

VII. Química analítica experimental básica (3111101230)

1. Datos xerais

Titulación: Química

Área de coñecemento: Química Analítica

Departamento: Química Analítica e Alimentaria

Curso: 1º

Cuadrimestre: 1º

Carácter: obrigatorio

Créditos: 4.5

Profesorado:

Coordinadora:	Elisa González Romero
Outros:	M ^a Jesús Graña Gómez

2. Descritores do BOE

Introdución ao laboratorio analítico (seguridade e manexo da instrumentación analítica). Análise cualitativa dos catións e anións máis comúns en disolución. Análise gravimétrica. Análise volumétrica. Separacións e determinacións mediante técnicas non cromatográficas (intercambio iónico e reparto).

3. Contexto da materia

Trátase dunha materia experimental introdutoria que se imparte no 1º cuadrimestre, polo que se pretende que o alumnado se inicie e aprenda os criterios e manipulacións imprescindibles para traballar nun laboratorio químico de forma correcta, segura e respectuosa co medio. Algúns estudantes coñecen o que é un laboratorio, pero a maioría non realizaron manipulación ningunha nel. Neste módulo, o alumnado familiarizarase co material de vidro, a instrumentación e as operacións básicas a través dunha actividade individual ou en equipo e conseguirá un adestramento para abordar outros laboratorios máis especializados. Tamén se aproveitará o traballo no laboratorio para habituar o estudante á preparación previa da experiencia coa busca bibliográfica dirixida. Reforzaranse contidos e conceptos, afianzarase a observación e prepararáselle para levar ao día un caderno de laboratorio e elaborar un informe final do traballo realizado.

Igualmente, estimularase a análise dos resultados, a discusión das discrepancias entre o agardado e observado, a aplicabilidade das leis teóricas nos experimentos realizados e,

no seu caso, a proposta doutros ensaios complementarios ou de maior riqueza docente.

4. Obxectivos

4.1 Obxectivos xerais

1. Introducir o estudante na planificación dunha análise como proceso analítico, para lograr medicións fiables de parámetros químicos e ofrecer os resultados requiridos e interpretalos.
2. Coñecer as distintas ferramentas utilizadas no laboratorio analítico: material e equipos básicos.
3. Introducir e concienciar o estudante coa seguridade no laboratorio e as súas normas.
4. Coñecer as normas de tratamento e eliminación de residuos químicos.
5. Coñecer os procedementos e axentes de limpeza de material máis habituais.
6. Coñecer as unidades de concentración (M, g/L, % –peso e volume–, ppm, ppb) e as súas equivalencias (mM, μ M, μ g/mL, mg/L, pg/mL, etc.).
7. Coñecer e comprender a base teórico-práctica dos equilibrios químicos e das reaccións químicas nos procesos básicos de separación, identificación e determinación na análise clásica.
8. Coñecer e comprender os conceptos de anfoterismo e dismutación.
9. Coñecer as técnicas físicas de separación: filtración (gravidade e presión reducida) e centrifugación.
10. Alcanzar a comprensión global do proceso analítico e a secuencia das etapas básicas que o constitúe.
11. Xerar o ámbito e o hábito de pensar estratexicamente: planificar e responder creativamente a situacións novas.
12. Espertar e fortalecer a autonomía na toma de decisións e disciplina no traballo.

4.2 Competencias e destrezas teórico-prácticas

Ser quen de:

- 1) Recoñecer os reactivos químicos segundo o seu nivel de calidade, a súa perigosidade e uso no laboratorio analítico.
- 2) Aplicar as normas de tratamento de residuos químicos e de seguridade no laboratorio.
- 3) Adquirir destreza na eliminación de residuos químicos xerados no laboratorio analítico.
- 4) Recoñecer o material básico (matraz aforado, matraz erlenmeyer, matraz de filtración ou kitasato, crisol, crisol filtrante, funil, vaso de precipitados, bureta, probeta, pipeta aforada e graduada, pipeta Pasteur con mamadeira, tubo de centrífuga, tubo de ensaio, tubo graduado, funís de decantación, desecadoiros, placa de gotas, pousatubos, soporte vertical, noces, pinzas, papel de filtro, vareta policía, pera de succión, vidro de reloxo, frasco lavador, vasoiriña) e os equipos básicos (balanza analítica, granatario, estufa, forno-mufla, medidor de pH, placas mixtas (calefactoras e axitadoras), centrífuga, colorímetro, etc., utilizados no laboratorio analítico.
- 5) Controlar a calibración do material volumétrico, medidor de pH, centrífuga, granatario e balanza analítica.
- 6) Adquirir destreza na limpeza e na manipulación do material e equipos

básicos do laboratorio.

- 7) Elixir o equipo axeitado para pesar (balanza ou granatario) en función da cantidade que haxa que pesar e a finalidade do pesado.
- 8) Manter a área de traballo (común e propia) escurpulosamente limpa.
- 9) Calcular a concentración dunha disolución e expresala en diferentes unidades de concentración.
- 10) Preparar disolucións a partir dunha substancia sólida ou dun líquido ou por dilución doutra máis concentrada, tendo en conta a súa finalidade, e disolucións reguladoras a partir do par ácido-base conxugado axeitado.
- 11) Seleccionar os envases axeitados e as condicións de almacenaxe de mostras, reactivos e disolucións.
- 12) Seleccionar e manexar axeitadamente o material mínimo que hai que usar en calquera experimento proposto na análise clásica.
- 13) Recoñecer a presenza de interferencias para poder proceder á separación destas ou do analito, segundo conveña, empregando o método axeitado (precipitación, extracción, intercambio iónico).
- 14) Seleccionar o reactivo xeral máis axeitado para separar, por precipitación a pH controlado, especies en disolución.
- 15) Recoñecer cando a separación por precipitación foi completa (cuantitativa) e adquirir destreza no lavado do precipitado.
- 16) Sacar conclusións (presenza ou ausencia) na identificación de especies en disolución a partir dos fenómenos observados nas reaccións químicas levadas a cabo en tubo de ensaio.
- 17) Recoñecer especies anfóteras e dismutación de especies a partir dos fenómenos observados ao modificar o pH do medio, analizando a repercusión que pode ter lugar nas sistemáticas de separación.
- 18) Adquirir destreza no deseño de sistemáticas de separación propias, aplicando os coñecementos teórico-prácticos dos equilibrios e empregando reactivos xerais, en función das especies presentes na mostra.
- 19) Superar as dificultades experimentais da precipitación e da filtración nas gravimetrías.
- 20) Observar correctamente o punto final das volumetrías e avaliar o erro cometido.
- 21) Adquirir destreza na aplicación das técnicas gravimétricas e volumétricas, incluíndo o saber manipular o material necesario en cada unha das técnicas.
- 22) Adquirir destreza na observación dos experimentos, interpretar os fenómenos observados, medilos e relacionalos cos aspectos cualitativos e cuantitativos da mostra (sintética ou real), aplicando o proceso analítico global.
- 23) Distinguir o tipo de compoñente (maioritario ou principal, minoritario, traza e ultratraza) e asociar o tipo de análise (macro, semimicro, micro e ultramicro) en función da cantidade de analito.
- 24) Distinguir os niveis de concentración nos que é aplicable a análise clásica.
- 25) Calcular a exactitude e a precisión e distinguir o significado entre ambas as propiedades analíticas.
- 26) Medir o pH co medidor de pH (cuantitativo) ou co papel indicador (cualitativo) dunha disolución, segundo proceda.
- 27) Elaborar un caderno de laboratorio que recolla toda a información (bibliográfica e experimental) do traballo levado a cabo no laboratorio, de forma organizada, e inclúa nel todas as incidencias acontecidas durante o

período de prácticas, tomando nota no momento que se fixo a observación.
28) Elaborar un informe breve cos datos, información bibliográfica, experiencia e resultados anotados no caderno de laboratorio.

4.3. Obxectivos interpersoais

- 1) Traballar de forma individual e en grupo.
- 2) Adquirir destreza na busca de información (incluíndo internet), ser quen de organizala e transmitila (oralmente e por escrito).
- 3) Adquirir destreza numérica e de cálculo, incluíndo aspectos tales como a análise do erro, exactitude, precisión, estimación da orde de magnitude e o emprego correcto das unidades.
- 4) Adquirir habilidade para argumentar dende criterios racionais na comunicación oral e escrita (texto comprensible e organizado) en español e destreza básica na comprensión lectora en inglés.

5. Prerrequisitos

5.1 Formais

Non existen prerrequisitos formais. Recoméndase ter cursado Química, Física e Matemáticas en 2º de bacharelato.

5.2 Contidos e competencias mínimas

- a) Linguaxe en química: nomenclatura e formulación de compostos orgánicos e inorgánicos.
- b) Axuste de reaccións químicas e cálculos estequiométricos.
- c) Equilibrios químicos: homoxéneos e heteroxéneos.
- d) Formas de expresar a concentración das disolucións.
- e) Manexo de logaritmos e exponenciais.
- f) Cálculo alxébrico de ecuacións sinxelas e sistemas de ecuacións.

5.3 Plan de traballo e actividades para a consecución de prerrequisitos

- a) Web: colgar na rede manuais que recollan, de forma resumida, os contidos do apartado anterior.
- b) Consulta de bibliografía recomendada para o bacharelato na materia de Química, citando os seguintes textos de referencia:
 - M.R. Fernández e J.A. Fidalgo, *Química general*, 6ª ed., Editorial Everest (2001).
 - W.L. Masterton, E.J. Slowinski e C.L. Stanitski, *Química general superior*, 6ª ed., Editorial Interamericana. McGraw-Hill (1987).
- c) Seminarios. Esta proposta tamén sería válida para alcanzar as competencias e destrezas (coordinación interdisciplinaria).

6. Contidos

Os experimentos básicos que se realizarán no laboratorio e que o estudante deberá aprender son:

1. Introdución ao traballo do laboratorio e operacións básicas

- a) Coñecemento, identificación e normas de mantemento, manexo e limpeza do material básico de laboratorio.
- b) Coñecemento, identificación e normas de almacenaxe e manipulación de reactivos químicos.
- c) Normas de seguridade no laboratorio analítico.
- d) Elaboración do caderno de laboratorio.
- e) Pesada. Precaucións na pesada de sólidos higroscópicos.
- f) Preparación de disolucións a partir de sólidos e líquidos. Preparación de disolucións reguladoras.
- g) Preparación de disolucións a partir doutra máis concentrada. Dilución.
- h) Etiquetado e almacenaxe de mostras e de disolucións.
- i) Formas de expresar a concentración e interconversión entre unidades de concentración.

2. **Proceso analítico: mostraxe**

- j) Toma de mostra. Efecto matriz.
- k) Contaminación de mostras e reactivos.

3. **Proceso analítico: tratamento da mostra. Separación**

- l) Interferencias. Anfoterismo e dismutación.
- m) Precipitación. Precipitación cuantitativa e lavado do precipitado.
- n) Centrifugación.
- o) Extracción líquido-líquido.
- p) Intercambio iónico.
- q) Filtración con funil e ao baleiro.

4. **Proceso analítico: análise cualitativa**

- r) Identificación de especies iónicas en disolución acuosa mediante o emprego de reaccións químicas en tubo de ensaio que dean lugar a fenómenos observables. Aplicación dos equilibrios de precipitación, complexación e redox, considerando en todo momento o pH do medio.
- s) Deseño de separacións sistemáticas con varias especies en disolución.

5. **Proceso analítico: análise cuantitativa**

- t) Gravimetrías. Precipitación e filtración nos métodos gravimétricos. Desecación ou calcinado do precipitado.
- u) Volumetrías e valoracións. Observación correcta do punto final e erros nos métodos volumétricos.
- v) Medida do pH. Valoración potenciométrica. Métodos gráficos.
- w) Colorimetría. Sensibilidade na detección clásica (ollo humano) e instrumental (colorímetro).
- x) Cálculo da exactitude e precisión.

6. **Proceso analítico: o problema analítico**

- y) Resolución integral dun problema analítico real.
- z) Informe final: proposta para resolver o problema, selección axeitada do material empregado en cada unha das etapas do proceso analítico aplicado, presentación dos fenómenos observados e dos datos, avaliación dos resultados e expresión destes e bibliografía consultada.

7. Plan de traballo do alumnado

Horas presenciais		Horas de estudo		Outras actividades académicas	Exames
Teoría	Prácticas	Teoría	Prácticas	27,5	5
	45		35		

Unha sesión de 4 horas por semana e por grupo ao longo de todo o cuadrimestre. A última sesión dedicarase ao exame. N° de semanas/cuadrimestre: 14

Práctica	Contido	Duración
1.- Ferramentas e operacións básicas de laboratorio Vídeo/DVD: “Seguridad y Salud en la Universidad”	Introdución ao traballo no laboratorio analítico: <ul style="list-style-type: none"> - Seguridade no laboratorio analítico - Uso do material no laboratorio analítico (limpeza e almacenaxe) - Calibración das ferramentas básicas (material volumétrico, balanza, granatario e medidor de pH) - Recopilación de información bibliográfica e das observacións, resultados e conclusións obtidas no laboratorio: caderno de laboratorio Preparación de disolucións: <ul style="list-style-type: none"> - Selección e manexo de reactivos químicos. Magnitudes e unidades de concentración - Pesada - Preparación de disolucións (patrón primario, secundario, de reactivos auxiliares, de tampóns e de sistemas indicadores). Dilución 	Unha Sesión, aínda que se practicarás durante todo o período de laboratorio
2.- Proceso analítico Vídeo/DVD: “Preparación de la muestra”	Mostra para a análise: <ul style="list-style-type: none"> - Escala de traballo na análise química: tamaño de mostra e cantidade relativa do constituínte - Toma de mostra Preparación da mostra no laboratorio: <ul style="list-style-type: none"> - Tratamento previo da mostra. Interferencias - Separacións por precipitación con reactivos orgánicos e inorgánicos - Separacións por extracción líquido-líquido - Separacións por intercambio iónico 	Unha sesión, aínda que se practicarás durante todo o período de laboratorio
3.- Proceso analítico	Análise cualitativa: <ul style="list-style-type: none"> - Investigación de catións e de aniós empregando reactivos xerais e de recoñecemento ou específicos. Incompatibilidades Deseño de separacións sistemáticas	Catro sesións
4.- Proceso analítico: etapa de medida Vídeo/DVD: “Medidas Gravimétricas”	Análise cuantitativa: Gravimetrías	Unha sesión
5.- Proceso analítico: etapa de medida Vídeo/DVD: “Medidas Volumétricas”	Análise cuantitativa: <ul style="list-style-type: none"> - Volumetrías ácido-base - Volumetrías de precipitación - Volumetrías complexométricas - Volumetrías redox 	Catro sesións
6.- Proceso analítico: etapa	Análise cuantitativa:	Unha sesión

de medida Vídeo/DVD: "Medidas Instrumentales"	- Valoración potenciométrica - Colorimetría Presentación dos datos: J. Chemical Education	
7.- Proceso analítico: o problema analítico Vídeo/DVD: "Quality Management in Teaching Laboratories"	Definición, formulación e resolución integral dun problema analítico real Avaliación dos resultados. Expresión dos resultados Presentación dos datos analíticos: informe final	Unha sesións

Planificación da ensinanza

PRÁCTICA	Nº de semanas adicadas
1	1 sesión, aínda que se practicará durante todo o período de laboratorio
2	1 sesión, aínda que se practicará durante todo o período de laboratorio
3	4 sesións (semana de 3ª a la 6ª, ambas inclusive)
4	1 sesión (semana 7ª)
Control 1º	1 sesión (semana 8ª)
5	4 sesións (semana de 9ª a la 12ª, ambas inclusive)
6	1 sesión (semana 13ª)
Control 2º	1 sesión (semana 14ª)
7	1 sesión (semana 15ª)

Probas escritas

Proba Nº	Prácticas que inclúe
1º	1, 2, 3 y 4
2º	1, 2, 5 y 6
Examen Oficial Final	Todas (1 a la 7)

Volume de traballo do alumno:

	Horas / Curso
ASISTENCIA A CLASES TEORICAS	
ASISTENCIA A CLASES DE SEMINARIO	
ASISTENCIA A CLASES PRÁCTICAS	45h/ curso
PREPARACIÓN DE CLASES TEORÍCAS	
PREPARACIÓN DE CLASES DE SEMINARIO	
PREPARACIÓN DE CLASES PRÁCTICAS	35h/curso
REALIZACIÓN DE PROBAS DE AVALIACIÓN	5h/curso
PREPARACIÓN DE PROBAS DE AVALIACIÓN	10h/curso
ASISTENCIA A TITORÍAS OBRIGATORIAS	
ASISTENCIA/ PREPARACIÓN OTRAS ACTIVIDADES	17,5h/curso
VOLUME TOTAL DE TRABALLO	112,5 horas

8. Bibliografía

Básica

- J. Guiteras, R. Rubio e G. Fonrodona. *Curso Experimental en Química Analítica*. Editorial Síntesis (2003).
- Siro Arribas Jimeno. *Análisis Cualitativo Inorgánico sin el empleo del H₂S* (3ª ed.). Gráficas Summa (1983).
- L. Gras García, S.E. Maestre Pérez, J. Mora Pastor y J.L. Todolí Torro. **Introducción a la Experimentación en Química Analítica** Editorial Universitat d'Alacant (2005).

Complementaria

- F. Burriel, S. Arribas, F. Lucena e J. Hernández. *Química Analítica Cualitativa* (18ª ed.). Editorial Paraninfo (2001).
- G.H. Jeffery, J. Bassett, J. Mendham e R.C. Denney. *Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis* (5ª ed.). Editorial Longman Scientific & Technical (1989).
- Moratal, Rieta, Marín-Roig, Fernández y Gull, **Prácticas de técnicas básicas de laboratorio** Editorial UNIVERSIDAD POLITECNICA DE VALENCIA (2008)
- M.A. Belarra Piedrafita. *Cálculos Rápidos para los Equilibrios Químicos en Disolución* (1ª ed.). Editorial Prensas Universitarias de Zaragoza (PUZ) (2002).

9. Metodoloxía

As prácticas de laboratorio implican a realización de varios traballos experimentais relacionados con diversas partes da materia, cuxos contidos se atopan en páxinas anteriores. O alumnado deberá iniciar a planificación do seu propio experimento previamente, con asesoramento do profesor/a (titorías tradicionais) e a partir da documentación que, en parte, lle proporcione a busca bibliográfica na biblioteca, a consulta da bibliografía recomendada e o guión de laboratorio (a disposición do alumno/a con antelación na páxina web plataforma Tem@ e en reprografía); para a planificación necesitará tomar un número importante de decisións e despois de responder a cuestións simples tales como: ¿que vou medir e por que?, ¿como vou medir?, ¿que material, reactivos e equipos básicos necesitarei para medir?, ¿necesitarei levar a cabo algún tipo de separación previa do analito?, ¿teño interferencias?, ¿como podo eliminalas?, ¿que farei cos datos experimentais?, ¿que exactitude e precisión ten o método utilizado?, ¿que erro/s cometín?, ¿como podo avalialos?, etc. En definitiva, o alumnado debe iniciarse para adquirir autonomía propia, planificar e tomar decisións antes e no laboratorio, unha vez que foi quen de responder ás devanditas cuestións.

Antes de entrar no laboratorio, o profesor/a encargarse de impartir un seminario (duns 15-20 minutos), cuxo propósito é, en primeiro lugar, sondar a planificación realizada polo alumnado para un mellor seguimento e dirección dos experimentos e, en segundo lugar, dar a oportunidade de que o alumno/a poida contrastar a súa planificación e poida centrarse no labor que hai que desenvolver na sesión de prácticas. Estes seminarios, así como as sesións de prácticas, serán moi participativos por parte do alumno/a e irán acompañados de experimentos demostrativos e reprodución de vídeos/DVD (Seguridad y Salud en la Universidad, Preparación de Muestra, Medidas Gravimétricas y Medidas Volumétricas) para expoñer con maior claridade os contidos. Periodicamente e de forma

voluntaria, incumpríranse certas normas específicas de funcionamento do laboratorio (erros ou “enganos”), relacionadas cos procedementos, material (limpeza, almacenaxe, etc.), etc. Previo aviso, o alumnado terá que recoñecer os citados erros, anotalos e xustificalos.

Simultaneamente coa experimentación, anotarase nun “caderno de prácticas” a metodoloxía empregada, as cuestións formuladas ao inicio e durante cada unha das sesións de prácticas, os fenómenos observados, os datos obtidos, as conclusións alcanzadas, a bibliografía utilizada, os erros atopados no cumprimento das normas de funcionamento (incluída a súa xustificación), etc. O mencionado caderno será supervisado periodicamente durante as prácticas e, concluídas estas e nun prazo de 15 días, cada alumno/a individualmente fará entrega dos informes (máximo dous folios por ambas as caras) correspondentes aos traballos experimentais desenvolvidos. Para poder realizar as prácticas, o alumnado deberá acudir, dende o seu inicio, co seguinte material: caderno (non se admiten follas soltas), bata, lentes, calculadora, papel milimetrado, regra e rotulador de vidro.

10. Sistema de avaliación

O alumnado realizará tres exames ao longo do cuadrimestre. Dous deles serán probas parciais escritas e experimentais (non eliminatorias), cunha duración da orde dunha sesión de laboratorio, que servirán para seguir a evolución e o control dos progresos realizados polo alumno/a, sobre o coñecemento e comprensión dos contidos. O terceiro, o exame oficial final, terá unha duración máxima dunha sesión de laboratorio. Estes exames finais celebraranse nas correspondentes convocatorias oficiais, febreiro (última sesión de prácticas) e setembro, e constarán de varias preguntas teóricas e cálculos relacionados coas prácticas, incluídas posibles cuestións formuladas durante o desenvolvemento do curso, e a execución do experimento (**NOTA= 0.4 TEORÍA + 0.6 CÁLCULOS E EXECUCIÓN DO EXPERIMENTO**).

A avaliación do alumnado levarase a cabo tendo en conta a cualificación obtida no exame final (40%), mediante a resolución dun suposto práctico, xunto coa avaliación dos informes de prácticas (10%), as destrezas adquiridas por cada un dos alumnos/as (40%) (neste apartado consideraranse as cualificacións dos exames parciais ata un 20%) e, por último, o esforzo realizado polo alumnado (10%); valorarase tamén a actitude de participación e o interese mostrado por este ao longo do curso e o traballo extra que faga, tendo en conta a planificación dos experimentos e o número de consultas bibliográficas realizadas e non recomendadas. Todas estas cualificacións parciais permitirán confeccionar a cualificación final.

A realización das prácticas de laboratorio e a entrega dos informes antes do exame final son obrigatorios para optar ao aprobado da materia.

11. Información complementaria

Outras referencias bibliográficas de interese

<http://www.chem.vt.edu/chem-ed/index.html>

Nesta dirección tense acceso aos seguintes contidos: química xeral e química analítica, ademais de recoller problemas sobre o equilibrio e simulacións en Excel, todos eles de grande interese para o alumnado que curse as materias de química analítica.

<http://www.chem1.com/chemed/tutorial.html>

Material titorial colgado na rede que contempla aspectos xerais de química: o alumnado ten acceso ás seguintes fontes relacionadas coa materia: nomenclatura da IUPAC, estequiometría, equilibrios (especial énfase ao Eq. ácido-base e redox), simulador para as valoracións ácido-base, etc.

<http://www.chemistrycoach.com/tutorial.htm#tutorials>

<http://www.chemistrycoach.com/tutorials-8.html>

Nove páxinas moi ben organizadas que ofrecen as seguintes fontes de información relacionadas cos contidos da materia: disolucións, solubilidade, equilibrios, ácido-base, oxidación-redución, química analítica, laboratorio químico, seguridade química, etc.

<http://www.ausetute.com.au/>

Dirección na que o alumnado accede á seguinte información específica e de grande utilidade para a materia: cálculos de concentracións e dilucións, ácidos e bases, definición de pH e pOH, equilibrios, indicadores, análise volumétrica e gravimétrica, etc.

<http://www.anachem.umu.se/cgi-bin/pointer.exe?Courses>

Contén un amplo abano de cursos e programas titoriais sobre química.

<http://www.chem1.com/chemed/genchem.html>

Interesante dirección que recolle material titorial sobre diferentes tópicos como ácido-base (tratamento gráfico destes sistemas), valoracións, problemas de química, preguntas e respostas, equilibrios, etc., incluso humor.