, instrumentació i metodologia; només així, el "temps de laboratori" pot esdevenir comprensible i interessant. La finalitat de les simulacions, en aquest cas d'un cromatògraf de gasos (GC), és que permeten que l'alumne vegi el resultat de la seva tria i, en conseqüència, li donen la possibilitat de prendre decisions i d'equivocar-se (un aspecte important de l'aprenentatge) abans d'entrar al SAQ i de treballar amb instruments i metodologies complexes.

La pràctica comença amb la presa de mostres d'aigua a les piscines del Servei d'Activitat Física (SAF) de la UAB, on s'explica la metodologia de la presa de mostra i les precaucions (tractaments) que s'han de fer amb la finalitat de que sigui representativa i de que arribi al SAQ en perfectes condicions. Després, es continua al SAQ on es realitza una descripció i explicació del funcionament d'un cromatògraf de gasos de darrera generació i d'un mostrejador d'espai en cap (veure apartat següent) i la determinació quantitativa dels trihalometants (THM) en les mostres acabades de recollir mitjançant cromatografia de gasos, amb un detector de captura electrònica i mostrejador. L'alumne haurà de fer els càlculs necessaris per obtenir els resultats a partir de les dades primàries subministrades pel cromatògraf, prèvia calibració del mateix. Aquestes dades les rep l'alumne via e-mail.

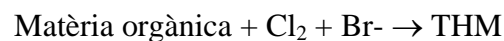
El temps de realització de la pràctica és d'una tarda (4h). Es formen dos grups de pràctiques d'aproximadament 30 alumnes cadascun. Per a cada grup es formen grups de dos alumnes i cada tarda hi ha simultàniament dues parelles realitzant la pràctica. Això comporta programar unes 15 sessions de pràctiques. Una parella analitza els THM de la piscina petita i l'altra parella els THM de la piscina gran del SAF. Per a cada grup hi ha



un professor i un tècnic del SAQ. L'avaluació de la pràctica s'obté a partir de l'avaluació de l'informe presentat pels alumnes.

Importància de la determinació dels THM

La fórmula general dels trihalometans (THM) és CHX_3 ($\text{X} = \text{Cl}$ i/o Br). Els quatre compostos d'aquest grup controlats són el cloroform, el diclorobromometà, el clorodibromometà i el bromoform. La formació del THM a l'aigua tractada es deu a la reacció següent:



La preocupació per possibles riscos per a la salut de les persones, el fet que alguns causin càncer en animals de laboratori i que diversos estudis hagin revelat possibles riscos en la reproducció i desenvolupament en els humans fan que hi hagi un interès creixent per aquest tipus de compostos. No cal oblidar, però, que les regulacions actuals fixen límits, només a les aigües de beguda (menys de 150 ppb), que són quatre ordres de magnitud inferiors als considerats adversos per a la salut humana. Cal tenir en compte, però, que existeixen unes altres fonts d'exposició als THM, com aigües de piscines, l'aigua de la dutxa, sense menysprear d'altres factors de risc, molt difícils de separar dels assignables als THM de l'aigua potable. En aquest sentit, la Agència per a la Protecció Ambiental del EE.UU (EPA) assenyala que una persona pot patir una exposició als THM a l'entorn de dues vegades superior per efecte d'inhalació i adsorció epidèrmica que bevent dos litres de la mateixa aigua.

Problemàtica de la anàlisi de ppb. Determinació dels THM

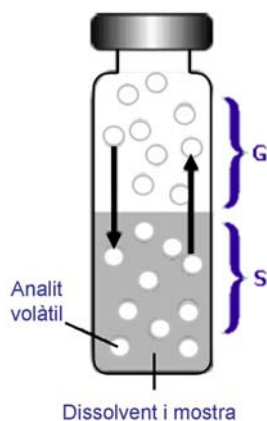
La problemàtica de la anàlisi de ppb (parts per bilió) entra clarament en una part de la Química Analítica anomenada anàlisi de traces, que té una importància creixent en diferents camps i en especial en temes ambientals. Per descomptat, que trobar una de manera selectiva **una** molècula, espècie o ió, en mig d'una matriu complexa d'un **bilió** d'altres molècules, espècies o ions no és una tasca trivial. En aquest sentit, el procés analític ha d'incloure necessàriament una etapa de pretractament de la mostra juntament amb instrumentació altament sofisticada i un procediment perfectament pautat i a poder ser homologat.

L'opció possiblement més simple per a la anàlisi dels THM és el mètode d'espai de cap com a mètode de concentració o pretractament i la anàlisi posterior per cromatografia de gasos amb detector de captura electrònica (GC-ECD). Aquesta metodologia analítica és la emprada a Aigües de Barcelona i ha servit de base per a la seva implementació al Servei d'Anàlisi Químic de la UAB. Aquests projecte d'implementació és va dur a terme per la necessitat de poder prendre mostres d'una manera continuada en diferents etapes del funcionament de les piscines del Servei d'Activitat Física (SAF) de la UAB com a indicadors de millora de la qualitat ambiental en funció del tipus de tractament aplicat ozó o clor dins del projecte de "Plan Nacional" "Microsensores de ozono y cloro. Tecnologías del ozono"



El *head space* és molt utilitzat per a l'anàlisi de substàncies volàtils o semivolàtils presents en mostres tant de caràcter sòlid, líquid com gasos. Aquesta tècnica mostra grans avantatges en anàlisis amb matrius complexes on es requereix una extracció o preparació de l'analit molt elaborada. Amb el *head space* es poden analitzar aquestes mostres amb un pretractament mínim o nul.

La mostra es prepara en un vial que conte dos fases, una d'elles, anomenada fase mostra, que conté la mostra, i l'altra anomenada fase gas o *head space* és la part del vial que s'injecta al CG. En la figura 1 es mostra un vial *head space*



G és la fase gas que s'anomena *head space* i on es troba majoritàriament l'analit. El pas de l'analit a fase gas no és quantitatiu.

S és la fase mostra que conté els compostos que ens interessa analitzar, poden ser mostres tant líquides com sòlides.

Figura 1. Vial *head space*

En el moment en què s'ha introduït la mostra dintre el vial i aquest ha estat precintat, parts de l'analit volàtil es difonen a la fase gas o *head space*. El procés es finalitza quan mitjançant l'aplicació d'una font de calor corresponent a la temperatura d'evaporació de l'analit s'arriba a una situació d'equilibri entre la fase mostra i la fase gas. Per aquesta raó, el pas de l'analit a la fase gas no és quantitatiu però la distribució és perfectament reproducible i controlable, tot i la dificultat de determinar quantitats tan petites d'analit (ppb). La temperatura aplicada a la mostra no pot superar mai la temperatura d'ebullició del dissolvent que la conté. En aquest cas per raons de sobrepressió el vial es podria trencar i l'anàlisi no es podria realitzar.

La senzillesa que comporta aquesta tècnica pel que fa al pretractament de la mostra i els bons resultats obtinguts per a l'anàlisi de mostres amb característiques físico-químiques corresponents a les descrites en aquest apartat, han fet que la popularitat d'aquesta tècnica anés creixent amb els recents anys, inclús ser acceptada per a la detecció d'alcohol en sang o per a la detecció de dissolvents residuals en els productes farmacèutics.

Avaluació del projecte

Un dels punt importants a avaluar d'aquest projecte és la compatibilitat d'utilitzar el SAQ com a lloc on desenvolupar l'activitat docent en entorns altament sofisticats en instrumentació i sense interferir en el desenvolupament de les activitats de suport a la recerca experimental que realitza el SAQ. És evident que el millor resultat que mostra la compatibilitat d'emprar els laboratoris del SAQ com espai docent és el manteniment de la seva eficàcia (cap augment significatiu d'incidències en els seus



III Jornada d'Innovació Docent 2006

procediment) i el manteniment de la seva activitat perfectament quantificada en les seves memòries.

La presència simultània de quatre alumnes durant 15 tardes pot afectar significativament el funcionament "normal" del SAQ, i més si es té en compte la presència a la vegada d'un professor de l'equip docent del projecte i la dedicació d'un tècnic del SAF. El conjunt d'activitats previs a l'entrada dels alumnes als laboratoris del SAQ (inclou tècniques de simulació, informe i discussió d'autoavaluació) ha d'ajudar a fer mínima la afectació del seu normal desenvolupament d'activitats, però no és gratuït el suposar un augment d'incidències (descalibracions d'aparells, augment significatiu d'errors i d'averies instrumentals, no conformitats, consums excessius...) i una disminució del seu rendiment (menor nombre d'anàlisis per a suport de la recerca realitzats tant amb les tècniques utilitzades en les pràctiques com en el conjunt de l'activitat del SAQ).

En aquest sentit, hi ha un informe del SAQ, de data 6 de maig de 2006, que en el seu apartat 2 diu textualment “ Des del punt de vista del SAQ, l'experiència és perfectament assumible no havent provocat cap distorsió greu en la compacta programació de treballs, degut a la programació amb prou antelació”.

Per un altra banda, l'opinió dels alumnes també és rellevant per avaluar aquest projecte, ja que són ells els màxims beneficiats. Per aquest motiu al final de la pràctica cada alumna omple una enquesta anònima i la lliura el mateix moment en caixa urna.

Els resultats d'aquesta enquesta han estat molt satisfactoris. Per exemple, dels 69 alumnes enquestats un 95% creu que val la pena realitzar el mostreig en la piscina del SAF. 9 de cada 10 alumnes ha considerat bastant o molt interessant la realització de la mateixa i un 95% considera que aquesta pràctica a influït molt en la seva formació en cromatografia de gasos. La resta de l'enquesta mostra valors de satisfacció similars en diferents aspectes del conjunt de la pràctica.

Un cop acabades les pràctiques es reuneixen els resultats obtinguts de la determinació quantitativa de THM d'un grup de pràctiques (~30 alumnes) i es comparen amb els resultats obtinguts els mateixos dies, pels investigadors especialitzats que treballen en el projecte de “Plan Nacional” de manera continuada i sistemàtica en la monitorització d'aquest paràmetres. En la figura 2, s'observa que els resultats obtinguts són comparables. Aquest fet evidencia el bon disseny de la pràctica i la repetibilitat del mètode emprat en les anàlisis.

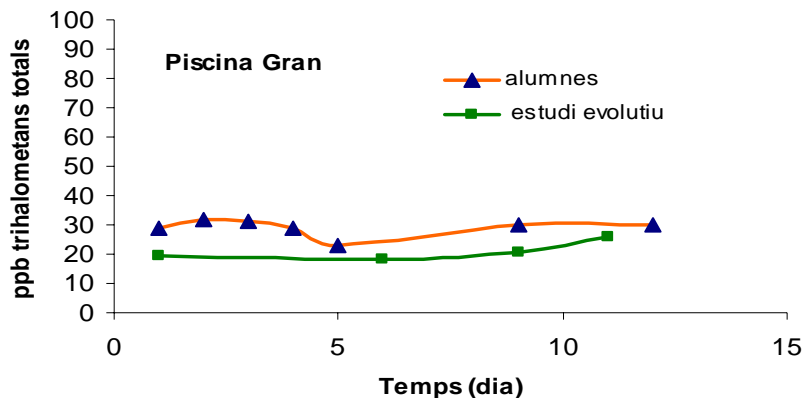


Figura 2. Comparació dels resultats obtinguts pels alumnes amb els obtinguts en l'estudi de la evolució dels THM amb l'ozonització quan el tractament està en regim.

A més, en la figura 3 es mostren els resultats obtinguts pels alumnes en la determinació quantitativa de THM totals, tan per a la piscina petita com per a la gran, en un període de 2 setmanes.

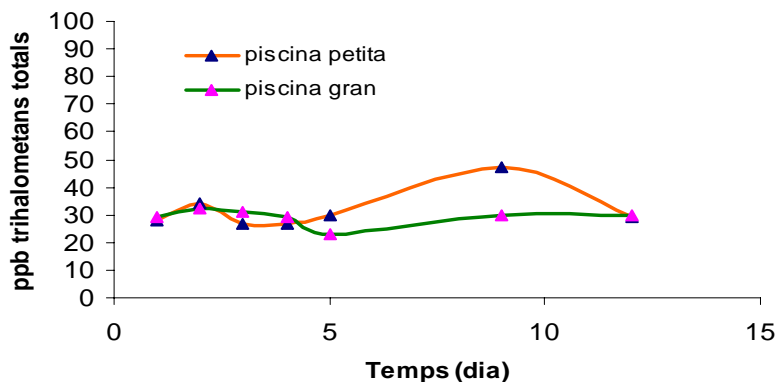


Figura 3. Determinació quantitativa dels trihalometans pels alumnes de la titulació de Química.

La major fluctuació en els resultats obtinguts en la determinació de THM en la piscina petita poden ser causats per una major utilització d'aquesta i un volum d'aigua més petit que en la piscina gran. En aquesta última les activitats realitzades són proporcionalment menors i més regulars.

En conjunt, aquestes dades quantitatives avalen les apreciacions més qualitatives del SAQ i els resultats de l'enquesta i obren una perspectiva engrescadora respecta a la possible utilització del Serveis de Recerca com a eines docents per a la realització de pràctiques en la perspectiva dels ECTS.