

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
FACULTAD DE QUÍMICA**

**PROGRAMAS DE ESTUDIO  
SEXTO SEMESTRE**

<b>Asignatura</b> ANALÍTICA EXPERIMENTAL I	<b>Ciclo</b> FUNDAMENTAL DE LA PROFESIÓN	<b>Área</b> QUÍMICA	<b>Departamento</b> QUÍMICA ANALÍTICA
--	--	------------------------	--

**HORAS/SEMANA/SEMESTRE**

<b>OBLIGATORIA</b>	<b>Clave 1602</b>	<b>Práctica 4h/64h</b>	<b>CRÉDITOS 4</b>
--------------------	-------------------	------------------------	-------------------

<b>Tipo de asignatura:</b>	<b>TEÓRICO-PRÁCTICA</b>
<b>Modalidad de la asignatura:</b>	<b>LABORATORIO</b>

**ASIGNATURA PRECEDENTE:** Ninguna

**ASIGNATURA SUBSECUENTE:** Seriación obligatoria con Analítica Experimental II y con Analítica Experimental III.

**OBJETIVO(S):**

Al finalizar el curso el estudiante deberá:

- Conocer las operaciones y técnicas básicas que se utilizan para el análisis químico cuantitativo.
- Conocer y aplicar las reglas y procedimientos operacionales establecidos por las BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO (BPL) para asegurar la calidad de los datos obtenidos en el análisis cuantitativo de muestras simples.
- Tomar decisiones y proponer las diferentes etapas del proceso analítico considerando aspectos relacionados con el tipo de muestra y el material disponible.
- Tratar muestras simples y prepararlas para el análisis.
- Proponer metodologías para el análisis de muestras simples.
- Realizar determinaciones de analitos en muestras simples.
- Utilizar los instrumentos de medida disponibles en el laboratorio para generar señales analíticas relacionadas con la concentración de un analito y obtener curvas de calibración.
- Analizar los parámetros que caractericen a las curvas de calibración obtenidas
- Tratar e interpretar en forma adecuada los datos obtenidos en las determinaciones.
- Evaluar los resultados de análisis cuantitativo con criterios de aseguramiento de calidad

<b>NÚMERO DE HORAS POR UNIDAD</b>	<b>UNIDAD</b>
2T 2H	<b>1. INTRODUCCIÓN A QUÍMICA ANALÍTICA EXPERIMENTAL</b> 1.1. Introducción a las BPL en lo que concierne al análisis químico. 1.2. Conceptos básicos utilizados en metrología química.
3T 3H	<b>2. INTRODUCCIÓN AL ANÁLISIS QUÍMICO</b> 2.1. Clasificación: cualitativo, cuantitativo, vía húmeda e instrumental. 2.2. Etapas del análisis cuantitativo. 2.3. Importancia del tamaño de la muestra y de la concentración del analito para la elección del método de análisis. 2.4. Generalidades del muestreo

<p><b>10T</b> <b>10H</b></p>	<p><b>3. ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO</b></p> <p><b>3.1. Análisis gravimétrico sin reacción química</b></p> <p><b>3.1.1. Aplicación de los conceptos básicos</b></p> <p><b>3.1.2. Expresiones matemáticas para calcular la incertidumbre y estimar su propagación.</b></p> <p><b>3.1.3. Uso adecuado de cifras las cifras significativas en la expresión del resultado de una medición.</b></p> <p><b>3.2. Análisis gravimétrico con tratamiento químico.</b></p> <p><b>3.2.1. Operaciones involucradas: precipitación selectiva, digestión, filtración cuantitativa, secado, calcinado y pesado.</b></p> <p><b>3.2.2. Precipitación y factor gravimétrico.</b></p> <p><b>3.2.3. Tratamiento de datos y estimación de la incertidumbre en el análisis gravimétrico.</b></p>
<p><b>27T</b> <b>27H</b></p>	<p><b>4. ANÁLISIS VOLUMÉTRICO</b></p> <p><b>4.1. Verificación de material volumétrico.</b></p> <p><b>4.2. Valoraciones Ácido-base.</b></p> <p><b>4.2.1. Patrones primarios y secundarios ácido-base.</b></p> <p><b>4.2.2. Preparación adecuada de disoluciones patrón ácido-base.</b></p> <p><b>4.2.3. Estandarización de disoluciones de patrones secundarios ácido-base.</b></p> <p><b>4.2.4. Selección adecuada de indicadores empleados en valoraciones ácido-base.</b></p> <p><b>4.2.5. Determinación de analitos con propiedades ácido-base en muestras comerciales mediante reacciones de neutralización.</b></p> <p><b>4.2.6. Estimación de la incertidumbre del mensurando</b></p> <p><b>4.2.7. Expresión de los resultados con los criterios de aseguramiento de calidad .</b></p> <p><b>4.3. Valoraciones Complejométricas.</b></p> <p><b>4.3.1. Patrones primarios y secundarios empleados en valoraciones complejométricas.</b></p> <p><b>4.3.2. Preparación adecuada de disoluciones de patrones primarios y secundarios de uso común en valoraciones complejométricas.</b></p> <p><b>4.3.3. Estandarización de disoluciones de un patrón secundario para utilizar en complejometría.</b></p> <p><b>4.3.4. Identificación de las condiciones adecuadas para llevar a cabo valoraciones complejométricas (pH e indicador metalocrómico).</b></p> <p><b>4.3.5. Determinación de analitos capaces de formar quelatos, en muestras comerciales o preparadas, mediante valoraciones directas y por retroceso</b></p> <p><b>4.3.6. Errores en la titulación en las valoraciones complejométricas.</b></p> <p><b>4.3.7. Estimación de la incertidumbre del mensurando en valoraciones directas y por retroceso.</b></p> <p><b>4.3.8. Expresión de los resultados con los criterios de aseguramiento de calidad estudiados.</b></p> <p><b>4.4. Valoraciones Redox.</b></p> <p><b>4.4.1. Patrones primarios y secundarios empleados en valoraciones redox.</b></p> <p><b>4.4.2. Preparación adecuada de disoluciones de patrones secundarios redox.</b></p> <p><b>4.4.3. Estandarización de disoluciones de patrones secundarios redox.</b></p> <p><b>4.4.4. Importancia de controlar la acidez del medio y tipos de indicadores comúnmente empleados en las valoraciones redox.</b></p> <p><b>4.4.5. Determinación de analitos con propiedades redox en muestras por valoraciones directas e indirectas.</b></p> <p><b>4.4.6. Errores en las valoraciones redox.</b></p> <p><b>4.4.7. Estimación de la incertidumbre del mensurando.</b></p> <p><b>4.4.8. Expresión de los resultados con los criterios de aseguramiento de calidad estudiados.</b></p>

<p>4T 4H</p>	<p><b>5. METODOS DE SEPARACIÓN BASADOS EN EQUILIBRIOS HETEROGÉNEOS</b>  <b>5.1. Principios generales de los métodos de separación cuantitativos: precipitación, extracción e intercambio iónico.</b>  <b>5.2. Intercambio iónico.</b>  <b>5.2.1. Resinas de intercambio iónico: características, propiedades, ventajas y limitaciones.</b>  <b>5.2.2. Posibilidad de aplicación de las resinas de intercambio iónico: separaciones cuantitativas, valoraciones a valoraciones indirectas y concentración de analitos iónicos y moleculares.</b></p>
<p>10T 10H</p>	<p><b>6. MÉTODOS CUANTITATIVOS BASADOS EN LA MEDIDA DE UNA PROPIEDAD FÍSICA DEL ANALITO.</b>  <b>6.1. Curva de calibración.</b>  <b>6.1.1. Elección de las concentraciones adecuadas y preparación de las disoluciones de estándares para determinar un analito utilizando curvas de calibración.</b>  <b>6.1.2. Registro de la señal analítica producida al medir los estándares con instrumentación básica (pHmetros, conductímetros, espectrofotómetros, etcétera). Importancia del blanco.</b>  <b>6.1.3. Análisis de las curvas de calibración obtenidas experimentalmente (límite de detección, límite de cuantificación. sensibilidad y selectividad).</b>  <b>6.1.4. Determinación experimental de la concentración de un analito en una muestra simple con el uso de curvas de calibración.</b>  <b>6.1.5. Tratamiento de los datos y estimación de la incertidumbre en la determinación de la concentración del analito.</b>  <b>6.2. Curva de calibración indirecta.</b>  <b>6.2.1. Determinación indirecta de un analito por reacción con una especie química cuya concentración sea proporcional a la señal analítica.</b></p>
<p>4T 4H</p>	<p><b>7. VALORACIÓN LINEAL</b>  <b>7.1. Comparación de las curvas de valoración obtenidas cuando la concentración de las especies químicas involucradas en una reacción se relacionan linealmente o logarítmicamente con la concentración.</b>  <b>7.2. Realización de una titulación volumétrica y registro de la señal obtenida con alguno de los instrumentos disponibles en el laboratorio.</b>  <b>7.3. Corrección, por el efecto de dilución, de los datos obtenidos.</b>  <b>7.4. Determinación del punto de equivalencia de la reacción realizada y cálculo de la concentración del analito.</b>  <b>7.5. Expresión de los resultados con los criterios de aseguramiento de la calidad estudiados.</b></p>
<p>4T 4H</p>	<p><b>8. DETERMINACIÓN DE UN ANALITO EN UNA MUESTRA POR MÉTODOS DIFERENTES</b>  <b>8.1. Propuesta de posibles procedimientos para la determinación de un analito mediante alguna de las técnicas cuantitativas estudiadas en el curso.</b>  <b>8.2. Análisis de los procedimientos propuestos considerando sus ventajas y limitaciones.</b>  <b>8.3. Evaluación del procedimiento con los criterios de calidad estudiados en el curso.</b></p>

**TOTAL 64T=64H**

#### **BIBLIOGRAFÍA BÁSICA**

1. Vogel, Arthur, *Quantitative Chemical Analysis*,. NY, Longman Scientific & Technical, 1989.
2. Antología de Química Analítica Experimental . Recopilado por María Antonia Dosal . Facultad de Química UNAM 2010.
3. Rubinson, K. A., Rubinson, J. F., *Análisis Instrumental*, Madrid, España, Pearson Educación, S.A., 2001.
4. Skoog, D. A., Holler, F. J., Crouch, S. R. *Principios de Análisis Instrumental*, 6ª Edición. México, Cengage Learning Editores, 2008.
5. Christian, G. D. *Química Analítica*, 6ª Edición, Mc Graw Hill, México, D. F., 2009.

#### **BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA**

1. *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*, 3rd Edition (2012)
2. Settle, Frank A. (Editor), *Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry*,. New Jersey, Prentice Hall, 2001.
3. Meyers, Robert A., *Encyclopedia of Analytical Chemistry, Applications, Theory, and Instrumentation*, USA, John Wiley & Sons, Incorporated, 2012.
4. Kenkel, J. *Analytical Chemistry for Technicians*, 3rd Edition Lewis Publishers, Inc, 2003.
5. *Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos (FEUM)*.

#### **SUGERENCIAS DIDÁCTICAS**

Exposición oral de conceptos teóricos directamente relacionados con los temas del curso. Logística especial que permita a los alumnos realizar el trabajo experimental en forma individual utilizando siempre el mismo material volumétrico (cuya tolerancia es verificada por ellos).

Preparación y titulación de todas las disoluciones patrón en forma individual por cada alumno pero, una vez preparadas, reunión de todas en un mismo recipiente a fin de comparar los resultados obtenidos en la normalización de las mismas.

Realización experimental de operaciones analíticas cuantitativas generales utilizando muestras comerciales.

Evaluación de los resultados obtenidos con muestras conocidas mediante los criterios de calidad del resultado.

Diseño y realización de procedimientos para el análisis de muestras reales o preparadas de concentración desconocida por el alumno.

Discusiones grupales de los resultados obtenidos por los estudiantes al efectuar la determinación de un analito en forma individual, a fin de comparar la validez de los métodos utilizados

Nota: Es importante señalar que esta modalidad de laboratorio independiente contiene asociados aspectos teóricos propios por lo cual se cuenta con laboratorios y aulas anexas al laboratorio, de manera que los alumnos pueden moverse libremente entre uno y otra

#### **FORMA DE EVALUAR**

Por la forma de trabajar en el laboratorio y por el adecuado seguimiento de las normas señalados por Buenas Prácticas de Laboratorio.

Por el uso y presentación adecuados de la bitácora de laboratorio, en forma y tiempo.

Con los informes y conclusiones de todos los trabajos prácticos realizados.

Por exámenes teóricos y prácticos parciales, departamentales y/o un final en donde se resuelvan problemas analíticos simples: estos exámenes deberán incluir problemas que involucran el diseño del experimento y el informe de los resultados con criterio de aseguramiento de la calidad.

#### **PERFIL PROFESIOGRÁFICO DE QUIENES PUEDEN IMPARTIR LA ASIGNATURA**

Egresados de alguna licenciatura de la Facultad de Química de la UNAM (o equivalente si provienen de otra institución) que tengan experiencia práctica y didáctica en trabajo práctico de Química Analítica. Se deberá dar preferencia a quienes tengan una especialización, maestría o doctorado en Química Analítica (o experiencia equivalente).