



UNIVERSIDAD DE COSTA RICA
ESCUELA DE QUIMICA
SECCION QUIMICA ANALÍTICA
LABORATORIO DE ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO I
QU-0247

I. GENERALIDADES

Ubicación	Ciclo IV Segundo año
Duración	Curso semestral
Intensidad	2 créditos
Línea curricular	Curso propio. Curso básico
Requisito	QU- 0106 y QU-0107
Correquisito	QU-0246
Período	Segundo Ciclo 2013
Asistencia	Obligatoria a todas las clases de teoría y a todas las sesiones de laboratorio. (Ver Metodología y Observaciones, pág.4 y 5)

II. OBJETIVOS DEL CURSO

OBJETIVO GENERAL

Adquirir destreza en la manipulación de equipo básico de laboratorio y en la aplicación de varias técnicas de análisis químico cuantitativo. Obtener conocimiento básico sobre la teoría que fundamenta dichas técnicas de análisis químico cuantitativo.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Aprender el uso correcto de la balanza analítica.
2. Calibrar diferentes instrumentos de uso común en el laboratorio de Química Analítica.
3. Determinar la concentración de un analito mediante métodos volumétricos de ácido-base, de formación de complejos, de precipitación y de oxidación-reducción, con la precisión e incertidumbres correctas.
4. Explicar detalladamente cada uno de los pasos involucrados en la metodología del análisis gravimétrico y realizar la determinación gravimétrica de una incógnita de sulfato.

III. DESCRIPCION DEL CURSO

TEMA	REFERENCIA
Limpieza de equipo. Balanza analítica.	Ref. 1, cap. 2, secciones 2 B, 2 D, 2 E y 2 J
Gravimetría. Determinación gravimétrica de sulfatos.	Referencia 1, capítulo 12, secciones 12 A, 12 B, 12 C
Calibración de bureta.	Ref. 1, cap. 2, secciones 2 G, 2 H
Calibración de pipeta y balón. Preparación de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄ .	Ref. 1, cap. 2, secciones 2 G, 2 H, cap 13 secciones 13 A excepto 13 D, cap 16 secciones 16 A
Introducción a los métodos volumétricos. Valoración de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄ . Cálculo de incertidumbres.	Referencia 1, cap 13 secciones 13 A excepto 13 D, cap 16 secciones 16 A
Determinación de nitrógeno por Kjeldahl.	Referencia 1, cap 16 sección 16 B 1
Determinación de la acidez de un vinagre.	Referencia 1, cap 14 secciones 14 C excepto 14 D
Volumetrías de precipitación. Preparación y valoración de una disolución de AgNO ₃ . Determinación de Cl ⁻ por método de Mohr.	Referencia 1, capítulo 13. Sección 13 F
Introducción a las volumetrías redox. Preparación y valoración de una disolución de KMnO ₄ .	Referencia 1, capítulos 18, secciones 18 A, 18 B, 18 C.1 Capítulo 20 secciones 20 A, 20 C.1
Determinación permanganométrica de calcio. Introducción a las volumetrías redox. Preparación y valoración de una disolución de KMnO ₄ .	Referencia 1, Capítulo 20 secciones 20 A, 20 C.1 Referencia 1, capítulos 18, secciones 18 A, 18 B, 18 C.1 Capítulo 20 secciones 20 A, 20 C.1
Determinación complejométrica del calcio con AEDT.	Referencia 1, cap 17, secciones 17 A.1, 17 D.1, Recuadro 17.4, 17 D.6, 17 D.8 y 17 D.9
Preparación y valoración de una disolución de Na ₂ S ₂ O ₃ . Determinación iodométrica de cobre.	Referencia 1, capítulo 20, secciones 20 B.2, 20 C.3
Preparación de la disolución de K ₂ Cr ₂ O ₇ . Determinación de hierro con K ₂ Cr ₂ O ₇ .	Referencia 1, capítulo 20, secciones 20 A, 20 C.2, Capítulo 21, secciones 21 A, 21 B, 21.D.1, 21 G Referencia 2 páginas 521-524
Determinación de H ₃ PO ₄ por valoración potenciométrica con NaOH.	Referencia 1, capítulo 15, secciones 15 B, 15 C, 15 D, 15 E, Capítulo 21, secciones 21 A, 21 B, 21.D.2, 21 D.3, 21 G Referencia 2 páginas 521-524

NOTA: El estudiante está en la obligación de investigar y ampliar por su cuenta todo lo relacionado con los aspectos teóricos y prácticos involucrados en cada una de las prácticas a realizar en el laboratorio. Para esto hará uso de las referencias indicadas en la bibliografía y cualquier otro material que se considere pertinente.

IV. EVALUACION

Exámenes cortos (45%): se llevan a cabo en la lección de teoría de laboratorio, en los primeros 20 minutos antes de la discusión de la práctica. Se pregunta sobre la (s) práctica (s) de la semana anterior y de la semana presente. Los temas a evaluar son el fundamento teórico de cada práctica, los cálculos realizados en el reporte de la práctica de la semana anterior, **la preparación de las disoluciones utilizadas en cada práctica**, la función de los reactivos utilizados y cualquier otro tema indicado por las profesoras.

Trabajo en el laboratorio (20%): se evalúan los siguientes aspectos: el orden y la limpieza de las zonas de trabajo, la puntualidad (por seguridad de los estudiantes, no podrán realizar la práctica de laboratorio aquellos estudiantes que no escuchen la explicación **completa** que imparte la profesora al inicio de cada sesión), la disciplina dentro del laboratorio, la distribución del tiempo, la planificación del trabajo, confianza en su propio trabajo, los conocimientos demostrados acerca del experimento a realizar (respuestas correctas proporcionadas a las preguntas orales o escritas que se hagan, sin previo aviso durante la sesión de laboratorio), la ética profesional, el dominio de las técnicas aprendidas durante el curso, el cumplimiento de labores asignadas y la responsabilidad en el cumplimiento de las obligaciones y disposiciones del curso.

Cuaderno de laboratorio (35%): Se usará un cuaderno de actas. Debe estar forrado con plástico. La profesora de laboratorio debe firmar la libreta al inicio y al final de la práctica de laboratorio.

La calificación de cada informe en el cuaderno se distribuye como sigue:

Exactitud	25%	Presentación	25%
Precisión	20%	Cálculos	30%

Se penaliza con un rebajo de 20% por día de atraso en la entrega del informe.

El cuaderno de laboratorio debe incluir los siguientes puntos:

1. En la primera hoja se anotan los datos personales.
2. En la segunda hoja se hace una declaración jurada con la fecha en que se abre el cuaderno con la firma del estudiante.

Ejemplo de Declaración Jurada

Yo, _____ carné _____, inicio esta libreta de laboratorio el día _____, con el fin de registrar los resultados obtenidos en el curso de Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo I, QU-0247.

Así mismo, doy fe de que todos los datos obtenidos son fidedignos y confiables.

Firma

3. La siguiente hoja se deja en blanco para anotar el índice correspondiente.

4. Para cada práctica se utiliza el siguiente orden:
 - a. Título de la práctica.
 - b. Fecha de inicio.
 - c. Número de incógnita (si hay) ó identificación de la muestra que va a utilizar.
 - d. Cuadro de constantes físicas y químicas (nombre, fórmula molecular, masa molar, punto de fusión, punto de ebullición, densidad, solubilidad(reportada como cantidad de soluto por volumen de disolvente) e información toxicológica de los compuestos utilizados en la práctica de laboratorio). Para efectos de evaluación se considerarán como datos válidos los reportados por "The Merck Index".
 - e. Resumen del procedimiento, por pasos numerados en infinitivo o imperativo.
 - f. Reacciones más importantes.
 - g. Cuadros numerados y con el título correcto, para anotar los datos experimentales (deben venir listos el día de la práctica, antes de entrar al laboratorio).
 - h. Observaciones de la práctica.
 - i. Muestra de cálculo de resultados con incertidumbres expandidas.
 - j. Resumen brevísimo del experimento en el que se incluye: qué se hizo, tipo de muestra utilizada (real o incógnita preparada), resultado obtenido con su incertidumbre, el desvío relativo y el número de incógnita (si es el caso).

Para trabajar en el laboratorio se requiere traer el cuaderno preparado hasta el punto g inclusive. Se consideran fraudes los siguientes comportamientos: escribir con lápiz, arrancar hojas, sobrescribir datos, usar corrector líquido, anotar los datos experimentales fuera de la libreta, copiar de las libretas de otras personas: datos, procedimientos, cuadros de constantes físicas y químicas o cualquier otra información que en ella se encontrara, y la ausencia de las firmas del profesor.

La calificación final del curso se obtendrá de la suma de los porcentajes obtenidos en los rubros anteriores (exámenes cortos, trabajo de laboratorio y cuaderno de laboratorio). Se aplicarán las reglas de redondeo establecidas en el Artículo 25 del Reglamento de Régimen Académico Estudiantil. Los estudiantes que obtengan una calificación mayor o igual a 7,0 aprobarán el curso. Los estudiantes cuya calificación final sea mayor o igual que 6,0 pero menor que 7,0 tendrán derecho a realizar un examen de ampliación.

El examen de ampliación se realizará el jueves 12 de diciembre a las 8:30 a.m.

V. METODOLOGIA y OBSERVACIONES

El curso tiene una clase de teoría, de dos horas de duración, en la cual se aplica el examen corto, se hace un repaso acerca del fundamento teórico-práctico y del procedimiento correspondiente al experimento a realizar en esa semana, y se aclaran las dudas. Es responsabilidad del estudiante estudiar previamente los temas a discutir en la lección teórica para que participe activamente en esta.

Además, se debe asistir a cuatro horas de laboratorio por experimento, durante las cuales se lleva a cabo la aplicación práctica de los temas discutidos en la clase de teoría en la determinación del contenido de un analito en una incógnita preparada o en una muestra real.

La asistencia al curso es obligatoria, tanto a la clase de teoría como al laboratorio; debido a la metodología descrita anteriormente y porque para llevar a cabo la labor experimental se necesita aprender una serie de técnicas y destrezas propias del trabajo en el Laboratorio de Química Analítica, las cuales sólo se adquieren con la práctica.

Solamente se autorizará la reposición de una práctica y un examen corto, si el estudiante presenta en los 5 días hábiles posteriores a su reincorporación, una justificación válida, de acuerdo con lo que se establece en el Artículo 24 del Reglamento de Régimen Académico Estudiantil, la cual deberá ser aprobada por la Cátedra del curso. Las reposiciones se llevarán a cabo en la semana indicada en el cronograma del curso (pág.7) para tal fin. En caso de ausencia injustificada, se promediará un cero en todos los rubros de la nota de esa sesión.

Las medidas de seguridad en el laboratorio son de acatamiento obligatorio (ver pág 8).

VI. BIBLIOGRAFIA

Texto: Folleto preparado por la Sección de Química Analítica.

Consulta:

1. Skoog, D.A.; West, D.M.; Holler, F.H. y Crouch, S.R, "Química Analítica" 8ª Ed.; Editorial Thomson: México, 2005
2. Skoog, D. A.; West, D. M.; Holler, J. F. y Crouch, S. R. "Química Analítica". 7ª. ed.; Editorial McGraw Hill: México, 2001.
3. Day, R.A. y Underwood, A.L. "Química Analítica Cuantitativa", 5ª edición. Prentice-Hall Hispanoamericana, S.A. México, 1989.
4. Ayres, G.H. "Análisis Químico Cuantitativo". Harper & Row Publishers Inc. Madrid, España, 1970.
5. Skoog, D.A. y West, D.M. "Química Analítica", 4ª ed., Mc.Graw-Hill Interamericana: Madrid, España, 1988.
6. Willard, H.H.; Furman, N.H y Bricker, C.E. "Análisis Químico Cuantitativo, Teoría y Práctica", 2ªedición. Editorial Pueblo y Educación. La Habana, Cuba, 1975.
7. Harris, D. C., "Análisis Químico Cuantitativo", 3ª edición. Grupo Editorial Iberoamérica, S.A. de C. V. México, 1992

VII. En CASO DE EMERGENCIA, como:

- a. Incendio que no puede ser controlado mediante el uso de extintores.
- b. Fuga de gas inflamable o tóxico de fuente no identificada o a gran escala.
- c. Sismo que provoque daños estructurales en columnas o techo de las instalaciones.
- d. Presencia de personas armadas o pandillas que puedan ser una amenaza.

- e. Cualquier otra situación que ponga en riesgo la seguridad de los ocupantes del edificio.

- 1. Primera prioridad es salvaguardar la integridad de las personas.**
- 2. Segunda prioridad es rescatar los bienes de la Universidad.**

SE DEBEN SEGUIR LOS SIGUIENTES PASOS:

1. De tener un teléfono a la mano, informar a la Secretaría de la Escuela de Química (5370) de la situación o problema. En caso de no obtener respuesta llamar directamente al 4911.
2. En caso de que la emergencia represente un riesgo, se deben activar las dos alarmas de evacuación ubicadas en el sótano y contiguo a la Secretaría de la Escuela.
3. Las personas que vienen del primer y segundo piso de la Escuela, se deben reunir en el punto de encuentro N° 1, frente a la Facultad de Microbiología, sobre la acera y no sobre el parqueo. Las personas que se encuentran en el sótano deben trasladarse al punto de encuentro N° 2, ubicado en las zonas verdes (segundo farol), contiguo al pasillo que comunica la Escuela de Química con la Escuela de Estudios Generales.
4. El personal docente (profesores y asistentes) y administrativos deben mantener la calma y guiar a los estudiantes a los puntos de encuentro.

VIII. CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES DEL CURSO

SEMANA	PRACTICA DE LABORATORIO y OBSERVACIONES
1	Se impartirá la clase de teoría de laboratorio. No se realizará la sesión de laboratorio. Feriado el 15 de agosto.
2	Limpieza de equipo. Balanza analítica. Limpieza y tratamiento térmico de los crisoles.
3	Determinación gravimétrica de sulfatos
4	Determinación gravimétrica de sulfatos Calibración pipeta o balón.
5	Calibración de bureta. Preparación de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄ .
6	Valoración de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄
7	Determinación de nitrógeno por Kjeldahl. Determinación de la acidez de una incógnita y de una muestra de vinagre. Valoración de una disolución de AgNO ₃ .
8	Determinación de nitrógeno por Kjeldahl. Determinación de la acidez de una incógnita y de una muestra de vinagre. Valoración de una disolución de AgNO ₃ .
9	Determinación de Cl ⁻ por el método de Volhard.
10	Determinación complejométrica del calcio con AEDT.
11	Valoración de una disolución de KMnO ₄ . Determinación permanganométrica de calcio.
12	Determinación permanganométrica de calcio.
13	Preparación de la disolución de K ₂ Cr ₂ O ₇ . Preparación y valoración de una disolución de Na ₂ S ₂ O ₃ . Determinación iodométrica de cobre.
14	Determinación potenciométrica REDOX Fe con K ₂ Cr ₂ O ₇ . Determinación de H ₃ PO ₄ por valoración potenciométrica con NaOH.
15	Determinación potenciométrica REDOX Fe con K ₂ Cr ₂ O ₇ . Determinación de H ₃ PO ₄ por valoración potenciométrica con NaOH.
16	Reposición Entrega de gavetas.

INSTRUCCIONES GENERALES

Las instrucciones y medidas de seguridad descritas a continuación son de acatamiento obligatorio y no excluyen otras que se indicaran de forma verbal en el laboratorio.

El estudiante debe presentarse a la sesión de laboratorio con una gabacha de manga larga y que cubra las piernas hasta las rodillas, anteojos de seguridad (los anteojos de prescripción no se consideran como dispositivos de seguridad), zapatos cerrados y con el cabello recogido, si es el caso. También debe traer una “pera” de tres pasos, papel toalla, papel aluminio, detergente líquido para lavar vajillas, tres limpienes de algodón, un marcador de tinta permanente para rotular la cristalería, etiquetas autoadhesivas y una caja de fósforos.

Cada estudiante es responsable del equipo que se encuentra en su gaveta y del que se le asigna en calidad de préstamo, por lo que cualquier daño al mismo se le cobrará en la magnitud de su valor actual.

Son obligaciones del estudiante:

- 1) Cumplir con las reglas de seguridad en el laboratorio.
- 2) En todo momento se debe utilizar la gabacha y los lentes de seguridad.
- 3) Trabajar con las mesas limpias. Dejarlas limpias al finalizar su práctica y con los bancos sobre las mesas laterales.
- 4) No tirar papeles ni fósforos al suelo.
- 5) Dejar los reactivos acomodados en sus respectivos lugares.
- 6) Cuidar y dar buen uso a los equipos eléctricos y los accesorios que se le asignen.
- 7) Evitar el desperdicio de agua y cuidar que las mangueras de las garrafas con agua destilada no queden goteando.
- 8) Utilizar en forma correcta las balanzas, dejarlas limpias, cubiertas y en posición de descanso. Mantener la puerta del cuarto de balanzas siempre cerrada.
- 9) Mantener las pilas limpias y los hisopos ordenados.
- 10) Evitar el desperdicio de reactivos y la contaminación ambiental.
- 11) No recibir visitas en el laboratorio, ni ausentarse o salir del mismo sin autorización.
- 12) No consumir alimentos, chicle o tomar refrescos durante la sesión de laboratorio.
- 13) Actuar con impecable ética profesional en todo momento.
- 14) Presentarse al laboratorio con todo el material enumerado anteriormente y con la libreta de laboratorio preparada.
- 15) No sentarse sobre las mesas de trabajo, las mesas laterales o las pilas.
- 16) Colocar los libros, mochilas, bolsos y otros en las mesas laterales.
- 17) No usar celulares, mantenerlos apagados durante la sesión de laboratorio.
- 18) Debe asegurarse que los candados queden cerrados al final de la sesión de laboratorio.
- 19) En caso de accidente informar a la profesora o al encargado de la ventanilla.
- 20) En caso de incendio o sismo, conservar la calma, cerrar las llaves de gas y evacuar ordenadamente el laboratorio.