



Universidad de Costa Rica
Escuela de Química
Sección de Química Analítica
Laboratorio de Análisis Químico Cuantitativo I
(QU-0247)

I. GENERALIDADES

CICLO	IV
DEDICACIÓN DE TIEMPO	2 horas de teoría y 4 horas de laboratorio por semana
CRÉDITOS	2 créditos
Nº DE GRUPO Y HORARIO	01: L: 09:00 – 10:50, K: 13:00 – 16:50 02: L: 09:00 – 10:50, M: 07:00 – 10:50 03: L: 09:00 – 10:50, V: 13:00 – 16:50
LÍNEA CURRICULAR	Curso propio de la carrera de bachillerato y licenciatura en Química
REQUISITOS	QU-0106, QU-0107
CORREQUISITO	QU-0246 Análisis Químico Cuantitativo I
PERÍODO	II ciclo-2018
PROFESOR (A)	Dra. Ana Lorena Alvarado Gamez Oficina CELEQ. Correo electrónico: ana.alvaradogamez@ucr.ac.cr M.Sc. Irene Jiménez Barrantes (Coordinadora). Oficina 118 A. Correo electrónico: irene.jimenez@ucr.ac.cr Licda. Susana Rodríguez Román. Oficina 118 A. Correo electrónico: susana.rodriguez@ucr.ac.cr M.Sc. Jerson González Hernández. Oficina 221. Correo electrónico: jerson.gonzalez@ucr.ac.cr

II. OBJETIVOS DEL CURSO

a) General

Adquirir el conocimiento teórico, las habilidades y destrezas necesarias para el trabajo en un laboratorio, específicamente de análisis químico.

b) Específicos

1. Comprender el fundamento teórico de las técnicas de análisis químico cuantitativo empleadas.
2. Manipular correctamente el equipo básico de laboratorio utilizado en análisis químico.
3. Aplicar de forma individual varias técnicas de análisis químico cuantitativo clásico e instrumental.
4. Calcular correctamente los resultados e incertidumbres de un análisis químico.

III. DESCRIPCION DEL CURSO

Este es un curso dirigido a los estudiantes de la carrera de Bachillerato y Licenciatura en Química, los cuales requieren adquirir las destrezas necesarias para realizar los análisis químicos cuantitativos.

El curso tiene un enfoque teórico práctico, de manera que el estudiante relacione los conceptos teóricos de la técnica analítica con el trabajo experimental que realizará en el laboratorio al determinar un analito en una muestra preparada o real.

El fin del curso es que el estudiante adquiera las habilidades motoras y cognitivas básicas para realizar individualmente el trabajo experimental que se ejecuta en la ciencia química, las cuales son indispensables para continuar con el plan de estudios de la carrera y en el ejercicio profesional de esta.

IV. CONTENIDOS

Las referencias de cada tema corresponden a los textos 1 y 2 de la bibliografía (página 6)

TEMAS	REFERENCIA
Lavado cuantitativo de cristalería. Uso de las balanzas analíticas. Introducción a la incertidumbre. Verificación del volumen medido por una pipeta	1) Páginas 5 – 8, 9 – 15, 27. 2) Capítulo 2: 2B, 2D, 2E, 2E.2, 2G, 2G.2, 2G.3 solamente “Pipetas”, 2G.4, 2G.5, 2H, 2H.1 solamente “Calibración de una pipeta volumétrica”, 2I, 2J.
Verificación del volumen medido por la bureta y el balón.	1) Páginas 20 – 37. 2) Capítulo 2: 2G, 2G.1, 2G.2, 2G.3 completo, 2G.4, 2G.6, 2G.7, 2H, 2H.1 completo.
Análisis Gravimétrico. Determinación gravimétrica de sulfatos. Volumetrías ácido – base. Preparación de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄	1) Páginas 43, 99 – 103. 2) Capítulo 2: 2F, 2F.1 excepto “Crisoles de filtración”, 2F.2, 2F.3, 2F.4, Capítulo 9: 9B.3, 9B.5, Capítulo 12: 12A, 12A.1, 12A.2, 12A.4, 12A.5, 12A.7, 12B.
Volumetrías ácido – base. Valoración de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄	1) Páginas 38 – 51. 2) Capítulo 2: 2A, 2A.1, Capítulo 13: 13A, 13A.1, 13A.2, 13B, 13C, 13C.1, 13C.2, 13C.3, Capítulo 14: 14A, 14A.1, 14A.2, Capítulo 16: 16A, 16A.1, 16A.2, 16A.3, 16A.4.
Determinación de la acidez de un vinagre Determinación de nitrógeno por el método de micro-Kjeldahl	1) Páginas 52 – 56. 2) Capítulo 14: 14B, 14B.1, 14B.2, 14C, 14C.1, 14C.2, 14C.3, Capítulo 16: 16B.1. solamente “Nitrógeno”, 16B.2 solamente “Sales de amonio” y “Nitratos y nitritos”, 16B.3 solamente “Grupos de ácidos carboxílicos y sulfónicos”.
Volumetrías de precipitación Valoración de una disolución de AgNO ₃ por el método de Mohr. Determinación de cloruros por los métodos de Volhard y Mohr	1) Páginas 57 – 63. 2) Capítulo 17: 17B.2 excepto “Curvas de valoración para mezclas de aniones”.
Valoración por formación de complejos. Determinación de Ca con A.E.D.T.	1) Páginas 64 – 72. 2) Capítulo 17: 17A, 17 A.1, 17B.1, 17C, 17D, 17D.1, 17D.2, 17D.4, 17D.6, 17D.7, 17D.8, 17D.9.

TEMAS	REFERENCIA
Volumetrías Redox Permanganometría. Valoración de la disolución de KMnO_4 con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$. Determinación de calcio con permanganato de potasio	1) Página 73 – 80. 2) Capítulo 18: completo, Capítulo 19: 19A, 19D.3. Capítulo 20: 20C, 20C.1.
Yodometría Preparación y valoración de la disolución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Determinación yodométrica de Cu. Dicromatometría. Preparación de la disolución de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.	1) Páginas 82, 84 – 89. 2) Capítulo 19: 19E.1. Capítulo 20: 20B.2, 20C.2, 20C.3.
Métodos Potenciométricos Valoración potenciométrica de una mezcla de HCl y H_3PO_4 . Determinación potenciométrica de hierro con $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (Dicromatometría).	1) Páginas 81 – 82, 90 – 98. 2) Capítulo 19: 19D, 19D.1, 19D.2. Capítulo 21: 21A, 21B.1, 21B.2, 21C, 21D.3, 21F, 21F.4, 21G, 21G.1.

V. EVALUACIÓN

a) **Exámenes cortos (30%):** se llevan a cabo en la lección de teoría de laboratorio, en los primeros 20 minutos antes de la discusión de la práctica. La materia a evaluar es acumulativa desde la primera semana de clases e incluye los siguientes temas: el fundamento teórico de las técnicas de análisis químico, los cálculos requeridos para la preparación de las disoluciones usadas y para obtener el resultado final del análisis químico realizado, la función de los reactivos manipulados y cualquier otro tema indicado por (el) la profesor(a) y/o el (la) asistente. Es obligación del estudiante prepararse adecuadamente para los exámenes cortos, estudiando los temas a evaluar en todas las fuentes bibliográficas recomendadas en este documento y la totalidad de lo expuesto y discutido durante la clase magistral que imparte el profesor de laboratorio.

b) **Trabajo en el laboratorio (30%):** la evaluación de este rubro se divide la siguiente forma:

Aspecto a evaluar	%
Labores experimentales	50
Exactitud del resultado reportado	30
Precisión del resultado reportado	20

En las labores experimentales 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 alumnos que no escuchen la explicación completa que imparte el asistente o 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.

La evaluación del rubro de trabajo de laboratorio comprende el trabajo realizado a través de todas las sesiones de laboratorio. El estudiante recibirá la estimación parcial correspondiente a cada sesión a los 10 días hábiles posteriores a la realización de la práctica de laboratorio. Si el estudiante requiere conocer esta información antes del período indicado, deberá solicitarla por escrito al profesor el día que se lleva a cabo la práctica de laboratorio y se le entregará a los 5 días hábiles posteriores.

c) **Cuaderno de laboratorio (25%):** se usará un cuaderno de actas forrado con plástico.

El profesor de laboratorio debe firmar la libreta al inicio y al final de la práctica.

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

Rubro	Aspectos que se evalúan	%
Presentación	Orden, formato del informe* (incluye el formato de todas las partes de este: títulos, cuadros, procedimiento, estructura lógica de los cálculos), observaciones relevantes del experimento realizado y cálculos previos.	35
Cálculos	Formato*, resultados correctos, uso de cifras significativas y unidades.	50
Resumen	Extensión, información incluida, formato*.	15

* El formato de todas las partes del informe se evalúa contra lo descrito en la referencia 3 o en el material extra proporcionado, si así lo indica el profesor.

El estudiante debe entregar el informe en la sesión de laboratorio siguiente a la finalización de la práctica. Se penaliza con un rebajo de 20% en la nota final obtenida en el reporte, por día de retraso 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 I, QU-0247. Así mismo, doy fe de que todos los datos obtenidos son fidedignos y confiables.

Firma

3. Las dos páginas siguientes se dejan en blanco para anotar el índice.

4. Para cada práctica se utiliza el orden siguiente:
 - a) Título de la práctica.
 - b) Fecha de inicio.
 - c) Número de incógnita.
 - d) Cuadro de constantes físicas y químicas (nombre, fórmula molecular, masa molar, punto de fusión, punto de ebullición, densidad o densidad relativa, 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** (no se permite el uso de letras para designar el orden de las operaciones del procedimiento) y redactado en modo infinitivo, imperativo o impersonal.
 - 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, el número de incógnita (si es el caso) resultado obtenido con su incertidumbre y el desvío relativo.

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, sobrecribir datos, usar corrector líquido, usar lapiceros de tinta deletable, anotar los datos experimentales fuera de la libreta, inventar datos experimentales, 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 asistente o profesor.

- d) **Práctica especial (15%):** la evaluación de este rubro se divide de la siguiente forma:

Rubro	Aspectos que se evalúan	%
Investigación previa	Método escogido, entrega de los artículos y métodos pertinentes al análisis químico a realizar encontrados durante la revisión bibliográfica, lista de reactivos químicos a utilizar. Esta información se entrega al profesor a más tardar 8 días naturales antes de la sesión de laboratorio en la cual se realizará la práctica especial. Se rebaja un 10% en este rubro por entrega tardía.	20
Trabajo de laboratorio	Se califica bajo los mismos aspectos que las labores experimentales que se describen en el rubro "Trabajo de laboratorio", página 3.	40
Cuaderno de laboratorio	Se califica según lo descrito en el rubro "Cuaderno de laboratorio", página 4.	40

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 y 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.

FECHA DEL EXAMEN DE AMPLIACIÓN: 13 DE DICIEMBRE DEL 2018, 8:00 A.M. , AUDITORIO 104 QU.

El estudiante debe conservar intactas todas sus evaluaciones según lo indicado en el *Artículo 22 inciso a* del Reglamento de Régimen Académico Estudiantil. El estudiante es responsable de emplear esta información y la evaluación del curso descrita en este documento para conocer su desempeño a través de todo el ciclo lectivo, por lo tanto no se proporcionarán estimaciones parciales o totales de la nota final que podría obtener.

Los reclamos a las calificaciones de todas las evaluaciones, sin excepción, se harán por escrito **al profesor** en los tres días hábiles posteriores a la entrega de la evaluación (según lo establece el *Artículo 22 inciso c* del Reglamento de Régimen Académico Estudiantil). No se aceptarán reclamos después del período de tiempo indicado.

VI. 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 de 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.

La asistencia al curso es obligatoria, tanto a la clase de instrucción 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 dos prácticas y dos exámenes cortos, 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 las semanas indicadas en el cronograma del curso (pág.7, 8 y 9) para tal fin o en la sesión de laboratorio de otro grupo del mismo curso. En caso de ausencia injustificada, se promediará un cero en todos los rubros de la nota de esa sesión.

El estudiante que tenga 3 o más ausencias, justificadas o injustificadas, a las clases de instrucción del día lunes o a las prácticas de laboratorio, perderá el curso por ausencias y no podrá seguir asistiendo a lecciones.

Las medidas de seguridad en el laboratorio son de acatamiento obligatorio (ver pág 9 y 10).

VII. BIBLIOGRAFÍA

- 1) Manual de laboratorio preparado por la Sección de Química Analítica.
- 2) D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler y S.R. Crouch. "Fundamentos de Química Analítica". 9a. Ed., Editorial Cengage Learning, México, 2014.
- 3) Leandro, K. "Guía del estudiante, "Cómo completar la libreta de principio a fin", 4ta edición. Archivo electrónico, 2011
- 4) Skoog, D. A.; West, D. M., Holler, F. J., Crouch, S. R. "Fundamentos de Química Analítica", 8ª edición. Editorial Thomson, México, 2005.

- 5) Day, R. A.; Underwood, A. L. "Química Analítica Cuantitativa", 5a edición.; Prentice-Hall Hispanoamericana S. A.: México D. F., 1989.
- 6) Budari, S.; "The Merck Index: an encyclopedia of chemical, drugs and biological", 12th edition; Merck, New York, 1996.

VIII. 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.

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.

IX. CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES DEL CURSO

SEMANA	FECHA	PRÁCTICA DE LABORATORIO	OBSERVACIONES
1.	13-17 agosto	Lavado cuantitativo de cristalería. Uso de las balanzas analíticas	Feriado el 15 de agosto
2.	20-24 agosto	Verificación del volumen medido por la bureta	
3.	27-31 agosto	Verificación del volumen medido por la pipeta y el balón Preparación de crisoles para gravimetría	
4.	3-7 setiembre	Análisis gravimétrico Determinación gravimétrica de sulfatos. Volumetrías ácido – base. Preparación de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄	
5.	10-14 setiembre	Conclusión del análisis gravimétrico. Volumetrías ácido – base. Valoración de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄ .	

SEMANA	FECHA	PRÁCTICA DE LABORATORIO	OBSERVACIONES
6.	17-21 setiembre	Determinación de la acidez de un vinagre y Determinación de nitrógeno por el método de micro- Kjeldahl	
7.	23-27 abril	Determinación de la acidez de un vinagre y Determinación de nitrógeno por el método de micro- Kjeldahl	
8.	24-28 setiembre	Valoración de una disolución de AgNO_3 por el método de Mohr. Determinación de cloruros por el método de Mohr	
9.	01-05 octubre	Determinación de cloruros por el método de Volhard	
10.	08-12 octubre	Valoración por formación de complejos. Determinación de Ca con A.E.D.T.	.
11.	15-19 octubre	Semana de reposición	Feriado el 15 de octubre
12.	22-26 octubre	Permanganometría. Valoración de la disolución de KMnO_4 con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.	
13.	29 octubre-2 noviembre	Determinación de calcio con permanganato de potasio	
14.	05-09 noviembre	Yodometría Preparación y valoración de la disolución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Determinación yodométrica de Cu. Dicromatometría. Preparación de la disolución de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.	
15.	12-16 noviembre	Métodos Potenciométricos Valoración potenciométrica de una mezcla de HCl y H_3PO_4 .	
16.	19-23 noviembre	Dicromatometría: Determinación potenciométrica de hierro con $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.	
17.	26-30 noviembre	Práctica especial	

X. RECURSOS (MEDIACIÓN VIRTUAL)

Los entornos virtuales serán un apoyo al curso, por medio del cual se darán avisos, se mantendrá la comunicación entre el profesor y los estudiantes y se proporcionarán documentos útiles, entre otros usos. Es responsabilidad del estudiante revisar frecuentemente el entorno virtual y el correo electrónico asociado a este.

Los grupos de laboratorio xx y xx, a cargo del profesor Xxxx Xxxxxxxx, utilizarán el entorno virtual:

Nombre del curso	
Clave	

XI. 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 lentes de prescripción médica no se consideran dispositivos de seguridad**), zapatos cerrados y con el cabello recogido, si es el caso. También debe traer un pipeteador (“pera”) de tres pasos, papel toalla, papel aluminio, detergente líquido o en pasta para lavar vajillas, esponja, tres limpiadores de algodón (al menos uno debe ser blanco), 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 a este, 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.
- 9) Mantener la puerta del cuarto de balanzas siempre cerrada.
- 10) Mantener las pilas limpias y los hisopos ordenados.
- 11) Evitar el desperdicio de reactivos y la contaminación ambiental.
- 12) No recibir visitas en el laboratorio, ni ausentarse o salir de este sin autorización.
- 13) No consumir alimentos, chicle o bebidas durante la sesión de laboratorio.
- 14) Actuar con impecable ética profesional en todo momento.
- 15) Presentarse al laboratorio con todo el material enumerado anteriormente y con la libreta de laboratorio preparada.
- 16) No sentarse sobre las mesas de trabajo, las mesas laterales o las pilas.

- 17) Colocar los libros, mochilas, bolsos y otros en las mesas laterales.
- 18) No usar celulares, mantenerlos apagados durante la sesión de laboratorio.
- 19) Debe asegurarse que los candados queden cerrados al final de la sesión de laboratorio.
- 20) En caso de accidente informar al profesor o al encargado de la ventanilla.
- 21) En caso de incendio o sismo, conservar la calma, cerrar las llaves de gas y evacuar ordenadamente el laboratorio.