



UNIVERSIDAD DE COSTA RICA
ESCUELA DE QUIMICA
SECCION QUIMICA ANALÍTICA
LABORATORIO DE ANALISIS QUIMICO CUANTITATIVO II
QU-0347

I. GENERALIDADES

Ubicación	Ciclo V Tercer año
Duración	Curso semestral
Intensidad	2 créditos
Línea curricular	Curso propio. Curso básico
Requisito	QU- 0246 y QU-0247
Correquisito	QU-0346
Profesoras	Paulina Silva Trejos (coordinadora) Max Chavarria Vargas Irene Jiménez Barrantes
Asistencia	Obligatoria a todas las clases de teoría y a todas las sesiones de laboratorio. (Ver Metodología y Observaciones, pág. 6)

II. OBJETIVOS DEL CURSO

OBJETIVO GENERAL

Adquirir un conocimiento básico sobre los aspectos experimentales y teóricos de las técnicas de análisis instrumental, en la determinación de la concentración de un analito en una muestra por medio de métodos espectroscópicos, físicos y cromatográficos. Además, aplicar los conceptos básicos de estadística en el análisis químico.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Aprender el uso correcto de la balanza analítica, espectrómetros visible y UV, densímetros, picnómetros, polarímetros, así como los pasos básicos en el uso del equipo de absorción atómica, emisión de llama y cromatógrafos de gases y cromatógrafos líquidos de alta resolución.
2. Relacionar las magnitudes medidas experimentalmente en las técnicas definidas en el requisito anterior para determinar la concentración del analito con su respectiva incertidumbre y precisión.

III. DESCRIPCION DEL CURSO

TEMA	REFERENCIA
Determinación de etanol en guaro por densimetría y refractometría	Referencia 1.
Determinación de sacarosa en un refresco por polarimetría	Referencia 1.
Espectroscopia de absorción visible	Referencia 7. Propiedades colorimétricas, sistemas hierro tiocianato y hierro o-fenatrolina. Referencias 1, 6 y 10(Capítulos 5, 6 y 7)
Determinación de hierro en muestra real, por visible	Método oficial AOAC Hierro en alimento fortificado. Referencias 1 y 10 (Capítulos 5, 6 y 7)
Determinación de vitamina C por ultravioleta	Referencia 10. Capítulos 5, 6 y 7 Manual de Prácticas de laboratorio para Laboratorio de Química Analítica II para estudiantes de microbiología QU-0217
Determinación de cobre por absorción atómica	Referencia 1. Referencia 8. Para cálculo de límite de detección y cuantificación Referencia 10. Capítulos 10
Determinación de sodio y potasio por emisión atómica	Referencia 1. Referencia 8. Para comparación de metodologías analíticas Referencia 10. Capítulos 5, 6, 7 y 10
Determinación de etanol por cromatografía de gases	Referencia 1. Referencia 4. Referencia 10. Capítulos 24 y 25
Determinación de impurezas en whisky por cromatografía de gases	Referencia 1. Referencia 4. Referencia 10. Capítulos 24 y 25
Determinación de cafeína y benzoato en refrescos gaseosos por cromatografía líquida	Referencia 1. Referencia 2. Referencia 10. Capítulos 24 y 26

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. EVALUACIÓN

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 que indiquen los profesores.

Trabajo en el laboratorio (15 %): 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 el profesor 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 e informes de ensayo (30 %): Se usará un cuaderno de actas. Debe estar forrado con plástico. El profesor 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:

Marco Teórico	15 %	Cálculos	30 %
Procedimiento, equipo y cálculos previos	10 %	Discusión y conclusiones	20 %
Datos de laboratorio, cuadros y observaciones	15 %	Resumen final	10 %

El informe se entregará 5 días hábiles después de concluida la práctica, se penalizará con un rebajo de 20 % por día de atraso en la entrega de este.

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 II, QU-0347.

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

Firma

3. Las dos siguientes hojas se dejan 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) o identificación de la muestra real a analizar (marca, descripción del producto, capacidad, número de lote, fecha de vencimiento, ingredientes y/o cantidad reportada del analito).
- d) Breve marco teórico sobre el tema de la práctica. Se indica el fundamento del método que va a utilizar en el laboratorio. Esta sección debe responder las siguientes preguntas: ¿Qué se mide?, ¿Cómo se mide?, ¿Cómo se relaciona el parámetro medido con la cantidad de analito? e incluir los objetivos de la práctica. La extensión no debe sobrepasar dos páginas y debe usar citas bibliográficas.
- e) 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".
- f) Resumen del procedimiento, **por pasos numerados en infinitivo o imperativo**.
- g) Diagrama esquemático de los equipos que va a utilizar.
- h) Reacciones más importantes.
- i) Cálculos previos para la preparación de las disoluciones en el laboratorio.
- j) 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). Los datos deben ir con cifras significativas
- k) Observaciones de la práctica.
- l) Muestra de cálculo de resultados con incertidumbres expandidas. Se utilizan cuadros y figuras elaborados correctamente según la guía para la preparación de libretas de laboratorio. Recuerden que para cuadros se utilizan números romanos y para figuras números arábigos, además se deben rotular los ejes de gráficos con sus respectivas incertidumbres.
- m) Discusión y conclusiones del experimento. Deben estar orientadas de acuerdo a los objetivos planteados en el marco teórico. Se explican teóricamente los resultados obtenidos, se justifica el uso de determinadas técnicas de análisis químico, así como la aplicación del análisis estadístico a los resultados. Recuerden que en el marco teórico, la discusión y las conclusiones **NO** se copian textos de libros, sino que se integra la información y se referencia de manera correcta.
- n) Resumen del experimento. Incluye la descripción brevísima de lo que se hizo: la técnica utilizada, el resultado obtenido con su incertidumbre, la evaluación de la precisión (si es el caso) y una conclusión importante.
- o) Bibliografía. La discusión debe contener al menos cinco referencias, las cuales se escriben en esta parte con el formato de una cita bibliográfica.

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

Informe de ensayo

Adicionalmente al informe en el cuaderno, se solicitará en algunas prácticas la confección de un informe de ensayo según los lineamientos de la Guía ISO/IEC 17025:

La calificación de este informe se distribuye como sigue:

Identificación del laboratorio	10 %	Identificación de la muestra	10 %
Dirección del laboratorio	10 %	Método utilizado	10 %
Identificación del cliente	10 %	Resultados	20 %
Notas de confidencialidad	10 %	Identificación única del informe	10 %
Firma que avala el resultado	10 %		

Informe tipo artículo

Adicionalmente al informe en el cuaderno, se solicitará en algunas prácticas la confección de un informe tipo artículo, en este caso el cuaderno se completa hasta el punto I. El formato será como el que se utiliza en las revistas científicas.

La calificación de este informe será igual a la del informe en el cuaderno.**Informe de la gira didáctica**

El estudiante presentará un informe donde explica brevemente y con claridad las características, ubicación, funciones, labores realizadas, relación con las técnicas analíticas estudiadas, entre otras del lugar visitado.

Todos los informes tienen el mismo valor dentro del rubro de cuaderno de laboratorio e informes de ensayo y aplica el mismo período de entrega.

Práctica especial (10 %): Esta práctica tiene como objetivo reafirmar en el estudiante los fundamentos de las técnicas analíticas estudiadas en el semestre, a partir de una práctica individual donde se enfrentará a un problema analítico que se le asigna y finalmente defiende sus resultados mediante una presentación oral ante sus compañeros y profesores.

En la exposición oral, el estudiante indica el objetivo de su práctica, el fundamento teórico, el procedimiento, los resultados con su incertidumbre (mostrados en cuadros y/o figuras debidamente rotulados), y las conclusiones.

El día de la exposición debe entregar un resumen a los compañeros y profesores de una hoja donde explica su práctica, procedimientos empleados, resultados, conclusiones y/o recomendaciones acerca de la práctica. Debe incluir además la bibliografía que fundamenta su exposición.

La calificación de esta exposición se distribuye de la siguiente manera:

Puntualidad y presentación personal	10 %	Calidad del material audiovisual	20 %
Temas incluidos en la exposición	20 %	Tiempo de exposición	10 %
Dominio del tema	10 %	Respuestas a las preguntas	20 %
Resumen	10 %		

La calificación final del curso se obtendrá de la suma de los porcentajes obtenidos en los rubros anteriores (exámenes cortos, trabajo de laboratorio, cuaderno de laboratorio e informes de ensayo, y la práctica especial). 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.

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 cinco horas de laboratorio por experimento, durante las cuales se lleva a cabo la aplicación práctica de los temas discutidos en la clase de teoría, por medio de 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.8). En caso de ausencia injustificada, se promediará un cero en todos los rubros de la nota de esa sesión.

VI. BIBLIOGRAFIA

Textos:

1. Alvarado, A.L y Barquero, M. Análisis Químico Instrumental. Manual de Prácticas de Laboratorio, 1era. ed; Editorial Universidad de Costa Rica, San José, 2008
2. Barquero, M. Mecanismos y aplicaciones de la Cromatografía Líquida de Alto Desempeño, 1era. ed; Editorial Universidad de Costa Rica, San José, 2004
3. Chacón, S.J. Prácticas recomendadas para determinar y reportar incertidumbres de las mediciones en Química Analítica, 1era. ed; Editorial Universidad de Costa Rica, San José, 2004
4. Barquero, M. Mecanismos y aplicaciones de la Cromatografía de Gases, 1era. ed; Editorial Universidad de Costa Rica, San José, 2006
5. Silva, P. Aplicación del Sistema Internacional de Unidades, SI, 1era. ed., en prensa.

Consulta:

6. Harris, D. C., "Análisis Químico Cuantitativo", 3ª edición. Grupo Editorial Iberoamérica, S.A. de C. V. México, 1992
7. Sawyer, D.T.; Heineman, W.R.; Beebe, J.M. Chemistry Experiments for Instrumental Methods; John Wiley & Sons: New York, 1984
8. Miller, J.C.; Miller, J.N. Estadística y Quimiometría para Química Analítica, 4ta. Ed., Prentice-Hall: Madrid, 2002
9. Skoog, D. A.; Holler, J. F.; Nieman, T.A. Principios de Análisis Instrumental. 5ta. ed.; Editorial McGraw Hill: Madrid, 2001.

10. Skoog, D. A.; West, D. M. *Análisis Instrumental*. 2da. ed.; Editorial McGraw Hill: México, 1984.
 11. Skoog, D. A.; Leary, J.J. *Análisis Instrumental*. 4da. ed.; Editorial McGraw Hill/Interamericana: España, 1994.

VII. En CASO DE EMERGENCIA, como:

- Incendio que no puede ser controlado mediante el uso de extintores.
- Fuga de gas inflamable o tóxico de fuente no identificada o a gran escala.
- Sismo que provoque daños estructurales en columnas o techo de las instalaciones.
- Presencia de personas armadas o pandillas que puedan ser una amenaza.
- Cualquier otra situación que ponga en riesgo la seguridad de los ocupantes del edificio.

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

SE DEBEN SEGUIR LOS SIGUIENTES PASOS:

- 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.
- 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.
- 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.
- 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 dara la instrucción, y, no se realizará sesión de laboratorio para ningun grupo
2	Determinación de etanol en guaro por picnometría, areometría y refractometría.
3	Determinación de sacarosa en refresco por polarimetría.
4	Espectrometría Visible. Optimización de condiciones experimentales para los sistemas hierro tiocianato y hierro o fenatrolina
5	Determinación de hierro por espectrometría visible en muestra real.

6	Determinación por espectrometría ultravioleta, determinación de vitamina C. El grupo 03 no realiza sesión de laboratorio por ser feriado, repone en horario de los otros grupos o en la semana de reposición.
7	Espectrometría de absorción atómica, determinación de cobre.
8	Espectrometría de emisión de llama, determinación de sodio y/o potasio.
9	Cromatografía de gases. Determinación de etanol.
10	Cromatografía de gases. Impurezas en licores.
11	Cromatografía líquida de alta resolución, determinación de cafeína y benzoato en refrescos gaseosos.
12	Gira didáctica.
13	Práctica especial.
14	Práctica especial.
15	Práctica especial.
16	Exposición de práctica especial, reposición y entrega de gavetas

INSTRUCCIONES GENERALES

El estudiante debe presentarse al laboratorio con una gabacha de manga larga y que cubra las piernas hasta las rodillas, anteojos de seguridad, zapatos cerrados y si es el caso, con el cabello recogido. También debe traer una “pera” de tres pasos, papel toalla, papel aluminio, detergente líquido para lavar vajillas, tres limpiadores 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, las cuales son de acatamiento obligatorio.

Por ejemplo:

- a. Vestir la gabacha y mantenerla abotonada en todo momento.
- b. Usar siempre los lentes de seguridad, se pueden utilizar anteojos de prescripción.
- c. No se debe comer ni beber dentro del laboratorio (se incluyen los chicles).
- d. No se permite el uso de teléfonos celulares durante la sesión de laboratorio. Deben permanecer apagados.
- e. En caso de accidente informar al profesor o al encargado de ventanilla.
- f. En caso de incendio o sismo, conservar la calma, cerrar las llaves de gas y evacuar ordenadamente.

Las medidas de seguridad anteriores no excluyen otras que se indicaran de forma verbal en el laboratorio.

- 2) Trabajar con las mesas limpias. Dejarlas limpias al finalizar su práctica y con los bancos sobre las mesas laterales.

- 3) No tirar papeles ni fósforos al suelo ni en las pilas.
- 4) Dejar los reactivos acomodados en sus respectivos lugares.
- 5) Cuidar y dar buen uso a los equipos eléctricos y los accesorios que se le asignen.
- 6) Evitar el desperdicio de agua y cuidar que las mangueras de las garrafas con agua destilada no queden goteando.
- 7) Utilizar en forma correcta las balanzas, dejarlas limpias, cubiertas y en posición de descanso. Mantener la puerta del cuarto de balanzas siempre cerrada.
- 8) Mantener las pilas limpias y los hisopos ordenados.
- 9) Evitar el desperdicio de reactivos y la contaminación ambiental.
- 10) No recibir visitas en el laboratorio, ni ausentarse del mismo sin autorización.
- 11) Actuar con impecable ética profesional en todo momento.
- 12) Presentarse al laboratorio con todo el material enumerado anteriormente y con la libreta de laboratorio preparada.
- 13) No sentarse sobre las mesas de trabajo, las mesas laterales o las pilas.
- 14) Colocar los libros, mochilas, bolsos y otros en las mesas lateral.
- 15) Debe asegurarse que los candados queden cerrados al final de la sesión de laboratorio.