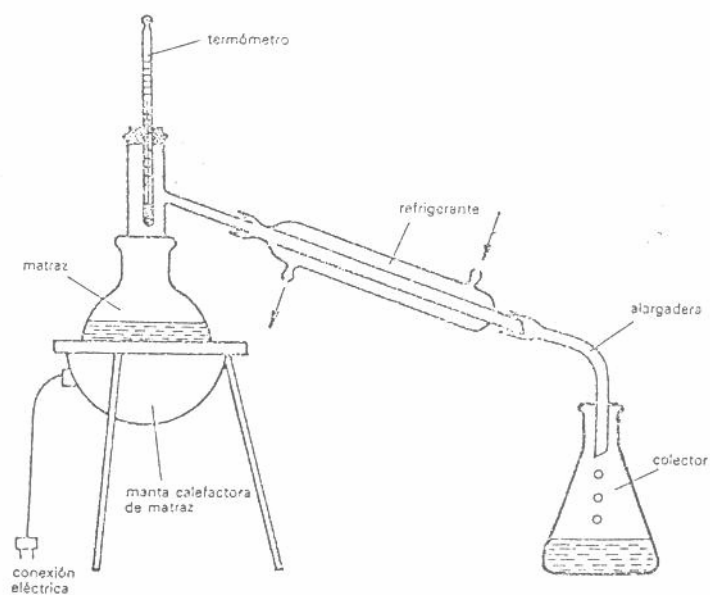


FUNDAMENTOS DE QUÍMICA PRÁCTICAS DE LABORATORIO



FACULTAD DE CIENCIAS DEL MAR
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
UNIVERSIDAD DE LAS PALMAS DE GRAN CANARIA

**FACULTAD DE CIENCIAS DEL MAR
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
UNIVERSIDAD DE LAS PALMAS DE GRAN CANARIA**

FUNDAMENTOS DE QUÍMICA. PRÁCTICAS DE LABORATORIO

**PROFESORES: FRANCISCO JAVIER PÉREZ GALVÁN
MARÍA JESÚS MEDIAVILLA PÉREZ
ARGIMIRO RIVERO ROSALES**

Depósito Legal (DL): GC – 661 - 2004

ÍNDICE

APARTADO	PÁGINA
Introducción.....	1
Precauciones y Recomendaciones.....	3
Material de Laboratorio.....	7
PRÁCTICA N° 1: Técnicas de Separación : Filtración y Cristalización..	12
PRÁCTICA N° 2: Técnicas de Separación : Extracción.....	16
PRÁCTICA N° 3: Técnicas de Separación : Destilación.....	20
PRÁCTICA N° 4: Preparación de Disoluciones.....	24
PRÁCTICA N° 5: Análisis Cualitativo de Cationes. Reconocimiento de los iones Plomo (II), Plata y Mercurioso ..	28
PRÁCTICA N° 6: Análisis Cuantitativo. Gravimetría.....	32
PRÁCTICA N° 7: Preparación de Soluciones Valoradas. Valoración del Ácido Clorhídrico con Carbonato Sódico.....	36
PRÁCTICA N° 8: Volumetrías de Neutralización. Determinación del Contenido de Hidróxido Sódico en una Disolución ..	40
PRÁCTICA N° 9: Preparación de Soluciones Valoradas. Valoración del Permanganato Potásico con Oxalato Potásico.....	44
PRÁCTICA N° 10: Determinación Permanganométrica de Hierro en Aguas.....	48
PRÁCTICA N° 11: Técnicas de Separación. Cromatografía.....	52
PRÁCTICA N° 12: Calorimetría, Calor de Disolución y de Reacción.....	55
PRÁCTICA N° 13: Disoluciones Tampones. Propiedades y Medida del pH.....	59
PRÁCTICA N° 14: Solubilidad y Precipitación : Influencia de la Naturaleza de Solute y Disolvente y de la Temperatura. Disolución de Precipitados por Formación de Complejos.....	63
PRÁCTICA N° 15: Determinación de Cloruros en Disolución.....	67
Bibliografía.....	71

1. INTRODUCCIÓN

De acuerdo con la experiencia que hemos acumulado durante varios años de impartición de las prácticas de Fundamentos de Química, hemos podido constatar que los alumnos de primer curso de la Facultad de Ciencias del Mar presentan una amplia diversidad en cuanto a su procedencia y a su formación. Por un lado, una amplia fracción del alumnado procede de diferentes centros de enseñanza media de la Comunidad Canaria, aunque también hay que considerar la presencia de un porcentaje considerable de alumnos originarios de otras comunidades del territorio español. Por otro lado, la formación a nivel práctico también resulta de lo más diversa, aunque de forma general poseen unos conocimientos prácticos limitados como consecuencia de un contacto escaso (por diferentes motivos que no vamos a analizar) con el laboratorio de química durante su paso por los cursos del Bachillerato.

Como consecuencia de este análisis previo se estudió la necesidad de establecer un programa de prácticas en el primer curso de la licenciatura que ayudara a paliar en buena medida las lagunas detectadas en la formación de los alumnos, procurándoles un contacto inicial con el laboratorio que les permitiera familiarizarse con el material de uso habitual, que conocieran los riesgos del trabajo práctico y las precauciones a tener en cuenta para evitarlos, que aprendieran las técnicas básicas de trabajo para los diferentes procedimientos de reacción y analíticos más habituales en cualquier laboratorio de química. Se trataba que el alumno tuviera una formación práctica inicial básica que le permitiera afrontar programas de laboratorio de asignaturas de cursos posteriores de manera eficiente y sin más dificultades que las correspondientes al proceso a aplicar en cada caso.

Por todo ello, el programa que se diseñó integraba un total de diez prácticas que cubren un total de 20 horas (2 créditos) de laboratorio, en las que se incluyeron técnicas básicas del laboratorio de química, como son las de separación de sustancias (filtración, cristalización, extracción y destilación), las de preparación de reactivos en disolución, o las técnicas analíticas más sencillas como la identificación de iones en disolución, el análisis gravimétrico, o las valoraciones, de las que les mostramos como ejemplo, dos variantes: la valoración de neutralización ácido-base y la valoración redox. Evidentemente, en este diseño escapan algunas técnicas interesantes como la cromatografía o las valoraciones de precipitación o de complejación, entre otras. Sin embargo, tales técnicas pueden resultar complementarias respecto a las que se desarrollan en el programa (con los dos ejemplos de valoraciones consideramos suficiente para la formación del alumno en este primer curso), y además pueden ser abordadas en asignaturas de cursos superiores (caso de la cromatografía en Química Orgánica, en el tercer curso), y por eso hemos considerado mantener esas técnicas como prácticas complementarias al programa que desarrollamos, por si en algún curso se considera oportuno rescatarlas para su impartición por cualquier causa.

PROGRAMA DE PRÁCTICAS

1. Técnicas de Separación. Filtración y Cristalización.
2. Técnicas de Separación. Extracción.
3. Técnicas de Separación. Destilación.
4. Preparación de Disoluciones.
5. Análisis Cualitativo de Cationes. Reconocimiento de los iones Plomo (II), Plata Mercurioso.
6. Análisis Cuantitativo. Gravimetría.
7. Preparación de Soluciones Valoradas. Valoración del Acido Clorhídrico con Carbonato sódico.
8. Volumetrías de Neutralización. Determinación del Contenido de Hidróxido Sódico en una Disolución.
9. Preparación de Soluciones Valoradas. Valoración del Permanganato Potásico con Oxalato.
10. Determinación Permanganométrica de Hierro en Aguas.

PRÁCTICAS COMPLEMENTARIAS

11. Técnicas de Separación. Cromatografía.
12. Calorimetría, Calor de Disolución y de Reacción.
13. Disoluciones Tampones. Propiedades y Medida del pH.
14. Solubilidad y Precipitación : Influencia de la Naturaleza de Solute y Disolvente y de la Temperatura. Disolución de Precipitados por Formación de Complejos.
15. Determinación de Cloruros en Disolución.

2. PRECAUCIONES Y RECOMENDACIONES

El laboratorio de química no tiene porqué ser un lugar especialmente peligroso. No obstante, los ensayos que se lleven a cabo en él, así como el manejo de reactivos y material, sí pueden conllevar unos riesgos que el alumno debe conocer y aprender a minimizar. Los accidentes que pueden acaecer en los laboratorios de química son causados frecuentemente por descuidos por falta de atención en el trabajo. A continuación expondremos algunas precauciones y recomendaciones generales que es conveniente tener en cuenta para un correcto desenvolvimiento en el laboratorio. En el caso que le surja alguna duda, procure acudir al profesor, y nunca actúe por su cuenta.

PROTECCIÓN DE LOS OJOS

Los ojos son particularmente susceptibles de lesionarse de modo parcial o permanente por las sustancias corrosivas que se empleen o por posibles fragmentos que pueden saltar. Es importante por ello procurar una protección adecuada para los ojos, utilizando gafas de seguridad, si no usa de ordinario gafas para la visión, en toda su estancia en el laboratorio, pero especialmente cuando esté manejando sustancias corrosivas o efectuando alguna operación potencialmente peligrosa. Si se usan lentes de contacto es recomendable no utilizarlas mientras estén en el laboratorio.

En el caso que entre alguna sustancia química en los ojos, hay que lavarlos rápidamente con agua, a ser posible tibia. Mantener los ojos abiertos y echarse agua durante unos 15 minutos.

INCENDIOS

Debido al manejo de disolventes inflamable, el peligro de incendio en el laboratorio es permanente. Por esta razón está **prohibido fumar** en el laboratorio. Además, hay que proceder con las máximas precauciones cada vez que se encienda una cerilla o se use un mechero, asegurándose que no hay disolventes en las inmediaciones.

Por su seguridad, el alumno debe conocer la situación del extintor o manguera contra incendios más cercana.

Si se declara un incendio, no debe obrar con precipitación. Lo mejor es avisar al profesor y dejar que él se encargue de apagarlo. Si lo que se incendia es un matraz, se puede apagar simplemente cubriendo su boca con un vidrio de reloj, y si se incendian las ropas, camine, no corra, hacia la ducha o manta contra incendios más próxima.

CORTES Y QUEMADURAS

En caso de producirse un corte, lavar bien con agua, a menos que se recomiende explícitamente lo contrario. Si es necesario, presionar sobre la herida para parar la hemorragia.

Las quemaduras muy leves producidas por llamas o por contacto con objetos calientes se alivian sumergiendo la parte afectada en agua fría o en hielo durante unos minutos. No es aconsejable el uso de pomadas. Las quemaduras más graves deben ser tratadas por un médico.

En caso de quemaduras por productos químicos, primero hay que contrarrestar estos productos. Así, para las producidas por ácidos se recomienda utilizar una solución diluida de bicarbonato. Para las producidas por bases debe aplicarse una solución diluida de un ácido débil (acético al 2% o bórico al 1%). Después de su aplicación se debe lavar con agua durante 10 ó 15 minutos.

En operaciones con tubos de ensayo o matraces, recuerde **que no debe dirigir nunca la boca de éstos hacia el vecino o hacia sí mismo**, porque podría proyectarse su contenido.

Todas las operaciones que requieran el trabajar con líquidos o vapores corrosivos, tóxicos o molestos se realizarán en la **campana de gases**.

Para calentar o destilar líquidos inflamables o volátiles se deberá hacer en baño de agua, aceite o mantas eléctricas y preferentemente en la campana de gases.

Cuando no se use el mechero, apáguelo, pues además de un derroche de gas, alguien puede descuidarse y sufrir una quemadura, o puede provocar un incendio.

Nunca arroje **agua sobre metales alcalinos o sobre sales o metales fundidos** pues se puede producir una explosión. El sodio y el potasio nunca se deben dejar expuestos al aire, pues se puede producir un incendio.

Cuando tenga que diluir un ácido fuerte, procure añadir **el ácido sobre un poco de agua**, muy lentamente y con precaución. Suelen ser procesos muy exotérmicos que podrían ser violentos.

ADVERTENCIA SOBRE LOS REACTIVOS

Para evitar peligros innecesarios, como incendios y explosiones, **nunca se devolverá un reactivo a una botella**, ya que siempre existe la posibilidad de que se mezclen dos productos que reaccionen de un modo explosivo, además de la posibilidad de introducir impurezas en los productos supuestamente puros que van a ser utilizados por otra persona después de nosotros.

Está **prohibido comer o beber** en el laboratorio. Siempre existe la posibilidad de que lo que estemos comiendo o bebiendo en el laboratorio quede contaminado por alguna sustancia tóxica.

El calzado abierto, como las sandalias, no ofrece una protección suficiente a los pies frente a los productos químicos y al vidrio roto. Es conveniente, por tanto, siempre llevar **zapatos cerrados**.

Respecto a los disolventes orgánicos, lo primero que hay que tener presente es que son inflamables y que se encienden rápidamente al contacto con la llama. Además, son bastante tóxicos. Por ejemplo, y como dos pinceladas, la mayor parte de los disolventes clorados, al acumularse en el organismo producen una cirrosis hepática parecida a la que se deriva del abuso de bebidas alcohólicas. Además tienen tendencia a acumularse ya que no resultan fáciles de eliminar, por lo que pueden producirse complicaciones. En el caso de exposición continuada a vapores de benceno puede originarse una forma de leucemia.

Para evitar daños a nuestra ropa y las partes expuestas de nuestra piel, es recomendable el uso de **batas de laboratorio**, como medida adicional de precaución.

LIMPIEZA

La mesa y equipo de trabajo habrán de mantenerse limpios y en orden. No se debe esperar al final de la sesión de laboratorio para limpiar la mesa. Límpiase inmediatamente todo lo que se vierta. El trabajo de laboratorio es tanto más satisfactorio cuanto mejores sean las condiciones en que se haga.

Los materiales sólidos inservibles, como cerillas, papeles y corchos, deben tirarse a la papelera y no en la pila.

Al salir del laboratorio hay que asegurarse de que la mesa queda limpia y las llaves del gas y del agua cerradas.

MATERIAL DE VIDRIO

La falta de cuidado con el material de vidrio puede dar lugar a pérdida de tiempo en el laboratorio tanto por los problemas que su limpieza acarrea, como por el tiempo que se tarda en sustituirlo cuando se rompe.

En general, el lavado de este tipo de material resulta más fácil si se hace inmediatamente después de usarlo. Si se tarda mucho, los residuos orgánicos que quedan en los recipientes pueden empezar a atacar el vidrio. La superficie del vidrio resulta entonces más difícil de lavar. Para el lavado pueden emplearse diversos agentes, tales como los detergentes sintéticos, o los disolventes orgánicos (como la acetona recuperada o húmeda, debido a su carestía) combinados con agua y detergentes. Para aquellas manchas o residuos que resistan todos nuestros esfuerzos se prepara una mezcla limpiadora determinada, como la denominada mezcla crómica. Para el secado, basta con dejar el material de vidrio fuera del armario o taquilla durante la noche, o bien

invertidos en unas gradillas especiales que hay en los fregaderos para que el agua se vaya escurriendo. También se pueden usar estufas, o bien un poco de acetona.

En cualquier caso, si le surge alguna duda durante el procedimiento de cualquier práctica, **no actúe por su cuenta, consulte siempre con el profesor**. Puede ahorrarse un disgusto.

REGISTRO DE RESULTADOS

Una parte importante de cada práctica consiste en tomar nota detallada de cada operación y cada dato obtenido. En el cuaderno de laboratorio o memoria descriptiva de prácticas, se resumirán cuantos trabajos se hayan hecho y los resultados obtenidos. El alumno debe aprender a ser honesto con los resultados obtenidos, y ser consecuente con los errores que se vayan cometiendo. En estas sesiones, el alumno está en proceso de aprendizaje, por lo que los errores que se cometen deben ser conocidos y corregidos, para que el trabajo futuro en el laboratorio sea más preciso. Por eso, la presentación de resultados falseados, además de suponer un fraude respecto al profesor y una deslealtad respecto a sus compañeros, es un engaño a sí mismo, por cuanto no se aprende de los errores, y no se corrigen éstos. La detección de estos resultados falseados, podría acarrear, por ello, el suspenso en prácticas. La memoria que se vaya a presentar deberá constar al menos con cuatro apartados :

En el primero se hará constar los fundamentos teóricos en que se basa la práctica, el objeto que tiene y como se lleva a cabo.

En el segundo se relacionarán todos los reactivos y material que sean necesarios para realizar la práctica.

En el tercero se presentarán los resultados obtenidos, apuntándose los datos cuantitativos y cualitativos procedentes de los experimentos.

En el cuarto apartado se presentarán las observaciones, resaltando todos aquellos datos a tener en cuenta para la resolución satisfactoria de la práctica, y razonando los resultados obtenidos.

3. MATERIAL DE LABORATORIO

En un laboratorio de Química se usan una gran variedad de utensilios, cuya composición, forma y capacidad dependen de la aplicación que se les atribuyan. En general se suelen clasificar estos utensilios en función de la naturaleza del material que los componen, distinguiéndose así entre material **metálico**, de **vidrio**, **cerámicos**, o de **caucho y plástico**. Otra posibilidad consiste en clasificarlos en función de su uso, sobre todo en el caso del material de vidrio, del que se distingue el material **volumétrico**, destinado a medir volúmenes con mayor o menor precisión, del material **no volumétrico**, que se destina a otros usos distintos del de medir volúmenes.

1. Material Metálico:

Normalmente, en el laboratorio se utiliza el hierro y sus aleaciones como base del material metálico, aunque también puede utilizarse el cobre, el platino o la plata, para usos más específicos (conducción térmica o eléctrica, operaciones de gran precisión, o resistencia a los ácidos). El material metálico más usual en un laboratorio suele ser el siguiente:

Soporte	Rejilla	Mechero Bunsen
Nuez	Pinzas para crisol	Espátulas
Pinzas	Pinzas para tubos de ensayo	Trompas de agua
Aros con nuez	Pinzas de Hoffman	Taladra-corchos
Trípode	Triángulo	Gradillas

2. Material de Vidrio:

El material de vidrio adquiere una importancia excepcional por cuanto con él se verifican las operaciones básicas de trabajo en el laboratorio, como las de mayor precisión, entre las que se incluyen las de medida tanto de sólidos como de líquidos, así como las tareas preliminares. Los instrumentos de vidrio son los más utilizados en el laboratorio ya que es el material que más resiste a un mayor número de agentes químicos. Los requisitos que debe cumplir un material de vidrio para su uso en el laboratorio son: resistencia química y estabilidad térmica. En este sentido, los vidrios Pyrex son, después del cuarzo, los que poseen una mayor proporción de sílice (SiO_2), por lo que poseen los coeficientes de dilatación más bajos, y son por tanto, los más utilizados. El material de vidrio más usual en el laboratorio es:

Material Volumétrico: su uso principal es el de medir volúmenes con mayor o menor precisión, aunque en algunos casos pueden tener utilidades más variadas. Los más usuales son los siguientes:

Erlenmeyer	Pipeta graduada	Bureta
Vaso de precipitados	Pipeta aforada	Probeta
Matraz aforado		

Material no Volumétrico: se emplean en tareas muy diversas y variadas, como desecación de sustancias, ebulliciones, control de temperatura, ensayos de reacciones, etc. Se pueden destacar los siguientes:

Desecador	Embudo	Matraz Kjeldahl
Desecador de vacío	Tubo Thiele	Refrigerantes
Matraces de fondo plano	Picnómetro	Termómetro
Matraces de fondo redondo	Embudo de decantación	Pesasustancias
Cristalizador	Matraz Kitasato	Matraz de destilación
Tubo de ensayo	Cuentagotas	Vidrio de reloj

También pueden distinguirse piezas de material de vidrio con uniones esmeriladas, que permiten ajustar distintas piezas. Es lo que sucede con los equipos de destilación.

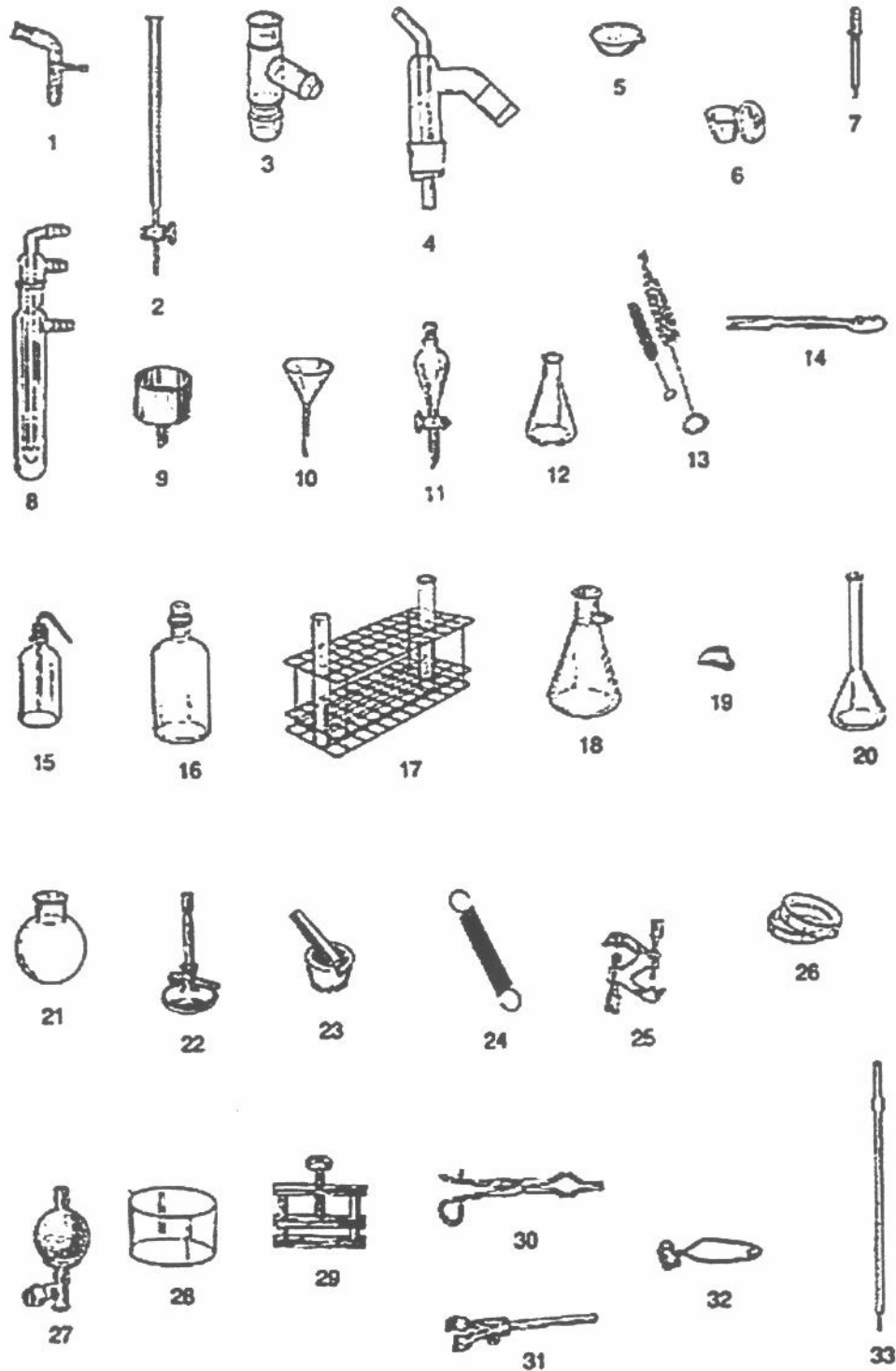
3. Material Cerámico:

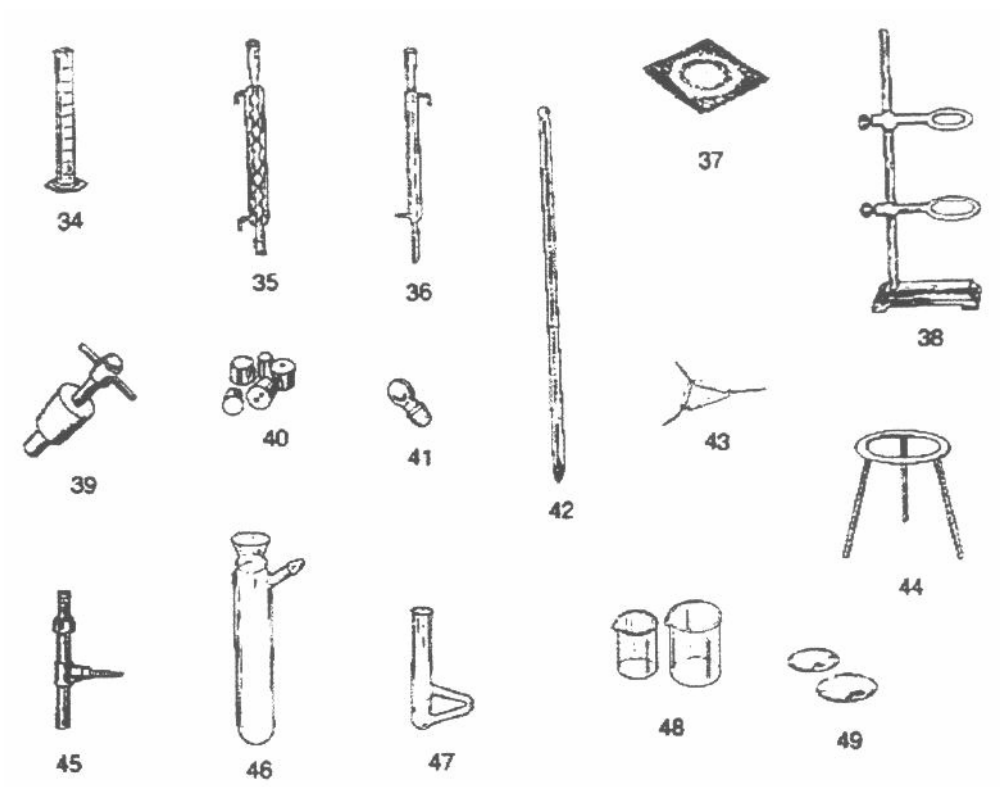
Dentro del material cerámico, el más común en el laboratorio es el vidrio de cuarzo y las porcelanas. La porcelana es más resistente a calentamientos prolongados y temperaturas más elevadas. Por eso, para determinadas operaciones, como inflamación de determinados materiales o desecación de muestras analíticas, se usa material de porcelana y no de vidrio. Algunos de los más usuales son:

Cápsula	Crisol	Embudo Büchner
Mortero		

A continuación mostramos una selección del material de uso más frecuente en el laboratorio, con el objeto de que el alumno se vaya familiarizando con él y sepa identificarlo en el momento de iniciar una práctica, dándole el uso más adecuado en función de lo anteriormente explicado.

1. Adaptador de vacío
2. Bureta
3. Cabeza de destilación
4. Cabeza de destilación para arrastre de vapor Hoffman
5. Cápsula de porcelana
6. Crisol con tapa
7. Cuentagotas
8. Dedo frío
9. Embudo Büchner
10. Embudo cónico
11. Embudo de decantación
12. Erlenmeyer
13. Escobillas
14. Espátula
15. Frasco lavador
16. Frasco para reactivos
17. Gradilla con tubos de ensayo
18. Matraz Kitasato
19. Mariposa
20. Matraz Aforado
21. Matraz redondo con boca esmerilada
22. Mechero
23. Mortero
24. Muelles
25. Nuez
26. Placa Petri con tapa
27. Pera de gomo
28. Pesa sustancias
29. Pinzas de
30. Pinzas para crisol
31. Pinzas para soporte
32. Pinzas para tubo ensayo
33. Pipeta
34. Probeta
35. Refrigerante de bolas
36. Refrigerante Liebig-West
37. Rejilla de asbesto
38. Soporte metálico
39. Taladra-corchos
40. Tapones (corcho, goma)
41. Tapón de vidrio
42. Termómetro
43. Triángulo
44. Trípode
45. Trompa de agua
46. Tubo colector
47. Tubo Thiele
48. Vasos de precipitado
49. Vidrio de reloj





FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 1

TÉCNICAS DE SEPARACIÓN. FILTRACIÓN Y CRISTALIZACIÓN

1. INTRODUCCIÓN

En esta práctica los alumnos van a familiarizarse con dos operaciones básicas: la filtración y la cristalización.

La cristalización se lleva a cabo principalmente:

- a) Cuando queramos extraer una sustancia que se encuentra en disolución. Un ejemplo clásico son las salinas.
- b) También usaremos la cristalización cuando precisamos purificar un compuesto, la cristalización se usa tanto en laboratorios de investigación científica como en procesos industriales, y es eficaz con todo tipo de sustancia susceptible de formar cristales, ya sea una sal inorgánica o un compuesto orgánico.

Cuando queremos purificar una sal, el procedimiento a seguir es el siguiente:

1. Se disuelve el compuesto en un disolvente cuya naturaleza se elegirá en función del tipo de compuesto que se desee cristalizar: agua, en el caso de sales inorgánicas, o bien un disolvente orgánico, en el caso de compuestos de carbono. La disolución del sólido suele realizarse en caliente, con la menor cantidad posible de disolvente.
2. La disolución se filtra sobre un cristizador, en caliente y a presión normal, para eliminar partículas sólidas o impurezas insolubles (o, al menos, menos solubles que la sal que deseamos cristalizar).
3. Se deja reposar para permitir la formación de los cristales, no es conveniente esperar a que se evapore todo el disolvente, ya que ello llevaría a la cristalización de las impurezas más solubles.
4. Los cristales se filtran a vacío en un embudo Büchner.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Probeta de 25 ml.
- Embudo.
- Vasos de precipitados.
- Cristalizador.
- Embudo Büchner.
- Mortero.
- Crisol de porcelana.
- Placa calefactora.
- Vidrio de reloj.
- Varilla de vidrio.
- Sulfato de cobre pentahidratado.
- Sulfato de aluminio hidratado.
- Sulfato potásico.

3. PROCEDIMIENTO

Aunque se proponen dos prácticas de cristalización, el alumno únicamente realizará una de ellas, aquella que le indique el profesor.

3.1 Cristalización del sulfato de cobre

- Se pesan unos 5 gramos de sulfato de cobre pentahidratado y se disuelven en 20 centímetros cúbicos de agua destilada, calentando hasta disolución total.
- Filtrar en caliente sobre un cristalizador, tapar el cristalizador con un vidrio reloj y dejar enfriar en completo reposo*. Una vez formados los cristales filtrarlos a vacío y secarlos sobre papel de filtro en un desecador.

**La cristalización puede acelerarse raspando el fondo del cristalizador con la varilla de vidrio o bien por siembra, es decir, añadiendo un pequeño cristal de sulfato de cobre, que actuará como núcleo de la cristalización.*

- Reducir a polvo parte de los cristales obtenidos, pesar el polvo anotando el peso exacto y ponerlo en un crisol de porcelana en la estufa, durante 30 minutos a 250 grados centígrados o dejar hasta la sesión siguiente a 110°C.
- Sacar y volver a pesar. Sabiendo que el cambio de color responde a la deshidratación de la sal, calcular el número de moléculas de agua de hidratación, que ha perdido el compuesto inicial, y formular la reacción química ocurrida.

(La misma práctica puede realizarse partiendo de 20 gramos de sulfato de sodio en 30 ml de agua y calentando suavemente hasta unos 30-35°C, que es la temperatura de su máxima solubilidad).

3.2 Formación y cristalización de alumbre alumínico-potásico

- En dos vasos de precipitado disolver por separado: a) 3,75 gramos de sulfato de aluminio hidratado en 10 ml de agua a unos 50°C, y b) 1,25 gramos de sulfato potásico en 10 ml de agua a unos 50°C.
- Verter juntas las disoluciones en un cristizador y calentar ligeramente. Se producirá la reacción de formación del alumbre :
$$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O} + \text{K}_2\text{SO}_4 + 6\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$$
- Esperar que se produzca la cristalización (puede tardar minutos u horas). Los cristales se filtran a vacío y se secan en el desecador.
- En función de la reacción de formación del alumbre, indicar cuál de los reactivos se encontraba en exceso.

FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 2

TÉCNICAS DE SEPARACIÓN. EXTRACCIÓN

1. INTRODUCCIÓN

La extracción consiste en transferir a un líquido (disolvente) algunos de los productos químicos contenidos en una sustancia sólida o en una disolución. Según el tipo de sustancia que se desea extraer hablamos de:

Extracción sólido-líquido cuando la sustancia que queremos extraer es sólida, para ello la tratamos con un disolvente calentando durante un tiempo, la naturaleza del disolvente quedará definida por el tipo de productos que deseamos extraer. Por ejemplo, hacer té o café es un proceso de extracción. La extracción es también muy utilizada en química orgánica, cuando deseamos analizar los productos orgánicos contenidos en tejidos vegetales o animales; el primer paso para su estudio sería la extracción de los mismos con un disolvente orgánico. Para este tipo de extracción usaremos un percolador o, más frecuentemente, un Soxhlet (ver figura).

Extracción líquido- líquido: extracción de líquidos o de sustancias disueltas en embudo de decantación. En esta práctica lo que vamos a hacer es extraer el yodo de una disolución acuosa con un disolvente orgánico CCl_4 . La práctica se basa en la ley de reparto enunciada por Nerst: “cuando una sustancia se disuelve en dos disolventes no miscibles entre sí, la relación de concentraciones (c_1/c_2) de dicha sustancia en cada uno de los disolventes es constante (k) a una temperatura dada”. Dicha constante se llama constante o coeficiente de reparto. Además podremos observar lo siguiente:

1. Como la razón de concentraciones es proporcional a las solubilidades (S) y el yodo es más soluble en CCl_4 que en agua, al final de la extracción la concentración de yodo será mayor en el tetracloruro de carbono que en el agua.

$$C_1/C_2 = S_1/S_2 = K$$

2. La extracción es más eficaz si se realiza con varias porciones pequeñas de disolvente varias veces, que si se hace con una única porción mayor de disolvente y de una sola vez.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Aro, pinzas y soporte.
- Embudo de decantación de 50 ó 100 ml.
- Probeta de 25 ó 50 ml.
- Pipeta o probeta de 10 ml.
- 3 vasos de precipitados.
- Solución de almidón.
- Disolución acuosa de yodo.
- Tetracloruro de carbono.

3. PROCEDIMIENTO

3.1 Extracción Simple

- Verter 25 ml de una disolución acuosa de yodo en un embudo de decantación.
- Añadir 6 ml de tetracloruro de carbono, tapar el embudo y agitar durante unos 5 minutos, abriendo la llave del embudo con frecuencia para dejar salir los gases (en caso contrario la sobrepresión podría hacerlo estallar).
- Situar el embudo nuevamente sobre el aro y observar la separación en dos capas.
- Separar ambas disoluciones y reservar la disolución acuosa en un vaso de precipitado para una observación final.

3.2 Extracción Triple

- Lavar el embudo y añadir 25 ml de la disolución acuosa de yodo, extraer dicha disolución tres veces, usando cada una de ellas tan solo 2 mililitros de tetracloruro de carbono.
- Poner la disolución acuosa en otro vaso de precipitado.

3.3 Comprobando la Eficacia de la Extracción

- Poner unos 20 ml de la disolución acuosa inicial en un vaso de precipitado y comparar su color con el de las dos disoluciones acuosas resultantes de la extracción simple y triple.
- Comprobar la cantidad de yodo en agua en las tres disoluciones, añadiendo un poco de almidón en cada una de ellas. La intensidad del color será proporcional a la cantidad de yodo presente.

4. CUESTIONES

- a) ¿Qué disolvente es más denso: el agua o el tetracloruro de carbono?. Razonar en base a la experiencia.
- b) ¿Por qué se disuelve mejor el yodo en tetracloruro de carbono que en el agua?. Buscar la respuesta en base al tipo de enlace presente en las moléculas.

FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

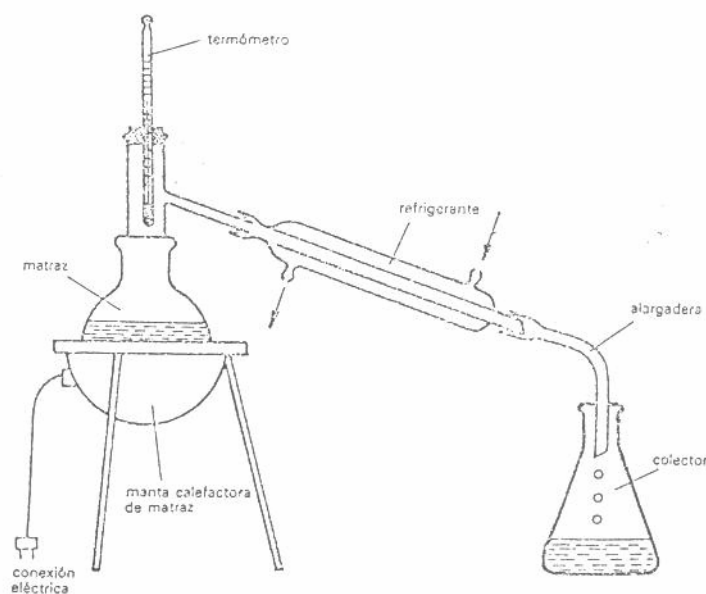
PRÁCTICA N° 3

TÉCNICAS DE SEPARACIÓN. DESTILACIÓN

1. INTRODUCCIÓN

La destilación se utiliza para separar una sustancia volátil de una disolución o bien de una mezcla de líquidos, aprovechando en este último caso los distintos puntos de ebullición de cada uno de los líquidos. Lo que se hace en una destilación es introducir la disolución o la mezcla de líquidos en un matraz y aumentar la temperatura hasta el punto de ebullición del líquido que deseamos destilar, éste se evaporará y posteriormente se condensará en el refrigerante y será recogido en otro matraz o en un erlenmeyer (colector). Mediante este procedimiento podremos separar dos o más sustancias volátiles, que irán destilándose (de menor a mayor temperatura de ebullición) a medida que aumentemos la temperatura.

En el dibujo se puede apreciar el montaje utilizado para realizar una destilación simple, aunque en la mayoría de los casos se suele incluir una columna de rectificación (tubo de vidrio dentado en su interior) entre el matraz y el codo que sustenta el termómetro, dicha columna favorecerá la selección del líquido que pasa al refrigerante, ya que, en caso de no incluirla, el líquido más volátil podría arrastrar a otras sustancias menos volátiles si la destilación es demasiado rápida. Además, es conveniente que el matraz se encuentre por debajo del colector, para evitar proyecciones.



2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Aparato para destilación simple.
- Probeta de 250 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- 6 tubos de ensayo.
- Manta calefactora.
- Agua de mar.
- Disolución de nitrato de plata recién preparada.
- Disolución de cloruro de bario.

3. PROCEDIMIENTO

3.1 Destilación

- Vamos a realizar la destilación de agua de mar, de modo que el único volátil que vamos a obtener en el colector es agua destilada. Para ello introduciremos 150 ml de agua de mar en el matraz (medir con la mayor exactitud posible), se añade un trocito de plato o porcelana porosa en el interior, para favorecer la ebullición, y se ajusta el matraz al montaje de la figura.
- Se aumenta la temperatura con un calefactor y esperamos a que se destile aproximadamente el 90 por ciento del agua, en ese momento se retira el calefactor. En el matraz quedará una salmuera y en el colector únicamente agua destilada.

3.2 Análisis de cloruro y sulfato

Vamos a comprobar que tanto el cloruro como el sulfato contenidos en el agua de mar han quedado en el matraz, mientras que en el destilado estos iones están ausentes.

Ensayo de cloruro:

- Poner en tres tubos de ensayo, por separado, un mililitro (20 gotas) de agua de mar, otro mililitro del destilado de agua de mar y otro de agua destilada del laboratorio, y añadir 3 gotas de nitrato de plata en cada uno de los tubos. Turbidez o precipitado blanco, insoluble en ácido nítrico y que se oscurece con la luz, indica cloruro. Comentar los resultados y escribir la ecuación química correspondiente a la reacción que se ha producido.

Ensayo de sulfato:

- En tres tubos de ensayo, poner por separado: un mililitro de agua de mar, otro de agua destilada y otro del destilado de agua de mar, y añadir unas gotas de disolución de cloruro de bario. Un precipitado blanco, insoluble en ácidos, es indicativo de sulfatos. Escribir la ecuación química de la reacción que se ha producido.

4. CUESTIONES

- a) Comentar los resultados de los ensayos de cloruros y sulfatos.
- b) Escribir las ecuaciones químicas correspondientes a las reacciones que se han producido en los ensayos.

FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 4

PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES

1. INTRODUCCIÓN

La preparación de reactivos en disolución, para su uso posterior en diferentes procedimientos experimentales, es una de las tareas básicas más importantes en el laboratorio de química. Si la disolución a preparar va a utilizarse en procedimientos de análisis posteriores, la corrección y exactitud en su preparación van a ser fundamentales para la obtención de resultados analíticos que no incluyan desviaciones significativas en los valores que se pretendan medir. En una titulación como Ciencias del Mar, donde el alumno tendrá que familiarizarse con el manejo de disoluciones y de procesos en disolución en prácticamente todas las asignaturas de las áreas químicas que aparecen en el Plan de Estudios, es imprescindible que cuanto antes se adquieran los conocimientos mínimos y las habilidades básicas para el procedimiento de preparación de una disolución, desde las expresiones para las unidades de concentración, y los cálculos asociados, hasta el procedimiento experimental que permite obtener la disolución a partir de los solutos de partida necesarios.

Para cubrir estas expectativas se pretende en esta práctica que los alumnos preparen una serie de disoluciones, las que indicamos a continuación, que además de servirles para aprender el procedimiento experimental, puedan ser utilizadas en prácticas posteriores, como las valoraciones, entre otras.

DISOLUCIONES A PREPARAR:

Realizar los cálculos teóricos y preparar las siguientes disoluciones:

- 250 ml de ácido clorhídrico 0,1 M.
- 100 ml de permanganato potásico 0,1 N.
- 100 ml de oxalato potásico 0,1 N.
- 50 ml de ácido acético 0,5 M.
- 50 ml de acetato sódico 0,5 M.
- 25 ml de ácido clorhídrico 0,5 N.
- 25 ml de hidróxido sódico 0,5 N.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Pipetas graduadas de 1, 5 y 10 ml.
- Matraces aforados de 25, 50 y 250 ml.
- Embudos.
- Vasos de precipitados.
- Hidróxido sódico.
- Ácido clorhídrico concentrado.
- Permanganato potásico.
- Oxalato potásico.
- Ácido acético.
- Acetato sódico.

3. PROCEDIMIENTO

Preparación de disoluciones con solutos sólidos (hidróxido de sodio, permanganato potásico, oxalato potásico) :

- Pesar en el granatario o en la balanza la cantidad de soluto calculada.
- Introducir el soluto en un vaso de precipitado y comenzar a disolverlo con un poco de agua destilada.
- Trasvasar la disolución resultante a un matraz aforado del volumen que se necesita, lavando el vaso para arrastrar los restos de soluto que pudieran quedar, y continuar añadiendo agua destilada hasta completar el volumen del matraz, asegurándose de la correcta observación del menisco.

Preparación de disoluciones con solutos líquidos (ácido clorhídrico) :

- Trasvasar un poco del líquido desde su botella a un vaso de precipitados, y tomar a continuación con una pipeta adecuada la cantidad de soluto calculada.
- Introducir el soluto en un vaso de precipitado y comenzar a disolverlo con un poco de agua destilada. En el caso de los ácidos tomar la precaución de introducir primero en el vaso, el agua y, después, con mucho cuidado, ir añadiendo el soluto.
- Trasvasar la disolución resultante a un matraz aforado del volumen que se necesita, lavando el vaso para arrastrar los restos de soluto que pudieran quedar, y continuar añadiendo agua destilada hasta completar el volumen del matraz.

4. CUESTIONES

- a) Calcular el pH teórico de cada una de las disoluciones preparadas. Datos :
 $K_a(\text{ác. acético})=1,8 \times 10^{-5}$.
- b) Evaluar el pH de cada disolución usando papel indicador.
- c) Medir el pH de las disoluciones con un pH-metro.
- d) Comparar el pH teórico con el experimental. Indicar a qué pueden deberse las variaciones entre ambos valores.

FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 5

ANÁLISIS CUALITATIVO DE LOS IONES Ag^+ , Pb^{2+} y Hg_2^{2+}

1. INTRODUCCIÓN

En las disoluciones que contienen varios iones, es posible la separación de los mismos atendiendo al diferente comportamiento que presentan frente a reactivos químicos específicos. El análisis cualitativo inorgánico de cationes está basado en el conocimiento de las propiedades reactivas de los iones, consiguiendo su separación en cinco grupos, en los que se agrupan los iones que presentan una reactividad específica frente a un reactivo determinado.

La técnica de trabajo consiste en la adición a la disolución de un reactivo específico de grupo que nos permita separar, mediante una reacción característica que generalmente suele ser de precipitación, a todos los iones que formen parte de alguno de los grupos analíticos. A continuación, mediante redisolución y adición de reactivos específicos individuales se consigue identificar cada uno de los iones que existan en esa segunda disolución. Las reacciones implicadas en esta etapa de identificación suelen ser, o bien de precipitación, en las que se busca la formación de algún precipitado característico, con unas propiedades sencillas de verificar, o bien de complejación, en las que se busca la formación de algún ion complejo a partir del ion de la disolución, de forma que se produzca algún cambio visible en la misma.

En la presente práctica procederemos a la separación e identificación de los iones del grupo III de cationes, plata (I), plomo (II) y mercurio (I). Para ello dispondremos de una disolución problema que proporcionará el profesor, y que contendrá alguno, algunos o todos los iones mencionados. El alumno deberá proceder a identificar los iones presentes en dicha disolución problema. Previamente se procederá a un ensayo donde practicaremos con algunas de las reacciones básicas de identificación de los iones en disolución, con el fin de que el alumno se familiarice con las más características.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Gradilla.
- Embudo pequeño.
- Tubos de ensayo.
- Mechero de Bunsen.
- Pinzas de madera.
- Varilla de vidrio.
- Vaso de precipitados de 100 ml.
- Frascos cuentagotas.
- Ácido clorhídrico 2 M.
- Ácido nítrico concentrado.
- Hidróxido amónico 2 M.
- Yoduro potásico.
- Cromato potásico.
- Cloruro estannoso.
- Disolución problema de los iones.

3. IDENTIFICACIÓN DE IONES EN LA DISOLUCIÓN PROBLEMA

El procedimiento que se explica a continuación está esquematizado en la tabla que presentamos al final del guión.

- a. Tomar un tubo de ensayo limpio y seco, e introducir en él 6 cc de la disolución problema que le proporcione el profesor. Identificar el tubo y depositarlo en la gradilla.
- b. Tomar otro tubo de ensayo y añadirle aproximadamente 3 cc de la disolución problema. A continuación añadir 2 gotas de clorhídrico 2 M y agitar, observando la precipitación que se produce :

AgCl	precipitado blanco cuajoso
PbCl ₂	precipitado blanco cristalino
Hg ₂ Cl ₂	precipitado blanco pulverulento

- c. Seguir añadiendo más gotas de HCl 2 M y agitando, hasta asegurarse que la precipitación ha sido total. Filtrar. El líquido debería guardarse para tratar de analizar la presencia de otros grupos de cationes en la disolución, pero como sólo estamos interesados en el grupo III, procederemos a desecharlo. Lavar el precipitado dos veces con 0,5 cc de agua destilada, a la que se ha añadido una gota de HCl diluido.

- d. En un vaso de precipitados, introducir unos 20 ó 30 cc de agua destilada y calentar hasta ebullición. Añadir unos 2 cc del agua caliente al filtro con el precipitado. Si entre esos precipitados existía cloruro de plomo (II), se habrá solubilizado, por lo que ahora tendremos Pb^{2+} disuelto en el agua, y los cloruros de plata y mercurioso precipitados en el fondo. Lavar el precipitado con otros 2 cc de agua caliente.
- e. Dividir el líquido claro obtenido en dos porciones y colocarlas en sendos tubos de ensayo que se etiquetarán con "Pb (II)". Añadir al primero de esos tubos dos gotas de cromato potásico (K_2CrO_4) 0,5 N. Si aparece precipitado amarillo, indicará la presencia de PLOMO en la disolución. Al segundo de los tubos le añadiremos unas gotas de ácido sulfúrico concentrado. Si aparece precipitado blanco, indicará nuevamente la presencia de PLOMO en la disolución.
- f. A los precipitados sobrantes de plata y mercurioso, se le añade más agua destilada y se agita, para lavar los posibles restos de plomo que pudieran tener, decantando a continuación. Filtrar y desechar la disolución. A continuación añadir a los precipitados 2 cc de disolución de hidróxido de amonio (NH_4OH) 2 M, y agitar. Si aparece un precipitado negro intenso en el filtro, será señal de la presencia de iones MERCURIOSOS en la disolución problema.
- g. El líquido filtrado se separa en dos porciones que se colocarán en sendos tubos de ensayo que se etiquetarán con "Ag". Al primero de estos tubos de ensayo se le añadirán 5 gotas de ácido nítrico concentrado hasta pH entre 1 y 3. Si se forma precipitado blanco de $AgCl$, será prueba de la presencia de PLATA en la disolución. Al segundo de los tubos le añadimos dos gotas de yoduro potásico, y si aparece un precipitado amarillo claro de AgI , será prueba también de la presencia de PLATA en la disolución.

4. RESULTADOS

Los resultados de la experiencia se presentarán en una tabla en la que se indicará el resultado de los ensayos efectuados, si han sido positivos o no, el número de la disolución problema entregada por el profesor y el resultado del contenido de cationes de esa disolución. Si los cationes identificados en la disolución no coinciden con los correctos, deberá repetirse todo el procedimiento.

FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 6

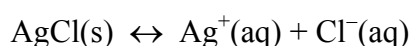
GRAVIMETRÍAS. ANÁLISIS GRAVIMÉTRICO DE CLORUROS

1. INTRODUCCIÓN

La gravimetría es una técnica de análisis cuantitativo que permite determinar de manera cuasi exacta la cantidad de un soluto específico que existe en una disolución determinada. El procedimiento que se sigue parte de una reacción característica que nos permitirá separar el soluto de la disolución. Esta reacción normalmente suele ser de precipitación y en el caso que vamos a utilizar como ejemplo en la presente práctica, la determinación de los cloruros, se tratará de la reacción de precipitación del cloruro de plata. A continuación, el precipitado obtenido se somete a una filtración para separarlo del resto de la disolución, a un lavado para eliminar posibles impurezas que haya podido arrastrar, a un secado intenso en horno para eliminar el agua que pueda quedar mezclada, y finalmente se somete a una operación de pesado. Con el peso de precipitado obtenido ya se puede determinar, mediante cálculo estequiométrico, la cantidad de soluto que había en la disolución de partida.

En todo el procedimiento hay que tener un enorme cuidado para evitar pérdidas de producto, o para evitar reacciones colaterales que puedan interferir en el precipitado, o para eliminar impurezas que puedan desvirtuar la cantidad final obtenida. Es un método que requiere suma precisión para obtener la mayor exactitud posible en el resultado final.

Desde el punto de vista teórico, el proceso se fundamenta en el equilibrio de precipitación y su constante asociada, el producto de solubilidad, que nos permite predecir si va a haber precipitación cuando se mezclen la disolución problema de cloruros con el reactivo de plata :



$$K_{ps} = [\text{Ag}^+] \times [\text{Cl}^-]$$

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Pipeta de 25 ml.
- Pipeta de 5 ml graduada.
- Probeta de 25 ml.
- 2 Vasos de precipitado.
- Placa calefactora.
- Vidrio de reloj.
- Varilla de vidrio.
- Cuentagotas.
- Filtro gravimetrías.
- Embudo Büchner y matraz Kitasato.
- Crisol de porcelana.
- Ácido nítrico concentrado.
- Disolución de nitrato de plata 0,1 N.
- Disolución problema de cloruros.

3. PROCEDIMIENTO

- Se toma un volumen de la disolución problema con una pipeta, comprendido entre 10 y 20 ml, y se colocan en uno de los vasos de precipitado, añadiéndole 1 ml de ácido nítrico diluido y 10 ml de la disolución de nitrato de plata, calentando y agitando vigorosamente.
- Dejar reposar durante unos minutos. Tapar el recipiente con un vidrio de reloj.
- Cuando el precipitado ha sedimentado, comprobar si la precipitación fue completa, añadiendo al líquido sobrenadante unas gotas de nitrato de plata. Si el ensayo es positivo, continuar añadiendo nitrato de plata a la disolución hasta que se observe que no hay enturbiamiento.
- Filtrar con un papel de filtro especial con peso de cenizas conocido, que proporcionará el profesor.
- Lavar con agua destilada a la que se han añadido unas gotas de ácido nítrico, para arrastrar posibles impurezas que pudieran haber precipitado junto al cloruro de plata.
- Pasar filtro y precipitado a un crisol de porcelana tarado previamente (anotar su peso en vacío), e introducir en el horno a unos 200°C durante una o dos horas aproximadamente.
- Dejar enfriar el crisol en un desecador durante una media hora, y finalmente proceder a pesarlo con su contenido.

4. CÁLCULOS

Para obtener el peso del precipitado, se restará al peso final del crisol con los residuos, el peso del crisol vacío y el peso de las cenizas del papel de filtro :

$$\text{PESO PRECIPITADO} = (\text{PESO TOTAL}) - (\text{PESO CRISOL VACÍO}) - (\text{PESO CENIZAS})$$

A continuación, para obtener la cantidad de cloruro que había en la muestra, se debe multiplicar el peso de precipitado por un factor adecuado, calculado a partir de la proporción de ion cloruro contenida en el cloruro de plata :

$$\text{PESO CLORUROS} = \text{PESO PRECIPITADO} \times \text{FACTOR ESTEQUIOMÉTRICO}$$

$$\text{FACTOR ESTEQUIOMÉTRICO} = (35,46 \text{ g Cl}^-)/(143,34 \text{ g AgCl}) = 0,2474$$

$$\text{ERROR} = [(V_r - V_o)/V_r] \times 100$$

V_r = Valor Real de Cloruros en la Muestra (lo dará el profesor)

V_o = Valor obtenido en el ensayo

5. RESULTADOS

Los resultados que se presentarán de la experiencia serán el número de la disolución problema proporcionada por el profesor, el volumen exacto tomado de esa disolución, los pesos del crisol vacío y del crisol lleno, los cálculos mencionados en el apartado anterior, y la cantidad total de cloruros que había en el volumen tomado de problema.

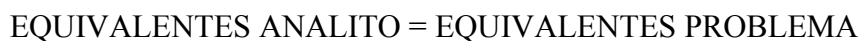
FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 7

**PREPARACIÓN DE SOLUCIONES VALORADAS. VALORACIÓN DEL
ÁCIDO CLORHÍDRICO CON CARBONATO SÓDICO**

1. INTRODUCCIÓN

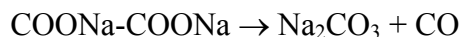
La valoración es una técnica que permite determinar la cantidad de soluto que existe en una cierta disolución problema, midiendo el volumen gastado de una cierta disolución de referencia o analito, en una reacción provocada entre ésta y la anterior. La base del método es la medida de un volumen y por eso también se le denomina volumetría. En función del tipo de reacción que provoquemos entre los reactivos de las dos disoluciones distinguiremos diferentes clases de valoraciones : de neutralización, de precipitación, redox o de complejación. El cálculo de la cantidad de soluto existente en la disolución problema se efectúa basándonos en una propiedad esencial de estas reacciones, que consiste en que cuando se completa la reacción, el número de equivalentes de las sustancias que reaccionan deben coincidir.



Para que el cálculo sea lo más exacto posible, es necesario conocer la concentración exacta de la disolución de la sustancia de referencia, y para ello se debe preparar previamente al análisis una solución valorada de la sustancia de referencia. Esto se consigue sometiendo nuestra disolución de referencia a una valoración previa en la que se utiliza una disolución cuya concentración ya se conoce exactamente desde el momento de su preparación.

En la valoración por neutralización se emplean con preferencia los ácidos clorhídrico y sulfúrico. Para obtener una solución valorada de un ácido, se prepara una disolución de dicho ácido de concentración aproximada a la deseada y luego se valora con una sal alcalina tipo. Se usa generalmente el carbonato sódico, que se encuentra en el comercio purísimo y anhidro.

Se puede emplear también el oxalato sódico purísimo y anhidro, pues calentado a 350°C se descompone en carbonato sódico y óxido de carbono, según la reacción :



La reacción entre el ácido clorhídrico y el carbonato sódico, implicada en este proceso, es la siguiente:



El punto final de la valoración se reconoce por el cambio de color que experimenta el naranja de metilo utilizado como indicador, pues en la zona alcalina tiene un color amarillo (disolución de carbonato sódico inicial) y en medio ácido es rojo anaranjado. El cambio no es inmediato y debe prestarse mucha atención para poder reconocerlo.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Soporte de pie de plato, pinzas y nuez doble.
- Bureta de 25 ml.
- 2 Erlenmeyer de 250 ml.
- Pipeta de 10 ml.
- Probeta de 25 ml.
- Mechero o placa calefactora.
- Carbonato sódico.
- 100 ml de disolución de ácido clorhídrico preparado en la práctica 5 (concentración exacta a determinar).
- Solución alcohólica de naranja de metilo.

3. PROCEDIMIENTO

- La bureta se limpia, primero con agua destilada. Para ello, con la llave cerrada, se añade agua por la parte superior, se sitúa un vaso de precipitados debajo de la bureta y se abre la llave. Se repite la operación con unos 10 ml de ácido clorhídrico 0,1 N. Se vacía de nuevo.
- Una vez realizada esta operación, se llena la bureta con el ácido, **enrasando en la posición cero de la bureta**, vertiendo para ello el ácido sobrante en el vaso de precipitados, y asegurándose del completo llenado del extremo inferior y la llave de la bureta.
- Preparar tres disoluciones de 100 ml de carbonato sódico, pesando entre 0,05 y 0,1 g de la sal. Anotar el peso exacto empleado y calcular los equivalentes de carbonato.
- A cada disolución de carbonato sódico se le añaden unas gotas (2 ó 3) del indicador naranja de metilo. Observar el color que toma la disolución.
- Añadir el ácido lentamente sobre la disolución del carbonato, controlando la apertura de la llave de la bureta con la mano izquierda, a la vez que se agita el erlenmeyer con la mano derecha (para los zurdos al revés).
- Cuando la disolución de carbonato tome un color anaranjado intenso, parar la valoración y proceder a hervir el matraz y enfriar. El color se rebaja ligeramente. Luego añadir más ácido clorhídrico hasta que se inicie el viraje. El punto final de la valoración viene dado por el cambio de color de amarillo miel inicial en medio básico a rosa anaranjado intenso en medio ácido. Con la ebullición se consigue que el CO₂ que se haya formado se desprenda, pues en caso contrario se gastaría menos ácido que el debido. Anotar el volumen de ácido gastado.
- Repetir el mismo proceso con otras dos porciones de 10 ml de la disolución de carbonato y calcular la normalidad del ácido clorhídrico.

4. CÁLCULOS

Aplicando la condición expresada en la introducción, es decir, que en la neutralización se consumen tantos equivalentes de ácido como de base, se tendrá entonces :

$$\text{EQUIVALENTES DE ÁCIDO} = \text{EQUIVALENTES DE BASE}$$

$$N_{\text{ácido}} \times V_{\text{ácido}} = N_{\text{base}} \times V_{\text{base}}$$

Calcule con esta ecuación la concentración de la disolución problema de HCl para los tres ensayos realizados. Recuerde que el número de equivalentes de cualquier sustancia se calcula como :

$$\text{Equivalentes} = (\text{g/PM}) \times \text{Val}$$

5. RESULTADOS

Los resultados de la experiencia se presentarán en una tabla en la que se indicará los equivalentes calculados de las disoluciones de carbonato sódico que se hayan preparado, el volumen teórico del ácido que debería haberse gastado en cada ensayo si la concentración de la disolución del ácido hubiese sido exactamente 0,1 N, el volumen de la disolución de ácido clorhídrico gastado realmente en cada ensayo, y la concentración normal obtenida de la disolución de ácido clorhídrico, tras efectuar los cálculos expresados en el apartado anterior.

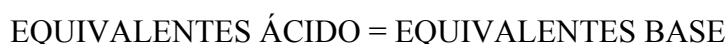
FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 8

TITULACIÓN CUANTITATIVA (NEUTRALIZACIÓN ÁCIDO-BASE)

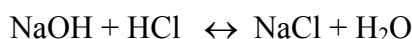
1. INTRODUCCIÓN

Como ya indicamos en la introducción de la práctica anterior, la valoración o titulación es una técnica que permite determinar la cantidad de soluto que existe en una cierta disolución problema, midiendo el volumen gastado de una cierta disolución de referencia o analito, en una reacción provocada entre ésta y la anterior. Cuando provocamos una reacción entre un ácido y una base para poder medir el volumen de analito consumido en ese proceso, estaremos ante una titulación de neutralización ácido-base. En el caso que vamos a aplicar en la presente práctica utilizaremos la reacción de neutralización de un ácido fuerte (ácido clorhídrico, HCl) con una base fuerte (hidróxido sódico, NaOH). El cálculo de la cantidad de soluto existente en la disolución problema se efectúa basándonos en una propiedad esencial de estas reacciones, que consiste en que cuando se completa la reacción, se habrán consumido tantos equivalentes del ácido como equivalentes de la base que se vayan a neutralizar.



Para que el cálculo sea lo más aproximado posible, es necesario conocer la concentración exacta de la disolución de la sustancia de referencia, en este caso el ácido clorhídrico. Por ello, hemos procedido en la práctica anterior a preparar una solución valorada de dicho ácido, cuya concentración exacta determinada en aquel procedimiento, es la que utilizaremos en los cálculos a efectuar en la presente práctica.

La reacción entre el ácido clorhídrico y el hidróxido sódico, implicada en este proceso, es la siguiente:



El punto final de la valoración se reconoce por el cambio de color que experimenta la fenolftaleína utilizada como indicador, pues en la zona alcalina tiene un color rosado intenso ($\text{pH} > 9,8$) y en medio ácido es incolora ($\text{pH} < 8$). El cambio es inmediato y brusco.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Soporte de pie de plato, pinzas y nuez doble.
- Bureta de 25 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Pipeta de 10 ml.
- Probeta de 25 ml.
- Vaso de precipitados de 50 ml.
- Cuentagotas.
- 100 ml de disolución de hidróxido sódico problema.
- 100 ml de disolución de ácido clorhídrico (concentración aproximada a 0,1 N, determinada en la práctica n° 7).
- Solución alcohólica de fenolftaleína.

3. PROCEDIMIENTO

- La bureta se limpia, primero con agua destilada. Para ello, con la llave cerrada, se añade agua por la parte superior, se sitúa un vaso de precipitados debajo de la bureta y se abre la llave. Se repite la operación con unos 10 ml de ácido clorhídrico 0,1 N. Se vacía de nuevo.
- Una vez realizada esta operación, se llena la bureta con el ácido, **enrasando en la posición cero de la bureta**, vertiendo para ello el ácido sobrante en el vaso de precipitados, y asegurándose del completo llenado del extremo inferior y la llave de la bureta.
- Con una pipeta se toman 10 ml de la disolución de hidróxido sódico y se vierten en el erlenmeyer. Se añaden unos 20 ml de agua destilada y unas gotas (2 ó 3) del indicador. Observar el color que toma la disolución.
- Añadir el ácido lentamente, gota a gota, sobre la disolución de la base, controlando la apertura de la llave de la bureta con la mano izquierda, a la vez que se agita el erlenmeyer con la mano derecha (para los zurdos al revés).
- El punto final de la valoración viene dado por el cambio de color de rosado intenso en medio básico a incoloro en medio ácido. Anotar el volumen de ácido gastado.
- Repetir el mismo proceso dos veces más en las mismas condiciones. En cada experiencia debe llenarse la bureta enrasando a cero y debe enjuagarse cuidadosamente el erlenmeyer.

4. CÁLCULOS

Aplicando la condición expresada en la introducción, es decir, que en la neutralización se consumen tantos equivalentes de ácido como de base, se tendrá entonces :

EQUIVALENTES DE ÁCIDO = EQUIVALENTES DE BASE

$$N_{\text{ácido}} \times V_{\text{ácido}} = N_{\text{base}} \times V_{\text{base}}$$

Calcule con esta ecuación la concentración de la disolución problema de hidróxido de sodio, utilizando la concentración de la disolución de ácido clorhídrico determinada en la práctica anterior, y como volumen de ácido, el promedio de las dos mediciones efectuadas en esta práctica.

5. RESULTADOS

Los resultados de la experiencia se presentarán en una tabla en la que se indicará el número de la botella de hidróxido sódico utilizada, el volumen de la disolución problema de hidróxido de sodio, el volumen de ácido que se ha gastado en cada ensayo, la concentración real de la disolución del ácido (la obtenida en la práctica 12) y la concentración resultante de la disolución de base, en cada ensayo. Finalmente se presentará la concentración resultante de la disolución de hidróxido de sodio, calculada como el promedio de las obtenidas en los tres ensayos.

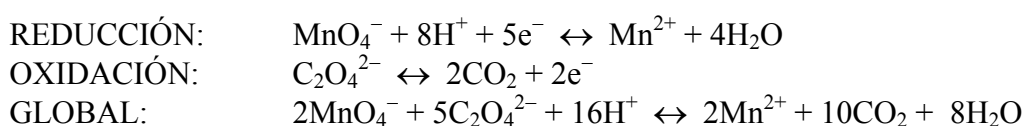
FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 9

**PREPARACIÓN DE SOLUCIONES VALORADAS. VALORACIÓN DEL
PERMANGANATO POTÁSICO CON OXALATO**

1. INTRODUCCIÓN

En la volumetría redox se emplean con preferencia como agentes valorantes el permanganato potásico, el dicromato potásico, o el peróxido de hidrógeno, por sus propiedades oxidantes. Para obtener una solución valorada de uno de estos agentes oxidantes, se prepara una disolución del mismo de concentración aproximada a la deseada y luego se valora con un agente reductor tipo. En el caso del permanganato se usa generalmente el oxalato sódico. Las reacciones implicadas en este proceso de valoración redox entre los iones permanganato y los iones oxalato, son las siguientes :



El punto final de la valoración se reconoce por el cambio de color que experimenta la disolución de oxalato, que pasa del incoloro inicial a violeta intenso permanente, lo que indica un leve exceso del permanganato, y por lo tanto que ya ha reaccionado todo el oxalato disuelto.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Soporte de pie de plato, pinzas y nuez doble.
- Bureta de 25 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Pipeta de 10 ml.
- Probeta de 25 ml.
- Vaso de precipitados de 50 ml.
- Mechero o placa calefactora.
- Oxalato potásico (equivalentes a determinar).
- 100 ml de disolución de permanganato potásico (concentración aproximada a 0,1 N, a determinar).
- Solución diluída de ácido sulfúrico (1:9).

3. PROCEDIMIENTO

- La bureta se limpia, primero con agua destilada. Para ello, con la llave cerrada, se añade agua por la parte superior, se sitúa un vaso de precipitados debajo de la bureta y se abre la llave. Se repite la operación con unos 10 ml de permanganato potásico 0,1 N. Se vacía de nuevo.
- Una vez realizada esta operación, se llena la bureta con el permanganato, **enrasando en la posición cero de la bureta**, vertiendo para ello el permanganato sobrante en el vaso de precipitados, y asegurándose del completo llenado del extremo inferior y la llave de la bureta.
- Preparar tres disoluciones de oxalato potásico, pesando entre 0,08 y 0,1 g de la sal, que se disuelven en 50 ml de agua, a los que se añaden 15 ml de ácido sulfúrico diluido (9 ml de agua por 1 ml de sulfúrico concentrado), y se calienta a unos 80 ó 90°C. Anotar el peso exacto empleado y calcular los equivalentes de oxalato que representa.
- Todavía con la disolución de oxalato en caliente, añadir el permanganato lentamente desde la bureta, controlando la apertura de la llave de la bureta con la mano izquierda, a la vez que se agita el erlenmeyer con la mano derecha (para los zurdos al revés).
- Cuando la disolución de oxalato tome repentinamente el primer color violeta intenso y permanente, parar la valoración y proceder a anotar el volumen de permanganato gastado. Al principio la reacción es lenta. En las proximidades del punto final se debe añadir el permanganato gota a gota. La temperatura en las proximidades del punto final no debe descender de 60°C. Si lo hiciera, se tiene que volver a calentar antes de llegar al punto final.
- Repetir el mismo proceso para las otras dos disoluciones de oxalato y calcular la normalidad de la disolución de permanganato en cada caso.

4. CÁLCULOS

Aplicando la condición expresada en la introducción, es decir, que en la valoración redox se consumen tantos equivalentes de oxidante como de reductor, se tendrá entonces :

$$\text{EQUIVALENTES DE REDUCTOR} = \text{EQUIVALENTES DE OXIDANTE}$$

$$\text{EQUIVALENTES DE OXALATO} = N_{\text{permanganato}} \times V_{\text{permanganato}}$$

Calcule con esta ecuación la concentración de la disolución problema de permanganato potásico para los tres ensayos realizados. Recuerde que el número de equivalentes de cualquier sustancia se calcula como :

$$\text{EQUIVALENTES} = (\text{g/PM}) \times n$$

n = número de electrones transferidos

5. RESULTADOS

Los resultados de la experiencia se presentarán en una tabla en la que se indicará los equivalentes calculados para las disoluciones de oxalato sódico que se hayan preparado, el volumen teórico de la disolución de permanganato potásico que debería haberse gastado en cada ensayo si su concentración hubiese sido exactamente 0,1 N, el volumen de la disolución de permanganato potásico gastado realmente en cada ensayo, y la concentración normal obtenida de la disolución de permanganato potásico, tras efectuar los cálculos expresados en el apartado anterior.

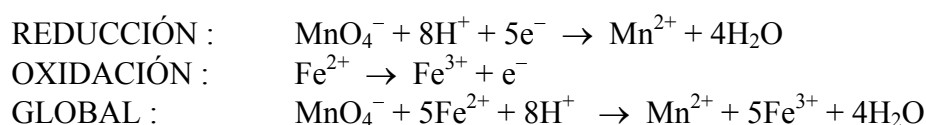
FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 10

DETERMINACIÓN PERMANGANIMÉTRICA DEL HIERRO

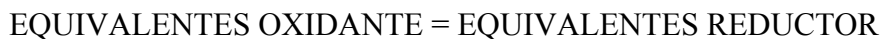
1. INTRODUCCIÓN

Recordando lo indicado en la introducción de la práctica n° 12, la valoración o titulación es una técnica que permite determinar la cantidad de soluto que existe en una cierta disolución problema, midiendo el volumen gastado de una cierta disolución de referencia o analito, en una reacción provocada entre ésta y la anterior. Cuando provocamos una reacción de oxidación-reducción entre un oxidante y un reductor para poder medir el volumen de analito consumido en ese proceso, estaremos ante una titulación o volumetría redox. Los agentes oxidantes más utilizados en este tipo de procesos son el permanganato potásico, el dicromato potásico, el tiosulfato sódico o el sulfato de cerio, entre otros. En el caso que vamos a aplicar en la presente práctica utilizaremos la reacción redox en medio ácido provocada por el permanganato potásico, que oxidará los iones ferrosos que pudieran existir en la muestra problema a iones férricos, según las siguientes reacciones :



El uso del permanganato potásico como agente oxidante tiene algunas ventajas, como por ejemplo, la no necesidad de utilizar un indicador en el análisis, pues el mismo reactivo actúa como indicador ya que tiene colores diferentes en las formas oxidada (MnO_4^- , violeta) y reducida (Mn^{2+} , incoloro). Además puede utilizarse tanto en medio ácido como en medio básico.

El cálculo de la cantidad de soluto existente en la disolución problema se efectúa basándonos en una propiedad esencial de estas reacciones, que consiste en que cuando se completa la reacción, se habrán consumido tantos equivalentes del oxidante como equivalentes del reductor existían.



Para que el cálculo sea lo más aproximado posible, es necesario conocer la concentración exacta de la disolución de la sustancia de referencia, en este caso el permanganato potásico. Por ello, hemos procedido en la práctica n° 14 a preparar una solución valorada de dicha sal, cuya concentración exacta determinada en aquel procedimiento, es la que utilizaremos en los cálculos a efectuar en la presente práctica.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Soporte de pie de plato, pinzas y nuez doble.
- Bureta de 25 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Pipeta de 10 ml.
- Probeta de 50 ml.
- Vaso de precipitados de 100 ml.
- Cuentagotas.
- Disolución valorada de permanganato potásico (concentración aproximada a 0,1 N, determinada en la práctica n° 14).
- Reactivo de Zimmerman.
- Disolución problema de sal ferrosa.

3. PROCEDIMIENTO

- La bureta se limpia, primero con agua destilada. Para ello, con la llave cerrada, se añade agua por la parte superior, se sitúa un vaso de precipitados debajo de la bureta y se abre la llave. Se repite la operación con unos 10 ml de permanganato potásico 0,1 N. Se vacía de nuevo.
- Una vez realizada esta operación, se llena la bureta con el permanganato, **enrasando en la posición cero de la bureta**, vertiendo para ello la disolución sobrante en el vaso de precipitados, y asegurándose del completo llenado del extremo inferior y la llave de la bureta.
- Con una pipeta se toman 10 ml de la disolución de sal ferrosa y se vierten en el erlenmeyer. Se añaden 10 ml de agua destilada y 3 ml del reactivo de Zimmerman.
- Añadir el permanganato lentamente, gota a gota, sobre la disolución de la sal ferrosa, controlando la apertura de la llave de la bureta con la mano izquierda, a la vez que se agita el erlenmeyer con la mano derecha (para los zurdos al revés).
- El punto final de la valoración viene dado por el cambio de color de verdoso pálido en la disolución inicial de la sal ferrosa a rosa pálido cuando han reaccionado todos los iones ferrosos. Anotar el volumen de permanganato gastado.
- Repetir el mismo proceso dos veces más en las mismas condiciones. En cada experiencia debe llenarse la bureta enrasando a cero y debe enjuagarse cuidadosamente el erlenmeyer.

4. CÁLCULOS

Aplicando la condición expresada en la introducción, es decir, que en la reacción se consumen tantos equivalentes de oxidante como de reductor, se tendrá entonces :

EQUIVALENTES DE OXIDANTE = EQUIVALENTES DE REDUCTOR

$$N_{\text{oxidante}} \times V_{\text{oxidante}} = N_{\text{reductor}} \times V_{\text{reductor}}$$

Calcule con esta ecuación la concentración de la disolución problema de sal ferrosa, utilizando la concentración de la disolución de permanganato determinada en la práctica anterior, y como volumen de oxidante, el promedio de las tres mediciones efectuadas en esta práctica.

5. RESULTADOS

Los resultados de la experiencia se presentarán en una tabla en la que se indicará el volumen de la disolución problema de sal ferrosa, el volumen de permanganato que se ha gastado en cada ensayo, la concentración real de la disolución de permanganato y la concentración resultante de la disolución de iones ferrosos, en cada ensayo. Finalmente se presentará la concentración resultante de la disolución de sal ferrosa, tanto expresada como normalidad, como en g/l, calculada como el promedio de las obtenidas en los tres ensayos.

FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 11

TÉCNICAS DE SEPARACIÓN. CROMATOGRAFÍA

1. INTRODUCCIÓN

La cromatografía es una técnica de separación de una mezcla de sustancias, basada en la distinta velocidad con que se mueven los componentes de la mezcla sobre un medio poroso (fase estacionaria), cuando son arrastrados por un disolvente en movimiento (fase móvil). Hay varios tipos de cromatografía: sobre papel, en una columna rellena de un material adsorbente (como gel de sílice, alúmina, etc), sobre una placa de vidrio o plástico cubierta con un adsorbente y la cromatografía de gases.

En el análisis de mezclas reales en primer lugar procederíamos a la extracción con un disolvente, después se realiza la cromatografía, que nos separará los productos de forma individual y en muchas ocasiones nos permite identificar algunos de los componentes de la mezcla, al compararlos con sustancias patrón. Finalmente se procede al análisis de cada uno de ellos.

La cromatografía es de uso frecuente en química orgánica, farmacia y bioquímica, tanto en laboratorios de investigación como en la industria, y puede servir, por ejemplo, para separar vitaminas, proteínas, etc.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Vaso de 250 ml.
- Vidrio de reloj o papel de aluminio.
- Papel para cromatografía.
- Regla.
- Amoníaco.
- Indicadores (azul de bromofenol, naranja de metilo 0,1% y fenolftaleína 0,01%).

3. PROCEDIMIENTO

La práctica que vamos a realizar es la cromatografía en papel.

- Cortar una tira de papel y marcar con un lápiz una línea base a 1,5 cm de uno de los bordes.
- Sobre esta línea depositar, con una separación de -al menos- un centímetro entre gota y gota, una gota de los siguientes productos: azul de bromofenol, rojo de fenol, rojo congo y de varias mezclas que les proporcionará el profesor.
- Introducir el papel en un vaso de precipitado con agua destilada (tener cuidado de que el agua no toque el producto), tapar el vaso y dejar que el agua “suba” por el papel, hasta alcanzar el extremo superior.
- Secar el papel en la estufa durante unos minutos y someter la mezcla a vapores de amoníaco. Obtener el Rf:
$$Rf = \frac{\text{distancia recorrida por el soluto}}{\text{distancia recorrida por el disolvente}}$$

4. CUESTIONES

- a) Se observará que cada producto ha alcanzado una altura distinta ¿ a qué se debe?.
- b) Si hubiésemos utilizado otro disolvente ¿variará el Rf?.
- c) Identificar los componentes de las mezclas dadas por el profesor.

FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 12

CALORIMETRÍA. CALOR DE DISOLUCIÓN Y DE REACCIÓN

1. INTRODUCCIÓN

En toda reacción química se produce un intercambio de energía entre el medio de reacción y el medio ambiente, energía que puede ser de tipo eléctrico, lumínico o mecánico, aunque la mayoría de las veces el intercambio se produce en forma de calor.

Para medir las cantidades de calor que se absorben o se desprenden en una reacción se utilizan unos aparatos denominados calorímetros, que consisten en un sistema perfectamente aislado del medio ambiente, donde el calor absorbido o desprendido en una reacción es cedido o absorbido por los materiales del calorímetro, de forma que puede medirse en función de los cambios de temperatura del mismo.

Para la correcta utilización del calorímetro, un paso previo es su calibrado, que consiste en medir el número de calorías necesario para aumentar en un grado la temperatura del sistema.

En la esta práctica se va a medir el calor de neutralización del ácido clorhídrico con hidróxido potásico, así como el calor de disolución de este último, aprovechando los resultados experimentales para comprobar la validez de la Ley de Hess.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Calorímetro.
- Termómetro.
- Matraz aforado de 100 ml.
- Vaso de precipitados de 250 ml.
- Papel de filtro.
- Vidrio de reloj.
- KOH (sólido, riqueza 97%).
- HCl 1 M.
- KOH 1 M.

3. PROCEDIMIENTO

3.1 Calibrado del Calorímetro

- Poner en un matraz aforado exactamente 100 ml de agua destilada, introduciéndola a continuación en el calorímetro, y midiendo su temperatura, T_1 .
- Tomar otros 100 ml de agua destilada con el matraz aforado, colocarla en un vaso de precipitados de 250 ml, y calentarla hasta una temperatura de unos 15 grados superior a la del calorímetro. Cuando la temperatura se haya estabilizado, medirla, T_3 .
- Introducir el agua caliente rápidamente y agitando en el calorímetro, manteniendo el termómetro sumergido y anotando la temperatura an pequeños intervalos de tiempo. Tomar como dato el valor máximo alcanzado, T_2 .
- Realizar un balance energético, de forma tal que la diferencia entre el calor cedido por el agua caliente y el ganado por el agua fría será igual al absorbido por el calorímetro :

$$Q_{\text{caliente}} = m \times c_e \times (T_3 - T_2)$$

$$Q_{\text{fría}} = m \times c_e \times (T_2 - T_1)$$

$$Q_{\text{calorímetro}} = K \times (T_2 - T_1)$$

$$Q_{\text{calorímetro}} = Q_{\text{caliente}} - Q_{\text{fría}}$$

- De esta forma se calcula el valor de la constante calorimétrica K (Cal/°C), sabiendo que c_e del agua vale 1 Cal/g×°C.
- Repetir el proceso tres veces, tomando el valor medio de la constante que se obtenga.

3.2 Determinación del Calor de Disolución

- Introducir 200 ml de agua destilada en el calorímetro, agitando hasta alcanzar un valor constante de la temperatura, que se anotará, t_1 .
- Pesar unos 5,6 gramos de KOH, introduciéndolos a continuación en el calorímetro. Agitar hasta alcanzar una temperatura estable, que se anotará, t_2 . Tener en cuenta que el sólido se haya disuelto completamente.
- Vaciar, lavar y secar el calorímetro y el termómetro.
- Reacción : $\text{KOH(s)} \rightarrow \text{K}^+(\text{aq}) + \text{OH}^-(\text{aq}) ; \Delta H_1 = -x_1 \text{ cal}$

3.3 Determinación del Calor de Reacción

- Introducir en el calorímetro 100 ml de HCl 1 M, agitando hasta temperatura constante, que se anotará, t'_1 .
- Añadir un volumen igual de KOH 1 M y agitar hasta temperatura constante, t'_2 .

- Vaciar, lavar y secar el calorímetro y el termómetro.
- Reacción: $K^+(aq) + OH^-(aq) + H^+(aq) + Cl^-(aq) \rightarrow H_2O + K^+(aq) + Cl^-(aq)$;
 $\Delta H_2 = -x_2 \text{ cal}$

3.4 Determinación del Calor de Disolución y de Reacción Conjuntos

- Introducir en el calorímetro 200 ml de HCl 1 M y agitar hasta temperatura constante, que se anotará, t''_1 .
- Pesar unos 2,8 g de KOH e introducirlos en el calorímetro. Agitar hasta temperatura constante, que se anotará, t''_2 .
- Vaciar, lavar y secar el calorímetro y termómetro.
- Reacción: $KOH(s) + H^+(aq) + Cl^-(aq) \rightarrow H_2O + K^+(aq) + Cl^-(aq)$; $\Delta H_3 = -x_3 \text{ cal}$

2. RESULTADOS

Para cada reacción calcular :

- a) El cambio de temperatura experimentado por el sistema ($t_2 - t_1$, $t'_2 - t'_1$ y $t''_2 - t''_1$).
- b) La cantidad de calor que se absorbe por la disolución.
- c) La cantidad de calor absorbida por el calorímetro.
- d) La cantidad total de calor absorbido.
- e) El número de moles de KOH gastados.
- f) La cantidad total de calor implicada por mol de KOH (ΔH_1 , ΔH_2 y ΔH_3).
- g) Comprobar si se cumple la Ley de Hess con los calores calculados.

FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 13

DISOLUCIONES TAMPONES. PROPIEDADES Y MEDIDA DEL pH

1. INTRODUCCIÓN

Una disolución reguladora es aquella que está formada por cantidades equiparables de un ácido débil y su sal de base fuerte o bien de una base débil y su sal de ácido fuerte.

Como comprobaremos en esta práctica, el pH de una reguladora no se modifica cuando se diluye, y tampoco lo hace cuando se añaden pequeñas cantidades de ácidos o bases fuertes. La cantidad de ácido o base que puede añadirse sin que se produzca la variación de pH se conoce como capacidad reguladora.

Las reguladoras se usan en la práctica para controlar el pH de una disolución, no sólo en el laboratorio, sino también en la naturaleza, en donde los organismos vivos usan reguladoras para mantener el pH de sus fluidos vitales.

El pH de una reguladora de ácido y su sal se obtiene a partir de la constante de acidez:

$$[\text{H}^+] = K_a \times [\text{ÁCIDO}] / [\text{SAL}]$$

mientras que para una reguladora formada por la base y su sal recurrimos a su constante de basicidad y tenemos que:

$$[\text{OH}^-] = K_b \times [\text{BASE}] / [\text{SAL}]$$

$$\text{Con: } \text{pH} = -\log [\text{H}^+], \text{pOH} = -\log [\text{OH}^-], \text{pH} + \text{pOH} = 14.$$

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Soporte de pie de plato, pinzas y nuez doble.
- Probeta de 50 ml.
- Vaso de precipitados de 100 ml.
- pH-metro.
- Disoluciones de ácido acético y acetato sódico 0,5 M.
- Disoluciones de amoníaco y cloruro de amonio 0,5 M.
- Disolución de ácido clorhídrico 0,5 N.
- Disolución de hidróxido sódico 0,5 N.
- Agua destilada.

3. PROCEDIMIENTO

- Tomar las disoluciones que tienen preparadas de la práctica anterior (de ácido acético y acetato sódico o bien de amoníaco y cloruro amónico), medir el pH de cada una de ellas introduciendo el electrodo del pH-metro en las disoluciones, sin que el electrodo toque el fondo del recipiente. ¿Coincide con el calculado?
- Preparar 100 ml de la disolución reguladora mezclando 50 ml de las disoluciones correspondientes, medir el pH y comparar con el teórico. Si existen diferencias entre el pH teórico y el experimental, indicar ¿qué reactivo tendrían que añadir?
- Vamos a comprobar cómo se afecta el pH de nuestra reguladora al añadir ácido fuerte (HCl 0,5N) o base fuerte (NaOH 0,5N). Para ello proceder del siguiente modo:
 - a. Tomamos 40 ml de la disolución reguladora y vamos añadiendo de mililitro en mililitro ácido clorhídrico 0,5 N, a cada nueva adición de ácido medimos y anotamos el pH, continuar añadiendo el ácido, hasta que se observe una variación de pH de, al menos, una unidad. Llevar los datos a una tabla en la que representaremos la variación del pH frente a los miliequivalentes de ácido añadido.
 - b. Repetir la experiencia con otros 40 ml de reguladora, pero añadiendo ahora hidróxido sódico 0,5N, y elaborando el gráfico correspondiente.
- Tomar 40 ml del agua destilada y medir el pH. Añadir a continuación un mililitro de la disolución de clorhídrico (0,5 N) o hidróxido sódico (0,5 N), y medir nuevamente el pH. Comparar el resultado con el obtenido en el caso de la reguladora.

4. CÁLCULOS

Aplicando la ecuación expresada en la introducción, calcular el pH inicial de la disolución reguladora. Igualmente calcular teóricamente cuál deberá ser la variación del pH que experimentará los 40 ml de la disolución reguladora con la que haya trabajado cuando se le añada 1 ml de la disolución del clorhídrico 0,5 N, y cuando se le añada 1 ml de la disolución de hidróxido de sodio 0,5 N. Comparar estos cálculos con la variación medida para esas operaciones en el pH-metro.

DATOS : $K_a(\text{ác. acético})=1,8 \times 10^{-5}$; $K_b(\text{hidróxido amónico})=1,8 \times 10^{-5}$.

5. RESULTADOS

Deberán presentar en una tabla los siguientes valores : disolución reguladora con la que ha trabajado, el pH inicial medido y calculado de esa disolución, el pH medido a la disolución con la adición de cada mililitro de ácido clorhídrico, y el medido con la adición de cada mililitro de hidróxido sódico.

6. CUESTIONES

- a) ¿Variará el pH de la disolución reguladora si añadimos 20 ml de agua destilada ?.

FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 14

SOLUBILIDAD Y PRECIPITACIÓN

1. INTRODUCCIÓN

El objetivo de la práctica es estudiar los factores que influyen en la solubilidad. En una primera parte estudiaremos su dependencia con la naturaleza del soluto, del disolvente y de la temperatura. Mientras que en la segunda parte de la práctica observaremos la disolución de precipitados por formación de iones complejos.

2. MATERIAL Y REACTIVOS

- Tubos de ensayo y gradilla
- 2 probetas de 10 ml
- Mechero de alcohol
- Pinza de madera
- Sulfato de cobre
- Tetracloruro de carbono
- Yodo
- Etanol
- N-hexano
- Nitrato potásico
- Hidróxido de calcio
- Hidróxido sódico 0,1 M.
- Ácido clorhídrico 0,1 M.
- Ácido nítrico 2M
- Cloruro sódico 0,1 M
- Yoduro potásico 0,1 M
- Hidróxido amónico 0,5 M
- Nitrato de plata 0,1 M

3. PARTE I : INFLUENCIA DEL SOLUTO Y EL DISOLVENTE EN LA SOLUBILIDAD

3.1 Procedimiento

- Poner en tres tubos de ensayo una pequeña cantidad de sulfato de cobre, añadiendo en uno 2 ml de agua, en otro 2 ml de etanol y en el otro 2 ml de n-hexano. Intentar disolverlo con agitación.
- Repetir el proceso usando yodo como soluto y los mismos disolventes anteriores.
- Poner en tres tubos de ensayo 0,5 ml de tetracloruro de carbono (10 gotas) e intentar homogeneizarlo con agua, etanol y n-hexano.

3.2 Resultados

- Elaborar una tabla en donde se recoja la solubilidad (alta, media o baja) de cada uno de los solutos frente a los disolventes.

Solubilidad	Agua	etanol	n-hexano
Sulfato de cobre			
Yodo			
Tetracloruro de carbono			

- Justificar la solubilidad en función de los tipos de enlace y las fuerzas intermoleculares que pueden establecerse entre soluto y disolvente.

4. PARTE 2: INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN LA SOLUBILIDAD.

4.1 Procedimiento

- Poner 2 ml de agua en un tubo de ensayo, añadir una pequeña cantidad de nitrato potásico y agitar para ayudar a la disolución, continuar añadiendo pequeñas cantidades de sal, agitando después de cada adición, hasta que una parte de la sal permanezca insoluble.
- Calentar suavemente hasta disolución completa. Seguir añadiendo pequeñas cantidades de nitrato potásico, en caliente, hasta saturación. Enfriar bajo el chorro de agua. Observar cómo varía la solubilidad con la temperatura.
- Repetir el procedimiento con hidróxido cálcico, añadiendo menores cantidades de compuesto, y observar el comportamiento de esta sal.

4.2 Cuestiones

- Indicar cómo varía la solubilidad de las sales anteriores con la temperatura. ¿Cuál es más soluble?. ¿Qué se entiende por disolución saturada?.

5. PARTE 3: SOLUBILIZACIÓN DE PRECIPITADOS.

5.1 Procedimiento

En compuestos que poseen un grado de disociación en agua muy bajo, la solubilidad es muy pequeña, y la forma sólida se encuentra en equilibrio con sus iones:



Cuando tenemos una de estas sales poco solubles podemos desplazar el equilibrio anterior hacia la derecha y conseguir la desaparición del precipitado haciendo uso de algunas reacciones químicas. Así, los iones que constituyen los óxidos e hidróxidos pueden solubilizarse añadiendo un ácido adecuado o una base (hidróxidos anfóteros); mientras que los componentes de algunas sales pueden pasar a la disolución por formación de complejos.

- Poner en dos tubos de ensayo una pequeña cantidad de sulfato de cobre (la punta de una espátula) y disolver en la menor cantidad de agua con agitación. En ambos tubos añadir varias gotas de disolución de hidróxido sódico diluido (hasta que el líquido pierda su color azul). Se formará un precipitado de hidróxido/óxido de cobre. Decantar el líquido sobrenadante y disolver el precipitado adicionando en uno de los tubos ácido clorhídrico diluido y en el otro hidróxido amónico. Anotar los cambios de aspecto y color sufridos por las disoluciones. ¿Qué compuestos se forman?.
- Tomar dos tubos de ensayo y poner en el primero 2 ml de disolución de cloruro de sodio 0,1 y en el segundo 2 ml de yoduro potásico 0,1. Añadir a cada tubo de ensayo dos o tres gotas de disolución de nitrato de plata y dos o tres gotas de disolución de ácido nítrico 2M (este último favorecerá la coagulación y precipitación de los haluros de plata). Calentar suavemente y observar y anotar los cambios sufridos por las disoluciones. Decantar el líquido y añadir a cada uno de los tubos 2 ml de disolución de hidróxido amónico 0,5 M. En caso de que persista alguno de los precipitados, volver a decantar el líquido y añadir nuevamente otro ml de hidróxido amónico, pero esta vez concentrado. Anotar los cambios sufridos por las disoluciones.

5.2 Cuestiones

Escribir las ecuaciones químicas que han tenido lugar en los ensayos, indicando en cada una de ellas cuáles de los reactivos y/o productos están precipitados, bajo la ecuación química se escribirá el color de cada una de las sustancias.

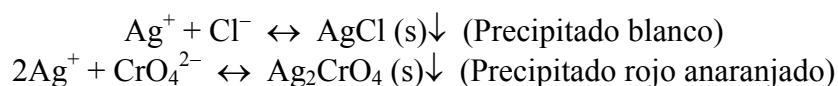
FUNDAMENTOS DE QUÍMICA

PRÁCTICA N° 15

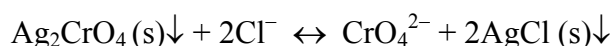
DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN DISOLUCIÓN

1. INTRODUCCIÓN

En la presente práctica estudiaremos la técnica de análisis volumétrico o titulación mediante una reacción de precipitación, en la que añadiremos un reactivo, el nitrato de plata, a nuestra disolución problema que provocará la precipitación inmediata de los iones cloruro que en ella pudieran existir, en forma de cloruro de plata. En este procedimiento se tendrán en cuenta todas las especificaciones que se indicaron en las prácticas anteriores en las que se utilizó la titulación como base del análisis (prácticas n° 7, 8 y 11). El indicador será una disolución de cromato potásico, neutra o ligeramente alcalina (pH comprendido entre 7 y 10). El punto final de la valoración vendrá determinado por la primera formación de un precipitado rojo anaranjado de cromato de plata, que aparecerá cuando haya precipitado todo el cloruro de la disolución en forma de cloruro de plata. Las reacciones implicadas en el proceso son las siguientes :



El cloruro de plata es menos soluble que el cromato de plata, por lo que este último no podrá formarse, si lo hace, de forma permanente, mientras la concentración de ion cloruro en la disolución no se haya reducido a un valor muy pequeño. Si la concentración de cloruro es suficientemente elevada, el cromato de plata que pueda formarse en un momento determinado se transformará inmediatamente, por reacción con el cloruro de la disolución, en cloruro de plata.



El cálculo de la cantidad de soluto existente en la disolución problema se efectúa basándonos en una propiedad esencial de estas reacciones, que consiste en que cuando se completa la reacción, se habrán consumido tantos equivalentes de la sustancia precipitante como equivalentes del soluto existían.

$$\text{EQUIVALENTES PRECIPITANTE} = \text{EQUIVALENTES SOLUTO}$$

Para que el cálculo sea lo más aproximado posible, es necesario conocer la concentración exacta de la disolución de la sustancia de referencia, en este caso el nitrato de plata. Por ello, se debe haber procedido a preparar una solución valorada de dicha sal, cuya concentración exacta debemos conocer y es la que se utilizará en los cálculos a efectuar en la presente práctica.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

- Soporte de pie de plato, pinzas y nuez doble.
- Bureta de 25 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Pipeta de 10 ml.
- Probeta de 50 ml.
- Vaso de precipitados de 100 ml.
- Cuentagotas.
- Disolución valorada de nitrato de plata (concentración aproximada a 0,1 N, proporcionada por el profesor).
- Disolución indicadora de cromato de plata (entregada por el profesor).
- Disolución problema de ion cloruro.

3. PROCEDIMIENTO

- La bureta se limpia, primero con agua destilada. Para ello, con la llave cerrada, se añade agua por la parte superior, se sitúa un vaso de precipitados debajo de la bureta y se abre la llave. Se repite la operación con unos 10 ml de nitrato de plata 0,1 N. Se vacía de nuevo.
- Una vez realizada esta operación, se llena la bureta con el nitrato, **enrasando en la posición cero de la bureta**, vertiendo para ello la disolución sobrante en el vaso de precipitados, y asegurándose del completo llenado del extremo inferior y la llave de la bureta.
- Con una pipeta se toman 10 ml de la disolución de ion cloruro y se vierten en el erlenmeyer. Se añaden 50 ml de agua destilada y 2 ml de la disolución de cromato potásico.
- Añadir el nitrato lentamente, gota a gota, sobre la disolución de cloruro, controlando la apertura de la llave de la bureta con la mano izquierda, a la vez que se agita el erlenmeyer con la mano derecha (para los zurdos al revés).
- El punto final de la valoración viene dado por la aparición de una coloración amarilla rosada permanente en la disolución problema, señal de que comienza a precipitar el cromato de plata y que, por lo tanto, se ha agotado todo el cloruro de la disolución. Anotar el volumen de nitrato de plata gastado.
- Repetir el mismo proceso dos veces más en las mismas condiciones. En cada experiencia debe llenarse la bureta enrasando a cero y debe enjuagarse cuidadosamente el erlenmeyer.

4. CÁLCULOS

Aplicando la condición expresada en la introducción, es decir, que en la valoración se consumen tantos equivalentes de precipitante como de soluto, se tendrá entonces :

EQUIVALENTES DE PRECIPITANTE = EQUIVALENTES DE SOLUTO

$$N_{\text{precipitante}} \times V_{\text{precipitante}} = N_{\text{soluto}} \times V_{\text{soluto}}$$

Calcule con esta ecuación la concentración de la disolución problema de ion cloruro, utilizando la concentración de la disolución de nitrato de plata proporcionada por el profesor, y como volumen de precipitante, el promedio de las tres mediciones efectuadas en esta práctica.

5. RESULTADOS

Los resultados de la experiencia se presentarán en una tabla en la que se indicará el volumen de la disolución problema de ion cloruro, el volumen de nitrato que se ha gastado en cada ensayo, la concentración real de la disolución de nitrato y la concentración resultante de la disolución de iones cloruro, en cada ensayo. Finalmente se presentará la concentración resultante de la disolución de cloruros, calculada como el promedio de las obtenidas en los tres ensayos.

BIBLIOGRAFÍA

1. BOTICARIO y BOTICARIO, C. y COL. “**Prácticas de Química**”. Universidad Nacional de Educación a Distancia.
2. CASAS SABATA, J. M. “**Técnicas de Laboratorio Químico 2.1 Operaciones Básicas**”. Bruño-Edebé.
3. ESTRANY CODA, F., LLACAYO BUÑESCH, C. y SÁNCHEZ JIMÉNEZ, M. “**Prácticas de Laboratorio de Química**”. PPU.
4. HORTA ZUBIAGA, A. y COL. “**Técnicas Experimentales de Química**”. Universidad Nacional de Educación a Distancia.
5. PARRY, R. W. y COL. “**Química. Fundamentos Experimentales**”. Reverté.
6. TOLEDO MARANTE, F. J. y SANTANA MARRERO, R. “**Análisis Químico Cualitativo. Cuaderno de Laboratorio**”. Universidad de Las Palmas de G. C. Departamento de Química.
7. TOLEDO MARANTE, F. J. y SANTANA MARRERO, R. “**Análisis Químico Cuantitativo. Cuaderno de Laboratorio**”. Universidad de Las Palmas de G. C. Departamento de Química.