



Universidad de Costa Rica
Escuela de Química
Sección de Química Analítica
Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa I
(QU-0201)



I. GENERALIDADES

DEDICACIÓN DE TIEMPO	2 horas de teoría y 4 horas de laboratorio por semana
CRÉDITOS	2 créditos
Nº DE GRUPO Y HORARIO	01: L: 15:00 – 16:50, V: 08:00 – 11:50 02: L: 15:00 – 16:50, V: 13:00 – 16:50
LÍNEA CURRICULAR	Curso de servicio para distintas carreras
REQUISITOS	QU-0102, QU-0103 ó QU-0114, QU-0115
CORREQUISITO	QU-0200 Química Analítica Cuantitativa I
PERÍODO	I ciclo-2017
PROFESOR (A)	M.Sc. Irene Jiménez Barrantes (Coordinadora). Oficina 118 A Licda. Susana Rodríguez Román. Oficina 118 A Lic. Adrián González García. Oficina 118 B B.Q. José Ángel Brenes Jiménez. 209 B B.Q. Yorleny Corrales González (Sede del Caribe) Dr. John Vargas Badilla (Sede de Occidente). Horas de consulta: L 10 a 11:50 y de 13 a 14:50. John.vargas@ucr.ac.cr Lic. Francisco Casierra Perlaza (Sede de Guanacaste)

II. OBJETIVOS DEL CURSO

a) General

Desarrollar las habilidades y destrezas propias del trabajo en un laboratorio, específicamente de análisis químico.

b) Específicos

1. Adquirir destreza en la manipulación de equipo básico de laboratorio y en la aplicación de varias técnicas de análisis químico cuantitativo.
2. Obtener conocimiento sobre la teoría que fundamenta las técnicas de análisis químico cuantitativo empleadas.
3. Aprender a calcular los resultados de un análisis químico.

III. DESCRIPCION DEL CURSO

Este es un curso de servicio dirigido a estudiantes de carreras que utilizan la Química Analítica como herramienta y que requieren desarrollar destrezas de trabajo en el laboratorio como parte de su perfil profesional.

El curso tiene un enfoque teórico práctico, de manera que el estudiante aplique los conceptos teóricos del análisis químico cuantitativo en la determinación de un analito en una muestra incógnita, a la vez que aprende y práctica las técnicas básicas de trabajo utilizadas en análisis químico.

El fin del curso es que el estudiante desarrolle las habilidades básicas y aprenda los conceptos necesarios para trabajar individualmente en un laboratorio, lo cual es necesario para el desarrollo del plan de estudios de su carrera y para el ejercicio profesional de esta.

IV. CONTENIDOS

Las referencias de cada tema corresponden a los textos 1 y 2 de la bibliografía (página 5 y 6)

TEMAS	REFERENCIA
Lavado cuantitativo de cristalería. Uso de las balanzas analíticas Preparación de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄ .	1) Páginas 4 – 6, 21 2) Capítulo 2: 2B, 2D, 2E, 2I, 2J
Volumetrías ácido – base. Valoración de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄	1) Páginas 16 – 21 2) Capítulo 2: 2G, Capítulo 13: 13A, 13B, 13C, Capítulo 14: 14A, 14B.1, Capítulo 16: 16A
Determinación de la acidez de un vinagre Determinación de nitrógeno por el método de micro-Kjeldahl	1) Página 22 – 26 2) Capítulo 2: 2G.7, Capítulo 14: 14C, Capítulo 16: 16 B.1. Nitrógeno
Valoración por formación de complejos. Determinación de Ca con A.E.D.T.	1) Páginas 27 – 35 2) Capítulo 17: 17A, 17 A.1, 17B.1, 17D.1, 17D.2, 17D.4, 17D.6, 17D.8, 17D.9
Volumetrías Redox Dicromatometría. Preparación de la disolución de K ₂ Cr ₂ O ₇ . Determinación de hierro con K ₂ Cr ₂ O ₇ .	1) Página 36 – 38, 44 – 46 2) Capítulo 18: 18A, 18A. 1 y 2 18B, 18B.1, 2, 3 y 4, 18C, 18C.1, 3, 4, 5 y 6, Capítulo 19 E.1, Capítulo 20: 20C.2
Permanganometría. Valoración de la disolución de KMnO ₄ con Na ₂ C ₂ O ₄ . Determinación de calcio con permanganato de potasio	1) Páginas 39 – 43 2) Capítulo 20: 20C, 20C.1
Análisis Gravimétrico. Determinación gravimétrica de sulfatos.	1) Páginas 60 – 64 2) Capítulo 9: 9B.3 y 9B.5, Capítulo 12: 12A. 1, 2, 3, 4 y 7, 12B
Métodos Potenciométricos Valoración potenciométrica de una mezcla de HCl y H ₃ PO ₄ .	1) Páginas 53 – 59 2) Capítulo 21: 21A, 21B.1 y 2, 21C, 21D.3, 21G.1
Espectrofotometría. Determinación espectrofotométrica de níquel Determinación espectrofotométrica de hierro.	1) Páginas 65 – 73 2) Capítulo 24A.1 y 2, 24B.1 y 24C.1, 2 y 3, Capítulo 25: 25A, Capítulo 26: 26A, 1, 3 (hasta relación de absorbancia y concentración)

V. EVALUACIÓN

a) **Exámenes cortos (40%):** se llevan a cabo en la lección de teoría de laboratorio, en los primeros 20 minutos antes de la discusión de la práctica. Se evalúan las prácticas de la semana anterior y de la semana presente, con respecto a los siguientes temas: el fundamento teórico de cada práctica, los cálculos relacionados con las prácticas, la preparación de las disoluciones utilizadas en cada práctica, 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 (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 el asistente 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 (40%):** se usará un cuaderno de actas forrado con plástico.
El asistente 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%

El estudiante debe entregar el informe de laboratorio 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 Química Analítica Cuantitativa I, QU-0201.

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.

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.

FECHA DEL EXAMEN DE AMPLIACIÓN: MARTES 18 DE JULIO 8:00 AM, RECINTO DE GRECIA

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 el estudiante.

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 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 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 las semanas indicadas en el cronograma del curso (pág.6 y 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 y 9).

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 Dirección de Ciencias Naturales (25117015) de la situación o problema. En caso de no obtener respuesta llamar directamente al 911.
2. Seguir las instrucciones del profesor, el encargado del laboratorio y el asistente de laboratorio.
3. El personal docente (profesores y asistentes) y administrativos deben mantener la calma y guiar a los estudiantes fuera de los laboratorios y fuera del edificio por la puerta más cercana.

IX. CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES DEL CURSO

SEMANA	FECHA	PRÁCTICA DE LABORATORIO	OBSERVACIONES
1.	13-17 marzo	Lavado cuantitativo de cristalería. Uso de las balanzas analíticas Preparación de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄ .	
2.	20-24 marzo	Volumetrías ácido – base. Valoración de las disoluciones de NaOH y H ₂ SO ₄ .	
3.	27-31 marzo	Determinación de la acidez de un vinagre y Determinación de nitrógeno por el método de micro-Kjeldahl	
4.	3-7 abril	Determinación de la acidez de un vinagre y Determinación de nitrógeno por el método de micro-Kjeldahl	
5.	10-14 abril	Semana Santa	Feriado toda la semana
6.	17-21 abril	Valoración por formación de complejos. Determinación de Ca con A.E.D.T.	
7.	24-28 abril	Semana Universitaria	
8.	1-5 mayo	Semana de Reposición	Feriado el 1 de mayo
9.	8-12 mayo	Dicromatometría. Preparación de la disolución de K ₂ Cr ₂ O ₇ . Determinación de hierro con K ₂ Cr ₂ O ₇ .	
10.	15-19 mayo	Permanganometría. Valoración de la disolución de KMnO ₄ con Na ₂ C ₂ O ₄ . Determinación de calcio con permanganato de potasio	
11.	22-26 mayo		

SEMANA	FECHA	PRÁCTICA DE LABORATORIO	OBSERVACIONES
12.	29 mayo-2 junio	Análisis Gravimétrico. Determinación gravimétrica de sulfatos.	
13.	5-9 junio	Análisis Gravimétrico. Determinación gravimétrica de sulfatos. Métodos Potenciométricos Valoración potenciométrica de una mezcla de HCl y H ₃ PO ₄ .	
14.	12-16 junio	Semana de Reposición	
15.	19-23 junio	Espectrofotometría. Determinación espectrofotométrica de níquel	
16.	26-30 junio	Espectrofotometría. Determinación espectrofotométrica de hierro. Devolución de gavetas	
17.	3-7 julio	Reposición y devolución de gavetas	Se aplicará el examen corto de laboratorio en las clases de teoría de laboratorio.

X. RECURSOS (MEDIACIÓN VIRTUAL)

El entorno virtual será 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 (usuario@ucr.ac.cr)

Utilizar la URL <http://mediacionvirtual.ucr.ac.cr/> para acesar el aula virtual para los dos grupos de laboratorio:

Nombre del curso	I - S - 2017 - OTA - Laboratorio de Química Analítica Cuantitativa - 001 002
Clave	Qu201rg

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 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.
- 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 del mismo 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.