# PROFUNDIZACIÓN DEL CONOCIMIENTO DE TÉCNICAS ANALÍTICAS A TRAVÉS DE PRÁCTICAS AVANZADAS Y MAYOR GRADO DE PARTICIPACIÓN DEL ALUMNO EN EL LABORATORIO

# Nicolás Nario<sup>1</sup>, Eliana Durante<sup>1</sup>, Daniela Rodríguez-Zentner<sup>1</sup>, Mónica B. Álvarez<sup>1,2</sup>, Mariano Garrido<sup>1,2</sup> y Claudia E. Domini<sup>1,2\*</sup>

- 1- Departamento de Química, Universidad Nacional del Sur, Av. Alem 1253 PB, Bahía Blanca, Buenos Aires, Argentina
- 2- Instituto de Química del Sur (INQUISUR, UNS-CONICET), Av. Alem 1253 PB, Bahía Blanca, Buenos Aires, Argentina

E-mail: cdomini@criba.edu.ar

#### Resumen

En este trabajo se propone una estrategia docente que permite a los alumnos profundizar el conocimiento de técnicas analíticas a través de una participación central y activa del estudiante de Licenciatura en Química en el laboratorio de Prácticas de Química Analítica.

#### **Palabras Claves**

Prácticas de Química Analítica; Técnicas analíticas; Integración de capacidades

# Introducción y objetivos de la propuesta a presentar

En este trabajo presentamos una experiencia didáctica desarrollada en la asignatura "Prácticas de Química Analítica", perteneciente al cuarto año del plan de estudios de la carrera de Licenciatura en Química que se dicta en el Departamento de Química de la Universidad Nacional del Sur.

Esta asignatura apunta a que los alumnos entren en contacto tanto con el material de laboratorio analítico como con los instrumentos disponibles para lograr el aprendizaje de las distintas técnicas analíticas. De esta forma, deben emplear los conocimientos adquiridos en las asignaturas anteriores, netamente teóricas, del área de Química Analítica: Química Analítica Fundamental, Química Analítica Instrumental y Quimiometría.

Por tratarse de una asignatura exclusivamente práctica, las clases se desarrollan en el laboratorio. Durante los tres primeros meses, los alumnos realizan trabajos prácticos pautados por la cátedra en forma individual con la presentación de un informe incluyendo los cálculos realizados y los resultados obtenidos.

Hemos observado, frente esta modalidad de enseñanza que separa la teoría de la práctica y desarrolla trabajos de laboratorio siguiendo un protocolo establecido, que los alumnos no están motivados hacia el aprendizaje de las técnicas analíticas ni profundizan en su conocimiento.

Esta situación llevó a implementar, para el último mes de cursado de la asignatura, un cambio en la forma de trabajo. La propuesta consistió en que los alumnos, en grupos de dos o tres, planteen un problema analítico de su interés y las posibles estrategias para resolverlo. Son ellos quienes seleccionan los posibles tratamientos previos que se deben aplicar a la muestra y qué técnicas analíticas se deberán utilizar. La idea constituye una aplicación del llamado aprendizaje basado en problemas, que intenta promover, adquirir y/o consolidar competencias necesarias para la formación integral de los estudiantes. Algunos autores afirman que los estudiantes aprenden más, mejor y de forma más duradera empleando este tipo de metodologías [1,2].

El objetivo de esta nueva manera de llevar adelante las prácticas de Química Analítica consiste en que los alumnos asuman un rol activo desde la planificación del trabajo y el desarrollo del mismo hasta la obtención de los resultados. El trabajo en forma grupal posibilita la discusión e intercambio de ideas para llegar a la resolución del problema.

# Descripción de la propuesta educativa

En el último mes de clases, los grupos de alumnos realizan una búsqueda bibliográfica exhaustiva relacionada con un tema de su interés (es decir, la determinación de algún analito en una dada muestra real). Luego los alumnos proponen cómo llevarán a cabo la determinación analítica y consultan con la cátedra la factibilidad de la misma, corroborando la disponibilidad de reactivos e instrumentación apropiada. Una vez realizada esta consulta los alumnos comienzan con el desarrollo del trabajo, el cual concluye con la presentación de una monografía y una exposición oral a modo de resumen de la labor realizada.

A continuación se ejemplifica esta propuesta a través de uno de los trabajos presentados durante el cursado del primer cuatrimestre del año 2015.

El analito seleccionado fue el paracetamol, conocido por su acción analgésica y antipirética cuyo uso se halla muy difundido en todo el mundo. El principio activo es adecuado para los pacientes que son sensibles a la aspirina y es seguro en dosis terapéuticas. En nuestro país se encuentra autorizado por el Ministerio de Salud.

Luego de consultar la bibliografía, los alumnos observaron que se han utilizado un gran número de técnicas analíticas para la determinación de paracetamol o acetaminofeno (N-acetil-p-aminofenol) en diferentes formulaciones farmacéuticas. Entre ellas se pueden citar técnicas electroquímicas [3], técnicas separativas como cromatografía líquida de alta resolución (HPLC) [4] y la espectrometría UV-V usada normalmente como método de referencia por la Farmacopea de los Estados Unidos [5], espectrofluorimetría [6], conductimetría [7], entre otras. En base a lo investigado, los alumnos propusieron tres métodos analíticos para llevar a cabo el análisis de paracetamol en dos marcas de venta libre: determinación por espectrometría de absorción molecular UV-Vis, por espectrofluorimetría y mediante conductimetría.

# Método espectrofotométrico UV-Vis

La muestra se preparó de la siguiente manera: Se estableció el peso promedio de un comprimido. Luego, a partir de los comprimidos pulverizados, se pesó en balanza analítica una cantidad de paracetamol. A la muestra pesada se le agregó NaOH 0,1 M, homogeneizando la solución y luego se transfirió a un matraz aforado de 250 mL llevando a volumen con agua destilada. A continuación esta solución se filtró (papel de poro medio) y se realizó una dilución 1:100.

Posteriormente, se realizó una curva de calibrado y la absorbancia de la muestra fue leída directamente a una longitud de onda,  $\lambda$  = 244 nm.

# Método fluorimétrico

Se preparó una disolución patrón de paracetamol a la que se agregaron 5 mL de una solución reguladora de  $Na_2CO_3/H_3BO_3$  0,4 M (pH 10,0) y 2 mL de hipoclorito de sodio  $10^{-2}$  M, diluyendo la mezcla con agua destilada hasta aproximadamente 20 mL y calentando a 80°C durante 2 minutos. Se dejó enfriar y se trasvasó a un matraz aforado de 25 mL llevando a volumen con agua destilada. Las intensidades de fluorescencia se midieron a  $\lambda_{emisión}$  = 427 nm y  $\lambda_{excitación}$  = 335 nm. La muestra se preparó siguiendo el mismo procedimiento.

#### Método conductimétrico

Se pesó en balanza analítica una cantidad conocida de muestra, se trasvasó a la celda conductimétrica y se agregó agua destilada y 0,3 mL NH<sub>4</sub>OH concentrado. Las muestras fueron tituladas con NaOH previamente valorado.

El análisis de los resultados obtenidos por medio de los tres métodos se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1: Resultados de la determinación de paracetamol.

Marca	Método	Valor rotulado de	Valor obtenido de
		paracetamol	paracetamol

		(g/comprimido)	(g/comprimido)*
Tafirol®	UV	0,5	$(0.45 \pm 0.01)$
	Fluorescencia	0,5	$(0.44 \pm 0.02)$
	Conductimetría	0,5	$(0.40 \pm 0.01)$
Raffo®	UV	1	$(0.94 \pm 0.02)$
	Fluorescencia	1	$(0.75 \pm 0.04)$
	Conductimetría	1	$(0.79 \pm 0.05)$

<sup>\*</sup> promedio de tres determinaciones

# Evaluación de la propuesta

La evaluación se llevó a cabo mediante el seguimiento de los alumnos en el laboratorio, compartiendo sus deducciones y las explicaciones sobre sus experiencias. Posteriormente, se requirió la presentación de un informe detallado de sus actividades y los resultados obtenidos. Para finalizar, los alumnos realizaron una exposición oral de su trabajo, defendiendo sus decisiones frente a las cuestiones planteadas por docentes y compañeros. Se generó de esta manera un ámbito de debate y autoevaluación acerca de los logros alcanzados durante el cuatrimestre. Uno de los puntos interesantes del trabajo presentado fue el análisis crítico de los resultados obtenidos para las técnicas de fluorescencia y conductimetría, que arrojaron valores inferiores a los esperados. A raíz de esta discusión se profundizaron conceptos relacionados con los errores sistemáticos, el sesgo en las medidas químicas y la validación de métodos analíticos.

#### Conclusiones

La modalidad de trabajo planteada logró que los alumnos tomaran una postura activa frente al desafío propuesto. La experiencia se llevó a cabo en un clima de entusiasmo, con una buena comunicación y apoyo entre los pares y con mayor fluidez en la relación docente/alumno. Pudimos constatar que se profundizaron los contenidos y habilidades relacionadas con las técnicas aplicadas, alcanzando una integración de saberes y habilidades adquiridos a lo largo de la carrera en las asignaturas del área de Química Analítica. La exposición final constituyó un momento clave del proceso. La devolución de los docentes puso de manifiesto las fortalezas y debilidades del desempeño de los alumnos en el laboratorio.

#### Agradecimientos

Se agradece el soporte económico de la Universidad Nacional del Sur (proyecto PGI 24/Q056)

#### Referencias:

- [1] G. López Pérez. Empleo de metodologías activas de enseñanza para el aprendizaje de la química. Revista de Enseñanza Universitaria 2011, 37, 13-22.
- [2] S. Campillay Briones, N. Meléndez Araya. Análisis de impacto de metodología activa y aprendizaje heurístico en asignaturas de ingeniería. Actualidades Investigativas en Educación, 2015, 15, 1-16 revista.inie.ucr.ac.cr/index.php/aie/article/download/696/759
- [3] F. Chatraei, H. R. Zare. A comparative study of the electrochemical characteristics and simultaneous determination of dopamine, acetaminophen, and aspirin at a ruthenium oxide nanoparticles modified glassy carbon electrode versus a bare one. Anal. Methods, 2012, 4, 2940-2947.
- [4] M. V. N. Kumar Talluri, Mukesh K. Bairwa, H. H. Theja Dugga, R. Srinivas. Development and validation of RP-HPLC and ultraviolet spectrophotometric methods of analysis for simultaneous determination of paracetamol and lornoxicam in pharmaceutical dosage forms. J. Liq. Chromatogr. Related Technol., 2012, 35, 129-140.

- [5] United States Pharmacopeia and National Formulary (USP 29 NF 24). Supplement No. 2. Rockville, MD: United States Pharmacopeia Convention; 2006: 3711.
- [6] Jose Luis Vilchez, Rosario Blanc. Ramiro Avidad, Alberto Navalón. Spectrofluorimetric determination of paracetamol in pharmaceuticals and biological fluids. J. Pharm. Biomed. Anal. 13 (1995) 1119-1125.
- [7] O. D. Radovancich, M. C. Sarno, M. R. Delfino, Método alternativo para el control de calidad de comprimidos de paracetamol. Comunicaciones científicas y tecnológicas, UNNE, 2006. http://200.45.54.140/unnevieja/Web/cyt/cyt2006/08-Exactas/2006-E-036.pdf