

arch

UNIVERSIDAD DE COSTA RICA

CENTRO UNIVERSITARIO DE OCCIDENTE

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS NATURALES

SECCIÓN DE QUÍMICA

GUIA DEL CURSO

- Q 0208 Química Analítica Cuantitativa I
- Q 0209 Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa I

CURSO DE TEORÍA:

Requisitos Q 0106, Q 0107
 Co-requisitos Q 0209
 3 créditos. 3 horas lectivas por semana

CURSO DE LABORATORIO:

Requisitos Q 0106, Q 0107
 Co-requisito Q 0208
 2 créditos: 2 horas de discusión por semana y 4 horas de laboratorio por semana.

PROFESOR: Lic. Jenaro A. Acuña González

DESCRIPCIÓN DEL CURSO:

La Química Analítica estudia los métodos y las técnicas que se emplean para determinar la composición de la materia. Desempeña un importante papel en los controles de producción en la industria, en la inspección de alimentos, bebidas y drogas, en el acondicionamiento de suelos, etc. Su tarea no es nada espectacular pero sí fundamental.

El estudiante de este curso tiene ya algún conocimiento del análisis cualitativo, el cual implica un cierto número de operaciones sistemáticas, que dan la respuesta sobre cuál o cuáles sustancias están presentes en la muestra analizada.

En el análisis cuantitativo se responde a la pregunta: Cuánto o qué cantidad de sustancia está presente en la muestra? Este análisis incluye muchas de las operaciones y procesos utilizados en el cualitativo; sin embargo, exige que dichas operaciones y procesos se realicen de una manera estricta, de acuerdo con los métodos establecidos para tal fin.

Durante el curso se estudiarán en detalle varios métodos y técnicas que se utilizan en la actualidad para resolver problemas ordinarios propios de la agricultura, ingeniería, medicina, bioquímica, etc.; tales como el gravimétrico, volumétrico, potenciométrico y espectrofotométrico. Por lo tanto se recomienda para aquellos estudiantes que piensan seguir carreras de agronomía, química, ingeniería química, medicina, farmacia, biología, microbiología, etc.

BASE PREVIA:

Conceptos elementales de química: electrolitos, unidades de peso y concentración, nomenclatura, estequiometría, equilibrio químico, oxidación-reducción, volumetrías de ácido base, solubilidad de los precipitados.

Operaciones comunes de laboratorio: filtración, desecación, pesada, manipulación y medición de soluciones, uso del equipo corriente.

OBJETIVOS GENERALES

Al finalizar el curso el alumno será capaz de:

- 1.- Juzgar la importancia del análisis cuantitativo en diversos aspectos, relacionados con otras ciencias.
- 2.- Utilizar el material corriente de laboratorio
- 3.- Aplicar el método científico.

OBJETIVOS ESPECIFICOS

El alumno será capaz de:

- 1.- Explicar los principios básicos de los métodos comunes de análisis:
 - a) Método espectrofotométrico.
 - b) Métodos volumétricos (de ácido-base, precipitación, redox)
 - c) Método potenciométrico.
 - d) Método gravimétrico.
- 2.- Aplicar las técnicas de laboratorio relacionadas con cada uno de los métodos citados en el punto anterior. (Lavado de material, utilización de la balanza, filtración, dilución, etc.)
- 3.- Interpretar los resultados obtenidos en cada una de las determinaciones que se efectúen para ilustrar los métodos mencionados.
- 4.- Confeccionar informes de laboratorio, siguiendo el esquema establecido en las últimas publicaciones científicas.
- 5.- Investigar la literatura de Química Analítica relacionada con cada una de las prácticas a efectuar en el laboratorio.
- 6.- Utilizar las cifras significativas.
- 7.- Manipular los implementos y reactivos de más uso en el laboratorio.
- 8.- Observar las mínimas reglas de orden, establecidas para trabajar en el laboratorio.

MÉTODOS Y TÉCNICAS

Se utilizará el:

- a) Método expositivo
- b) Método de inducción-deducción
- c) Diálogo
- d) Grupos
- e) Enseñanza programada
- f) Método audio-visual

ACTIVIDADES:

DEL ALUMNO:

- a) Participar activamente en las clases
- b) Resolver problemas en forma individual
- c) Resolver problemas en grupo
- d) Trabajar en el laboratorio
- e) Confeccionar informes de laboratorio
- f) Investigar la literatura relacionada con cada práctica de laboratorio.

DEL PROFESOR:

- a) Utilizar durante las lecciones el material didáctico apropiado.
- b) Presentar problemas para que sean resueltos en la casa.
- c) Atender a los alumnos en horas de consulta.
- d) Explicar el fundamento teórico y el procedimiento para la realización de la práctica.
- e) Asistir a los alumnos en el laboratorio
- f) Evaluar el trabajo de los alumnos.

PROGRAMA DEL CURSO DE TEORIA

TEMA I: Introducción y conceptos elementales

Importancia, y clasificación de la química analítica. Etapas de un análisis cuantitativo. Conceptos elementales: Electrolitos fuertes y débiles, disociación del agua, conceptos de ácido y base. Unidades de peso y concentración: Molaridad, Formalidad. Relaciones estequiométricas. Equilibrio químico.

TEMA II: Análisis gravimétrico

Consideraciones generales. Cálculos. Factores gravimétricos. Cálculos de resultados en "base seca". Análisis gravimétrico aplicado. Ejemplos seleccionados. Análisis gravimétrico indirecto.

TEMA III: Solubilidad y producto de solubilidad

Expresión de la solubilidad. Producto de solubilidad, producto iónico, solubilidad formal. Efecto del ion común. Efecto del ion diverso. Cálculos.

TEMA IV: Volumetría y equilibrios ácido-base

Conceptos, definiciones, y clasificación de las titulaciones. Valoración y patrones primarios. Fuerza ácido-base. Cálculos de pH en soluciones de (a) ácidos fuertes, (b) ácidos débiles, (c) bases fuertes, (d) bases débiles, (e) ácido débil y su sal, (f) base débil y su sal, (g) sal de ácido débil, (h) sal de base débil. Soluciones reguladoras: Propiedades, preparación y capacidad reguladora. Indicadores ácido-base.

TEMA V: Curvas de titulación

Acido fuerte-base fuerte, ácido débil-base fuerte, base débil-ácido fuerte. Titulación de ácidos y bases polifuncionales. Análisis de mezclas. Cálculos.

TEMA VI: Principios electroquímicos

Ecuaciones redox. Definiciones de unidades eléctricas. Celdas electroquímicas. Celdas voltaicas. Potencial de hemipila. Ecuación de Nernst. Curvas de titulación. Cálculos de constantes de equilibrio. Detección del punto final. Cálculos.

TEMA VII: Espectrofotometría

Conceptos, definiciones y leyes fundamentales. Determinaciones colorimétricas. Determinaciones fotométricas. Espectros de absorción. Curvas de calibración. Error fotométrico. Análisis simultáneo de una mezcla de dos componentes. Instrumentación.

PROGRAMA DEL CURSO DE LABORATORIO

TEMA I: Sistema de trabajo en el laboratorio. Reactivos químicos: Clasificación y manipulación. Labalanza y su uso. El desecador y su uso. Separación de sistemas líquido-sólido. Calentamiento y calcinación. Principios del análisis gravimétrico: Precipitación, mecanismo de la precipitación. Contaminación, purificación y añejamiento de precipitados. Precipitación en soluciones homogéneas. Separación, lavado y transformación del precipitado. Determinaciones gravimétricas.
Experimento: Determinación gravimétrica de níquel con dimetilglioxima.

TEMA II: Análisis volumétrico. Conceptos, definiciones y clasificación de las titulaciones. Valoración y patrones primarios. Preparación y valoración de soluciones de ácidos y bases. Técnicas y aparatos. Titulaciones ácido-base aplicadas.
Experimentos: Determinación de la acidez de un vinagre. Determinación de nitrógeno por el método micro-Kjeldhal.

TEMA III: Equilibrios de oxidación-reducción. (a) Introducción. Potencial de hemipila. Ecuación de Nernst. Volumetría redox aplicada. Soluciones valoradas de patrones primarios. Indicadores. (b) Permanganometría. Experimento: Determinación de calcio. (c) Dicromatometría. Experimento: Determinación de hierro. (d) Iodometría. Experimento: Determinación de cobre. (e) Iodimetría.

TEMA IV: Titulaciones potenciométricas. Introducción. Medición del pH por medio de una celda voltaica. Electrodo indicadores y de referencia. Técnicas y aparatos. Experimento: Valoración potenciométrica de una solución de ácido fosfórico.

TEMA V: Espectrofotometría. Generalidades. Instrumentos. Espectros de absorción. Curvas de calibración. Propiedades colorimétricas convenientes e inconvenientes. Experimentos: Determinación fotométrica de manganeso. Determinación de hierro en aguas.

TEMA VI: Evaluación de los resultados analíticos. Mediana, media, moda, precisión, exactitud. Errores determinados e indeterminados. Errores determinados e indeterminados. Curva normal de error. Cifras significativas.

SISTEMA DE EVALUACION Y REQUISITOS

1.- CURSO DE TEORIA:

Durante el curso se realizarán tres exámenes parciales; el primero y el tercero tienen un valor de 25% cada uno, el segundo tiene un valor de 30%, y exámenes cortos que tienen un valor del 20%.

a) Exámenes Parciales:

Los exámenes parciales se efectuarán en las fechas establecidas en el calendario. Los resultados se darán cuatro días después; si se presentara alguna incorrección en la suma o calificación, los estudiantes deben indicarlo dentro del período reglamentario. Los exámenes parciales incluirán, por lo menos, un 10% de la materia estudiada en el laboratorio.

b) Exámenes cortos:

Se efectuarán sin previo aviso y comprenderán la materia que se haya explicado hasta la lección anterior.

2) CURSO DE LABORATORIO:

La nota final de laboratorio será el promedio de dos notas obtenidas de la siguiente forma:

Primera Nota:

Promedio de las calificaciones de los informes que el estudiante presentará durante el curso. Cada informe se calificará así: Técnica e interés puestos en su trabajo 30%, uso de las cifras significativas 20%, orden 10%, exactitud 30%, investigación bibliográfica 10%.

Segunda nota:

Promedio de los exámenes cortos, semanales, que versarán sobre la práctica que se va a realizar.

El promedio de ambas notas debe ser 7.00 para aprobar el curso. El estudiante que obtenga una nota menor a la indicada, se hace acreedor de una P, lo cual implica que debe repetir el curso de laboratorio.

Para el laboratorio no hay exámenes parciales, ni final.

a) Exámenes cortos:

A partir de la segunda semana se hará un examen corto que versará sobre la práctica correspondiente a esa fecha. El examen se realizará en la hora de Discusión anterior al período de laboratorio y quien obtenga una nota menor de 7,00 NO PUEDE hacer la práctica. Sin embargo, se podrá hacer la práctica después de presentar un examen oral satisfactorio ante su asistente. La nota que se registra es la de la prueba escrita.

3.- SISTEMA DE TRABAJO EN EL LABORATORIO

Cada alumno es responsable de los materiales que forman parte del equipo individual de su gaveta. Para trabajar en el laboratorio debe traer gabacha, dos limpiónes blancos, una esponja, un marcador de tinta y etiquetas engomadas. Debe usar un cuaderno de 20 cm por 12 cm de resorte, rayado común; debe dejar la primera hoja en blanco y numerar las siguientes con tinta.

El orden a seguir para anotar la información de laboratorio es el siguiente:

- a) Título de la práctica
- b) Número del informe
- c) Fecha en que inicia la práctica
- d) Número de la incógnita

INTRODUCCION

- e) Objetivo
- f) Fundamento teórico
- g) *Bibliografía (*en los informes sobre espectrofotometría y potenciometría ésta va al final).

PARTE EXPERIMENTAL

- h) Reactivos
- i) Aparatos
- j) Resumen del procedimiento.

RESULTADOS Y DISCUSION

- k) Tablas
- l) Gráficos
- m) Cálculos (con las operaciones indicadas)
- n) Resultados obtenidos (con incertidumbre absoluta y relativa)
- ñ) Resultado final (incluyendo la desviación relativa)
- o) Discusión y conclusiones.

RESUMEN

Los informes sobre las prácticas de espectrofotometría y potenciometría deben confeccionarse en hojas blancas (con duplicado si se quiere conservar la copia), pues el original no se devolverá al estudiante.

El estudiante es responsable de la balanza analítica que se le asigne. Debe informar al Asistente cualquier anomalía que observe en ella, por lo menos cinco minutos después de iniciada la sesión de laboratorio. En cada período de laboratorio el Asistente nombra a un alumno para que se encargue de la limpieza de la mesa y de dejar los reactivos acomodados según la numeración. Cada alumno se encarga de revisar su balanza. La manipulación de espectrofotómetros, muflas, pHmetros y otros aparatos está a cargo del Asistente.

Las incógnitas se darán previa autorización del Asistente. Al solicitar la siguiente incógnita se debe entregar el envase o botella bien limpia. Durante el trabajo en el laboratorio se debe guardar silencio, evitando las conversaciones y compañía de personas extrañas a las labores que se realizan. En cada período de laboratorio se llevará el control de la asistencia, considerándose reprobado el estudiante que tenga 2 ausencias a otros tantos períodos de laboratorio, o bien cuatro llegadas tardías.

Se debe presentar la libreta de informes al Asistente ocho días después de concluida la práctica correspondiente.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- D. A. Skoog, D. M. West, Introducción a la Química Analítica. Editorial Reverté, 1a Ed. Argentina (1969)
- 2.- J. A. Solano, Manual de Laboratorio. Departamento de Publicaciones de la Universidad de Costa Rica.
- 3.- G. H. Ayres, Análisis Químico Cuantitativo. Editorial Harper & Row Publishers Inc. 1a Ed. en español, España. (1968.)
- 4.- R. A. Day, A. L. Underwood, Quantitative Analysis. Prentice Hall Inc. Second Edition, New Jersey, (1967)
- 5.- H. A. Flashka, A. J. Barnard, Química Analítica Cuantitativa. Compañía Editorial Continental S. A. Vols. I y II, Primera Edición, México (1973).
- 6.- C. N. Reilley, D. T. Sawyer, Experiments for Instrumental Methods, Mc. Graw Hill Book Co., Inc. New York (1961).
- 7.- Endeavour. Vol 23, Nº120. Setiembre 1974.
- 8.- R. B. Fischer, D. G. Peters, Compendio de Análisis químico cuantitativo. Interamericana, 1a Ed. en español, México (1971)

CALENDARIO DEL CURSO DE QUIMICA ANALITICA CUANTITATIVA I. III CUATRIMESTRE 1976

| SEMANA | FECHA | TEORIA | LABORATORIO |
|--------|-------------------|---|---|
| 1 | 8 - 12 noviembre | Introducción y conceptos elementales | Lavado y uso del material. Preparación de un crisol Gooch. |
| 2 | 15 - 19 noviembre | Análisis gravimétrico | Determinación gravimétrica de Níquel. |
| 3 | 22- 26 noviembre | Solubilidad y producto de solubilidad | Determinación de cloruro por el método de Mohr. |
| 4 | 29 nov. 3 dic. | Equilibrios ácidos-base | Preparación y valoración de una solución de NaOH 0, 1 N |
| 5 | 6 - 10 diciembre | Equilibrio ácido-base | Determinación de la acidez de un vinagre |
| 6 | 13 - 17 diciembre | Curvas de titulación ácido-base Primer examen parcial | Determinación de nitrógeno por el método de micro-Kjeldahl |
| 7 | 20-24 diciembre | Curvas de titulación ácido-base Reguladores | Determinación de nitrógeno por el método de micro Kjeldhal (cont) Preparación de una solución de $KMnO_4$ 0, 1 N |
| 8 | 27-31 diciembre | Cálculos en las titulaciones ácido-base | Valoración de la solución de $KMnO_4$ |
| 9 | 3 - 7 enero | Ecuaciones redox. Principios electroquímicos | Determinación de calcio con $KMnO_4$ |
| 10 | 10-14 enero | Principios electrométricos Segundo examen parcial. | Determinación de calcio con $KMnO_4$ (cont) Preparación de una solución de $K_2Cr_2O_7$ 0, 1N |
| 11 | 17-21 enero | Teoría de la titulación redox Resultados en las titulaciones redox | Determinación de hierro con dicromato de potasio Valoración potenciométrica. |
| 12 | 24-28 enero | Leyes de la absorción de la luz. Métodos colorimétricos y fotométricos de análisis. | Preparación y valoración de solución de tiosulfato de sodio 0, 1 N. Determinación iodométrica de cobre. |
| 13 | 31- 4 febrero | Métodos espectrofotométricos de análisis | Manejo del espectrofotómetro. Determinación del magnesio. |
| 14 | 7- 12 febrero | Métodos espectrofotométricos de análisis | Determinación espectrofotométrica de hierro en aguas. Determinación espectrofotométrica de fósforo. |
| 15 | 14-19 febrero | Tercer examen parcial | Entrega del material usado. |