



UNIVERSIDAD DE JAÉN

TITULACIÓN: LICENCIATURA EN QUÍMICA		
CURSO ACADÉMICO: 2011-2012		
GUÍA DOCENTE de INTRODUCCIÓN A LA EXPERIMENTACIÓN EN QUÍMICA ANALÍTICA		
DATOS BÁSICOS DE LA ASIGNATURA		
NOMBRE: INTRODUCCIÓN A LA EXPERIMENTACIÓN EN QUÍMICA ANALÍTICA (LICENCIATURA EN QUÍMICA)		
CÓDIGO: 3156	AÑO DE PLAN DE ESTUDIOS: 1995, ADAPTADO EN 2000	
TIPO (troncal/obligatoria/optativa) : TRONCAL		
Créditos LRU / ECTS totales: 7/5,4	Créditos LRU/ECTS teóricos: -	Créditos LRU/ECTS prácticos: 7/5,4
CURSO: 2º	CUATRIMESTRE: 1º	CICLO: 1º
DATOS BÁSICOS DEL PROFESORADO		
NOMBRE: NATIVIDAD RAMOS MARTOS JUAN FRANCISCO GARCÍA REYES		
CENTRO/DEPARTAMENTO: DEPARTAMENTO DE QUÍMICA FÍSICA Y ANALÍTICA, EDIFICIO B-3, CAMPUS LAS LAGUNILLAS, UNIVERSIDAD DE JAÉN		
ÁREA: QUÍMICA ANALÍTICA		
Nº DESPACHO: 111 y 114	E-MAIL: nramos@ujaen.es jfgreyes@ujaen.es	TF: 953-212938 953-213040
URL WEB: www4.ujaen.es/~nramos www4.ujaen.es/~jfgreyes		
DATOS ESPECÍFICOS DE LA ASIGNATURA		
1. DESCRIPTOR: Laboratorio integrado de química con especial énfasis en los métodos analíticos y caracterización físico-química de compuestos. Fundamento y aplicaciones de las principales técnicas instrumentales, eléctricas y ópticas utilizadas en química. Introducción a las técnicas cromatográficas.		

2. SITUACIÓN

2.1. PRERREQUISITOS:

Para cursar esta asignatura no es necesario ningún requisito previo académicamente

2.2. CONTEXTO DENTRO DE LA TITULACIÓN:

Esta materia pertenece al segundo año del primer ciclo de la Titulación de Química, de carácter experimental, como aplicación de las competencias adquiridas en la asignatura Química Analítica de primer curso.

2.3. RECOMENDACIONES:

Es recomendable que el alumno posea unos conocimientos sólidos y seguros sobre equilibrios químicos y cálculos estequiométricos, así como formulación química.

3. COMPETENCIAS

3.1. COMPETENCIAS TRANSVERSALES/GENÉRICAS:

INSTRUMENTALES

1. Capacidad de análisis y síntesis
2. Capacidad de organización y planificación
3. Habilidades y/o destrezas relacionadas con la capacidad de comprensión y aplicación práctica de conocimientos.
4. Habilidad para desenvolverse con soltura en el laboratorio
5. Resolución de problemas numéricos y cuestiones.
6. Toma de decisiones.

PERSONALES

1. Trabajo en equipo
2. Habilidades en las relaciones interpersonales
3. Compromiso ético
4. Razonamiento crítico

SISTEMÁTICAS

1. Aprendizaje autónomo
2. Adaptación a nuevas situaciones
3. Creatividad
4. Liderazgo
5. Motivación por la calidad
6. Sensibilidad hacia temas medio ambientales

3.2. COMPETENCIAS ESPECÍFICAS:

- ***Cognitivas (Saber):***

- Conocimientos básicos de Química en Bachillerato
- Aspectos principales de terminología química, nomenclatura, convenios y unidades.
- Estudio de las técnicas analíticas y sus aplicaciones.
- Utilizar con precisión y propiedad el vocabulario y terminología específicos.

- ***Procedimentales/Instrumentales (Saber hacer):***

- Resolución de problemas numéricos relativos a los diferentes aspectos relacionados con los contenidos teóricos y prácticos.
- Resolución de problemas cualitativos y cuantitativos relacionados con el trabajo experimental.
- Manejo de instrumentación química.
- Manipular con seguridad materiales químicos.
- Evaluación, interpretación y síntesis de datos e información química
- Llevar a cabo procedimientos estándares de laboratorio implicados en trabajos analíticos y sintéticos, en relación con sistemas orgánicos e inorgánicos.
- Interpretación de datos procedentes de observaciones y medidas en el laboratorio.
- Valoración de riesgos en el uso de sustancias químicas y procedimientos de laboratorio.

- ***Actitudinales (Ser):***

- Adoptar y mantener una actitud innovadora de mejora en el aprendizaje
- Capacidad para relacionar los contenidos teóricos con los reales de la práctica.

OBJETIVOS

- ⌚ Familiarizar al alumno con el laboratorio de Química Analítica y su entorno, e inculcar al alumno cualidades tales como el criterio, el orden, la limpieza, el método y la observación, fundamentales para el trabajo en el laboratorio analítico.
- ⌚ Aprender las normas de comportamiento y seguridad en el laboratorio.
- ⌚ Conocer las operaciones básicas del proceso analítico, desde la toma y preparación de la muestra hasta la evaluación de resultados cuando el análisis es cuantitativo.
- ⌚ Tomar conciencia sobre la necesidad de expresar los resultados de un análisis incluyendo su incertidumbre y calcular diferentes parámetros estadísticos.
- ⌚ Conocer el diferente comportamiento de algunos cationes frente a reactivos generales y comprender su empleo en procedimientos de separación. Conocer algunas reacciones específicas de identificación de cationes y aniones
- ⌚ Aplicar los conocimientos adquiridos sobre equilibrios en disolución y análisis químico cuantitativo clásico: volumetrías y gravimetrías.
- ⌚ Comprender la necesidad e importancia de la etapa de preparación de la muestra y aplicar algunas de las metodologías (disolución, mineralización, separación de interferentes...).
- ⌚ Conocer los fundamentos de las técnicas espectroscópicas.
- ⌚ Conocer la utilización, mediante experiencias concretas, de los instrumentos más usuales en algunas de las principales técnicas espectroscópicas: espectrofotómetro UV-Visible y fotómetro de llama.
- ⌚ Conocer los fundamentos de las técnicas electroanalíticas.
- ⌚ Familiarizarse con algunas de las técnicas electroanalíticas más simples: potenciometría y conductimetría.
- ⌚ Conocer el fundamento de las separaciones cromatográficas así como la clasificación de las diferentes técnicas cromatográficas.
- ⌚ Aplicar la cromatografía en papel y en capa fina a la separación e identificación de las especies de una muestra.

5. METODOLOGÍA

NÚMERO DE HORAS DE TRABAJO DEL ALUMNO: 134

PRIMER CUATRIMESTRE:

Nº de Horas:

- Clases Teóricas:
- Clases Prácticas: • Exposiciones y Seminarios:
 - Tutorías Especializadas (presenciales o virtuales):
 - A) Colectivas:
 - B) Individuales:
 - Realización de Actividades Académicas Dirigidas:
 - A) Con presencia del profesor:
 - B) Sin presencia del profesor:
 - Otro Trabajo Personal Autónomo:
 - A) Horas de estudio:
 - B) Preparación de Trabajo Personal:
 - Realización de Exámenes:
 - A) Examen escrito: 2 horas
 - B) Exámenes Practico: 5 horas

[Esta asignatura se impartió por última vez durante el curso 2009-10.](#)

6. TÉCNICAS DOCENTES (señale con una X las técnicas que va a utilizar en el desarrollo de su asignatura. Puede señalar más de una. También puede sustituirlas por otras):

Sesiones académicas teóricas:	Exposición y debate:	Tutorías especializadas:
Sesiones académicas prácticas:	Visitas y excursiones:	Controles de lecturas obligatorias:

Otros (especificar):

DESARROLLO Y JUSTIFICACIÓN:

Dado el carácter práctico que presenta esta asignatura para su desarrollo se van a emplear:

Sesiones prácticas: Se llevará a cabo la realización de un número de prácticas de laboratorio para la aplicación de los conocimientos teóricos adquiridos en la asignatura de Química Analítica de primer curso. Para ello, se le entregará un cuaderno de prácticas con los guiones correspondientes de las prácticas a realizar.

Seminarios: Dado que la formación académica del alumno no es suficiente para poder abordar el contenido completo de los descriptores de esta asignatura, es necesario impartir un conjunto de seminarios para la realización completa de todas las prácticas.

[Esta asignatura se impartió por última vez durante el curso 2009-10.](#)

7. BLOQUES TEMÁTICOS (dividir el temario en grandes bloques temáticos; no hay número mínimo ni máximo)

BLOQUE TEMÁTICO I: INTRODUCCIÓN A LA QUÍMICA ANALÍTICA

BLOQUE TEMÁTICO II: ANÁLISIS CUALITATIVO INORGÁNICO

BLOQUE TEMÁTICO III. ANÁLISIS VOLUMÉTRICO Y GRAVIMÉTRICO

BLOQUE TEMÁTICO IV. INTRODUCCIÓN A LAS TÉCNICAS ÓPTICAS

BLOQUE TEMÁTICO V. INTRODUCCIÓN A LAS TÉCNICAS ELECTROANALÍTICAS

BLOQUE TEMÁTICO VI. INTRODUCCIÓN A LAS TÉCNICAS CROMATOGRÁFICAS

BLOQUE TEMÁTICO VII. PRÁCTICAS INTEGRADAS

8. BIBLIOGRAFÍA

8.1 GENERAL

- BURRIEL, F., LUCENA, F., ARRIBAS, S., HERNÁNDEZ, J., “**Química Analítica Cualitativa**”, 14ª ed., Paraninfo, Madrid, 1.992.
- CALMET FONTANE, J., GARCÍA MONJO, J., “**Manual Práctico del Laboratorio Químico y Farmacéutico**”, 1.979.
- DEAN, J.R., JONES, A.M., HOLMES, D., REED, R., WEYERS, J., JONES, A., “**Practical Skills in Chemistry**” Pearson Education, 2002
- HARVEY, D., “**Química Analítica Moderna**”, McGraw –Hill, Madrid, 2002
- HARRIS, D.C., **Análisis Químico Cuantitativo**, Reverté, Barcelona, 2001.
- RUBINSON, J.F., RUBINSON, K.A., “**Química Analítica Contemporánea**”, Prentice Hall, Mexico, 2000.
- SKOOG, D.A., WEST, D.M., HOLLER, F.J., CROUCH, S.R., “**Química Analítica**”, 7ª ed., McGraw-Hill, México, 2001

8.2 ESPECÍFICA (con remisiones concretas, en lo posible)

- MILLER, J.C., MILLER, J.N., “**Estadística y Quimiometría para Química Analítica**”, 4ª ed., Prentice Hall, Madrid, 2002

9. TÉCNICAS DE EVALUACIÓN (enumerar, tomando como referencia el catálogo de la correspondiente Guía Común)

- Realización de una prueba teórico-práctica

Criterios de evaluación y calificación (*referidos a las competencias trabajadas durante el curso*):

- Prueba teórica- práctica: 100 %

11. TEMARIO DESARROLLADO (con indicación de las competencias que se van a trabajar en cada tema)

® BLOQUE TEMÁTICO I: INTRODUCCIÓN A LA QUÍMICA ANALÍTICA

Sesión 1

Seminario 1: Método Analítico. Errores de los resultados analíticos. Etapas del método analítico. Tipo de errores y su cuantificación. Tratamiento estadístico de errores. Resolución de ejercicios

Práctica 1: El Método Analítico aplicado al análisis de hojas de olivo .I. Toma de muestra, lavado y secado.

Sesión 2

Seminario 2/Práctica 2: Conocimiento, manejo y utilización de reactivos, aparatos y operaciones unitarias en el laboratorio de Química Analítica: material general de laboratorio; trituración y tamizado de muestras; medida de masa: uso y calibración de la balanza analítica; medida de volumen: uso y calibración del material volumétrico; agitación; filtración y calcinación; calefacción, enfriamiento y control de la temperatura; seguridad en el laboratorio.

Práctica 3: Método Analítico aplicado al análisis de hojas de olivo. II: trituración, tamizado y almacenamiento

Sesión 3

Seminario 3/ Práctica 3: Formas de expresar la concentración de una disolución. Patrones primarios y secundarios. Ejercicios y cálculos previos a la preparación de disoluciones patrón y reactivos auxiliares necesarios para la realización de las prácticas. Preparación de dichas disoluciones.

®BLOQUE TEMÁTICO II. ANÁLISIS CUALITATIVO INORGÁNICO

Sesión 4

Seminario 4: Reacciones de cationes con algunos reactivos generales. Reacciones de cationes con hidróxido sódico, amoníaco, ácido sulfhídrico, ácido clorhídrico, carbonato sódico.

Práctica 4: a) Separación de Ag^+ , Pb^{2+} y Hg_2^{2+} de Cu^{2+} . Reconocimiento de cada uno de los cationes. b) Separación de Fe^{3+} , Al^{3+} y Cr^{3+} . Reconocimiento de cada uno de los cationes con reactivos generales.

Sesión 5

Seminario 5: Reconocimiento de aniones por ensayos directos: Reconocimiento de SO_4^{2-} , F^- , CrO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} , I^- , S^{2-} , Cl^- , Br^- , NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- .

Práctica 5: Ensayos directos de los aniones: SO_4^{2-} , F^- , CrO_4^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, CO_3^{2-} , PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} , I^- , S^{2-} , Cl^- , Br^- , NO_3^- , NO_2^- , CH_3COO^- .

® BLOQUE TEMÁTICO III. ANÁLISIS VOLUMÉTRICO Y GRAVIMÉTRICO

Sesión 6

Práctica 6: Volumetría Ácido-Base. I: Determinación de la acidez total de un vinagre. Contraste con patrón primario ftalato ácido de potasio de la disolución de NaOH. Valoración de la acidez total de un vinagre con la disolución de NaOH usando fenolftaleína como indicador. Expresar en términos de % de ácido acético

Práctica 7: Volumetría Ácido-Base. II: Determinación de una mezcla de carbonato y NaOH por el método de Warder. Contraste de la disolución de HCl con la disolución de NaOH de la práctica anterior. Valoración de la mezcla con dicho ácido utilizando fenolftaleína para el primer punto de equivalencia y anaranjado de metilo para el segundo.

Sesión 7

Práctica 8: Volumetría complexométrica: Determinación de la dureza del agua de grifo. Contraste de la disolución de EDTA con una disolución patrón de cloruro cálcico. Valoración conjunta de calcio y magnesio con EDTA en presencia de negro de eriocromo T. Valoración de calcio con EDTA en presencia de murexida

Práctica 9: Volumetría de precipitación: Determinación de cloruros en sal de mesa por el método de Mohr,. Valoración de cloruros con nitrato de plata utilizando cromato potásico como indicador.

Sesión 8

Práctica 10: Volumetría redox: Determinación de ácido ascórbico en aspirina efervescente por yodimetría. Contraste de la disolución de tiosulfato con una disolución patrón de KIO_3 .

Determinación del contenido en ácido ascórbico de la muestra mediante reacción con I_3^- , generado a partir de KIO_3 y KI, y valoración posterior del exceso de éste usando tiosulfato sódico como agente valorante.

Revisión de cálculos

® BLOQUE TEMÁTICO IV. INTRODUCCIÓN A LAS TÉCNICAS ÓPTICAS

Sesión 9

Seminario 6: Introducción a las Técnicas Ópticas. Definición y clasificación de las técnicas ópticas de análisis. Propiedades de la radiación electromagnética. Parámetros ondulatorios. Las técnicas espectroscópicas en las diferentes regiones del espectro electromagnético: absorción y emisión de radiación. Ley de Lambert-Beer. Transmitancia, absorbancia y absortividad molar. Espectros de absorción. Espectroscopía de absorción molecular Ultravioleta-Visible: fundamento, instrumentación, aplicaciones. Espectroscopía de emisión atómica de llama: fundamento, instrumentación, aplicaciones.

Sesión 10

Práctica 11: Determinación espectrofotométrica del contenido total de hierro en vinos (blancos o poco coloreados). Calibración del espectrofotómetro con disolución de dicromato potásico. Comprobación del cumplimiento de la ley de Lambert-Beer para una serie de patrones de Fe(II). Determinación del contenido en Fe(II) y Fe(III) mediante medida de la absorción en el visible del complejo formado entre Fe(II) y 1,10-fenantrolina (previa reducción del Fe(III) a Fe(II) con cloruro de

hidroxilamonio).

BLOQUE TEMÁTICO V. INTRODUCCIÓN A LAS TÉCNICAS ELECTROANALÍTICAS

Sesión 11

Seminario 7: Introducción a las Técnicas Electroanalíticas. Clasificación de la técnicas electroanalíticas. Ecuación de Nernst. Tipos de electrodos. Valoraciones potenciométricas. Valoraciones conductimétricas

Sesión 12

Práctica 12: Determinación conductimétrica de la acidez del vinagre. Calibración de un conductímetro con KCl. Valoración conductimétrica de los ácidos totales de un vino tinto utilizando NaOH y NH_3 como agentes valorantes. Expresar en términos de ácido tartárico.

Comparación crítica de los resultados.

® BLOQUE TEMÁTICO VI. INTRODUCCIÓN A LAS TÉCNICAS CROMATOGRÁFICAS

Sesión 13

Seminario 8: Introducción a las Técnicas Cromatográficas. Concepto de cromatografía. Clasificación de las técnicas cromatográficas de acuerdo con: a) procedimiento de separación, b) el procedimiento de desarrollo. Cromatografía plana: cromatografía en papel y en capa fina (fases estacionarias, aplicación de las muestras, R_f , tipos de desarrollo (ascendente, descendente y bidimensional), eluyentes, sistemas de detección, métodos cuantitativos). Cromatografía líquida en columna: fundamento. Técnicas de adsorción y partición: fases estacionarias, eluyentes, sistemas de detección. Aplicaciones.

Sesión 14

Práctica 13: Separación de iones metálicos por cromatografía en papel. Separación de metales constituyentes de una aleación monetaria [Ni(II), Cu(II) y Al(III)] por cromatografía en papel ascendente y circular, utilizando como disolvente la mezcla acetona/HCl/agua (86:6:8) y como revelador 1-(2-piridilazo)-2-naftol. Identificación de cada uno de ellos con patrones y cálculo del R_f .

Práctica 14: Separación y determinación de una mezcla de permanganato y dicromato potásico por cromatografía líquida de adsorción en columna. Separación en columna de alúmina y elución con HNO_3 0.5 M y H_2SO_4 2 M, respectivamente. Determinación de ambos mediante valoración por retroceso con permanganato potásico, previo tratamiento con exceso de ión Fe(II).

® BLOQUE TEMÁTICO VII. PRÁCTICAS INTEGRADAS

Sesiones 15 y 16

Práctica 15: Análisis foliar aplicado a hojas de olivo: a) Identificación de amonio y potasio. b) Determinación cuantitativa de nitrógeno por el método de Kjeldahl. c) Determinación cuantitativa de potasio mediante fotometría de llama. Mineralización de la muestra: a) por vía húmeda para la determinación del contenido en nitrógeno por

el método de Kjeldahl. b) por vía seca (horno de mufla) para la determinación de potasio. Identificación de amonio en el mineralizado con reactivo de Nessler y con $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$. Identificación de potasio en el mineralizado con: (a) cobaltonitrito sódico y con (b) reactivo del potasio (acetato de plomo, acetato de cobre, ácido acético y nitrito sódico).

Sesión 17 y 18

Práctica 16: Análisis de una aleación monetaria: a) Identificación de cobre, níquel y aluminio. b) Determinación cuantitativa de níquel por gravimetría. Separación de cobre y níquel de aluminio en una moneda (peseta) por precipitación del aluminio en medio amoniacal. Identificación del aluminio con Alizarina S. Identificación del níquel con dimetilglioxima. Identificación del cobre con mercuritiocianato amónico. Determinación cuantitativa del níquel por gravimetría con dimetilglioxima.

R Revisión de cálculos