



Ministerio de Cultura y Educación
Universidad Nacional de San Luis
Facultad de Química, Bioquímica y Farmacia
Departamento: Química
Area: Qca Analítica

(Programa del año 2008)

I - Oferta Académica

Materia	Carrera	Plan	Año	Período
QUIMICA ANALITICA I	LIC. QUIMICA	5/04	2	2c

II - Equipo Docente

Docente	Función	Cargo	Dedicación
OLSINA, ROBERTO ANTONIO	Prof. Responsable	P.TIT EXC	40 Hs
FERNANDEZ, JOSE ENRIQUE	Responsable de Práctico	JTP EXC	40 Hs

III - Características del Curso

Credito Horario Semanal				
Teórico/Práctico	Teóricas	Prácticas de Aula	Práct. de lab/ camp/ Resid/ PIP, etc.	Total
9 Hs	4 Hs	2 Hs	3 Hs	9 Hs

Tipificación	Periodo
B - Teoría con prácticas de aula y laboratorio	2 Cuatrimestre

Duración			
Desde	Hasta	Cantidad de Semanas	Cantidad de Horas
11/08/2008	21/11/2008	14	130

IV - Fundamentación

Química Analítica I es la asignatura inicial de la especialidad que se dicta para los alumnos que cursan la carrera de Lic. en Química. Sus conocimientos, que corresponden, en general, a las denominadas Química Analítica Cualitativa y Cuantitativa, son los básicos y necesarios para la iniciación en la química de las identificaciones y en los Métodos del Análisis Químico Cuantitativo, que se denominan comúnmente “convencionales” o “clásicos”.

V - Objetivos

El objetivo fundamental de esta asignatura es introducir al alumno en el esquema general del proceso analítico total; formándolo y capacitándolo de esta manera, en la aplicación de los principios y metodologías de la Química Analítica. El programa contiene una primera parte, de introducción a los fundamentos en los que se basa la Química Analítica. Una segunda parte, de principios y operaciones analíticas que no involucran cuantificación y finalmente, se considerará el proceso en su aspecto cuantitativo, desarrollando las distintas técnicas volumétricas y gravimétricas.

VI - Contenidos

TEMA 1

Introducción a la química analítica. Información químico Analítica. Referencias químico Analítica. Clasificaciones de la química analítica. Propiedades analíticas. El proceso analítico integral. Tipos de reacciones de uso frecuente en química analítica. Condiciones de una reacción para la identificación y para la cuantificación. Objetivos y usos del equilibrio químico en química analítica. Equilibrios en fase homogénea y heterogénea. Aplicaciones

TEMA 2

Aspectos cualitativos de la química analítica. La respuesta binaria. Características analíticas de la respuesta binaria: Sensibilidad, Selectividad, Enmascaramiento. Estándares y calibración en análisis cualitativo. Análisis cualitativo clásico e instrumental: Generalidades.

TEMA 3

Investigación de cationes. Métodos sistemáticos que usan separaciones. Reactivos generales, especiales y reactivos de identificación para las especies más comunes.

Investigación de aniones: ensayos de oxidantes, ensayo de reductores, ensayos con reactivos generales. Incompatibilidades más comunes. Deducciones derivadas de ensayos previos e incompatibilidades

TEMA 4

Principios del análisis cuantitativo. Análisis cuantitativo clásico e instrumental. Expresión de resultados analíticos. Cálculos en el análisis volumétrico. Tipos de técnicas volumétricas. Tipos de volumetrías. Métodos de detección en el punto final. Curvas de titulación y equilibrios en el punto final. Mecanismos de los indicadores visuales.

TEMA 5

Equilibrio ácido-base. pH: Cálculo de pH en soluciones acuosas de distintos sistemas. Curvas de distribución de especies en función del pH. Volumetría ácido-base. Selección y valoración de un titulante. Selección y empleo de los indicadores en volumetría ácido-base. Variabilidad de la curva de titulación. Análisis de las curvas de titulación en medios acuosos. Resolución de mezclas. Aplicaciones.

TEMA 6

Concepto de solubilidad y de producto de solubilidad. Factores que afectan al producto de solubilidad. Factores que afectan a la solubilidad. Volumetría de precipitación. Fundamentos requisitos y limitaciones de la volumetría de precipitación. Indicadores de punto final. Aplicaciones a la determinación de haluros: Método de Mohr, Volhard y Fajans.

TEMA 7

Equilibrio de complejación. Equilibrio y constantes de formación. Sistemas de formación de complejos, algunos casos de cálculo de concentraciones en el equilibrio. Constantes condicionales de formación, tratamiento general. Volumetría de formación de complejos. Fundamentos requisitos y limitaciones de la volumetría de formación de complejos. Indicadores de punto final. Aplicaciones de la Quelatometría a la valoración de Ca^{2+} y Mg^{2+} . Aplicaciones.

TEMA 8

Equilibrio redox. Constante de equilibrio y potencial de equilibrio. Factores que afectan los potenciales redox. Volumetría de óxido-reducción.

Fundamentos, requisitos y limitaciones. Indicadores de punto final. Usos y aplicaciones de oxidantes fuertes: Permanganato, Dicromato y Cerio (IV). Métodos volumétricos que utilizan Iodo. Aplicaciones a la determinación de Arsenitos, Yodatos, Yoduros y Cobre (II).

TEMA 9

Mecanismos y factores que influyen en la formación de precipitados. Impurificación de precipitados; coprecipitación y posprecipitación. Eliminación de impurezas: digestión y envejecimiento, redisolución y reprecipitación. Precipitaciones controladas. Precipitación en fase homogénea: fundamentos, ventajas y aplicaciones. El análisis gravimétrico. Fundamentos del análisis gravimétrico. Métodos gravimétricos. Operaciones básicas. Ventajas y desventajas principales de la gravimetría. Aplicaciones.

Tema 10

Etapas en la resolución de un Problema Analítico. Propiedades analíticas supremas, básicas y complementarias. Errores en química analítica. Aspectos Generales de la Calidad en Química Analítica. Trazabilidad: Materiales de Referencia. Tipos de Estándares y su Trazabilidad.

VII - Plan de Trabajos Prácticos

PROGRAMA DE TRABAJOS PRÁCTICOS:

Parte general

- 1- Instrucción sobre los materiales de trabajo y equipos a utilizar, su manejo y cuidados. Preparación de soluciones de reactivos generales. Recomendaciones referidas al trabajo de laboratorio en general y respecto de sustancias tóxicas o corrosivas.
- 2- Resolución de problemas referidos a cálculos de concentración protónica y pH para sistemas simples, mezclas equivalentes y no equivalentes. Producto de solubilidad y solubilidad. Efecto de la concentración protónica y de complejantes sobre la solubilidad.
- 3- Resolución de problemas referidos a cálculos elementales en el empleo de conceptos estadísticos básicos para caracterizar la exactitud, precisión e incertidumbre

Parte cualitativa

- 4- Investigación de aniones. Observaciones y ensayos preliminares: ensayo con acetato de bario y calcio, ensayo con nitrato de plata, ensayo de aniones reductores y de aniones oxidantes.
Primer Grupo de Aniones (precipitan con acetato de bario y calcio): CO_3^{2-} , BO_3^{3-} , PO_4^{3-} , AsO_4^{3-} , AsO_3^{3-} , CrO_4^{2-} , SO_3^{2-} y SO_4^{2-} . Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento.
Segundo Grupo de Aniones (precipitan con nitrato de plata en medio ácido): S^{2-} , SCN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$, CN^- , I^- , Br^- , Cl^- , Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento.
Tercer Grupo de Aniones (no precipitan con los reactivos anteriores): NO_3^- , NO_2^- , ClO_3^- , CH_3COO^- . Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento.
 - 5- Investigación de cationes en muestras líquidas en escala semimicro. Observaciones y ensayos previos.
Primer Grupo de Cationes (solubles en Na_2CO_3 1N): $\text{Cr}(\text{VI})$, $\text{As}(\text{III})$, $\text{As}(\text{V})$, K^+ , Tl^+ y Li^+ .
Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
Segundo Grupo de Cationes (precipitados con Na_2CO_3 1N e insolubles en HNO_3 c): Sb^{5+} , Sb^{3+} , Sn^{4+} y Sn^{2+} . Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
Tercer Grupo de Cationes (de los cloruros): Ag^+ ; Pb^{2+} , Hg_2^{2+} Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
Cuarto Grupo de Cationes (de los sulfatos): Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Pb^{2+} Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
 - 6- Identificación de algunos elementos de interés toxicológico.
Quinto Grupo de Cationes (hidróxidos insolubles en $\text{NH}_4^+ / \text{NH}_3$): Al^{3+} , Cr^{3+} , Bi^{3+} , Fe^{3+} Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
Sexto Grupo de Cationes (cationes solubles en $\text{NH}_4^+ / \text{NH}_3$): Mn^{2+} , Cu^{2+} , Hg_2^{2+} , Cd^{2+} , Zn^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} Ensayos preliminares. Técnicas Analíticas. Reacciones de reconocimiento semimicro.
 - 7- Resolución de problemas teóricos referidos a separaciones e identificaciones en análisis cualitativo.
- #### Parte cuantitativa
- 8- Resolución de problemas vinculados a cálculos volumétricos.
 - 9- Volumetría Ácido-Base. Preparación de un ácido tipo y de una base tipo.
 - 10- Aplicaciones de la volumetría ácido-base: a) Capacidad neutralizadora de una tableta antiácida. b) Resolución de mezclas alcalinas. Método de Warder sobre una y dos alícuotas.
 - 11- Volumetría de precipitación. Determinación de cloruros.
 - 12- Aplicación de la volumetría de precipitación: Determinación de bromuros en fármacos por el Método de Mohr.
 - 13- Volumetría de Complejación. Quelatometría.
 - 14- Aplicaciones de la Quelatometría: Determinación de dureza en aguas.
 - 15- Volumetría Redox. Yodometría y Permanganimetría.
 - 16- Aplicaciones de la Yodometría: Análisis de tabletas de vitamina C utilizando yodo.
 - 17- Aplicaciones de la Permanganimetría: Análisis de Hierro total en muestra sintética utilizando permanganato.
 - 18- Gravimetría.
 - 19- Aplicaciones de la gravimetría: Determinación de Calcio.

NORMAS GENERALES

- Usar guardapolvo con puños, entallados y a la altura de la rodilla, de preferencia de algodón.
Usar protección para los ojos tales como lentes de seguridad, guantes apropiados

No se permitirá la entrada al laboratorio con: faldas, pantalones cortos, medias de nylon, zapatos abiertos y cabello largo suelto.

No comer, beber, ni fumar en los lugares de trabajo.

Trabajar con ropa bien entallada y abotonada.

Mantener las mesas siempre limpias y libres de materiales extraños (traer repasador).

Colocar materiales peligrosos alejados de los bordes de las mesas.

Arrojar material roto sólo en recipientes destinados a tal fin.

Limpiar inmediatamente cualquier derrame de producto químico.

Mantener sin obstáculo las zonas de circulación y de acceso a las salidas y equipos de emergencia.

Informar en forma inmediata cualquier incidente al responsable de laboratorio.

Antes de retirarse del laboratorio deben lavarse las manos.

NORMAS PARTICULARES

Para tomar material caliente usar guantes y pinzas de tamaño y material adecuados.

Colocar los residuos, remanentes de muestras, etc. en recipientes especialmente destinados para tal fin.

Rotular los recipientes, aunque sólo se utilicen en forma temporal.

No pipetear con la boca ácidos, álcalis o productos corrosivos o tóxicos

MANEJO DE SOLVENTES, ACIDOS Y BASES FUERTES

Abrir las botellas con cuidado y de ser posible, dentro de una campana.

Los ácidos y bases fuertes deben almacenarse en envases de vidrio perfectamente tapados y rotulados, lejos de los bordes desde donde puedan caer.

No apoyar las pipetas usadas en las mesas.

No exponer los recipientes al calor.

Trabajar siempre con guantes y protección visual.

Para la dilución de ácidos añadir lentamente el ácido al agua contenida en el matraz, agitando constantemente y enfriando si es necesario.

Antes de verter ácido en un envase, asegurarse de que no esté dañado.

Si se manejan grandes cantidades de ácidos tener a mano bicarbonato de sodio.

Si le cae por accidente sobre piel un solvente, ácido o álcali, inmediatamente lávese con abundante agua y busque atención.

VIII - Regimen de Aprobación

• Aprobación de los Trabajos de Laboratorio :

1) El alumno deberá obtener en sus determinaciones resultados aceptablemente coincidentes con los reales. El error tolerado dependerá del tipo y técnica de análisis empleada y será fijado por la Cátedra en cada caso.

2) Deberá demostrar un pleno conocimiento de la parte teórica referente a la práctica o experiencia, al ser interrogado en forma oral, escrita; antes, durante y a la finalización del Trabajo Práctico.

3) Deberá poseer una habilidad manual acorde con el tipo de experiencia que realice.

4) Registrará en un "cuaderno de laboratorio", en forma ordenada, los resultados obtenidos y las operaciones numéricas que cada cálculo demanden.

5) Al finalizar cada práctico deberá entregar el material en perfectas condiciones de orden y limpieza.

PARA LA APROBACIÓN DE CADA TRABAJO PRACTICO, EL ALUMNO DEBERÁ DAR CUMPLIMIENTO A LOS CINCO REQUISITOS PRECITADOS.

• Examinaciones Parciales: El grado de conocimiento del alumno será evaluado mediante 4 (cuatro) exámenes parciales tomados a lo largo del curso, referentes a los temas teóricos-prácticos de laboratorio y de resolución de problemas numéricos. Tendrán derecho a rendir las exámenes parciales los alumnos que tengan aprobados todos los prácticos de laboratorio correspondientes a cada uno de ellos.

Las recuperaciones de exámenes parciales serán una recuperación por cada parcial y solo una segunda recuperación, para los alumnos que hubieren presentado constancia de actividad laboral o de maternidad tendrán una recuperación adicional.

• Clasificaciones: Las evaluaciones se clasificarán con notas, utilizándose la escala de 1(uno) a 10 (diez). Para ser considerado como aprobado en calidad de Regular, el alumno deberá lograr al menos una calificación de 7 (siete) puntos.

• Aprobación del Curso: Para ser considerado Alumno Regular, de acuerdo a las reglamentaciones vigentes el alumno a la

finalización del curso, deberá contar con el 70% de asistencia a las clases Teórico-Prácticas y de Laboratorio, tener aprobados el 100 % de los Trabajos Prácticos de Aula y Laboratorio y el 100% de los exámenes parciales correspondientes a los temas Teórico-Prácticos, de laboratorio y resolución de problemas.

• Régimen de Aprobación del Curso: Aprobación por Examen Final, Modalidad oral.

IX - Bibliografía Básica

- [1] -Arribas, S.; Hernández, J. Química Analítica Cualitativa. Decimoprimer edición. Paraninfo, Madrid, 1983.
- [2] -Arribas, S.. Análisis Cualitativo Inorgánico sin el empleo del ácido sulfhídrico. Tercera edición. Paraninfo, Madrid, 1983
- [3] -Burriel, F. ; Arribas, S. ; Lucenas, F: ; Hernandez, J. Química Analítica Cualitativa. Duodécima edición. Paraninfo, Madrid, 1985.
- [4] -Rangel, R.L. Fundamentos de química Analítica. Primera edición. Editorial Limusa, México, 1976.
- [5] -Alexeiev, V. N. Semimicroanálisis Químico Cualitativo. Editorial Mir. Moscú, 1975.
- [6] -Hahn, P. B. ; Welcher, F. J. Inorganic Qualitative Analysis. D. Van Nostrand Co. Inc. N.Y. 1968.
- [7] -Valcárcel, Miguel Principios de Química Analítica Editorial Springer-Verlag Ibérica, S.A., Barcelona 1999.
- [8] -Kolthoff, I. Mehan ; Sandell, E. B. ; Brucrenstein, S. Análisis Químico Cuantitativo. Ed. Nigar, Bs. As., 1972
- [9] -Laitinen, H. A. y Harris, W. Chemical Analysis , McGraw Hill, Kogakusha Ltada., Tokyo 1975.
- [10] -Schenk, G. H.; Hahn, R. B. y Hartkupf, A. V. Química Analítica Cuantitativa (Principios y Aplicaciones a las Ciencias de la Vida), De Continental, México, 1980
- [11] -Skoog, D. y West, D. Fundamentos de Química Analítica Segunda edición. Editorial Reverté, 1983, Barcelona, España.
- [12] -Skoog, D. ; West, D. y Holler, F. Analytical Chemistry. An Introducción Firth Ed., 1990 U.S.A. Ssunders HBJ Publishers.
- [13] -Harris, D. Quantitative Chemical Analysis. Second Ed. 1987, W. Freeman and Company, N.Y.
- [14] -Harris, D. .Exploring Chemical Analysis Second Ed. 1997, W. Freeman and Company, N.Y.

X - Bibliografía Complementaria

[1]

XI - Resumen de Objetivos

XII - Resumen del Programa

PROGRAMA SINTÉTICO:

- 1- Introducción a la Química Analítica.
- 2- Propiedades Analíticas.
- 3- Aspectos Cualitativos de la Química Analítica.
- 4- Los equilibrios químicos y su uso en Química Analítica.
- 5- Reactivos y el Análisis Cualitativo.
- 6- Análisis Cuantitativo. Técnicas Volumétricas.
- 7- Estadística
- 8- Formación y disolución de sólidos.
- 9- Análisis Cuantitativo. Técnicas Gravimétricas.
- 10- Trazabilidad: Materiales de Referencia.

XIII - Imprevistos