

Manual de prácticas de laboratorio Química General.

Titulación: Grado en Ingeniería. EIIIC.

**Autora: María Jesús Mediavilla Pérez
Departamento de Química. ULPGC**

**Editado en Las Palmas de Gran Canaria 19-febrero-2018
ISBN: 978-84-17238-65-0**

Contenidos del manual:

Práctica	Contenido	Página
1	Seguridad y normas del laboratorio. Técnicas de laboratorio: extracción	4 5
2	Técnicas de laboratorio: filtración. Aplicaciones: cristalización, gravimetría	7
3	Técnicas de laboratorio: Destilación	11
4	Preparación de disoluciones	14
5	Medidas de pH. Acidez de líquidos de uso cotidiano.	18
6	Disoluciones reguladoras.	20
7	Preparación de disoluciones valoradas: Valoración del ácido clorhídrico	22
8	Reacciones de neutralización: Determinación de la acidez del vinagre.	25
9	Reacciones de precipitación, complejación y redox.	28
10	Valoraciones redox: Determinación de hierro en aguas.	32

Todas las prácticas se han planificado para reducir la cantidad de compuestos y residuos tóxicos

EVALUACIÓN:

La evaluación de prácticas aporta 1,5 puntos a la asignatura.

Se realizará en base a la puntuación obtenida en:

1.- Evaluación continua, es decir, trabajo realizado en el laboratorio (0,75 puntos).

2.- Resolución del cuestionario de prácticas (0,75 puntos).

1.- Evaluación continua.

Se evaluará la puntualidad, el seguimiento de las normas de seguridad, la limpieza en el laboratorio y la seriedad y destreza con la que el alumno plantea el experimento.

Los alumnos deben leer la práctica del día (contenida en este guión) antes de la hora de clase y ser puntuales.

Las prácticas comenzarán a la hora en punto. Durante el primer cuarto de hora, el profesor explicará la práctica a realizar. Es importante que el alumno plantee sus dudas antes de comenzar el procedimiento experimental, para que las prácticas se desarrollen con fluidez. Al mismo tiempo, el profesor puede preguntarle a los alumnos sobre cuestiones elementales (contenidas en este manual), referentes a la práctica del día (para saber si se ha leído o no el guión) y calificar las respuestas dadas por los alumnos.

Este **primer cuarto de hora es muy importante** para que el alumno comprenda el procedimiento y el profesor pueda clarificar las dudas. Por lo que, **pasado este tiempo no se permitirá el acceso al laboratorio**. Un retraso de un cuarto de hora se considerará como falta de asistencia a la práctica del día.

La asistencia a prácticas es obligatoria, sólo se admitirá una falta, con o sin justificante. En caso de una falta, la práctica no realizada se recuperará en la última sesión de prácticas.

Dos faltas significan suspenso en la evaluación continua.

2.- Resolución del cuestionario de prácticas

Cada alumno deberá entregar un informe individual (escrito a mano) que incluirá exclusivamente la solución a las cuestiones y problemas que se plantean al final de cada práctica.

La presentación de este cuestionario es obligatoria. Si el alumno no lo entrega en el tiempo previsto quedará suspenso en prácticas.

Suspenso en prácticas:

Aquellos alumnos que hayan suspendido la evaluación continua o que no hayan presentado el cuestionario resuelto en tiempo y forma, tendrán la opción de aprobar las prácticas realizando un examen final.

Dicho examen incluirá 2 o más procedimientos experimentales de los realizados durante el curso, así como los cálculos necesarios para realizar o dar los resultados del proceso experimental.

Importante: seguridad en el laboratorio.

SI UN ALUMNO SUFRE UN ACCIDENTE POR INCUMPLIMIENTO GRAVE DE LAS NORMAS DE SEGURIDAD, QUEDARÁ SUSPENDIDO EN PRÁCTICAS.

En todas las prácticas se ha incluido un apartado sobre medidas de seguridad específicas para la práctica en cuestión. Sin embargo, hay una serie de medidas generales que deben seguirse:

1.- Los abrigos, bolsos, libros etc. no deben ponerse en la mesa de laboratorio ni en los pasillos de trabajo.

2.- La mesa de laboratorio debe permanecer siempre limpia, para trabajar sólo les hace falta algo para escribir, el guión de prácticas y el material de la práctica. Si se cae algún reactivo (incluso agua) debe limpiarse inmediatamente. Muchos de los accidentes que se producen en el laboratorio se deben a restos de reactivos y cristales que están sobre las mesas.

3.- **Los ácidos fuertes se añaden SIEMPRE sobre el agua y muy lentamente, dejando que resbalen por la pared del recipiente.**

4.- **En caso de que les caiga encima un ÁCIDO FUERTE CONCENTRADO, lavar inmediatamente con agua y después, si no hay heridas visibles, con disolución de bicarbonato**, el bicarbonato neutraliza el ácido residual impidiendo que continúe quemando. **Posteriormente lavar con abundante agua.**

5.- **Nunca se debe elevar una disolución química** (en vaso de precipitado, tubo de ensayo, etc.) **por encima del nivel de los ojos**, ya que el simple empujón de un compañero puede hacer que el líquido nos caiga en la cara.

6.- Todos los recipientes deben mirarse lateralmente, sobre todo en el caso de disoluciones que se están calentando (ya que puede haber proyecciones) jamás pondremos la cara sobre ellos.

7.- Cuando estemos hirviendo algo sobre la placa calefactora, usar gafas protectoras y mantener una distancia de seguridad de al menos 50 cm. Las proyecciones de líquido pueden ser violentas; además puede darse el caso de que reviente un vaso de precipitados.

8.- Otras recomendaciones durante su estancia en el laboratorio:

Las personas con el pelo largo deben recogerse. Llevar calzado cerrado. En caso de usar lentillas ponerse las gafas protectoras.

PRÁCTICA 1: 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 es la extracción de los mismos con un disolvente orgánico. Para este tipo de extracción usaremos un percolador o, más frecuentemente, un Soxhlet.

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 iodo de una disolución acuosa con un disolvente orgánico tetracloroetileno C_2Cl_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: Como la razón de concentraciones es proporcional a las solubilidades (S) y el iodo es más soluble en C_2Cl_4 que en agua, al final de la extracción la concentración de iodo será mayor en el tetracloruro de carbono que en el agua.

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

Como comprobaremos, 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 y de 10 ml. 3 vasos de precipitados. Un Erlenmeyer. Disolución de almidón. Disolución acuosa de iodo. Tetracloruro de etileno.

3.- PROCEDIMIENTO

3.1.- Extracción Simple

a) Verter 30 ml de una disolución acuosa de iodo en un embudo de decantación.

b) Añadir 6 ml de tetracloro-etileno, 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).

c) Situar el embudo nuevamente sobre el aro y observar la separación en dos capas.

d) Separar ambas disoluciones y reservar la disolución acuosa en un vaso de precipitado para una observación final.

La disolución violeta de yodo en tetracloro-etileno no puede ir por el fregadero, acumular en un Erlenmeyer.

3.2.- Extracción Triple

a) Lavar el embudo y añadir 30 ml de la disolución acuosa de iodo, extraer dicha disolución tres veces, usando en cada una de ellas tan solo 2 mililitros de tetracloroetileno.

b) Poner la disolución acuosa en otro vaso de precipitado.

La disolución violeta de yodo en tetracloro-etileno no puede ir por el fregadero, acumular en el mismo Erlenmeyer usado en la experiencia anterior.

3.3.- Comprobando la eficacia de la extracción

a) 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.

b) Comprobar la cantidad de iodo 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 iodo presente.

4.- RESIDUOS:

Los restos de agua con yodo se tiran por el fregadero.

La disolución violeta de yodo en tetracloro-etileno que hemos acumulado en el Erlenmeyer se pondrá en un gran embudo de decantación que indicará el profesor, a fin de reciclar el disolvente.

5.- CUESTIONES A INCLUIR EN EL INFORME DE LA PRÁCTICA.

a) ¿Qué disolvente es más denso: el agua o el tetracloro-etileno?. Razonar en base a la experiencia.

b) ¿Por qué se disuelve mejor el iodo en tetracloroetileno que en el agua?. Buscar la respuesta en base al tipo de enlace presente en las molécula.

c) Comparar la eficacia de la extracción simple y triple. ¿Cuál es más eficaz?

PRÁCTICA 2: FILTRACIÓN.

Aplicaciones: cristalización, gravimetría.

En esta práctica los alumnos van a familiarizarse con LA FILTRACIÓN, una operación básica que usamos para separar un sólido de una disolución. En la primera parte de la práctica usaremos la filtración para separar las impurezas de un sulfato de cobre que pretendemos purificar. La purificación se realizará por disolución, filtración y cristalización. En la segunda parte de la práctica se hará una gravimetría, que es un método de análisis químico cuantitativo.

1.- PRIMERA PARTE: CRISTALIZACIÓN.

La cristalización se lleva a cabo principalmente:

- a) Cuando queremos extraer una sustancia que se encuentra en disolución. Un ejemplo clásico son las salinas o la obtención industrial del azúcar de mesa.
- b) También usaremos la cristalización cuando precisamos purificar un compuesto, el procedimiento 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.

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

- 4) Los cristales se filtran a vacío en un embudo Büchner.

1.2.- MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS PARA LA CRISTALIZACIÓN

Probeta de 25 ml. Embudo. Vasos de precipitados. Cristizador. Varilla de vidrio. Mortero. Placa calefactora.
Sulfato de cobre pentahidratado.

1.3.- PROCEDIMIENTO PARA CRISTALIZAR EL SULFATO DE COBRE

Machacamos en un mortero el sulfato de cobre pentahidratado impuro. Pesar 10 gramos de material y disolverlo en 30 ml 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 hasta la siguiente sesión de prácticas.

Una vez formados los cristales filtrarlos a vacío y secarlos sobre papel de filtro en un desecador.

2.- SEGUNDA PARTE: GRAVIMETRÍA

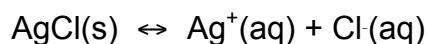
Es una técnica de análisis cuantitativo que permite determinar de manera cuasi exacta la cantidad de un soluto que existe en una disolución determinada.

El procedimiento que se sigue parte de una reacción característica que nos permitirá separar el soluto de la disolución. Esta reacción suele ser de precipitación.

En la presente práctica, vamos a determinar la cantidad de cloruro presente en una disolución problema, que dará el profesor; para ello, se tratará una cantidad exacta de la disolución con nitrato de plata, lo cual producirá a un precipitado de 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 las impurezas que se le hayan quedado adheridas, a un secado en horno para eliminar el agua y, finalmente, se pesa. Con el peso de precipitado obtenido se determina 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 y 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 :



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

2.1.- MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS PARA LA GRAVIMETRÍA

Pipetas de 25 ml. Probeta de 10 ml. 2 Vasos de precipitado. Varilla de vidrio. Papel de filtro para gravimetría. Crisol de porcelana.

Ácido nítrico 3N. Disolución de nitrato de plata 0,1 N. Disolución problema de cloruros.

2.2.- PROCEDIMIENTO PARA REALIZAR LA GRAVIMETRÍA.

- 1.- Se toma un volumen de disolución problema con una pipeta, entre 10 y 20 ml (anotar el volumen exacto), y se coloca en un vaso de precipitado.
- 2.- Añadir 1 ml de ácido nítrico diluido y 10 ml de disolución de nitrato de plata.
- 3.- Dejar reposar durante un minuto. 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.
- 4.- Filtrar con un papel de filtro especial con peso de cenizas conocido, que proporcionará el profesor.
- 5.- Lavar el precipitado y el papel de filtro sobre el que se encuentra con unos 10 ml agua destilada, con ello arrastraremos las posibles impurezas que se hayan adherido al cloruro de plata.
- 6.- Pesar el crisol de porcelana en balanza analítica y anotar su peso exacto.
- 7.- Pasar filtro y precipitado al crisol e introducir en el horno a unos 200°C durante unas dos horas.
- 8.- Dejar enfriar el crisol en un desecador durante una media hora, y finalmente proceder a pesarlo con su contenido en la misma balanza analítica usada para pesar el crisol vacío.

3.- RESIDUOS.

Esta práctica no origina residuos, ya que sulfato de cobre empleado en la cristalización, se reciclará para otras prácticas.

4.- CUESTIONES A INCLUIR EN EL INFORME DE LA PRÁCTICA.

- 1.- Indicar el volumen exacto tomado de la disolución problema, así como los pesos del crisol vacío y del crisol lleno.
- 2.- Con los cálculos que se indican a continuación, se obtendrán los gramos de cloruro que había en el volumen tomado de problema.
- 3.- Calcular el error cometido en la gravimetría.
 - a) obtener el peso del precipitado como:

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

- b) obtener la cantidad de cloruro que había en la muestra, se debe multiplicar el peso de precipitado por el factor estequiométrico:

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

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

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

V_r = Valor Real de Cloruros en la Muestra (lo dará el profesor) y V_o = Valor obtenido en el ensayo.

PRÁCTICA 3: 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 esta práctica destilaremos agua de mar. Hemos de hacer constar que la destilación del agua de mar no es eficaz desde el punto de vista energético, ya que es preciso emplear una gran cantidad de energía para obtener una pequeña cantidad de agua destilada; sin embargo, este experimento nos permite comprender el procedimiento y observar la utilidad de la destilación en la separación de un soluto y un disolvente. Además, el proceso no genera ningún tipo de residuo tóxico.



En la imagen se puede apreciar el montaje utilizado para realizar una destilación simple. 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. Sin embargo, en la destilación del agua la inclusión de una columna de rectificación frenaría la destilación.

Por otra parte, en este caso, usaremos como colector una probeta, para observar el volumen de agua que ha destilado.

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 destilen unos 110 ml de 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 la salmuera que queda en el matraz.

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.- RESIDUOS

El contenido de los tubos de ensayo usados en los análisis debe ir al bidón de residuos de metales tóxicos.

5.- 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.

PRÁCTICA 4: PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES. PATRONES PRIMARIOS Y SECUNDARIOS.

1.- INTRODUCCIÓN:

Una disolución es una mezcla homogénea, en donde las partículas tienen dimensiones moleculares. En estas prácticas trabajaremos con disoluciones líquidas, usando agua como disolvente.

El proceso de disolución implica un cambio en el compuesto que vamos a disolver. Así, en el caso de un compuesto iónico, los iones que lo forman abandonan la red cristalina al ser atraídos por la polaridad del agua (solvatación). En el caso de compuestos covalentes, la disolución implica la ruptura de las fuerzas intermoleculares (soluto-soluto) y la formación de nuevas fuerzas intermoleculares entre soluto y disolvente.

La formación y destrucción de fuerzas (iónicas o intermoleculares) hace que la mayoría de las disoluciones se formen con absorción o desprendimiento de calor.

2.- DISOLUCIONES PATRÓN.

Una valoración o titulación es un método de análisis químico cuantitativo, con el que trabajaremos más adelante, que sirve para conocer la concentración exacta de una especie química (problema) que se encuentra en disolución.

En la valoración hacemos reaccionar un volumen definido de la disolución problema con una disolución patrón (de concentración conocida), con la que reacciona rápida y completamente. En función del tipo de reacción que provoquemos entre el problema y el patrón, 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 de estas reacciones: cuando se completan, el número de equivalentes de las sustancias que reaccionan deben coincidir. Es decir, las reacciones se producen equivalente a equivalente (1), de modo que si medimos el volumen exacto de disolución patrón gastado, podemos determinar la cantidad de soluto que existe en la disolución problema (2). Al final de la reacción se cumple que:

$$\begin{aligned} \text{n}^\circ \text{ equivalentes problema} &= \text{n}^\circ \text{ de equivalentes de patrón (1)} \\ &\text{o lo que es lo mismo } (N \times V)_{\text{problema}} = (N \times V)_{\text{patrón}} \text{ (2)} \end{aligned}$$

Como la base del método es la medida de un volumen, las valoraciones también se denominan volumetrías.

Una disolución que contiene una concentración conocida y exacta de una sustancia (o mezcla de sustancias) se conoce con el nombre de estándar o patrón. Reservamos el nombre de **estándar** para las disoluciones que se utilizan, por ejemplo, para calibrar los aparatos de análisis; en la práctica 2, usaremos varios estándar para calibrar los pH-metros.

Cuando las disoluciones de concentración conocida y exacta se usan en valoraciones (ver cuadro anexo) reciben el nombre de disoluciones **patrón**.

Las disoluciones patrón usadas como referencia para hacer una valoración pueden ser primarias o secundarias.

Los patrones primarios suelen ser sustancias sólidas con un alto grado de pureza, inertes frente al aire y el disolvente, y estables en las condiciones de trabajo. Por ejemplo, son patrones primarios el carbonato sódico o el oxalato potásico. Sus disoluciones se preparan en el momento de uso, a partir del sólido seco. En este caso, el único error que podemos cometer al pesar los equivalentes de los compuestos proviene de la precisión de la balanza analítica que utilizemos.

Los patrones secundarios son compuestos de los cuales, debido a su naturaleza, no se puede obtener una disolución de concentración exacta por simple dilución con el disolvente. Así, por ejemplo, en el caso de un líquido, el error cometido al medir su volumen con una pipeta será mayor que el que cometemos al pesar un sólido en una balanza analítica.

En el caso de los sólidos, nos encontramos muchas sustancias que son inestables, que reaccionan con el aire o que absorben gases atmosféricos. Por ejemplo, el permanganato potásico tiende a descomponerse y una parte de él se transforma en manganeso (IV) o, por ejemplo, el hidróxido sódico tiende a absorber el agua y el dióxido de carbono atmosférico. En estos casos, el error al medir la masa de soluto, hace que las disoluciones preparadas tengan una concentración sólo aproximada a la que nos interesa. Por ello, cuando se requiere uno de estos compuestos para una valoración, lo que se hace es preparar una disolución de concentración aproximada y, posteriormente, valorarla para conocer su concentración exacta.

3.- MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

Tubos de ensayo, varilla de vidrio. Vasos de precipitado. Embudos.

Pipetas Pasteur.

Dos matraces aforados de 250 o de 100 ml en puestos alternos.

Tiosulfato sódico. Ácido sulfúrico concentrado (bajo campana).

HCl riqueza 35%, densidad 1,18 g/cc (bajo campana).

Permanganato potásico. Acetato de sodio (CH_3COONa).

Ácido acético (CH_3COOH) riqueza 80%, densidad 1,070 g/cc (bajo campana).

4. OBJETIVOS Y PROCEDIMIENTO:

4.1.- Observar el calor de disolución:

Tomar 2 tubos de ensayo e introducir 2 ml de agua destilada en cada uno de ellos. Añadir al primer tubo medio gramo de tiosulfato sódico y agitar, tocar el tubo y observar si se enfría o se calienta. En el segundo tubo añadiremos medio ml de ácido sulfúrico concentrado (añadirlo directamente desde la bureta instalada bajo la campana) agitar, tocar el tubo y observar si se enfría o se calienta. Anotar en el informe de prácticas si la reacción es endotérmica o exotérmica.

PRECAUCIÓN: los tubos de ensayo se miran siempre lateralmente, con la abertura ligeramente inclinada hacia la pared y por debajo del nivel de los ojos.

4.2.- Preparación de disoluciones:

Realizar los cálculos para preparar las siguientes disoluciones (incluir dichos cálculos en el informe de prácticas).

Grupo a) 250 ml de ácido clorhídrico 0,1 N y 250 ml de hidróxido de sodio 0,1 N.

Grupo b) 100 ml de ácido acético 0,5 N y 100 ml de acetato sódico 0,5 N.

Todas las disoluciones deben reservarse, ya que las usaremos en prácticas posteriores.

La disolución de ácido acético, acetato sódico y ácido clorhídrico se emplearán en la práctica 2. Las disoluciones de ácido clorhídrico y permanganato serán valoradas en las prácticas 3 y 5.

4.3.- Preparación de disoluciones con solutos sólidos (hidróxido de sodio y acetato sódico):

1.- Pesar en el vidrio reloj la cantidad de soluto calculada.

2.- Introducir el soluto en un vaso de precipitado y disolverlo con un poco de agua destilada.

3.- Pasar la disolución resultante a un matraz aforado del volumen que se necesita, enjuagar el vaso con agua destilada (para arrastrar los restos de soluto que pudieran quedar) y trasvasar el agua de lavado al matraz.

Continuar añadiendo agua destilada hasta completar el volumen del matraz, usando una pipeta Pasteur para rellenar los últimos mililitros. Asegurarse de la correcta observación del menisco.

4.- Tapar el matraz y agitar.

Preparación de disoluciones con solutos líquidos (ácidos clorhídrico y acético):

Introducir en el matraz aforado unos 10 a 20 mililitros de agua y después añadir el ácido poco a poco. Posteriormente continuar añadiendo agua destilada hasta completar el volumen del matraz. Usar una pipeta Pasteur para rellenar los últimos mililitros del matraz. Asegurarse de la correcta observación del menisco. Tapar el matraz y agitar.

5.- RESIDUOS:

No hay. Usaremos todas las disoluciones en prácticas posteriores. Al final de la práctica, las disoluciones se guardarán en las botellas que indique el profesor.

6.- CUESTIONES A INCLUIR EN EL INFORME DE LA PRÁCTICA.

1.- Buscar el concepto solvatación y escribir su significado.

2.- Indicar si los procesos de disolución del tiosulfato sódico y del ácido sulfúrico son exotérmicos o endotérmicos.

3.- Incluir los cálculos teóricos para preparar las disoluciones que se han realizado en la práctica:

3.a.- Volumen de HCl (riqueza 35%, densidad 1,18 g/cc), necesario para preparar 100 ml de ácido clorhídrico 0,1 M.

3.b.- Masa de NaOH necesaria para preparar 100 ml de hidróxido sódico 0,1 M.

3.c.- Volumen de CH₃COOH (riqueza 80%, densidad 1,070 g/cc), necesario para preparar 50 ml de ácido acético (0,5 M).

3.d.- Masa de CH₃COONa requerida para preparar 50 ml de acetato sódico (0,5 M)

PRÁCTICA 5: MEDIDAS DE pH ACIDEZ DE LÍQUIDOS DE USO COTIDIANO.

Esta práctica puede realizarse como complemento de la práctica 4. El objetivo es observar el pH de algunas bebidas y el pH típico de las aguas gasificadas, que están acidificadas por la presencia de dióxido de carbono. Los alumnos pueden traer cualquier líquido cuyo pH deseen investigar.

1.- MATERIAL NECESARIO:

pH-metro, vasos de precipitado 100 ml.

2.- PROCEDIMIENTO:

1.- Poner agua gasificada fría en un vaso, medir y anotar el pH (debe hacerse inmediatamente después de abrir la botella, en caso contrario el gas escapa y el pH es mas alto).

2.- Hervir 50 ml de agua gasificada durante 5 minutos, agitando con la varilla. Enfriar, volver a medir el pH y anotar su aumento*.

*La solubilidad de los gases disminuye con la temperatura, de manera que al hervir el agua con gas su pH aumenta porque el dióxido de carbono se evade a la atmósfera.

**En las aguas carbonatadas existe una pequeña cantidad de ácido carbónico en equilibrio con sus formas iónicas, carbonato y bicarbonato. Y dado que esta agua es rica en calcio, al hervir, una pequeña parte del carbónico inicial forma carbonatos y bicarbonatos de calcio poco solubles, esta es la razón de la turbidez (blanca) del agua hervida.

3.- RESIDUOS: no hay residuos tóxicos.

4.- CUESTIONES A INCLUIR EN EL INFORME DE PRÁCTICAS:

- 1) Buscar en la bibliografía los aditivos acidulantes de los refrescos.
- 2) En relación al agua con gas:
 - 2.a) Escribir el pH del agua con gas antes y después de calentar.
 - 2.b) Escribir los equilibrios existentes en una disolución de dióxido de carbono en agua. En base a ellos, justificar los datos de pH obtenidos.

Curiosidades científicas relacionadas con la práctica

1.- Todas las bebidas “con burbujas” están saturadas en dióxido de carbono, el gas no es tóxico y su acidez no es nociva, ya que dentro de nuestro estómago hay ácido clorhídrico con una acidez superior a la del agua saturada en dióxido de carbono.

2.- Conceptos medioambientales relacionados:

La disminución de la solubilidad de los gases al aumentar la temperatura, puede servirnos para explicar el porqué de la íntima relación entre aumento de la temperatura y aumento del dióxido de carbono atmosférico, que en realidad es una doble implicación:

si aumenta (\uparrow) el dióxido de carbono => \uparrow el efecto invernadero => \uparrow la temperatura.

si \uparrow la temperatura \Rightarrow \downarrow la solubilidad de los gases \Rightarrow \uparrow su concentración en el aire.

Indicar aquí que muchos de los gases disueltos en el agua son gases invernadero, como, por ejemplo, el dióxido de carbono y los gases producidos por la descomposición anaerobia (amoníaco, ácido sulfhídrico y metano).

3.- Al aumentar el dióxido de carbono atmosférico, éste se introducirá en el agua de lagos y océanos, lo cuál provocará una disminución de su pH. Esta acidificación puede influir en la biosfera, ya que una acidificación de los mares provocaría daños (adelgazamiento) en las conchas de los moluscos. Esto se debe a que las conchas están construidas con carbonato cálcico, que descompone en medio ácido según la reacción:



PRÁCTICA 6: MEDIDAS DE PH. DISOLUCIONES REGULADORAS.

1.- OBJETIVOS.

- 1.- Comprobar las limitaciones del papel indicador de pH.
- 2.- Aprender a manejar el pH-metro.
- 3.- Trabajar con disoluciones reguladoras.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

Vidrio reloj. Embudos. Pipetas graduadas de 1 y 5 ml. Papel indicador y pH-metros.

3 vasos de precipitado de 100 ml y uno de 250 ml.

Disoluciones de HCl 0,1 N, ácido acético 0,5M y acetato sódico 0,5M preparadas en la práctica anterior.

3. PROCEDIMIENTO:

- a) Poner en 3 vasos de precipitado de 100 ml y de forma independiente 50 ml de cada una de las disoluciones siguientes: HCl 0,1 N, ácido acético 0,5M y acetato sódico 0,5M, etiquetar los vasos, para no confundir las medidas de pH.
- b) Evaluar el pH aproximado de cada disolución usando papel indicador.
- c) Medir el pH de las disoluciones con un pH-metro.
- d) Mezclar los 50 ml del ácido acético con los 50 ml de acetato sódico en un vaso de precipitado de 250 ml. ¿qué tipo de disolución es la que acabamos de preparar?. Determinar su pH experimentalmente.

3.1.- Comprobando la capacidad reguladora:

3.1.a.- Añadir a la mezcla anterior 1 ml de HCl 0,1 N y anotar el pH.

3.1.b.- Añadir a la mezcla anterior 2 ml de HCl 0,1 N y anotar el pH.

3.1.c.- Añadir a la mezcla anterior 3 ml de HCl 0,1 N y anotar el pH.

3.2.- Comparando la reguladora con el agua:

Poner 50 ml de agua del grifo en un vaso de precipitado y medir su pH.

3.2.a.- Añadir sobre el agua 1 ml de HCl 0,1 N y anotar el pH.

3.2.b.- Añadir 2 ml de HCl 0,1 N y anotar el pH.

3.3.c.- Añadir 3 ml de HCl 0,1 N y anotar el pH.

4.- RESIDUOS:

En esta práctica no se usan productos tóxicos para el agua y todos los residuos se tiran por el fregadero.

5.- CUESTIONES A INCLUIR EN EL INFORME DE LA PRÁCTICA.

- 1.- **Anotar el pH** de cada una de las disoluciones utilizadas: HCl (0,1 N), ácido acético (0,5M) y acetato sódico (0,5M),

2.- Calcular el pH teórico de las disoluciones de ácido acético y ácido clorhídrico. Dato: $K_{a(\text{ácido acético})}=1,8 \times 10^{-5}$.

3.- Comparar el pH teórico con el experimental. Indicar a qué pueden deberse las variaciones entre ambos valores. (Posibles errores cometidos en la elaboración de las disoluciones).

4.- Calcular el pH de la disolución reguladora de ácido acético/acetato sódico y compararlo con el dado por el pH-metro.

5.- Comprobar la capacidad de la reguladora:

5.a- Completar el siguiente cuadro para la reguladora

	pH
ácido acético + acetato sódico	
Reguladora +1 ml de HCl 0,1 N	
Reguladora +2 ml de HCl 0,1 N	
Reguladora +3 ml de HCl 0,1 N	

5.b.- Completar el siguiente cuadro para el agua del grifo

	pH
Agua del grifo	
Agua +1 ml de HCl 0,1 N	
Agua +2 ml de HCl 0,1 N	
Agua +3 ml de HCl 0,1 N	

6.- Comparar los datos obtenidos en los apartados 5.a y 5.b.

PRÁCTICA 7: DISOLUCIONES VALORADAS. VALORACIÓN DEL ÁCIDO CLORHÍDRICO.

1. INTRODUCCIÓN.

Como vimos en la práctica 4, la valoración es una técnica que permite determinar la cantidad de soluto que existe en una disolución problema, midiendo el volumen gastado de una disolución patrón de concentración conocida, con la que reacciona rápida y completamente. Dado que se basa en medir volúmenes, también recibe el nombre de volumetría.

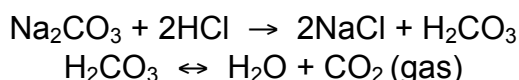
El cálculo de la cantidad de soluto existente en la disolución problema se efectúa basándonos en una propiedad de estas reacciones: cuando se completan, el número de equivalentes de las sustancias que reaccionan deben coincidir. Es decir, las reacciones se producen equivalente a equivalente (ecuación 1), de modo que si medimos el volumen exacto de disolución patrón gastado, podemos determinar la cantidad de soluto que existe en la disolución problema (ecuación 2). Al final de la reacción se cumple que:

$$\begin{aligned} n^{\circ} \text{ equivalentes problema} &= n^{\circ} \text{ equivalentes de patrón} \quad (1) \\ \text{o lo que es lo mismo } (N \times V)_{\text{problema}} &= (N \times V)_{\text{patrón}} \quad (2) \end{aligned}$$

Las disoluciones de ácidos (como el clorhídrico) que no son patrones primarios, deben valorarse para conocer su concentración exacta y eso es lo que vamos a hacer en esta práctica.

Para valorar la disolución de ácido clorhídrico lo pondremos en una bureta y lo dejaremos gotear sobre una disolución básica. La base utilizada tiene que ser un patrón primario (cuyo número de equivalentes se conoce exactamente desde el momento de su preparación). Generalmente se usa el carbonato sódico, que se encuentra en el comercio purísimo y anhidro.

La reacción de neutralización entre el ácido clorhídrico y el carbonato sódico es la siguiente:



Como vemos en estas reacciones, durante la valoración se forma dióxido de carbono que es un gas ácido; para eliminarlo, herviremos la disolución poco antes de que concluya la neutralización.

El punto final de una valoración ácido base se reconoce introduciendo un indicador ácido base, que es una sustancia química que cambia de color con el pH. En el caso de la valoración de clorhídrico usaremos como indicador el naranja de metilo, que tiene un color amarillo en la zona alcalina (disolución de carbonato sódico inicial) y rosa ligeramente anaranjado en medio ácido. El cambio no es inmediato y debe prestarse mucha atención para poder reconocerlo.

2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

Soporte de pie, pinzas y nuez doble. Placa calefactora. Bureta. Probeta de 100 ml. 3 Erlenmeyer de 250 ml.

Carbonato sódico. Ácido clorhídrico preparado por los alumnos en prácticas anteriores (de concentración aproximada 0,1 N). Disolución alcohólica de naranja de metilo.

3. PROCEDIMIENTO

- 1.- Limpieza de la bureta: con la llave cerrada, se añade agua destilada 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.
- 2.- Se llena la bureta con el ácido, **enrasar en la posición cero**, vertiendo el ácido sobrante en el vaso de precipitados y asegurándose del completo llenado del extremo inferior y la llave de la bureta.
- 3.- Preparar tres disoluciones de carbonato sódico (en erlenmeyer), pesando entre 0,05 y 0,1 g de la sal; añadir unos 100 ml de agua destilada a cada una de ellas. Anotar el peso exacto empleado y calcular los equivalentes de carbonato para cada una de ellas.
- 4.- A cada disolución de carbonato sódico se le añaden una o dos gotas del indicador naranja de metilo (no excederse en el indicador). Observar el color que toma la disolución.
- 5.- Añadir el ácido lentamente sobre la disolución de 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 zurdos al revés).
- 6.- Cuando la disolución de carbonato tome un color anaranjado intenso, parar la valoración y proceder a hervir sobre la placa calefactora. El color se rebaja ligeramente. Con la ebullición se consigue que el CO₂ formado se desprenda, pues en caso contrario se gastaría menos ácido que el debido.
- 7.- Continuar la valoración, añadiendo más ácido clorhídrico hasta que se inicie el viraje. El punto final viene dado por el cambio de color de amarillo miel a rosa. Anotar el volumen de ácido gastado.
- 8.- Volver a enrasar la bureta con ácido clorhídrico y repetir el proceso con las otras dos disoluciones de carbonato.

4. CÁLCULO DE LA CONCENTRACIÓN DE LA DISOLUCIÓN CLORHÍDRICA.

Se realiza a partir de las ecuaciones incluidas en la introducción, es decir:

$$\text{equivalentes de ácido} = \text{equivalentes de base}$$

Para evitar errores, calcularemos el número de equivalentes de carbonato, en cada una de las tres disoluciones, a partir de la expresión:

$$\text{Equivalentes} = (\text{masa}/\text{PM}) \times v$$

donde v es el número de protones que puede admitir el grupo carbonato ($n=2$)

Con esos valores, calcularemos la normalidad exacta de la disolución de HCl para los tres ensayos realizados.

$$N_{\text{ácido}} \times V_{\text{ácido}} = (\text{g}/\text{PM})_{\text{carbonato}} \times \text{Valencia}_{\text{carbonato}}$$

5.- RESIDUOS:

Todos los residuos de esta práctica pueden tirarse por el fregadero.

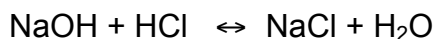
6.- CUESTIONES A INCLUIR EN EL INFORME DE LA PRÁCTICA.

- 1.- Buscar en la bibliografía otros indicadores ácido-base y escribir en el informe algunos ejemplos, incluyendo los colores de las formas ácidas y básicas.
- 2.- Incluir una tabla con los gramos de carbonato usados y el volumen gastado en cada volumetría. Así como los cálculos de la normalidad de clorhídrico para cada experiencia.
- 3.- Obtener la normalidad final de la disolución clorhídrica como el promedio de los valores obtenidos en cada experiencia.

PRÁCTICA 8: REACCIONES DE NEUTRALIZACIÓN. VALORACIÓN DEL VINAGRE

1.- FUNDAMENTO

En la presente práctica utilizaremos la reacción de neutralización entre una disolución de ácido clorhídrico de concentración conocida y una disolución problema de hidróxido sódico. La reacción entre el ácido clorhídrico y el hidróxido sódico, implicada en este proceso, es la siguiente:

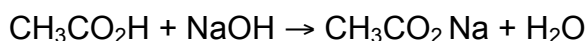


En la volumetría pondremos el hidróxido de sodio en un Erlenmeyer e iremos añadiendo el ácido desde una bureta hasta conseguir la neutralización completa del hidróxido de sodio. Deben darse cuenta de que el pH dentro del Erlenmeyer va a ir cambiando, primero será básico como corresponde a una disolución de hidróxido sódico pero irá virando hacia la neutralidad a medida que vamos añadiendo el ácido.

Debido a que los reactivos y los productos disueltos son incoloros, para determinar el momento en el que se ha producido la neutralización completa usaremos un indicador ácido-base, que es una sustancia que cambia de color con el pH. En este caso usaremos fenolftaleína.

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 rojo-rosado intenso ($\text{pH} > 9,8$) y en medio ácido es incolora ($\text{pH} < 8$). El cambio es inmediato y brusco.

Una vez valorado el hidróxido sódico, lo usaremos para valorar un vinagre y comprobar su grado de acidez. Para ello realizaremos una segunda valoración en la cual pondremos el hidróxido sódico en la bureta y el vinagre en el Erlenmeyer. El vinagre contiene ácidos, el mayoritario es el acético ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$) que se neutraliza con el hidróxido sódico para dar acetato sódico:



2. MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

Soporte de pie de plato, pinzas y nuez doble. Bureta. 3 Erlenmeyer de 250 ml. Pipeta de 10 ml. Probeta de 25 ml. Cuentagotas.

Disolución de hidróxido sódico problema. Disolución de ácido clorhídrico 0,1N. Solución alcohólica de fenolftaleína. Vinagre comercial.

3.- PRIMERA PARTE: VALORACIÓN DEL HIDRÓXIDO SÓDICO.

1.- La bureta se limpia, sin mover de su soporte. Para ello, con la llave cerrada, se añade agua destilada 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.

- 2.- 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.
- 3.- 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.
- 4.- Añadir el ácido lentamente, gota a gota, sobre la disolución de hidróxido de sodio, 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).
- 5.- El punto final de la valoración viene dado por el cambio de color de rojoroso intenso en medio básico a incoloro en medio ácido. Anotar el volumen de ácido gastado.
- 6.- Enrasar la bureta con el ácido nuevamente y repetir la valoración otra vez en las mismas condiciones. Anotar el volumen de ácido gastado.

4.- SEGUNDA PARTE: VALORACIÓN DEL VINAGRE:

- 1.- Vaciar la bureta y lavarla (sin mover del soporte) añadiendo 50 ml de agua destilada y luego 10 ml de NaOH.
- 2.- Rellenar la bureta con el NaOH que acabamos de valorar.
- 3.- Poner en el erlenmeyer 2 ml de vinagre comercial, añadir 20 ml de agua destilada y 2 gotas de fenolftaleína.
- 4.- Valorar con el hidróxido sódico siguiendo los pasos anteriores, hasta observar el cambio de color del indicador. Anotar el volumen de hidróxido de sodio gastado.
- 5.- Repetir la valoración otra vez en las mismas condiciones. Anotar el volumen de hidróxido de sodio gastado.

5.- RESIDUOS:

Todos los residuos de esta práctica pueden tirarse por el fregadero.

6.- CUESTIONES A INCLUIR EN EL INFORME DE LA PRÁCTICA.

PRIMERA PARTE: cálculo de la concentración del NaOH.

- 1.- Buscar otros indicadores ácido-base e incluirlos en una tabla junto a los colores característicos y sus pHs de viraje de color.
- 2.- Obtener la normalidad de la disolución de hidróxido de sodio, aplicando:

$$n^{\circ} \text{ equivalentes HCl} = n^{\circ} \text{ equivalentes de NaOH} \quad (1)$$

$$(N \times V)_{\text{HCl}} = (N \times V)_{\text{NaOH}} \quad (2)$$

Tener en cuenta que: el volumen del hidróxido sódico son los 10 ml de disolución que pusimos en el Erlenmeyer, la normalidad del HCl es 0,1N y su volumen es el que observamos en la bureta (en la ecuación introduciremos el volumen medio de las 2 valoraciones).

SEGUNDA PARTE: cálculo de la acidez total del vinagre.

3.- Calcular la acidez total del vinagre (o grado acético) que es la cantidad total de ácidos que contiene el vinagre expresada como gramos de ácido acético por 100 ml de vinagre.

Cálculos: al final de la valoración:

$$n^{\circ} \text{ equivalentes CH}_3\text{CO}_2\text{H} = n^{\circ} \text{ equivalentes de NaOH} = (N \times V)_{\text{NaOH}}$$

Tener en cuenta que:

- a) La normalidad del hidróxido de sodio es la obtenida en el apartado anterior y su volumen es el volumen medio gastado en las 3 valoraciones del vinagre. Con estos valores obtenemos el número de equivalentes de ácido acético.
- b) la valencia del ácido acético y del hidróxido de sodio es 1. Por lo que el número de equivalentes es igual al número de moles.
- c) a partir del número de equivalentes de vinagre obtendremos la masa de ácido presente en los 2 ml de vinagre utilizado.

La acidez del vinagre comercial se expresa en gramos de ácido por 100 ml. La acidez dada por el comerciante es de 6 g de ácido acético por 100 ml de vinagre. ¿Coincide el valor de acidez calculado con el reportado en el rótulo del producto?

PRÁCTICA 9: REACCIONES DE PRECIPITACIÓN, COMPLEJACIÓN Y REDOX.

1.- PRIMERA PARTE: REACCIONES DE PRECIPITACIÓN Y FORMACIÓN DE COMPLEJOS.

Las reacciones de precipitación y formación de complejos son importantes en el laboratorio, ya que nos permiten, entre otras cosas, diferenciar y separar mezclas de metales. En términos generales, los elementos alcalinos forman pocos compuestos insolubles y, tanto ellos como los alcalinotérreos, forman muy pocos complejos. Sin embargo, los metales de transición forman precipitados y complejos de muy diversa índole, tanto que estas reacciones pueden utilizarse para separar y diferenciar los cationes de los metales de transición. Son especialmente importantes en la separación de los metales preciosos, como el oro y la plata, cuya purificación en metalurgia pasa por la formación de su complejo con cianuro (esta metalurgia ha contaminado extensas áreas del Amazonas). Nosotros no vamos a trabajar con el cianuro debido a su elevada toxicidad, aunque que es un excelente complejante para muchos metales de transición.

1.1.- Material necesario para los ensayos:

Tubos de ensayo, gradilla, embudo, barilla de vidrio, papel de filtro.

Disolución 2M de metales de transición: Co (II), Ni (II), Fe (II) y Cu (II).

Disolución de hidróxido sódico al 20 por 100. Disolución de amoníaco al 20 por 100

1.2.- ENSAYOS:

Ensayo A: Formación de hidróxidos insolubles.

Poner unas 20 gotas de cada una de las disoluciones metálicas (que dará el profesor) en tubos de ensayo independientes, y añadir 20 gotas de hidróxido de sodio al 20 por 100. Anotar los resultados, incluyendo el color, e indicando si el metal formó un hidróxido insoluble.

Ensayo B: Formación de complejos.

Poner unas 20 gotas de cada una de las disoluciones metálicas (que dará el profesor) en tubos de ensayo independientes. Y añadir 10 gotas de amoníaco al 20 por 100, si después de agitar el contenido del tubo no tiene olor a amoníaco, añadir otras 10 gotas más. Anotar los resultados, incluyendo el color, e indicando si el metal formó un hidróxido insoluble o un complejo amoniacal.

Ensayo C: Separación de una mezcla de cationes de cobre (II) y hierro (II).

Poner unos 3 ml de disolución de cobre (II) + hierro (II) en un tubo de ensayo y añadir sobre la disolución hidróxido amónico al 20 por 100. Añadiremos amoníaco hasta que la disolución mantenga el olor del amoníaco después de agitar. Filtrar sobre un tubo de ensayo y lavar el precipitado con 2 ml de agua destilada. Anotar los resultados.

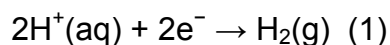
2. SEGUNDA PARTE: PROCESOS REDOX.

2.1.- Introducción.

En esta práctica vamos a estudiar el comportamiento redox de los metales frente al ácido clorhídrico (HCl). Las reacciones de oxidación que se van a producir nos ayudarán a comprender el orden en el que aparecen estos metales en la serie electroquímica.

Cuando existe oxidación del metal vamos a ver un burbujeo, cuya intensidad está directamente relacionada con la velocidad de la reacción. La existencia de reacción y su velocidad son función de la concentración y naturaleza del ácido y de la temperatura.

Con el ácido clorhídrico, el oxidante es el protón que se reduce a hidrógeno molecular, que es incoloro, según la reacción:



También investigaremos el poder oxidante del cobre (II) frente a los metales.

2.2.- Material necesario:

Tubos de ensayo, gradilla, varilla de vidrio, pipetas de 2ml, pinzas de madera, mecheros de alcohol.

Fe, Cu, Zn, y Sn, en polvo o en viruta.

HCl concentrado. Disolución de sulfato de cobre 2 M.

2.- Procedimiento.

Coger 4 tubos de ensayo secos e introducir en cada uno de ellos una pequeña cantidad de los siguientes metales: Fe, Cu, Zn y Sn.

a.- Añadir 2 ml de HCl concentrado en frío. Si no hay reacción al cabo de 2 minutos, calentar. Anotar los resultados.

b.- Coger 3 tubos de ensayo e introducir en cada uno de ellos una pequeña cantidad de los siguientes metales: Fe, Sn y Zn. Añadir unos 2ml de disolución de sulfato de cobre a cada uno de los tubos, dejar actuar (agitando de vez en cuando) durante unos minutos. Cuando existe reacción se observa una decoloración del color azul, así como un precipitado rojizo de cobre metálico. Si no se observa reacción calentar ligeramente. Filtrar para comprobar si existe o no precipitado de cobre metálico. Anotar los resultados.

3.- RESIDUOS:

Todos los residuos de esta práctica deben ir al contenedor de **residuos metálicos tóxicos**.

4.- CUESTIONES A INCLUIR EN EL INFORME DE LA PRÁCTICA.

Parte 1:

1.1.- Anotar los resultados de las reacciones de precipitación de hidróxidos insolubles del ensayo 1 en forma de tabla:

	Reacción con el NaOH	Color del precipitado
Co		
Ni		
Fe		
Cu		

1.2.- Anotar los resultados del ensayo 2, incluyendo el color, e indicando si el metal formó un hidróxido insoluble o un complejo amoniacal.

	Reacción con el NH ₄ OH	Color del precipitado o complejo
Co		
Ni		
Fe		
Cu		

1.3.- Escribir las reacciones implicadas en la separación del hierro y el cobre.

Parte 2:

2.1.- Completar el cuadro adjunto, con la notación que corresponda: no hay reacción, reacción lenta, reacción rápida.

	Fe	Zn	Sn
HCl conc. En frío			
HCl conc. En caliente			
CuSO ₄ En frío			
CuSO ₄ En caliente			

2.1.- En base a los potenciales de reducción estándar que aparecen en la tabla adjunta, indicar: cuáles de los metales utilizados pueden oxidarse con HCl en condiciones estándar. Escribir y ajustar las reacciones redox que se producen.

$Zn^{2+}(aq) + 2e^- \rightarrow Zn(s)$	-0.76 V
$Fe^{2+}(aq) + 2e^- \rightarrow Fe(s)$	-0.44 V
$Sn^{2+}(aq) + 2e^- \rightarrow Sn(s)$	-0.13 V
$2H^+(aq) + 2e^- \rightarrow H_2(g)$	0.00 V
$Cu^{2+}(aq) + e^- \rightarrow Cu^+(aq)$	+0.16 V

2.2.- Escribir y ajustar las reacciones redox que se producen entre los metales y la disolución de cobre (II) y calcular los potenciales estándar de las reacciones.

PRÁCTICA 10: VALORACIONES REDOX: DETERMINACIÓN DE HIERRO EN AGUAS.

1.- INTRODUCCIÓN

En esta práctica vamos a obtener la concentración de hierro existente en una disolución. Para ello recurriremos a un volumetría redox, durante la cual oxidaremos el hierro (II) con un oxidante.

En redox se emplean como referencia oxidantes como el permanganato potásico, el dicromato potásico, o el peróxido de hidrógeno. En esta práctica usaremos el permanganato que elaboramos en la práctica 1, que posee una concentración aproximada 0,1 N; pero, como ya comentamos, este compuesto no es patrón primario, por lo que es preciso valorarlo antes de usarlo para la determinación cuantitativa de hierro.

Por lo anterior, la práctica se divide en dos partes, en la primera valoraremos el permanganato. En la segunda usaremos ese permanganato para valorar el hierro. El uso del permanganato potásico como oxidante en volumetría tiene la ventaja de que no es preciso utilizar indicadores, puesto que el reactivo tiene colores diferentes en las formas oxidada (MnO_4^- , violeta intenso) y reducida (Mn^{2+} , incoloro).

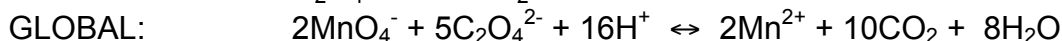
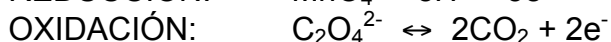
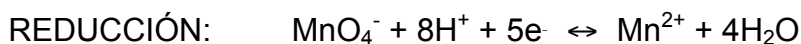
2.- MATERIAL Y REACTIVOS NECESARIOS

Soporte de pie, pinzas y nuez doble. Placa calefactora. Bureta. 3 Erlenmeyer de 250 ml. Probeta de 50 ml. 2 Pipetas de 10 ml.

Oxalato potásico (equivalentes a determinar). Disolución de permanganato potásico (aproximadamente 0,1 N, a determinar). Solución diluida de ácido sulfúrico (1:9). Reactivo de Zimmerman. Disolución problema de sal ferrosa.

3.- PRIMERA PARTE: VALORACIÓN DEL PERMANGANATO POTÁSICO.

Esta valoración se realiza usando oxalato sódico como agente reductor. Las reacciones implicadas en el proceso son las siguientes :



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

3.1.- PROCEDIMIENTO

1.- La bureta se limpia, primero con agua destilada. Después se repite la operación con unos 10 ml de permanganato potásico 0,1 N. Se vacía de nuevo.

2.- Posteriormente se llena la bureta con el permanganato, **enrasar en la posición cero**, 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.

3.- 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), anotar el peso exacto empleado y calcular los equivalentes de oxalato de cada disolución.

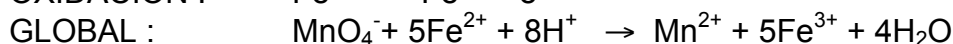
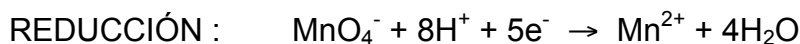
4.- Calentar la disolución a unos 80 ó 90°C y, con la disolución caliente, añadir el permanganato lentamente desde la bureta.

5.- En las proximidades del punto final (cuando se aprecia el primer rosa fugaz) se debe añadir el permanganato gota a gota. La temperatura no debe descender de 60°C; si lo hiciera, se tiene que volver a calentar antes de llegar al punto final. Cuando la disolución de oxalato tome color rosa permanente, parar la valoración y anotar el volumen de permanganato gastado.

6.- Volver a enrasar la bureta con permanganato y valorar las otras dos disoluciones de oxalato.

4.- SEGUNDA PARTE: DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE HIERRO.

En esta parte de la práctica utilizaremos la reacción redox en medio ácido provocada por el permanganato potásico, que oxidará los iones ferrosos de la muestra problema a iones férricos, según las siguientes reacciones :



4.1.- PROCEDIMIENTO

1.- Volver a rellenar la bureta con permanganato, **enrasando en la posición cero**.

2.- Con una pipeta se toman 10 ml del agua ferrosa y se vierten en el erlenmeyer. Se añaden 10 ml de agua destilada y 3 ml del reactivo de Zimmerman.

3.- Añadir el permanganato lentamente, gota a gota, sobre el erlenmeyer. 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.

4.- Repetir el mismo proceso dos veces más en las mismas condiciones. En cada experiencia debe llenarse la bureta enrasando a cero.

5.- RESIDUOS:

Todos los residuos de esta práctica deben ir al contenedor de **residuos metálicos tóxicos**.

6.- CUESTIONES A INCLUIR EN EL INFORME DE LA PRÁCTICA.

- 1.- Buscar en la práctica 1 la razón por la cual el permanganato potásico no es patrón primario y escribirlo en el informe.
- 2.- Observar las semirreacciones e indicar si sería posible realizar estas valoraciones en medio básico.
- 3.- Sabiendo que la relación entre la normalidad (N) y la molaridad (M) de una disolución es $N=Mxv$ ¿cuál es el valor de v para la disolución de permanganato en estos procesos en donde el Mn (VII) pasa a Mn (II)? ¿cuál será el valor de v en una reacción en la que la reducción del permanganato fuese $MnO_4^- + 4H^+ + 3e^- \rightarrow MnO_2 + 2H_2O$?
- 4.- Escribir todos los cálculos concernientes a esta práctica. Incluyendo la obtención de la normalidad de la disolución de permanganato y el cálculo de la normalidad de la disolución de hierro ferroso.

4.a.- Cálculo de la normalidad del permanganato

En la valoración se consumen tantos equivalentes de oxidante como de reductor, se tendrá entonces :

$$\begin{aligned} \text{equivalentes de reductor} &= \text{equivalentes de oxidante} \\ \text{equivalentes de oxalato} &= N_{\text{permanganato}} \times V_{\text{permanganato}} \end{aligned}$$

El número de equivalentes de oxalato se calcula como : $\text{Equivalentes} = (g/PM) \times n$,
siendo $n=2$; es decir, los electrones cedidos en su reacción de oxidación.

Con estas expresiones, calcular la normalidad de la disolución problema de permanganato potásico para los tres ensayos realizados. La normalidad final del permanganato será el promedio de los tres valores.

4.b.- Calcular la concentración de la disolución problema de sal ferrosa, utilizando la normalidad de la disolución de permanganato determinada en el apartado anterior, y como volumen de oxidante, el promedio de las tres mediciones efectuadas en la segunda parte. Igual que en el caso anterior, los equivalentes de oxidante se igualan a los equivalentes de reductor.

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

ISBN 978-84-17238-65-0

