

# MANUAL PRÁCTICO DE QUÍMICA

Manuel Tellado, Marisa Torregrosa y Jezabel Rodríguez



**AUXILAB, S.L.**  
MATERIAL PARA LABORATORIO

Indice de materias	Pág.
1.- Objetivo.	5
2.- Seguridad.	6
2.1.- Introducción.	6
2.2.- Consideraciones generales.	6
2.3.- Elementos de actuación y protección.	9
2.3.1.- Elementos más comunes.	9
2.4.- Reactivos de laboratorio.	11
2.4.1.- Almacenamiento de productos químicos.	11
2.4.1.1.- Generalidades y legislación.	11
2.4.1.2.- Descripción de pictogramas y señales de peligrosidad.	11
2.4.1.3.- Eliminación de residuos del laboratorio.	15
2.5.- Primeros auxilios.	17
2.5.1.- Accidentes más usuales.	18
2.5.1.1.- Las quemaduras.	18
a) Quemaduras por electrocución.	18
b) Quemaduras por fuego.	18
c) Quemaduras químicas.	18
2.5.1.2.- Las intoxicaciones.	18
2.5.1.3.- Salpicaduras en los ojos.	19
2.5.1.4.- Cortes y heridas.	19
3.- Instrumental.	20
3.1.- El instrumental del laboratorio.	20
3.1.1.- Descripción del material más frecuente del laboratorio.	20
3.1.1.1.- Material metálico.	20
3.1.1.2.- Material de vidrio.	22
3.1.1.3.- Material cerámico.	25
3.1.1.4.- Otros materiales.	26
4.- Medida.	27
4.1.- Introducción.	27
4.2.- Medición.	27
4.2.1.- Magnitudes y unidades.	27
4.2.1.1.- Sistema de unidades.	27
4.2.1.2.- Magnitudes.	28
4.2.1.3.- Cifras significativas.	30
4.2.2.- Trazabilidad y calibración de equipos.	31
4.2.2.1.- Trazabilidad.	31
4.2.2.2.- Patrones.	32
4.2.2.3.- Calibración.	34
4.2.2.4.- Incertidumbre.	35



5.- Prácticas.	36
5.1.- Comprobación de la Ley de Lavoisier.	36
5.2.- Comprobación de la Ley de Proust.	37
5.3.- Propiedades coligativas. Crioscopia.	38
5.4.- Disoluciones de concentración exacta.	41
5.5.- Semejanzas y diferencias de los elementos de un grupo.	43
5.6.- Reacciones químicas.	44
5.7.- Estandarización de la solución de hidróxido de sodio con ftalato ácido de potasio.	47
5.8.- Valoración de un vinagre.	49
5.9.- Obtención de curvas de valoración ácido - base.	51
5.10.- Determinación de la constante de equilibrio.	53
5.11.- Purificación de alcohol de quemar.	56
5.12.- Preparación de acetato de etilo.	57
5.13.- Determinación de la fórmula de un óxido.	59
5.14.- Fórmula de un precipitado.	61
5.15.- Precipitación.	63
5.16.- Determinación del producto de solubilidad.	66
5.17.- Reacciones de oxidación - reducción (redox).	68
5.18.- Volumetrías de oxidación - reducción.	70
5.19.- Pilas electroquímicas.	72
5.20.- Electrólisis.	75
5.21.- Determinación de la concentración de una disolución por espectrofotometría.	77
5.22.- Determinación de la Ley de velocidad de una reacción.	80
5.23.- Factores que afectan a la velocidad de reacción.	83
5.24.- Influencia de un catalizador en la velocidad de reacción.	86
5.25.- Distinción experimental de aldehídos y cetonas.	87
5.26.- Elección de un disolvente para cristalizar.	88
5.27.- Síntesis e investigación del agua de un alumbre.	90
5.28.- Determinación del punto de fusión con electrothermal.	92
5.29.- Obtención del ácido benzoico.	94
5.30.- Determinación del punto de ebullición.	96
5.31.- Cromatografía en papel de aminoácidos.	97
5.32.- Reacción de la ninhidrina.	99
5.33.- Separación de los componentes de varios indicadores por cromatografía en papel.	100
5.34.- Cálculo del coeficiente de reparto.	101
5.35.- Separación de una mezcla de acetona y agua por destilación fraccionada.	103
5.36.- Análisis físico de una muestra.	105
5.37.- Funciones oxigenadas.	106



	Pág.
5.38.- Aminas.	109
5.39.- Síntesis del ácido acetilsalicílico.	110
5.40.- Determinación de vitamina C.	111
5.41.- Determinación de la dureza total del agua.	113
5.42.- Extracción de la cafeína del café.	114
5.43.- Cristales de colores.	115
5.44.- Preparación de una sal compleja de hierro.	116
5.45.- Polaridad molecular y solubilidad.	118
5.46.- Valoración de AG <sup>+</sup> con tiocianato potásico.	119
5.47.- Nitración del benceno.	120
5.48.- Obtención de jabón (saponificación de ésteres).	122
5.49.- Formación de colorante azoico.	123
5.50.- Reacción del etanol con permanganato potásico.	124
5.51.- Síntesis de nylon 6,10.	126
6.- Resultados de algunas cuestiones de las prácticas.	128
7.- Bibliografía.	136
8.- Conceptos básicos de química.	137



## 1.- Objetivo

Este manual está dirigido a alumnos de la ESO y Bachiller. El objetivo es dar a conocer a los alumnos conceptos básicos de la Química en un laboratorio, completándolos éstos con los conocimientos teóricos adquiridos en sus clases.

Se explicarán unas nociones básicas de seguridad en un laboratorio, se realizarán prácticas y se verán también temas como la medida y los resultados .

También se les enseñará el manejo de todo el material de laboratorio y la descripción del mismo, incluyendo la utilización de los diferentes reactivos.

Es importante que aprendan a resolver problemas dentro del laboratorio, así como también a elaborar un cuaderno.

El manual consta de 51 prácticas en las que se aplicarán los diferentes procedimientos de análisis químico aplicados en un laboratorio.

Esquematisando los temas a tratar:

- Normas de seguridad en un laboratorio.
- Tipos de instrumentos en un laboratorio y utilización de los mismos.
- Medición y resultados.
- Prácticas : estequiometría, gases, disoluciones, equilibrio químico, ácido-base, solubilidad y precipitación, equilibrios redox, electroquímica, termodinámica y termoquímica, cinética química, química orgánica, análisis físico de una muestra, ebullición, fusión, síntesis de algunos compuestos, cromatografía, destilación, extracción, espectrofotometría...

Con el fin de adquirir buenos hábitos en el laboratorio, que en definitiva contribuirán a la obtención de buenos resultados en las experiencias a desarrollar, a continuación indicamos una serie de recomendaciones:

- Antes de comenzar la práctica leer y entender el procedimiento.
- Trabajar con seriedad.
- Pensar en términos de exactitud y precisión.
- Tener en cuenta las normas de seguridad.
- Cuando se termine la práctica limpiar todo y dejar todo en su lugar correspondiente.



## 2.- Seguridad

### 2.1.- Introducción

En el presente manual se describen cada uno de los aspectos que consideramos más importantes respecto a la prevención de accidentes en laboratorios de prácticas para alumnos. Nuestra intención ha sido incidir especialmente en todos aquellos errores o faltas más habitualmente cometidas y que más gravedad entrañan, particularmente en laboratorios químicos, dejando a un lado las peculiaridades de los laboratorios físicos y biológicos -que en realidad tampoco difieren demasiado-.

Podemos distinguir entre lo que es el *peligro* (factor intrínseco que viene dado por el simple hecho de trabajar en un laboratorio) y el *riesgo*, que puede ser mayor o menor dependiendo del comportamiento y de la actitud del alumno en las prácticas. La idea es muy clara: cuanto más se descuide la calidad de la enseñanza en los laboratorios de los centros, mayor será el riesgo que corran los alumnos cuando trabajen en ellos.

Consideramos, en este sentido, que la prevención debe abordarse desde dos líneas de actuación:

- La formación del alumno.
- Los medios materiales del laboratorio.

En cuanto a la formación del alumno, cuando éste entra en el laboratorio, debe aprender en primer lugar la situación de las salidas de emergencia, extintores, duchas de seguridad, vitrinas, etc. Debe conocer y usar los elementos de protección (batas, guantes, gafas...). Es muy importante que el estudiante se familiarice con el instrumental con el que debe trabajar, así como con los aparatos: cómo funcionan, para que sirven y precauciones que deben seguirse en su manejo. De igual forma, el alumno debe saber interpretar la información existente en las etiquetas de los reactivos y saber tomar las medidas de precaución más adecuadas en cada caso.

### 2.2.- Consideraciones generales

Un laboratorio químico puede y debe ser un lugar seguro para trabajar. Pero se pueden generar accidentes, unos de poca importancia y otros de considerable gravedad. Estos accidentes se deben a descuidos, faltas de atención y de información. Por lo tanto se debe trabajar con cautela y siguiendo unas normas de seguridad.

#### A. Según los elementos de actuación y de protección:

1. Usar los elementos de protección personales (guantes, bata, gafas...) adecuados en cada caso, según la naturaleza del producto químico con el que se trabaje.
2. Informarse sobre el uso de extintores (localización, tipos y modo de empleo) así como el de las mantas ignífugas.
3. Localizar la situación y funcionamiento de las duchas de seguridad y fuentes lava-ojos.
4. Disponer de las vitrinas de gases y usarlas siempre que sea necesario, cuando se pro-



duzcan gases tóxicos o no tóxicos y cuando se realicen reacciones .

5. Extremar las precauciones al trabajar con los mecheros de gas y alcohol, baños, hornos y sistemas microondas.

6. Las disoluciones concentradas de ácidos y bases deberán estar en la vitrina, para tomar la cantidad necesaria. En ningún caso estas disoluciones deberán salir de la vitrina. ***Añada siempre los ácidos sobre agua***, nunca al revés.

7. Siempre que se vaya a calentar en la placa se deben utilizar pinzas de madera y gafas de protección.

B. Según los reactivos de laboratorio:

8. Cada reactivo debe disponer de una ficha actualizada que indicará: su nombre y etiqueta de peligrosidad, su localización en el laboratorio, fecha de entrada y cantidad disponible.

9. Prestar atención especial a las etiquetas y pictogramas de peligrosidad presentes en los recipientes. Conocer el significado de cada uno de ellos y las precauciones que deben seguirse en cada caso.

10. Evitar verter las disoluciones por el desagüe y, en caso de necesidad, antes de verterlas neutralizarlas y disponer de un contenedor específico para material de vidrio roto.

11. No deben verterse residuos sólidos en las pilas, sino emplear los recipientes que, a tal fin, se encuentran en el laboratorio .

12. Los disolventes orgánicos no se deben eliminar por el desagüe. Para ello se dispondrá de unas garrafas debidamente etiquetadas.

13. Eliminar correctamente los residuos producidos.

14. Evite el contacto de reactivos corrosivos con la piel. Si esto ocurre, lave inmediatamente el área afectada con grandes cantidades de agua.

15. No deben manipularse jamás productos o disolventes inflamables en las proximidades de llamas.

16. En caso de inflamarse un líquido se cubrirá el recipiente con un vaso de precipitados o matraz vacío; se evitará la propagación del fuego y se conservará la serenidad.

17. No calentar nunca enérgicamente una disolución. La ebullición debe ser siempre suave.

18. Para calentar un disolvente orgánico se emplea manta calefactora.

19. Para calentar una disolución tener en cuenta que el recipiente en el que esté contenido sea resistente al calor, como por ejemplo vidrio de borosilicato.

20. No volver a introducir reactivos a su recipiente de origen para no contaminarlo.

21. Antes de utilizar cualquier recipiente para el almacenaje de disoluciones es necesario limpiarlo adecuadamente, eliminando cualquier etiqueta o rótulo anterior y rotulándolo de nuevo.

22. Las disoluciones que no sean patrones ni muestras, se almacenarán en botellas de vidrio o de plástico.



C. Según el instrumental de laboratorio:

23. No pipetear nunca los reactivos con la boca.

24. Nunca debe olerse un reactivo directamente del frasco, sino que deberá airear con la mano la boca del recipiente para que la inhalación de los gases sea mínima.

25. Verificar la correcta adaptación de las juntas en los montajes.

26. No llenar los tubos de ensayo a más de un tercio de su capacidad y si es necesario su calentamiento deberá hacerse de lado, en continuo movimiento y usando pinzas.

27. Comprobar la temperatura de los recipientes antes de cogerlos directamente.

28. Usar un plato poroso en la ebullición de líquidos y no tapar nunca el recipiente durante el calentamiento.

29. No exponer enchufes y cables de los aparatos eléctricos al agua u otras sustancias químicas que puedan corrosionarlos y producir cortocircuitos.

D. Según la limpieza:

30. Todos los aparatos deberán mantenerse limpios y a salvo de corrientes de aire, vibraciones y golpes (especialmente los aparatos de precisión). Protegerlos con una funda siempre que sea posible.

31. Si algún sólido o líquido se derrama en el laboratorio debe retirarse inmediatamente, dejando el lugar perfectamente limpio.

32. Utilice agua desionizada o destilada para la preparación de todas las disoluciones. La limpieza final de todo el material debe realizarse con agua desionizada o destilada.

33. Lávese las manos antes de salir del laboratorio

34. Deje las botellas siempre cerradas con su tapón correspondiente.

E. Otras consideraciones a tener en cuenta:

35. No se puede comer, beber, fumar en el laboratorio.

36. Las sustancias tipo patrón primario anhidras se encuentran en el desecador y sólo deben extraerse de él el tiempo necesario para su pesada. El desecador debe permanecer siempre cerrado.





## 2.3.- Elementos de actuación y protección

En este capítulo nos detendremos y explicaremos más concretamente en qué consisten los sistemas de protección imprescindibles que todo estudiante debe utilizar.

### 2.3.1.- Elementos más comunes

#### a) La bata

Todas las personas deberán llevar bata de manga larga y siempre abrochada (para evitar manchas, olores, corrosiones y quemazos accidentales de la ropa que se lleve).

#### b) Gafas protectoras

Es muy recomendable el uso de gafas o pantallas para protección de los ojos (para evitar salpicaduras).

#### c) Los guantes y otras protecciones

Muchas veces será preciso el uso de guantes, para lo cual existen varios tipos fabricados con distintos materiales para distintos usos según cada caso. Así pues, para productos tóxicos corrosivos se aconseja el uso simultáneo de guantes de látex y vinilo. Para manipulación de vidrio es recomendable el uso de guantes o trapos lo suficientemente gruesos como para evitar posibles cortes.

También existe diverso material adecuado a los riesgos que entrañan otras operaciones más concretas. Así, nos encontramos con *mascarillas* de protección respiratoria con cartuchos para gases homologados para el compuesto empleado y para compuestos volátiles de alta toxicidad (para evitar inhalar vapores nocivos o de olor desagradable). Además existen *delantales impermeables* (para evitar que algún compuesto quemé la bata y pase a la ropa que lleve), *botas de protección* (para evitar que nos caiga alguna sustancia a los zapatos)...

#### d) Extintores y mantas ignífugas

El riesgo de incendio es variable en cada laboratorio, aunque sí suelen ser los accidentes que más frecuentemente alteran la normalidad del trabajo.

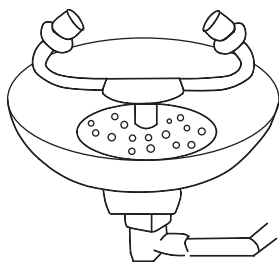
Los pequeños incendios pueden sofocarse con tejidos ignífugos o paños mojados. Pero si esto no es posible debido al tamaño o localización del incendio, se hará necesario el uso de los extintores de mano. La idoneidad del material de extinción depende de la sustancia inflamable, pero a primera instancia los extintores de CO<sub>2</sub> son los más prácticos y universales. En laboratorios en los que se disponga de instrumental eléctrico o electrónico todos los agentes extintores son inadecuados por la dificultad de limpieza, contactos y agresiones. Como mal menor los extintores de halones o de CO<sub>2</sub> son los más recomendables. Las distintas clases de fuego requieren extintores apropiados:



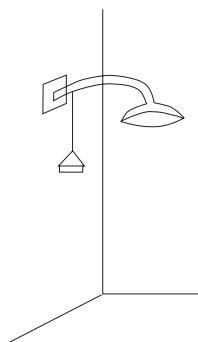
- Para materiales sólidos, madera, papel, trapos..., el agente extintor adecuado es agua (mejor pulverizada) y polvo polivalente.
- Para líquidos y sólidos licuables, disolventes, aceites y ceras : polvo normal y polvo polivalente.
- Para gases y vapores butano, acetileno: polvo polivalente.
- Para metales ligeros, magnesio, litio, sodio, titanio , aluminio: polvo especial o arena seca.
- Para equipos y aparatos eléctricos: halones o CO<sub>2</sub>.

También mencionar la presencia de alarmas y detectores de humos. Otro elemento de actuación en caso de incendio es la manta ignífuga (de amianto o fibra de vidrio). Se aconseja disponer de al menos una de ellas en cada laboratorio en el que se usen sustancias inflamables. Su utilidad radica en su capacidad de extinción de fuegos pequeños y como alternativa a la ducha de seguridad cuando se prenden las ropas.

e) Duchas de seguridad y fuentes lava-ojos

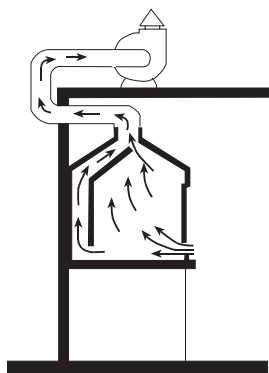


*Fuente lava - ojos*



*Ducha de seguridad*

Las duchas de seguridad deberán instalarse en un lugar accesible, normalmente a la salida del laboratorio, de modo que cualquier posible salpicadura sea atendida en menos de 15 segundos. En su defecto también puede usarse una manguera de agua templada a baja presión. Las fuentes lava-ojos deberán ser igualmente accesibles y su función será la de lavar los ojos y la cara con agua potable y templada ante un posible derrame.



*Vitrina de gases*

#### f) La vitrina de gases

La vitrina de gases es un sistema de extracción localizado. Esto significa que es capaz de absorber los contaminantes liberados en un foco antes de que se dispersen por todo el laboratorio. Usualmente se componen de un recinto en el que se encuentra la superficie de trabajo, un sistema extractor y un frente o abertura donde penetra el aire necesario para arrastrar los contaminantes.

Son un elemento importante en cuanto a que protegen al estudiante contra salpicaduras, rotura de vidrio y evitan la dispersión de malos olores o gases peligrosos. Deben disponer de tomas de corriente, agua, cubeta de desagüe y toma de gas.

### 2.4.- Reactivos de laboratorio.

#### 2.4.1.- Almacenamiento de productos químicos.

##### 2.4.1.1.- Generalidades y legislación.

El orden alfabético y la separación entre ciertas familias según las características y peculiaridades químicas, constituyen casi exclusivamente las pautas de almacenamiento.

Sin embargo, la creciente sensibilización ante riesgos de incendio y explosión, la consideración de sustancias cancerígenas y la aparición de normas de envasado y etiquetado van reforzando la necesidad de disponer de una organización adecuada en el almacenamiento de los reactivos. Por todo ello, es imprescindible conocer las características de peligrosidad.

También existen una serie de reacciones químicas peligrosas que pueden producirse de forma imprevisible, y que no podremos controlar si además se involucran otros productos químicos situados cerca.

Por último, tener en cuenta los metales activos con riesgo: el sodio, potasio, zinc, magnesio, bario, litio, aluminio en polvo y titanio caliente. Así mismo debemos considerar que algunos productos tienen reacción violenta con el agua, liberando hidrógeno inflamable y produciendo una explosión, como por ejemplo el sodio.

Es importante ver los catálogos de cada producto en los que se suelen incluir recomendaciones en cuanto a su almacenamiento, o incluso se pueden solicitar a la propia casa comercial.

##### 2.4.1.2.- Descripción de pictogramas y señales de peligrosidad.

A continuación se muestran los pictogramas de peligrosidad, su clasificación, riesgo de manejo y precauciones que se deberán tener. Aparecen en las etiquetas donde se guardan los productos en las que se identifica el producto y hay datos de precauciones a tener en cuenta.



PICTOGRAMA

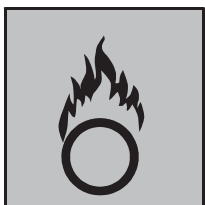
SIGNIFICADO



Explosivo  
Explosive  
Explosible **E**

**EXPLOSIVO (E):** Sustancias o preparados que pueden explotar bajo el efecto de una llama o que son más sensibles a los choques o a la fricción que el dinitrobenceno.

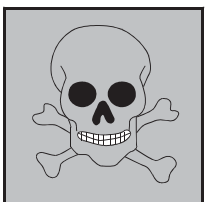
*Precauciones:* Evitar choque, percusión, fricción, formación de chispas, fuego y acción de calor.



Comburente  
Oxidising  
Comburant **O**

**COMBURENTE (O):** Sustancias y preparados que en contacto con otros, sobre todo con los inflamables, originan una reacción fuertemente exotérmica (libera calor). Se consideran como tales la mezcla sulfonítrica, el aire y el oxígeno líquidos, nitritos de sodio y potasio, agua oxigenada y muchos percloratos y peróxidos.

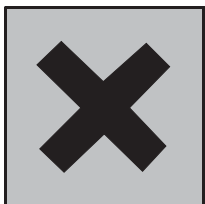
*Precauciones:* Evitar cualquier contacto con sustancias combustibles. Peligro de inflamación.



Tóxico  
Toxic  
Toxique **T**

**MUY TÓXICO (T+) Y TÓXICO (T):** Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos extremadamente graves, agudos o crónicos, e incluso la muerte.

*Precauciones:* Evitar cualquier contacto con el cuerpo humano, ya que no se pueden descartar graves daños para la salud. Se hace referencia especial a la acción cancerígena o al riesgo de alteraciones genéticas o de acción teratogénica.



Nocivo  
Harmful  
Nocif **Xn**

**NOCIVO (Xn):** Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos de gravedad limitada.

Categoría	DL <sub>50</sub> oral rata mg/Kg	DL <sub>50</sub> cutánea rata o conejo mg/Kg	DL <sub>50</sub> por inhalación en rata mg/l
Muy tóxicas	< 25	< 50	< 0,50
Tóxicas	20-200	50-400	0,50-2
Nocivas	200-2000	400-2000	2-20



**SIGNIFICADO**

**EXTREMADAMENTE INFLAMABLE (F+):** Sustancias o preparados líquidos con punto de destello inferior a 0 °C, y punto de ebullición menor o igual a 35 °C. El *punto de destello* es la temperatura mínima en grados centígrados y a 1 atmósfera de presión a la que una sustancia combustible, en contacto con el aire, se inflama.

Precauciones: Mantener lejos de las llamas abiertas, chispas y fuentes de calor.

**INFLAMABLE (F):** Sustancias y preparados cuyo punto de destello sea igual o mayor a 21 °C y menor o igual a 55 °C.

Precauciones: Las mismas que para los extremadamente inflamables.

**CORROSIVO (C):** Sustancias y preparados que en contacto con los tejidos vivos puedan ejercer sobre ellos una acción destructiva. Se incluyen todas las sustancias capaces de producir reacciones fuertemente ácidas, básicas o de deshidratación.

Precauciones: Evitar el contacto con los ojos, la piel y la ropa mediante medidas protectoras especiales. No inhalar los vapores.

**IRRITANTE (Xi):** Sustancias y preparados no corrosivos que por contacto inmediato, prolongado o repetido con la piel y mucosas, puedan provocar una reacción inflamatoria.

Precauciones: Evitar el contacto con los ojos y la piel; no inhalar los vapores.

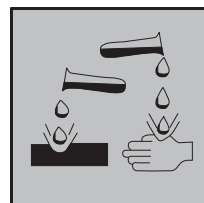
**PICTOGRAMA**



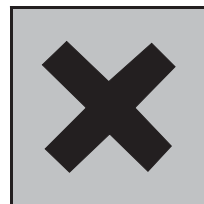
Extremadamente inflamable  
Extremely flammable **F+**  
Extrêmement



Inflamable **F**  
Flammable  
Inflammable



Corrosivo **C**  
Corrosive  
Corrosif

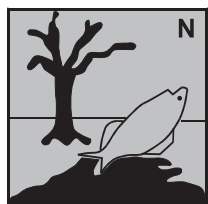


Irritante **Xi**  
Irritant  
Irritant



## PICTOGRAMA

## SIGNIFICADO



Peligroso para el medio ambiente  
Dangerous for environment **N**

**PELIGROSOS PARA EL MEDIO AMBIENTE (N):** Substancias y preparados cuya utilización presenta o puede presentar riesgos inmediatos o diferidos para el medio ambiente. Su clasificación dependerá de la concentración, forma física o lugar del vertido.

**CARCINOGÉNICOS:** Substancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan producir cáncer o aumento de su frecuencia.

**TERATÓGENOS:** Substancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan inducir lesiones en el feto durante su desarrollo intrauterino.

**MUTAGÉNICOS:** Substancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan producir alteraciones en el material genético de las células.

Finalmente, no podemos olvidarnos en este capítulo de mencionar las Señales de seguridad. Estas deberán estar en lugares concretos y fácilmente visibles. Todos deben conocer el significado de estas señales.

A continuación vemos las más importantes :

## PICTOGRAMA

## SIGNIFICADO



**SEÑALES DE PROHIBICIÓN:** Son circulares, de fondo blanco, borde y barra transversal roja y el símbolo de color rojo.



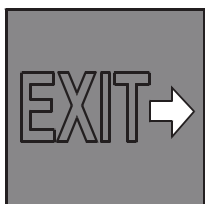
**SEÑALES DE ADVERTENCIA:** Son triangulares, de fondo amarillo y borde y símbolos de color negro.

PICTOGRAMA

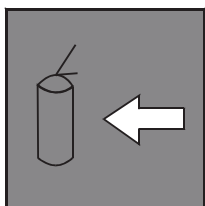
SIGNIFICADO



**SEÑALES DE OBLIGACIÓN:** Son circulares, de fondo azul y símbolo blanco.



**SEÑALES DE SALVAMENTO:** Son cuadradas, de fondo verde y símbolo blanco. Son aquellas señales que muestran la situación de los elementos de seguridad más importantes.



**SEÑALES CONTRA INCENDIOS:** Son cuadradas, el fondo de color rojo y los dibujos de color blanco.

**2.4.1.3.- Eliminación de residuos del laboratorio.**

Debido al peligro que suponen los residuos químicos para la salud y la preservación del medio ambiente, es necesaria su adecuada eliminación de los mismos.

Los residuos se acumularán en recipientes que convenientemente etiquetados y se eliminarán como ordena la ley.

Deberá prestarse especial atención a la eliminación de los residuos producidos en las prácticas, desechando cada uno atendiendo a sus características químicas y toxicidad.

**Recipientes para eliminación de residuos**

- A. Disolventes orgánicos que no contengan halógenos.
- B. Disolventes orgánicos que contengan halógenos.
- C. Residuos sólidos orgánicos.
- D. Disoluciones salinas.
- E. Residuos inorgánicos tóxicos.



- F. Combustibles tóxicos.
- G. Mercurio y residuos de sales inorgánicas de mercurio.
- H. Residuos de sales metálicas regenerables.
- I. Sólidos inorgánicos.

Los productos que se recogerán en los recipientes anteriores son los siguientes:

<b>A</b>	- Disolventes orgánicos exentos de halógenos- Reactivos orgánicos relativamente inertes, según características- Bases orgánicas o aminas, después de neutralizarlas- Nitrilos o mercaptanos, después de oxidarlos- Aldehídos después de tratarlos con hidrogenosulfito sódico- Compuestos organometálicos, después de hidrolizarlos- Peróxidos orgánicos después de destruirlos- Metales alcalinos, sus amidas y los hidruros metálicos se descomponen con 2-propanol y se neutralizan.
<b>B</b>	- Disolventes orgánicos que contienen halógenos- Reactivos orgánicos relativamente inertes, según características- Bases orgánicas o aminas, después de neutralizarlas- Nitrilos o mercaptanos, después de oxidarlos- Aldehídos después de tratarlos con hidrogenosulfito sódico- Peróxidos orgánicos después de destruirlos- Halogenuros de ácido después de esterificarlos.
<b>C</b>	- Reactivos orgánicos relativamente inertes, según características.
<b>D</b>	- Ácidos orgánicos, después de neutralizarlos- Compuestos organometálicos, después de hidrolizarlos- Ácidos inorgánicos, después de neutralizarlos- Bases inorgánicas, después de neutralizarlas- Disoluciones de sales inorgánicas- Cianuros después de oxidarlos con hipoclorito sódico- Los peróxidos inorgánicos y los oxidantes después de reducirlos- La disolución acuosa que queda después de precipitar ácido fluorhídrico y fluoruros- Las disoluciones acuosas que quedan después de inactivar y precipitar el fósforo y sus componentes- Disoluciones acuosas- Productos de limpieza.
<b>E</b>	- Disoluciones y sólidos con metales pesados- Sales de talio- Compuestos de selenio- Compuestos de berilio- Halogenuros inorgánicos después de hidrolizar y neutralizar
<b>F</b>	- Productos cancerígenos o muy tóxicos- Alquilos de aluminio.
<b>G</b>	- Compuestos de mercurio.
<b>H</b>	- Metales preciosos.
<b>I</b>	- Sales inorgánicas- Sólido de la precipitación del ácido fluorhídrico y los fluoruros- Sólidos obtenidos después de la precipitación e inactivación del fósforo y sus componentes.

Los compuestos de uranio y torio se tratan según las prescripciones legales.

Es importante destruir convenientemente filtros u otros elementos que estén contaminados de productos químicos antes de verterlos al cubo de basura general.





## 2.5.- Primeros Auxilios.

Mediante unas breves nociones en primeros auxilios lo que se pretende es conseguir que cualquier estudiante sin conocimientos previos en medicina sepa cómo actuar ante un accidente o situación de emergencia.

Debemos decir que existen dos tipos de accidentes: en primer lugar los habituales (producidos en cualquier tipo de trabajo, como golpes, torceduras, quemaduras, etc.) y por otro lado están los accidentes químicos derivados de la acción de reactivos y sustancias químicas sobre el organismo. De cualquier modo, la actuación en caso de emergencia debe seguirse en 3 pasos (PAS):

### P de proteger

Previa a cualquier actuación y que consiste en asegurarnos de que no existe peligro para el accidentado ni para el que se presta a ayudarle (tal como puede ocurrir en el caso de una electrocución).

### A de avisar

Es necesario disponer en todo momento de una lista de teléfonos de emergencia tales como ambulancias, bomberos, policía municipal, hospitales o el Servicio de Información Toxicológica.

### S de socorrer

Una vez realizados los pasos anteriores se deberán reconocer los signos vitales, esto es, la consciencia, la respiración y el pulso. Si los signos vitales están ausentes se iniciará la reanimación hasta conseguir mantener las constantes, momento a partir del cual podemos revisar el resto de las lesiones: fracturas, hemorragias, etc. El masaje cardíaco debe ir siempre acompañado de la respiración boca-boca. En el caso de que vuelva el pulso pero no la respiración se seguirá con el boca-boca, comprobando siempre el pulso por si vuelve a pararse. Es importante que la reanimación de la víctima sea realizada por una persona que tenga experiencia en primeros auxilios.

En cuanto al botiquín a mantener en cada laboratorio, éste debe responder a las necesidades del propio centro de trabajo. Debe incluir material para realizar las curas, algunos instrumentos y algunos productos farmacéuticos. No debe contener medicamentos convencionales (supositorios, jarabes...) ni otros elementos, como el termómetro clínico. Su contenido debe estar organizado y hay que revisarlo periódicamente, para que siempre haya de todo.

Lo que ha de contener un botiquín de laboratorio:

Limpieza y desinfección: agua oxigenada, alcohol de 96°, antiséptico de uso externo.

Apósitos: algodón de pelo hidrófilo, gasa estéril, gasa impregnada (tipo Linitul), tiritas surtidas, vendas (diferentes tamaños y medidas), esparadrapo.

Productos específicos: Antihistamínicos, pomada para quemaduras y bicarbonato.

Otros: Tijeras pequeñas, pinzas, guía de teléfonos de emergencia(ambulancia, servicio toxicológico, servicio médico local, etc.).



### 2.5.1.- Accidentes más usuales.

Los accidentes más comunes en el laboratorio son los cortes, las quemaduras, las salpicaduras en los ojos y las intoxicaciones.

#### 2.5.1.1.- Las quemaduras.

Nos detendremos especialmente en uno de los accidentes más comunes en laboratorios químicos.

##### a) Quemaduras por electrocución:

Pueden ser superficiales y de carácter interno, además tener otros efectos como la tetanización, paro cardio-respiratorio etc, por lo que se procederá a la evacuación urgente de la persona afectada al centro de salud más cercano, una vez recuperadas las constantes vitales. Recordemos que esto debe hacerlo una persona convenientemente entrenada. Es importante que aquel que presta su ayuda sea consciente del peligro a que se expone y tome las medidas apropiadas en cada caso; primeramente se procederá a la desconexión de la fuente eléctrica, usando si es necesario guantes de tejido aislante.

##### b) Quemaduras por fuego:

No lavarlas con agua. En estos casos hay que aplicar una pomada adecuada sobre la zona afectada, cubrirla después con apósitos de gasa estéril y actuar igual que antes.

##### c) Quemaduras químicas:

En las quemaduras provocadas por ácidos o bases hay que lavar la zona afectada con agua abundante. Después cubrir la piel con gasas (sin aplicar ninguna pomada) y acudir a un centro sanitario. Las quemaduras internas producidas por la ingestión accidental de ácidos o bases son un efecto de intoxicación que veremos más adelante.

#### 2.5.1.2.- Las intoxicaciones.

Las vías de intoxicación más frecuentes son:

- 1- Respiratoria.
- 2- Digestiva.
- 3- Cutánea y parenteral.

En casos graves (intoxicación con sustancias muy tóxicas) hay que acudir al centro sanitario más próximo. Se puede llamar al teléfono del servicio de información toxicológica. Aquí nos indicarán de que manera hay que actuar en cada caso.



Si la sustancia ingerida es un ácido o una base, no hay que provocar el vómito antes de que la persona haya tomado una gran cantidad de agua.

**TELÉFONO DE EMERGENCIAS: 112**

#### **2.5.1.3.- Salpicaduras en los ojos.**

Hay que lavar el ojo con agua abundante y a continuación ir en busca de ayuda médica.

Si dentro del ojo hay algún cuerpo extraño que haya provocado lesiones no lo sacaremos. Se cubre el ojo con un apósito y se acompañará a la persona herida al punto de asistencia sanitaria más próximo.

#### **2.5.1.4.- Cortes y heridas.**

Lavar la herida con agua limpia y jabón y después desinfectar la herida con agua oxigenada. Si el corte es superficial, se puede dejar al aire o cubrirlo con una tirita transpirable. Si el corte es profundo o si hay algún cuerpo extraño dentro de la herida, habrá que cubrirlo con cuidado y acudir a un centro sanitario.



### 3.- Instrumental

#### 3.1.- El instrumental del laboratorio.

En el laboratorio es práctica común la medida de sólidos y líquidos, preparación de disoluciones, el trasvase, la filtración, etc. Por ello resulta fundamental conocer el manejo de los aparatos e instrumental, con las precauciones y cuidados que deben seguirse para manipularlos. Podemos hacer de este modo que los resultados de un experimento químico puedan interpretarse con rigor, como producto de un trabajo bien realizado y, lo más importante, que seamos capaces de prevenir las situaciones de riesgo que puedan derivarse.

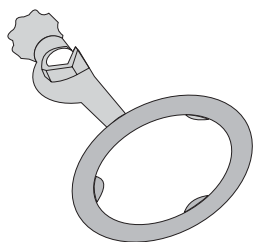
##### 3.1.1. - Descripción del material más frecuente del laboratorio.

###### 3.1.1.1.- Material metálico.

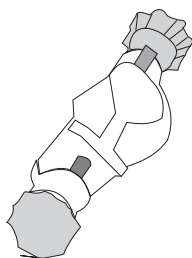
En un laboratorio se utiliza sobre todo hierro y sus aleaciones. El hierro contiene más del 1,5% de carbono. Es duro y quebradizo, por ello no debe ser golpeado. Es estable al aire seco pero con la humedad se oxida.

Las aleaciones de hierro son muchas aunque las más usadas son las de níquel y cromo, que resultan más resistentes a los reactivos que atacan al hierro.

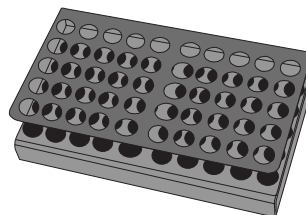
Otros metales como el cobre se usan debido a su alta conductividad, al calor y la corriente eléctrica. La plata, por otro lado, es altamente resistente al ácido clorhídrico y al álcalis, pero funde a 950 °C, por lo que no puede calentarse directamente en el mechero.



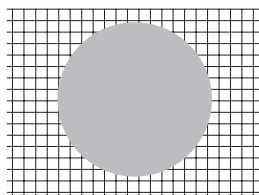
*Aro con nuez*



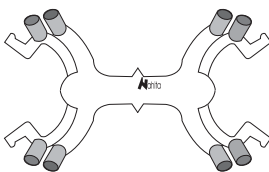
*Nuez doble*



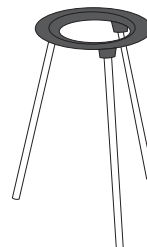
*Gradilla*



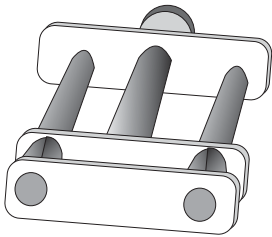
*Rejilla con centro fibra*



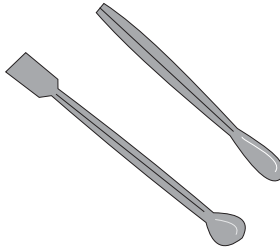
*Pinzas para buretas*



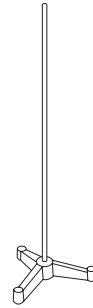
*Trípode*



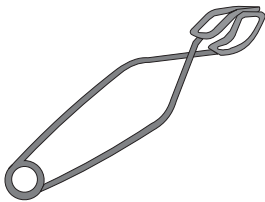
**Pinza Hoffman**



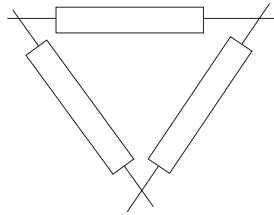
**Espátulas**



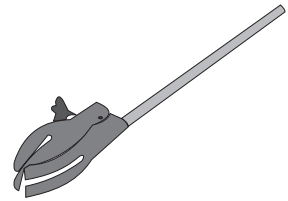
**Soporte buretas**



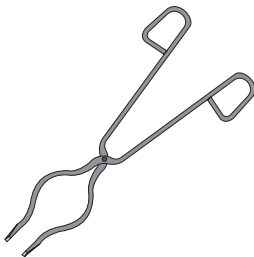
**Pinzas tubos ensayo**



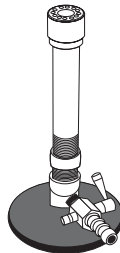
**Triángulo**



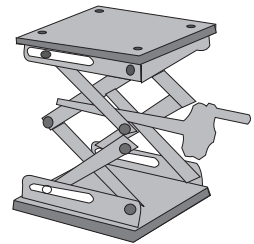
**Pinza**



**Pinza crisoles**



**Mechero Bunsen**



**Elevadores**



**Escobillones**

Las *espátulas* se utilizan para manipular sólidos. El mechero Bunsen alcanza temperaturas altas rápidamente y se utilizan para calentar recipientes y trabajar el vidrio.



### 3.1.1.2.- Material de vidrio.

Los instrumentos de vidrio son los más utilizados en laboratorios, ya que es el material que más resiste a un mayor número de agentes químicos, es fácil de limpiar y resiste bien el calor.

El vidrio utilizado debe cumplir 2 propiedades fundamentales:

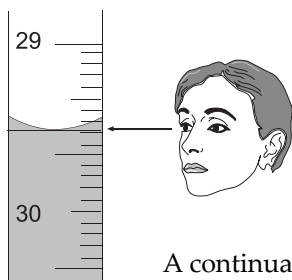
- La resistencia química a hidrólisis, ácidos y álcalis.
- Estabilidad térmica, que depende del coeficiente de dilatación del vidrio, parámetro que nos orienta sobre su resistencia a cambios bruscos de temperatura.

Los vidrios más comúnmente usados son:

*a) Vidrio sódico:* Su coeficiente de dilatación es alto, por lo que es más propenso a sufrir roturas al calentarse. Por este motivo se usa un vidrio de bajo grosor que soporta bien el calor, aunque es más vulnerable a los golpes. En cambio, el vidrio sódico grueso resiste más fácilmente los golpes y la presión.

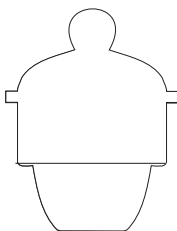
*b) Vidrio Borosilicato:* Es, después del cuarzo, el que posee una mayor proporción de  $\text{SiO}_2$  y el que posee un coeficiente de dilatación más bajo, por lo que presenta una alta resistencia a la rotura por calentamiento.

El material de vidrio es muy utilizado para la medida de volúmenes. Normalmente poseen una escala graduada (probetas, pipetas, buretas, etc) o una marca que señala un determinado volumen (matraces aforados, pipetas aforadas, etc).

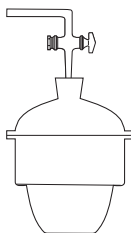


Recordemos que para realizar un buen enrase el punto de medida será el fondo de la curva que forme el líquido (menisco). El enrase se realiza en instrumentos como pipetas, buretas, matraces aforados, etc.

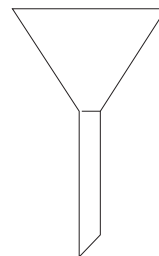
A continuación señalamos algunos instrumentos de vidrio:



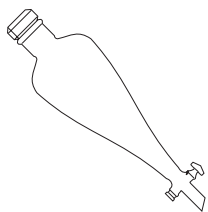
*Desecador*



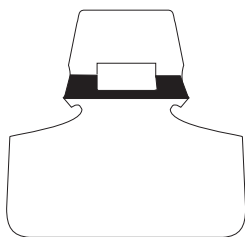
*Desecador a vacío*



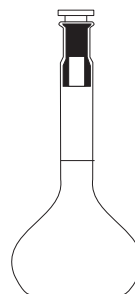
*Embudo*



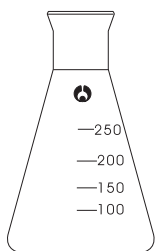
**Embudo de decantación**



**Mechero de alcohol**



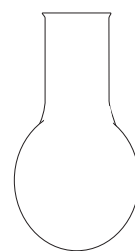
**Matraz aforado**



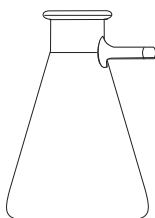
**Erlenmeyer**



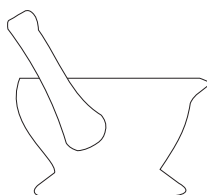
**Matraz fondo plano**



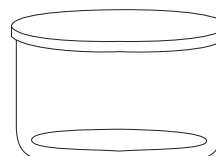
**Matraz fondo redondo**



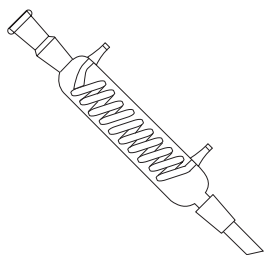
**Matraz Kitasatos**



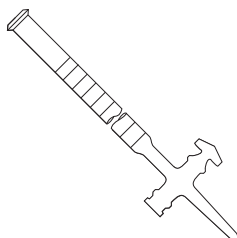
**Mortero**



**Cristalizador**



**Refrigerante**



**Bureta**



**Probeta**

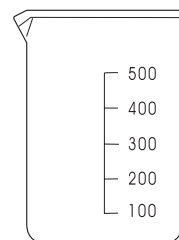




*Pipeta*



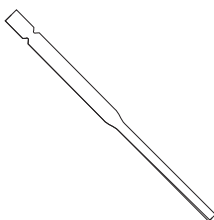
*Densímetro*



*Vaso de precipitados*



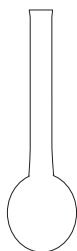
*Tubo de ensayo*



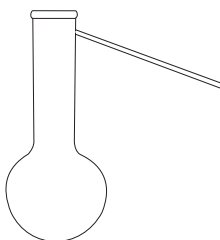
*Pipeta Pasteur*



*Vidrio de reloj*



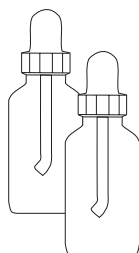
*Matraz Kjeldahl*



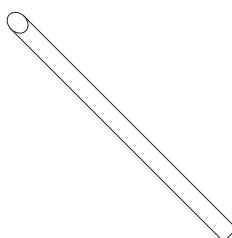
*Matraz de destilación*



*Termómetro*



*Frascos cuentagotas*



*Varillas agitadoras*



### Material volumétrico (medida de volúmenes)

Las *probetas* son instrumentos de medida de líquidos, son de muchos tamaños y están graduadas en diferentes escalas. No es un instrumento de precisión, mide volúmenes aproximados.

Las *pipetas* son instrumentos de medida del volumen más preciso; las pipetas graduadas son para volúmenes variables con menor grado de exactitud, mientras que las pipetas aforadas miden un volumen exacto. Sirven para verter un volumen determinado de líquido.

Las *buretas* son instrumentos bastante precisos, graduadas para volúmenes variables de líquidos. Se utilizan para realizar valoraciones.

Los *matraces aforados* son recipientes para medir volúmenes grandes teniendo en cuenta el enrase; con ellos obtenemos volúmenes fijos. Su utilidad principal es la preparación de disoluciones de una concentración determinada.

Los *vasos de precipitado* sirven para medir volúmenes de forma aproximada, ya que suelen estar provistos de algunas marcas indicadoras; se emplean para realizar disoluciones.

Los *erlenmeyer* se utilizan para realizar valoraciones y otros ensayos.

### Los otros materiales de vidrio

Los *desechadores* se utilizan para guardar sustancias a las cuales les afecta la humedad y también para secar.

El *matraz Kjeldahl* se utiliza para las digestiones de materia orgánica.

El *matraz de fondo redondo* sirve para mezclar sustancias y calentarlas con diversas finalidades.

Los *embudos de decantación* para separar líquidos.

El *refrigerante* en los aparatos de destilación, como controlador de la temperatura del agua.

El *densímetro* se utiliza para medir la densidad de un líquido.

### **3.1.1.3.- Material cerámico.**

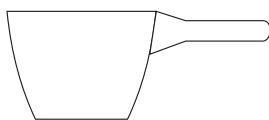
Dentro del material cerámico más común en un laboratorio podemos encontrar el vidrio de cuarzo y las porcelanas. Estas últimas son las más frecuentes por ser más resistentes a calentamientos prolongados y a temperaturas más elevadas. Son menos frágiles que el vidrio. Estos materiales presentan distinta composición y se puede considerar que una mayor proporción de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  produce una mayor resistencia térmica y una mayor estabilidad química. Sin embargo, no resisten la acción de sustancias fuertemente reductoras ni la acción de los álcalis. Se suelen utilizar para evaporaciones y calcinaciones.

No deben someterse a cambios bruscos de temperatura ya que producen su rotura.





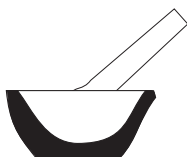
*Cápsula*



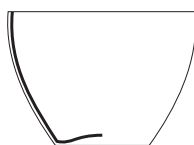
*Cazo con mango*



*Embudo Büchner*

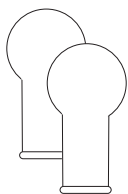


*Mortero*

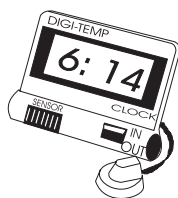


*Crisol*

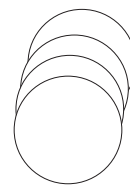
3.1.1.4.- Otros materiales.



*Tetinas*



*Termómetros digitales*



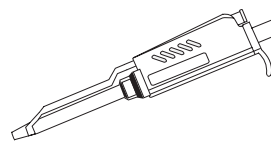
*Papel de filtro*



*Papel de pH*



*Cubetas*



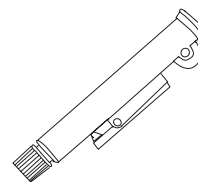
*Pipetas automáticas*



*Puntas de pipeta*



*Peras de goma*



*Aspiradores para pipetas*

## 4.- Medida

### 4.1.- Introducción

Durante las prácticas se tienen que obtener una serie de medidas como, por ejemplo, pesadas de muestras, volúmenes.... Realizar bien estas operaciones es importante para la ejecución correcta de las prácticas y para la buena obtención de resultados. Las medidas deben tomarse lo mejor posible.

El cálculo de medidas exactas siempre ha supuesto un reto en el que se intentan calcular valores precisos y rigurosos. Es un factor muy importante para cualquier usuario de un instrumento asegurarse de que lo que mide es correcto, ya que de ello dependerá que la práctica esté bien, que se obtengan buenos resultados y que sean de calidad.

En este capítulo trataremos de explicar cuestiones tan importantes como la medida, las unidades y las magnitudes, los patrones que se utilizan en un laboratorio, conceptos como trazabilidad, calibración e incertidumbre.

### 4.2.- Medición

La medida o medición se define como la operación mediante la cual es posible expresar cuantitativamente (valor numérico) la cantidad en que aparece una magnitud. También se denomina medida al resultado de esta operación. Se verifica comparando la cantidad a medir con otra cantidad de la misma magnitud, elegida arbitrariamente, a la que se denomina *unidad o patrón* de esa magnitud. Las magnitudes son por ejemplo, la longitud, el tiempo, la masa...y cada una de ellas siempre viene representada por unas unidades que veremos más adelante.

#### 4.2.1. - Magnitudes y unidades.

Para tratar el capítulo de magnitudes y unidades antes hay que saber qué sistema de unidades estamos utilizando para poder clasificarlas, y saber cuáles se van a emplear en cada medición.

##### 4.2.1.1.- Sistema de unidades.

Es necesario realizar una elección racional del sistema de unidades y determinar qué magnitudes van a ser consideradas como fundamentales.

En la actualidad, el sistema de unidades más conocido es el Sistema Internacional (SI) de unidades. Pero esto no significa que no hayan existido otros sistemas de unidades anteriormente, ni que algunos se sigan utilizando en la actualidad.

El primer sistema coherente de unidades fue establecido en Francia a finales del S.XVIII con el nombre de *Sistema Métrico Decimal*. Está basado en el metro y el kilogramo, el sistema decimal de múltiplos y submúltiplos y ha sido recogido por el SI.



#### 4.2.1.2.- Magnitudes.

Las propiedades y características que además de observables sean susceptibles de una expresión cuantitativa, reciben el nombre de *magnitudes*. La altura de un edificio, la distancia entre dos ciudades o el radio de un átomo son longitudes, casos donde se presenta la magnitud de longitud.

Magnitud es un concepto abstracto y general; los casos concretos en que se manifiestan las magnitudes, se denominan *cantidades*.

Existen dos grupos de magnitudes:

*a) Magnitudes fundamentales o primarias:* Son aquellas cuya medición puede realizarse directamente por la relación entre la cantidad a medir y la unidad, sin necesidad de efectuar mediciones de otras magnitudes. En la tabla I aparecen representadas estas magnitudes.

**Tabla I. Unidades SI fundamentales y suplementarias**

<i>Magnitud</i>	<i>Símbolo</i>	<i>Unidad</i>
<i>Fundamentales</i>		
Longitud	m	Metro
Masa	kg	Kilogramo
Tiempo	s	Segundo
Intensidad de corriente eléctrica	A	Amperio
Temperatura termodinámica	K	Kelvin
Cantidad de sustancia	mol	Mol
Intensidad luminosa	cd	Candela
<i>Suplementarias</i>		
Ángulo plano	rad	Radián
Ángulo sólido	sr	Estereorradián

*b) Magnitudes derivadas o secundarias:* Son aquellas para cuya medición es preciso recurrir a la medida de las otras magnitudes. Deben estar definidas mediante una relación matemática con las magnitudes fundamentales y debe conocerse dicha ecuación de definición para poder medirlas. En la tabla II aparecen representadas estas magnitudes.



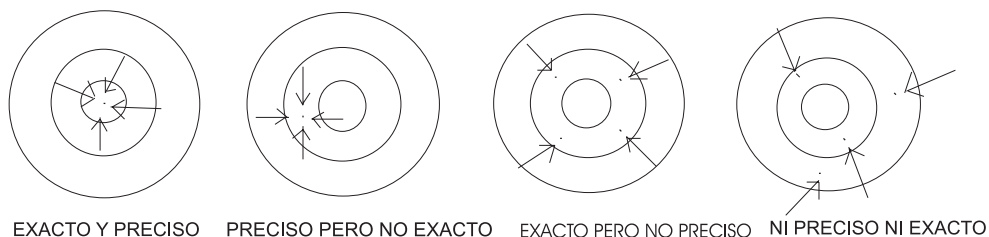
Tabla II. Unidades SI derivadas

<i>Magnitud</i>	<i>Unidad</i>	<i>Símbolo</i>
Superficie	Metro cuadrado	m <sup>2</sup>
Volumen	Metro cúbico	m <sup>3</sup>
Densidad	Kilogramos por metro cúbico	kg/m <sup>3</sup>
Velocidad	Metro por segundo	m/s
Aceleración	Metro por segundo cuadrado	m/s <sup>2</sup>
Fuerza	Newton	N
Presión	Pascal	Pa ó N/m <sup>2</sup>
Energía, Trabajo, Calor	Julio	J
Potencia	Vatio	W
Momento de una fuerza	Newton metro	N·m
Viscosidad dinámica	Pascal segundo	Pa·s
Tensión superficial	Newton por metro	N/m
Carga eléctrica	Culombio	C
Potencial eléctrico (fem)	Voltio	V ó W/A
Capacidad eléctrica	Faradio	F ó C/A
Resistencia eléctrica	Ohmio	Ω ó V/A
Conductancia	Siemens	S ó A/V
Densidad de corriente	Amperio por metro cuadrado	A/m <sup>2</sup>
Inducción magnética	Tesla	T ó Wb/m <sup>2</sup>
Flujo inducción magnética	Weber	Wb ó V·s
Intensidad del campo magnético	Amperio por metro	A/m
Inductancia	Henrio	H
Luminancia	Candela por metro cuadrado	cd/m <sup>2</sup>
Flujo luminoso	Lumen	lm ó cd·sr
Iluminancia	Lux	lm/m <sup>2</sup> ó lx
Número de ondas	1 onda por metro	m <sup>-1</sup>
Frecuencia	Hertzio	Hz
Actividad radiactiva	1 desintegración por segundo	s <sup>-1</sup>
Entropía	Julio por Kelvin	J/K



Las características que debemos tener en cuenta a la hora de medir son las siguientes:

La medida debe ser *exacta* y *precisa*. Estos dos términos no se distinguen fácilmente, *exactitud* indica lo cerca que está la medición del valor real de la cantidad medida y *precisión* se refiere a la concordancia entre un grupo de resultados. Cuando se da un valor de una medida debe acompañarse de la dispersión de los datos obtenidos en varias mediciones para conocer cuál es su posible error aleatorio.



EXACTO Y PRECISO

PRECISO PERO NO EXACTO

EXACTO PERO NO PRECISO

NI PRECISO NI EXACTO

Para dar una medida también debe tenerse en cuenta la *resolución* y el *rango* del instrumento; *resolución* es el nivel de detalle en el que pueden aparecer las medidas o los resultados, y el *rango* indica el intervalo de medidas en el que resulta fiable. Es muy importante no ofrecer más cifras significativas de las que ofrece el instrumento cuando realizamos operaciones con los resultados y mantenerse en el rango de medida para dar resultados correctos. A parte de la exactitud y precisión, otra de las cualidades importantes de los instrumentos es la *sensibilidad*. Un instrumento es tanto más sensible cuanto más claramente acuse pequeñas variaciones en el valor de la magnitud que medimos.

#### 4.2.1.3.- Cifras significativas.

Cuando se realiza una medida o se obtiene un resultado es muy importante tener en cuenta las cifras significativas, porque de ello dependerá la precisión del resultado.

Las cifras significativas son todos los dígitos que son seguros más uno que tiene algo de inexactitud (valor que nos hace alejarnos del valor real). Deben aparecer las necesarias, evitándose redondeos en procesos intermedios de cálculo para no arrastrar errores.

#### Redondeo

El redondeo consiste en ir realizando cálculos y, según lo que se va obteniendo, hacer aproximaciones de los números. Esto no se debe hacer en procesos intermedios porque puede dar lugar a errores.



Para redondear un número se deben seguir los siguientes pasos:

- Si el último decimal es igual a 5, se quita y se aumenta en una cifra el número anterior.
- Si el último decimal es mayor de 5, se aumenta una cifra al número anterior.
- Si el último decimal es menor de 5 se deja igual la cifra del número anterior.

Ejemplo: 33,95 aproximadamente es 34      90,432  $\approx$  90,4      1,977  $\approx$  1,98

### Errores de medida

Un error de medida se define como la desviación entre el resultado de la medición y el valor real.

Existen dos tipos de errores:

*a) Error aleatorio:* Es aquel que varía de manera imprevisible cuando una medición se repite, manteniendo constantes las mismas condiciones.

Los errores aleatorios disminuyen repitiendo la medida  $n$  veces. De los resultados se extrae la media aritmética y la desviación típica.

*b) Error sistemático:* Es prácticamente constante o evoluciona lenta y regularmente en función de las condiciones experimentales. Para reducir un error sistemático hay que aplicar una corrección sobre el resultado de la medición.

Este tipo de errores puede producirse por efecto de otras magnitudes de influencia, errores de ajuste de los instrumentos, la posición del objeto medido, errores del método de medida...

Los errores se pueden detectar por mediciones con distintos instrumentos o por distintos métodos: por calibración, por mediciones cambiando de forma controlada las condiciones ambientales o por comparación entre laboratorios.

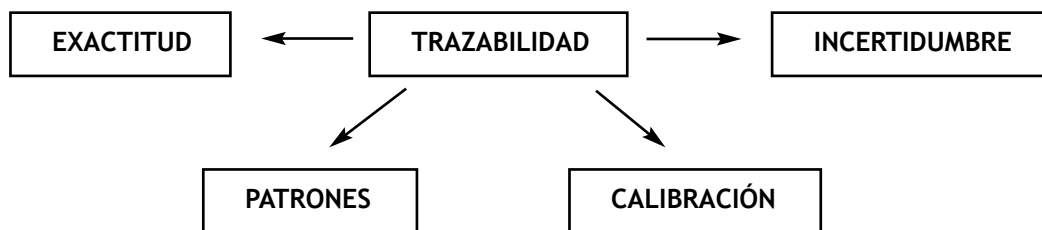
## 4.2.2. - Trazabilidad y calibración de equipos.

### 4.2.2.1.- Trazabilidad.

La trazabilidad de las determinaciones y la calibración de equipos y sistemas de medida son dos elementos que determinan la fiabilidad de los resultados. Consiste en demostrar la relación existente entre el resultado obtenido en el laboratorio y un patrón.

Es la propiedad del resultado de una medición tal que pueda relacionarse con referencias determinadas, generalmente a patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas. Como se puede ver es un concepto relacionado con la calidad de las medidas y con la calidad de los resultados. Está relacionado con conceptos como: exactitud, incertidumbre, estándares de medida y calibración. Se atribuye a resultados para caracterizar estándares, equipos de medida, metodología y muestras.





#### 4.2.2.2.- Patrones.

Los patrones son medidas materializadas, instrumentos de medida, materiales de referencia o sistemas de medida destinados a definir una unidad o un valor de una magnitud para servir de referencia.

Los *materiales de referencia* son materiales o sustancias en los que uno o más valores de una propiedad son suficientemente homogéneos y bien definidos como para ser utilizados para calibrar instrumentos, evaluar métodos o asignar valores a otros materiales.

Los *métodos de referencia* son métodos en los que se dan descripciones claras y exactas sobre las condiciones y procedimientos necesarios para la determinación exacta de uno o mas valores de una magnitud.

##### Tipos de patrones según su origen

- Medida materializada : 1 Kg, 1 m, 1s, 1 amp.
- Instrumento de medida: Electrodo de Hidrógeno.
- Material de referencia: SRM 909 a (NIST).
- Método de referencia: EM-DI.

##### Otros tipos de patrones

- Según su localización: Nacionales / Internacionales.
- Según su jerarquía metrológica: Primario y Secundario.

Los patrones secundarios son calibrados directa o indirectamente con los primarios. Tienen mucha importancia en la trazabilidad, calibración de equipos y realización de ensayos.

a) Patrón primario: Es aquel que se reconoce como poseedor de las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor se acepta sin referirse a otros patrones de la misma magnitud. Son sustancias estables y homogéneas.

- *Sustancias puras:* se llaman también "Sustancias Patrón"; se caracterizan por su alta pureza y el conocimiento exacto de su composición estequiométrica.



- *Materiales de referencia*: se utilizan para la calibración de instrumentos, asignar valores a materiales y sistemas o evaluar métodos analíticos.

*b) Patrón secundario*: Se preparan y/o contrastan frente a los patrones primarios, que son de mayor calidad metrológica. Las propiedades que posee un patrón son su invariabilidad y su posibilidad de reproducción y diseminación. Algunos de los patrones primarios y secundarios son:

### **PATRONES PRIMARIOS**

*Sustancias puras o sustancias patrón:*

Plata, Ag  
ácido sulfanílico  
Cloruro sódico  
Bilirrubina  
Colesterol

*Materiales de referencia:*

Disoluciones de KCl  
Sacarosa  
Ftalato ácido de potasio  
Lámparas de descarga  
Disoluciones de  $K_2Cr_2O_7$

### **PATRONES SECUNDARIOS O DE TRABAJO**

*Materiales contrastados:*

Disoluciones de  $H_2SO_4$   
Disoluciones de NaOH  
Disoluciones de  $Na_2S_2O_3$   
Disoluciones de  $KMnO_4$

*Materiales de referencia certificados:*

Metales pesados en suelos  
Composición nominal en alimentos y bebidas  
Elementos mayoritarios en aguas dulces  
Elementos metálicos en plantas

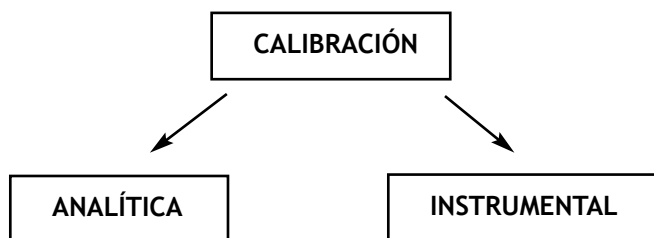


#### 4.2.2.3.- Calibración.

La calibración es el conjunto de operaciones que permiten establecer en determinadas condiciones experimentales la relación que existe entre los valores indicados por el equipo, el sistema de medida, los valores representados por un material de medición o un material de referencia y los correspondientes valores obtenidos con los patrones.

Es decir, se considera que un instrumento está bien calibrado cuando, en todos los puntos de su campo de medida, la diferencia entre el valor real de la variable y el valor indicado o registrado está comprendida entre los límites determinados por la precisión del instrumento.

La calibración compromete tanto a los instrumentos o equipos analíticos (calibración instrumental, balanzas, termómetros, pipetas...) como a las reacciones químicas (sistemas de medida) que se efectúan en el laboratorio (*calibración analítica*). Esta calibración analítica consiste en la comparación de la señal de una muestra problema con la de un patrón de calibración.



La información resultante de una calibración tiene una validez limitada; todo equipo está sometido a factores de influencia de su entorno y de sus propias características. Estos efectos múltiples son poco conocidos y es casi imposible precisar de antemano la evolución de un equipo. Es preciso calibrar cada cierto tiempo.

La calibración es la única garantía para controlar el funcionamiento de los equipos de trabajo.

Aunque la calibración no garantiza el buen funcionamiento de un instrumento, por lo general indica si su funcionamiento puede satisfacer o no las especificaciones de precisión y rango en las que se va a utilizar. El calibrado es esencial para asegurar la trazabilidad de las medidas y, como etapa implicada en el proceso analítico, aporta una incertidumbre característica que se propaga finalmente al resultado final de los análisis.

Medir es siempre comparar, para lo cual hay que disponer de patrones adecuados que sirven de referencia y el calibrado es la materialización de dicha comparación. Alrededor del calibrado existen otras actividades relacionadas, como el mantenimiento y la verificación.

Es importante definir estos conceptos:

**Mantenimiento:** Se realiza a todos los equipos o instrumentos y consiste en un conjunto de operaciones que, de una forma periódica, se realizan a los equipos analíticos encaminados a conseguir una larga vida en perfecto estado de funcionamiento.



Verificación: Se realiza en todos los equipos y es el conjunto de operaciones periódicas que se realizan a un equipo de medida para asegurar que conserva su calibración y especificaciones de funcionamiento. No se hacen correcciones sobre los equipos.

#### **Método de la calibración**

Cada vez que se calibra un instrumento se calcula su incertidumbre, que debe ser menor o igual que el límite de error probable. Para decidir la periodicidad inicial de las frecuencias de calibración se debe tener en cuenta:

- Recomendaciones del fabricante.
- Frecuencia de utilización.
- Condiciones ambientales.
- Condiciones de utilización.
- Exactitud de la medida buscada.

#### **4.2.2.4.- Incertidumbre.**

Es un parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que pueden atribuirse al valor real. No se puede asociar la incertidumbre con error porque la incertidumbre no es una equivocación que cometemos en nuestras mediciones, es más bien lo contrario, es ser capaces de estimar el margen de variabilidad que tienen dichas mediciones, con lo cual supone un mayor conocimiento sobre aquello que medimos y sobre las herramientas de medida que hemos utilizado.

El resultado analítico se representa de la siguiente manera:  $M \pm N$ , donde M es la mejor estimación de aquello que se mide y N representa la incertidumbre que afecta al resultado o su nivel de variabilidad. Las Normas ISO definen la incertidumbre como el intervalo dentro del cual se espera encontrar el valor real de aquello que se mide.

Dentro de un proceso analítico la incertidumbre se tiene en cuenta en herramientas metro-lógicas, en equipos de medida y en etapas del proceso, es decir, en el muestreo, preparación de la muestra, materiales de referencia, calibración instrumental, análisis, tratamiento de los datos, presentación de los resultados e interpretación de los resultados.



## 5.- Prácticas

### 5.1.- Comprobación de la Ley de Lavoisier.

#### Objetivos

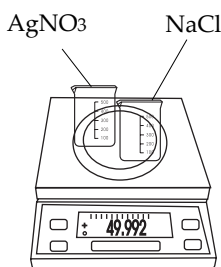
Comprobar experimentalmente que se cumple lo que dice la Ley de Lavoisier.

#### Fundamento

La Ley de Lavoisier se denomina también *Ley de conservación de la Masa*, y dice lo siguiente: la masa total de las sustancias que intervienen en una transformación química permanece constante y, por lo tanto, la suma de las masas de los reactivos ha de ser igual a la suma de las masas de los productos de la reacción.

#### Material y reactivos

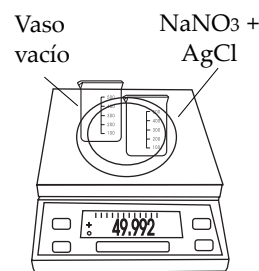
- Vasos de precipitados
- Balanza
- Nitrato de plata
- Cloruro de sodio



1- Pesar los vasos



2- Mezcla y precipitación



3- Nueva pesada y comparación con la primera

#### Procedimiento

- En dos recipientes pequeños, por ejemplo dos vasos de precipitados, verter estas soluciones por separado: nitrato de plata (0,9 g en 50 ml de agua) y cloruro de sodio (0,3 g en 50 ml).
- Colocar los dos vasos simultáneamente en la balanza y anotar el peso.
- Mezclar completamente ambas disoluciones. Podrá observar que se produce una especie de nube blanca que tiende a sedimentarse en el fondo del recipiente. Es un precipitado de cloruro de plata, sustancia insoluble que se ha producido en la reacción:



Mientras que el nitrato de sodio queda disuelto en la disolución sobrenadante:

- Volver a colocar los dos vasos en la balanza y anotar de nuevo el peso.

#### Resultados

- Observar que el peso es el mismo de antes, lo que indica que la masa del sistema antes y después de la reacción es la misma, que es lo que afirma la Ley de Lavoisier.



## 5.2.- Comprobación de la Ley de Proust.

### Objetivos

En esta actividad comprobaremos que los elementos químicos se combinan, para dar un compuesto, en una proporción constante.

### Fundamento

La Ley de Proust o *Ley de las proporciones definidas* dice lo siguiente: cuando dos elementos se combinan para formar un mismo compuesto, lo hacen siempre en proporciones de masa definidas, constantes.

### Material y reactivos

- Dos tubos de ensayo con su gradilla
- Granatario
- Probeta graduada
- Cápsula de porcelana
- Base y varilla soporte
- Nuez doble
- Arandela
- Mechero de gas y rejilla
- Ácido clorhídrico 3M (HCl)
- Granalla de cinc

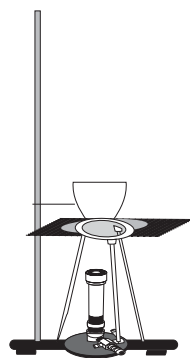
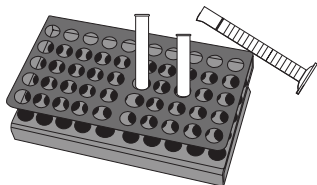
### Procedimiento

- Señalar los tubos, con lápiz, para distinguirlos (A,B); colocar en uno 2 g de cinc y en el otro 4 g

- Añadir con la probeta 10 ml de HCl a cada tubo de ensayo. Observar lo que sucede.

- Pesar la cápsula y verter en ella el líquido de uno de los tubos de ensayo (si ha quedado cinc, lavarlo con un poco de agua destilada y añadir el líquido de lavado a la cápsula; secar el cinc que no ha reaccionado y pesarlo).

- Calentar la cápsula con la disolución hasta que se forme un residuo blanco de cloruro de cinc y éste funda. Dejar enfriar la cápsula y pesarla de nuevo, anotar el resultado.



- Repetir la operación con el contenido del otro tubo. Si dispone de suficiente material (mecheros, cápsulas, etc.) puede efectuar las operaciones con los tubos en paralelo y así ahorrará tiempo.

### Resultados y cálculos

La masa de cinc que reacciona se obtiene por diferencia entre lo que se puso en el tubo inicialmente y el residuo de metal que queda en el tubo después de la reacción.

La masa de cloro que se combina con el cinc resulta de la diferencia entre el peso del precipitado blanco de cloruro de cinc y el peso de cinc que ha reaccionado.

Completar la siguiente tabla:

	<i>Cinc combinado</i>	<i>Cloro combinado</i>	<i>Cociente Zn/Cl</i>
<i>Tubo A</i>			
<i>Tubo B</i>			

### Cuestiones

- Explicar por qué los resultados numéricos obtenidos confirman la Ley de Proust
- Al añadir el ácido sobre el cinc observa la producción de burbujas, ¿de qué gas se trata?

## 5.3.- Propiedades coligativas. Crioscopía.

### Objetivos

Determinar la masa molar del azufre midiendo el *descenso del punto de congelación* del nafaleno cuando contiene una cantidad conocida de azufre disuelto.

### Fundamento

La adición de un soluto a un disolvente hace descender el punto de congelación para un solvente dado; el descenso del punto de congelación (descenso crioscópico) es directamente proporcional a la concentración de las partículas disueltas en él.

### Material y reactivos

- Mechero
- Soporte, aro y rejilla
- 2 pinzas
- 1 termómetro de 0 a 100° C
- 1 tubo de ensayo grande



- 1 vaso de 200 ml
- Naftaleno
- Azufre en polvo

### Precauciones

- Mirar la etiqueta de los productos que se van a utilizar para asegurarse que no tienen peligrosidad especial.
- El proceso de calentamiento de la mezcla naftaleno-azufre es necesario hacerlo con precaución. Al sobrecalentar existe el peligro de que arda el vapor de naftaleno, que es inflamable.
- Es necesario vigilar la escala termométrica, sacándola inmediatamente después de terminar los procesos experimentales para evitar que la columna de mercurio suba excesivamente.
- No debe verterse jamás el naftaleno líquido por el desagüe.

### Procedimiento

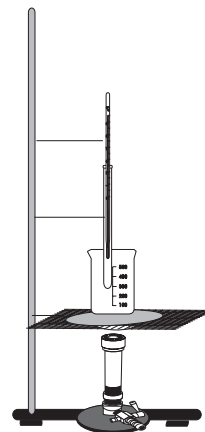
- Montar un dispositivo como el de la figura.
- Pesar 20 g de naftaleno y ponerlo en un tubo de ensayo grande para obtener su punto de fusión. Para ello calentar el conjunto hasta  $90^{\circ}\text{C}$ .

- Retirar el mechero. Medir el tiempo con un cronómetro, anotar la temperatura cada 30 s hasta que sea constante. Con los datos obtenidos se puede dibujar la curva de enfriamiento del disolvente.

- Pesar 2 g de azufre en polvo. Mezclar con el naftaleno anterior fundiendo la mezcla y agitando para homogeneizar ésta. Como en el caso anterior, obtener la curva de enfriamiento hasta temperatura constante.

- Repetir las curvas de enfriamiento 2 ó 3 veces y elegir la curva más fiable. En cuanto a la curva de enfriamiento del naftaleno, sabiendo que su punto de fusión está en un intervalo de temperatura de  $79\text{-}80^{\circ}\text{C}$ , se elige la que más se acerque a ese valor, es decir, tiene que ser la temperatura constante, y en cuanto a la curva de la disolución de las tres, ver las temperaturas constantes que más coincidan y apuntar ese dato de temperatura.

- Fundir de nuevo la disolución, verterla sobre un papel arrugado y tirarla en el lugar indicado por el profesor.



Resultados y tratamiento de los datos experimentales

- Representar las curvas de enfriamiento del disolvente y de la disolución interpretando sus características (temperatura en ordenadas y tiempo en abscisas).

- Calcular la masa molar del azufre en la disolución. Se determinará la masa molecular del azufre observando el descenso crioscópico de una disolución en la que se conocen las masas de azufre y naftaleno utilizado como disolvente. Del descenso crioscópico determinado, deducir el número de moles de soluto disuelto en 1000 g de naftaleno. Como se conoce la masa de azufre que este número de moles representa, obtener la masa de un mol de azufre.

- Obtener la fórmula del azufre en la disolución.

Cálculos

- Con la curva de enfriamiento del naftaleno obtener el punto de congelación del naftaleno.

- Con la curva de enfriamiento de la disolución obtener el punto de congelación de la disolución.

- Conociendo que la constante crioscópica del naftaleno es=  $6,8^{\circ} \text{C} \cdot \text{Kg/mol}$ :

- Calcular la masa molar del azufre en la disolución mediante la siguiente fórmula:

$$M = K_c \cdot (m \cdot 1000 / n \cdot \Delta t) \text{ donde: } M = \text{masa molecular del azufre,}$$

$$K_c = \text{constante crioscópica del naftaleno,}$$

$$m = \text{masa del soluto,}$$

$$n = \text{masa del disolvente,}$$

$$\Delta t = \text{variación de temperatura.}$$

$$\Delta t = \text{temperatura de congelación del disolvente puro} - \text{temperatura de congelación de la disolución}$$

- Fórmula del azufre en la disolución:

$$\text{Número de átomos} = \text{masa molecular obtenida} / \text{masa atómica del azufre}$$





#### 5.4.- Disoluciones de concentración exacta.

##### Objetivos

- Preparar una disolución de concentración exacta. Por ejemplo, NaCl 2M.
- Preparar 125 ml de HCl 0,1 M.

##### Fundamento

En toda disolución intervienen, como mínimo, dos sustancias: el disolvente y el soluto. El disolvente es el componente mayoritario de la disolución y el soluto es el componente minoritario. Hay varias formas de expresar la concentración:

- En forma de % (de soluto en la disolución).
- Indicando la masa de soluto que contiene un volumen determinado de disolución (g/ml).
- Molaridad (mol/l).

Es una operación imprescindible en cualquier laboratorio de química. En esta práctica se van a realizar dos ejemplos de Molaridad.

##### Material y reactivos

- Matraces aforados
- Balanza
- Placa de vidrio
- Espátula
- Vidrio de reloj
- Embudo
- Pipeta o cuentagotas
- Tapón para el matraz
- Etiqueta
- Cloruro sódico (NaCl)
- Ácido clorhídrico (HCl)

##### Procedimiento

- Saber cuáles son las características de la disolución que queremos obtener, es decir, el disolvente, el soluto, el volumen de la disolución y su concentración.

- El volumen de la disolución se tiene que ajustar al volumen de los matraces aforados disponibles de 500 ml, 250 ml...

- Calcular las cantidades necesarias con la fórmula correspondiente y con los datos que vienen en la etiqueta del frasco.



- La cantidad de gramos de soluto se pesa en una balanza.
- El soluto se extrae de su envase volcando con cuidado una pequeña cantidad en una placa de vidrio; después con una espátula se toma la cantidad necesaria y se deposita sobre un vidrio de reloj. El exceso se va retirando con la espátula y se deshecha.
- El soluto pesado se introduce en un matraz aforado de volumen V con la ayuda de un embudo; las partículas que se adhieren a la superficie del embudo son empujadas con agua destilada desde un frasco lavador.
- Se añade agua destilada hasta la mitad y se agita con moderación hasta que las partículas del soluto se hayan disuelto completamente.
- Se añade agua destilada hasta la señal de enrase; los últimos mililitros se tienen que añadir con una pipeta o un cuentagotas, para no pasarse del enrase.
- Tapar la boca del matraz con un tapón y voltear un par de veces para homogeneizar la disolución.
- Se trasvasa el líquido a un frasco en cuyo exterior se anota el soluto y concentración, siendo muy conveniente que figure también la fecha de la preparación y el nombre de la persona que lo ha preparado.

### Cálculos

- Fórmula utilizada para calcular los gramos a pesar:

$$M = (\text{moles de soluto/litro de disolución})$$

$$\text{Moles de soluto} = g \text{ de soluto} / P_m$$

donde:  $M$  = molaridad,

$P_m$  = peso molecular del soluto.

- Cálculos para la preparación de la disolución propuesta:

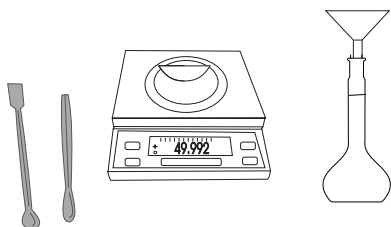
500 ml de NaCl 2M  $P_m = 58,44$  g mol

moles de NaCl =  $2 * 0,5 = 1$  mol de NaCl

gramos de NaCl =  $1 * 58,44 = 58,44$  g de NaCl

Se pesan, se disuelven con agua destilada y se enrasan a 500 ml en matraz aforado y con la ayuda de una pipeta o cuentagotas. Así hemos obtenido la disolución propuesta.





Para preparar una disolución donde el soluto es líquido, como por ejemplo 125ml de HCl 0,1 M, en lugar de trabajar con su masa se calcula el volumen necesario a partir de su densidad, cuyo dato se encontrará en el bote de HCl.

- Cálculos para la preparación de la disolución propuesta:

125 ml de HCl 0,1 M;  $d=1,19 \text{ Kg/l (g/ml)}$ ;  $P_m= 36,46$ ; Pureza= 37 %;

$0,1=(\text{moles HCl}/0,125 \text{ l}) \Leftrightarrow \text{moles} = 0,0125$ ;

$\text{g HCl} = \text{moles} * P_m = 0,0125 * 36,46 = 0,45 \text{ g}$ ;

$(0,45 \text{ g puros}/37\text{g puros}) * 100 \text{ g disolución}= 1,23 \text{ g de disolución de HCl}$ ;

$V= (\text{g}/d)= (1,23/1,19) = 1,03 \text{ ml de HCl}$ ;

Se toman 1,03 ml de la botella de HCl con una pipeta, se trasvasan a un matraz aforado de 125 ml y se enrasa con agua destilada para obtener la disolución de 125 ml de HCl propuesta.

### 5.5.- Semejanzas y diferencias de los elementos de un grupo.

#### Objetivos

Observar experimentalmente algunas semejanzas entre los elementos del grupo de los Halógenos, y al mismo tiempo, caracterizar algunas diferencias entre unos elementos y otros.

#### Fundamento

Los halógenos son formadores de sales con metales, la más conocida es el cloruro de sodio o más conocido como sal de mesa. En estos compuestos, de naturaleza iónica, los halógenos aparecen como iones monovalentes llamados haluros en general: son el fluoruro ( $F^-$ ), cloruro ( $Cl^-$ ), bromuro ( $Br^-$ ) y yoduro ( $I^-$ ).

#### Material y reactivos

- Fluoruro potásico (KF)
- Cloruro potásico (KCl)
- Bromuro potásico (KBr)
- Ioduro potásico (KI)
- Nitrato de plata ( $AgNO_3$ )



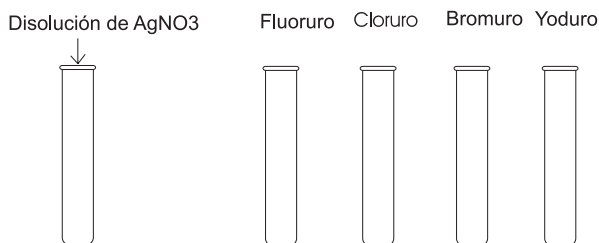
**Procedimiento**

- Preparar disoluciones 0,1M de estas sales y de nitrato de plata  $\text{AgNO}_3$ . Sugerimos que el volumen de cada disolución sea de 50 ml.

- Observar las disoluciones de los haluros. Tendrá a la vista dos semejanzas entre los elementos de este grupo, que son solubles en agua y que sus disoluciones son igualmente incoloras.

- Disponer de 4 tubos de ensayo con un haluro en cada tubo. Añadir a cada tubo unas gotas de la disolución de nitrato de plata.

- Observar el resultado: en todos los tubos menos en uno se observa la formación de precipitados. Describir la gradación entre sus colores.

**Resultados**

- Observar las disoluciones de haluros.

- Observar las disoluciones después de añadir nitrato de plata.

- Sabiendo que los precipitados son haluros de plata, escribir las correspondientes reacciones.

**5.6.- Reacciones químicas.****Objetivos**

Estudiar algunas reacciones químicas en las que intervienen diversos tipos de sustancias: metales, gases, ácidos, bases y compuestos orgánicos.

**Material y reactivos**

- Gradilla con tubos de ensayo

- Tubos cuentagotas

- Pinzas de madera

- Vasos de precipitados

- Mechero de gas



- Metales: hierro, cinc y cobre
- Ácidos en disolución acuosa al 50%: ácido clorhídrico HCl (aq), ácido nítrico HNO<sub>3</sub> (aq) y ácido sulfúrico H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>(aq)
- Base: Amoniacó diluido NH<sub>3</sub> (aq)
- Sales: carbonato de calcio CaCO<sub>3</sub>, sulfuro de sodio Na<sub>2</sub>S, sulfato de cobre (II) CuSO<sub>4</sub>, carbonato de cobre (II) CuCO<sub>3</sub>, nitrato de plomo(II) Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, sulfito de sodio Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>
- Otros compuestos: óxido de calcio CaO, etanol o alcohol etílico CH<sub>3</sub>-CH<sub>2</sub>OH, ácido acético CH<sub>3</sub>-COOH.

### Precauciones

- Cuidado con los ácidos porque atacan y dañan la materia orgánica.
- Tras cada reacción, limpiar los tubos y no arrojar los residuos sólidos al lavabo del laboratorio.
- Ventilar bien el laboratorio y trabajar en vitrina de gases para evitar en lo posible la inhalación de los gases que se puedan producir. No olerlos directamente.

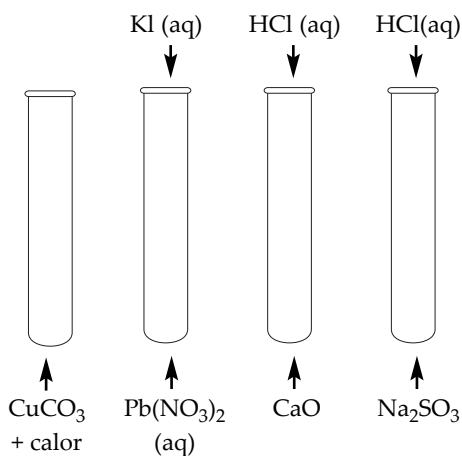
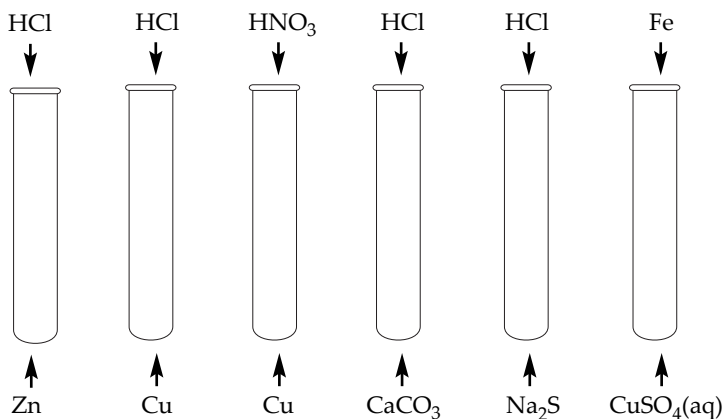
### Procedimiento

- Describir lo que ocurre en cada reacción. Si no se observa ataque, calentar suavemente a la llama sujetando el tubo con las pinzas sin apuntar a otra persona para ver si se produce la reacción, teniendo cuidado de no confundirla con la posible ebullición del líquido del tubo. Se anota en el cuaderno si:

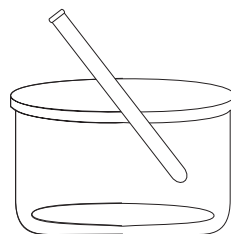
- La sustancia es atacada o no (ataque violento o suave).
- El tubo se calienta (reacción exotérmica) o se enfría (reacción endotérmica).
- Se desprende algún gas (aparición de burbujas. Olor y color de este gas).
- La sustancia desaparece, es decir, reacciona totalmente.
- Aparece una nueva sustancia sólida. Aspecto que tiene.
- Se producen cambios en la coloración.

- El procedimiento consiste en poner una pequeña cantidad de sustancia en un tubo de ensayo sujetándolo por medio de unas pinzas y añadir el otro reactivo. Observar la reacción y anotar las observaciones. Seguir la secuencia indicada en los dibujos.





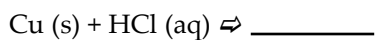
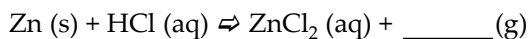
Ácido acético (aq y gotas de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)



Agua en el recipiente y etanol en el tubo. Calentar al baño maría.

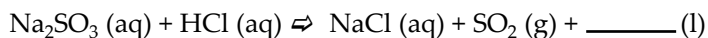
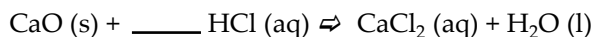
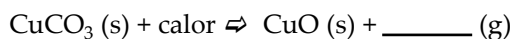
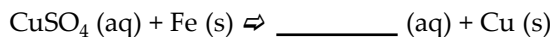
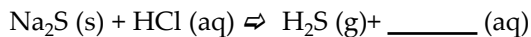
### Resultados

- Anotar todas las observaciones realizadas en cada caso.
- Completar y ajustar las siguientes ecuaciones correspondientes a las reacciones producidas:



$\text{Cu (s)} + \text{HNO}_3 \text{ (aq)} \rightleftharpoons \text{Cu(NO}_3)_2 \text{ (aq)} + \text{NO (g)} + \text{_____ (l)}$  (Si el ácido está suficientemente concentrado se puede obtener también NO<sub>2</sub>)





### 5.7.- Estandarización de la solución de hidróxido de sodio con ftalato ácido de potasio.

#### Objetivos

Aprender a estandarizar sustancias con patrones primarios.

#### Fundamento

La **estandarización** es el proceso mediante el cual se determina con exactitud la concentración de una solución. Una solución se estandariza mediante una **titulación**; en ella la disolución reacciona con un estándar primario previamente pesado. Los estándares primarios deben de ser puros, estables y tener un peso equivalente razonablemente elevado para minimizar los errores al pesarlo.

Para estandarizar las soluciones básicas contamos con una cantidad de buenos estándares primarios. Aquí se dan las instrucciones para utilizar ftalato ácido de potasio, pero se pueden modificar con facilidad para adaptarse a otro estándar.

Además de estandarizar bases, se pueden estandarizar ácidos y otras sustancias, es decir, todas aquellas que tengamos que utilizar para valorar.



**Material y reactivos**

- Horno
- Desecador
- Matracas erlenmeyer
- Probeta
- Bureta
- Hidróxido de sodio (NaOH)
- Ácido clorhídrico (HCl)
- Fenolftaleína
- Ftalato ácido de potasio

**Procedimiento**

- Colocar en un frasco limpio, para pesar, de 4 a 5 g de ftalato ácido de potasio puro y secar la muestra en un horno a 110° C por lo menos durante una hora.

- Enfriar el frasco y su contenido en un desecador (el ftalato ácido de potasio es relativamente no higroscópico "no retiene agua" y se puede omitir el proceso de secado).

- En una serie numerada de tres matraces Erlenmeyer pesar de 0,7 a 0,9 g de ftalato ácido de potasio.

- Registrar los pesos.

- A cada uno de los matraces adicionarles 50 ml de agua destilada con una probeta y agitar el matraz con suavidad hasta que la muestra se disuelva.

- Agregar dos gotas de fenolftaleína a cada matraz (la fenolftaleína es un indicador).

- Enjuagar y llenar una bureta con la solución de hidróxido de sodio.

- Titular la solución del primer matraz usando el hidróxido de sodio hasta alcanzar el primer color rosa permanente.

- Puede utilizar la solución de ácido clorhídrico que está en otra bureta para una retrotitulación, si lo necesita.

- Repetir la titulación con las otras dos muestras y registrar todos los datos.

- Calcular la normalidad de la solución de hidróxido de sodio para cada una de las tres determinaciones.

- Promediar estos valores .





### 5.8.- Valoración de un vinagre.

#### Objetivos

Estudiar un tipo de valoración ácido-base, en concreto la de un ácido débil (ácido acético de un vinagre) con una base fuerte (hidróxido sódico).

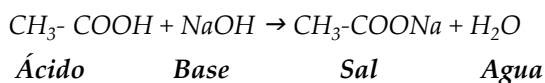
#### Fundamento

Mediante una volumetría una disolución que contiene una cantidad de sustancia desconocida puede analizarse por su reacción con un reactivo del que se conoce con precisión su número de moles.

En esta experiencia, a partir de una disolución valorada de NaOH (con una disolución tipo primario), se calculará la concentración de una disolución de ácido acético.

El vinagre de vino es una disolución acuosa de varias sustancias, entre ellas el ácido acético.

Para realizar la valoración utilizamos la reacción del ácido acético con el hidróxido sódico que, como toda reacción, tiene lugar equivalente a equivalente (en este caso también se produce mol a mol).



(1 equivalente-gramo de ácido reacciona con un equivalente-gramo de base para dar 1 equivalente-gramo de sal). El punto de equivalencia lo pone de manifiesto el viraje del indicador con un cambio de color en la disolución.

#### Material y reactivos

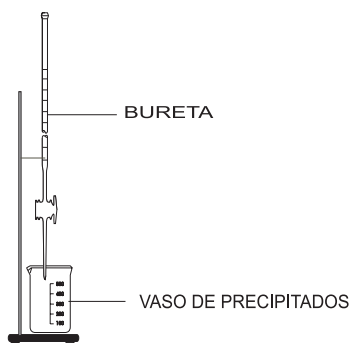
- Bureta(soporte de bureta)
- Nuez y pinza
- Pipeta (2,5 ó 10ml)
- Varilla de vidrio
- 2 vasos de precipitados
- Vinagre incoloro
- Disolución valorada de NaOH 1M
- Disolución indicadora de fenolftaleína.

#### Procedimiento

- Llenar la bureta con disolución de NaOH hasta más arriba del cero y colocar el vaso que contiene el NaOH debajo de ella. Dejar caer gota a gota el NaOH hasta enrasar el cero, procurando que no haya burbujas de aire en el recorrido del líquido.



- Tomar 2,5 ó 10 ml de vinagre, medidos exactamente con la pipeta, y colocarlos en un vaso; diluir con agua. Adicionar 3 ó 4 gotas de fenolftaleína
- Colocar el vaso que contiene el vinagre debajo de la bureta y encima de un papel blanco.
- Añadir, gota a gota, el hidróxido sódico sobre el vinagre hasta que se produzca el viraje del indicador (color persistente durante unos segundos, aproximadamente 30) de incoloro a rosa persistente.
- Anotar los ml de disolución de NaOH gastados.
- Repetir el proceso al menos dos o tres veces más.
- De las tres valoraciones sacar la media del volumen de NaOH para realizar los correspondientes cálculos.



### Resultados y cálculos

#### a) Masa del ácido acético:

En el punto de equivalencia:

Equivalente ácido = equivalente base

$$N_A \cdot V_A = N_B \cdot V_B$$

$$N_A = \text{_____ eq/l} \quad (\text{expresar } V_A \text{ y } V_B \text{ en litros})$$

$$N_A(\text{eq/l}) \cdot \text{Peso equivalente}(\text{g/eq}) \cdot V_A(\text{l}) = \text{_____ g de ácido acético en el vinagre}$$

$$\text{Peso equivalente} = P_m / \text{valencia}$$

*valencia* = número de protones o de OH intercambiados en la disolución.

#### b) Masa de vinagre (se puede obtener por pesada):

$$M = V_A(\text{ml de vinagre}) \cdot r = \text{_____ g}$$

$$(r = 1\text{g/ml})$$

#### c) Porcentaje de acidez del vinagre:

$$(\text{Masa ácido acético/masa vinagre}) \cdot 100 = \text{_____ \%}$$

Comparar este tanto por ciento con el que señala la botella.



**Cuestiones**

- ¿Por qué se utiliza la fenolftaleína? Si no se dispone de fenolftaleína, ¿qué otro indicador se puede utilizar?
- ¿Por qué es mejor utilizar vinagre incoloro?
- Las variaciones en el volumen de vinagre al añadir agua al vinagre antes de la valoración, ¿modifican el punto de equivalencia?
- El pH de la disolución resultante, ¿es ácido, básico o neutro? ¿por qué?

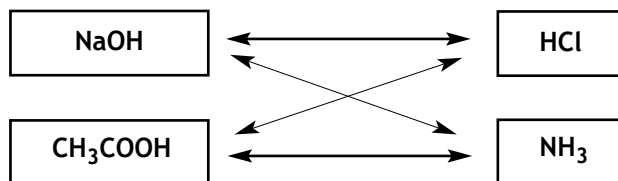
**5.9.- Obtención de curvas de valoración ácido - base.**

**Objetivos**

Realizar valoraciones ácido-base utilizando un pH metro.

**Fundamento**

En esta experiencia obtendrá cuatro tipos de curvas que corresponden a cuatro tipos de valoración usando un ácido fuerte o débil y una base fuerte o débil:



Para cada combinación se vierte la base desde la bureta en pequeñas cantidades a 25 ml de ácido y se mide el pH en cada adición con un pH metro. Se representará para cada volumetría el pH frente a la cantidad de base añadida (en total cuatro).

El concepto de pH va ligado a la acidez de una disolución, es decir, a la concentración de protones.

Un *pH-metro* es un aparato que sirve para realizar medidas de pH. Sus dos electrodos suelen encontrarse unidos formando lo que se denomina un *electrodo combinado*. Las medidas efectuadas de este modo suelen ser más precisas y rápidas que las efectuadas con papel de pH o indicador. El pH metro debe estar inicialmente calibrado y para ello se habrán empleado dos disoluciones patrón.



**Materiales y reactivos**

- Bureta
- Pipetas
- Matraces aforados
- Erlenmeyer
- Balanza
- Vasos de precipitados
- pHmetro
- Ácido clorhídrico (HCl) 0,10 M
- Ácido acético (CH<sub>3</sub>COOH) 0,10M
- Amoníaco (NH<sub>3</sub>)0,10M
- Hidróxido sódico (NaOH) 0,10M

**Precauciones**

- Al estar manejando ácidos y bases, antes de empezar a trabajar se deben mirar las normas de peligrosidad correspondientes a los cuatro productos utilizados, que se encontrarán en las etiquetas de estos productos comerciales.

- Al empezar a utilizar el pH metro se debe calibrar con disolución tampón de pH conocido y realizar un buen lavado del electrodo con un chorro de agua destilada.

- Nunca se debe agitar con el electrodo; para agitar hay que utilizar un magneto (imán).

- Se necesitará conocer el punto de equivalencia para cada valoración para añadir menos cantidad de álcali desde la bureta cuando nos estemos acercando a él.

**Procedimiento**

- Pipetear 25,0 ml de ácido acético 0,10 M en un vaso de precipitados de 100ml. A continuación introducir en la disolución el electrodo del pH metro y leer el pH inicial del ácido.

- Llenar una bureta con disolución de hidróxido de sodio 0,10 M previamente valorada.

- A continuación ir añadiendo desde la bureta, en sucesivos volúmenes, 5 ml de la disolución básica teniendo en cuenta que, cuando se acerque el punto de neutralización, la adición debe ser de 0,5 ml. Agitar la disolución después de cada adición.

- Medir el pH de la disolución cada vez que se haga una adición.

- Añadir la disolución básica desde la bureta hasta unos pocos ml más que los que se corresponden con el punto de equivalencia.

- Repetir lo mismo con otras de las combinaciones de ácido y base.

**Tratamiento de los datos experimentales**

- Registrar en una tabla los pH obtenidos para cada adición de álcali que se haya hecho.

- Representar gráficamente el pH en función del volumen de álcali añadido.

- Determinar para cada experiencia realizada el volumen correspondiente a la neutralización.

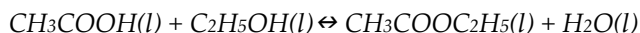
- Explicar a qué se deben las diferencias entre las distintas gráficas obtenidas.



### 5.10.- Determinación de la constante de equilibrio.

#### Objetivos

- Comprobar que para la reacción de esterificación



existe un estado de equilibrio entre reactivos y productos al que se llega, cualquiera que sea el estado inicial del sistema.

- Calcular la constante de equilibrio por análisis químico de la mezcla de equilibrio.

#### Fundamento

Para medir la constante de equilibrio de una reacción química hay que medir las concentraciones de reactivos y de productos en el equilibrio, y esto presenta algunas que otras dificultades. Esta reacción se cataliza por iones  $\text{H}^+$ . La ventaja de estudiar esta reacción es que cinéticamente es muy lenta, siendo posible medir las concentraciones de los reactivos por volumetría sin alterar el equilibrio.

La experiencia consta de dos partes:

- Se prepararán varias mezclas de diferentes reactivos y/o productos, cuyas composiciones se calculan.
- Al cabo de una semana se analizará la composición de las mezclas en equilibrio valorando el ácido, y a partir de él se deducen las concentraciones del resto de las especies.

#### Material y reactivos

- Tubos de ensayo (diámetro aprox. 25 mm)
- Tapones de corcho
- Gradilla
- Bureta
- Vasos de precipitados
- Soporte y pinzas de bureta
- Pipetas (5 y 10 ml)
- Ácido clorhídrico (HCl) 3,0 M
- Hidróxido sódico (NaOH) 1.0 M
- Acético glacial
- Etanol absoluto
- Acetato de etilo ( $\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3$ )
- Fenolftaleína



**Precauciones**

- La reacción es muy lenta a temperatura ambiente, por lo que se realiza en presencia de HCl como catalizador. A pesar de esto el equilibrio tarda en establecerse varios días.
- Se utilizan ácidos y bases, que son irritantes y corrosivos.
- El manejo de los reactivos y su traslado a las buretas se debe hacer rápidamente para evitar la evaporación.

**Procedimiento****a) Mezclas iniciales:**

1- Numerar cinco tubos en los que se pondrán las especies y cantidades indicadas en el cuadro.

<i>Tubo</i>	<i>HCl(ml)</i>	<i>Acético(ml)</i>	<i>Etanol(ml)</i>	<i>Acetato(ml)</i>
1	10	5	5	0
2	10	5	0	5
3	10	0	5	5
4	10	5	3	2
5	10	3	3	4

2- Tapar bien los tubos, cuidando que no se escape ni líquido ni vapor. Guardar durante una semana, agitando de vez en cuando.

3- Valorar el HCl y determinar su concentración (ver valoraciones ácido-base).

4- En un vaso preparar una mezcla de 5 ml de HCl, 5 ml de acético y 10 ml de agua. Valorar muestras de 5 ml. Calcular la concentración de acético por diferencia entre las dos valoraciones (con NaOH de concentración exactamente conocida, es decir previamente valorada).

5- Los moles de HCl y acético se calcularán a partir de las concentraciones respectivas encontradas en las valoraciones anteriores y los volúmenes añadidos a los tubos de tales ácidos.

6- Los moles de etanol y acetato iniciales en cada uno de los tubos se calculan utilizando como datos el volumen, densidad y masa molecular respectivamente.

7- La cantidad de agua en cada tubo es la que acompaña al HCl como disolvente (los demás líquidos son prácticamente puros).

**b) Determinación del equilibrio**

1- Añadir a cada tubo 20 ml de agua y agitar (se pretende diluir el ácido para gastar menos sosa en la valoración).

2- Cargar la bureta con NaOH 1,0 M. Tomar del tubo 1 muestras sucesivas de 5 ml y valorarlas.



3- Deducir de las valoraciones los moles totales de ácido en el tubo 1 y anotarlos en la tabla de abajo. Repetir los pasos 2 y 3 para los siguientes tubos.

4- El HCl actúa como catalizador y por ello no se consume en la reacción, quedando la misma cantidad en el equilibrio que en las mezclas iniciales. De aquí que la cantidad de HAc se calcula por diferencia entre el ácido total y el HCl.

5- Conociendo la cantidad de acético deducir las demás especies, con ayuda de un planteamiento como el siguiente:

	HAc	EtOH	AcEt	H <sub>2</sub> O
<b>Tubo 1 mmoles iniciales</b>	a	b	0	d
<b>Tubo 1 mmoles equilibrio</b>	a-x	b-x	x	x+d

6- Razonar el planteamiento para los demás tubos.

**Tratamiento de los datos experimentales y cálculos**

**1- Cantidades iniciales:**

- Concentración y moles de HCl.
- Concentración y moles de ácido acético.
- Moles de etanol y de acetato siguiendo la siguiente ecuación, con los datos de densidad, volumen y peso molecular.

$$r = m/V; \quad mol = m/Pm.$$

**2- Cantidades en el equilibrio:**

- Valoraciones de las muestras de los tubos.
- Moles de ácido y moles de las demás sustancias.
- Completar la siguiente tabla con todos los datos, calcular Kc para cada tubo y la Kc media de todos ellos, que se tomará como la constante de equilibrio.

Tubo	Cantidades iniciales					Cantidades en equilibrio					K
	HCl	HAc	EtOH	AcEt	H <sub>2</sub> O	HCl	HAc	EtOH	AcEt	H <sub>2</sub> O	
1											
2											
3											
4											
5											

- Calcular la constante de equilibrio, mediante la siguiente fórmula:

$$K = ([Acético] * [Etanol] / [Acetato]*[H_2O])$$

3- Comparar los resultados con los obtenidos por otros miembros del grupo y los tabulados.



### 5.11.- Purificación de alcohol de quemar.

#### Objetivos

- Comprender el fundamento y aplicaciones de la destilación sencilla.
- Aprender a realizar el montaje de una destilación sencilla.

#### Fundamento

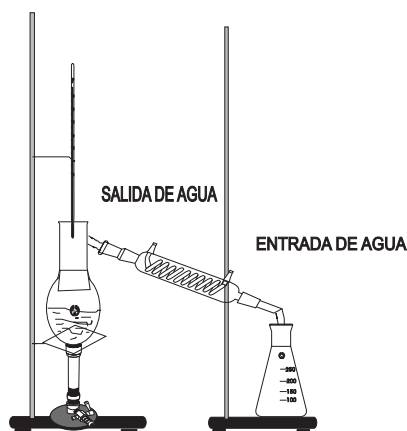
Es una destilación sencilla que consiste en la separación de las impurezas de un líquido calentándolo hasta que se ponga en forma de gas. Al llegar al punto de ebullición comienza a destilar y por condensación se vuelve a licuar, quedándose las impurezas en el matraz de destilación.

#### Material y reactivos

- Matraz de destilación
- Conexión matraz-refrigerante
- Refrigerante
- Alargadera
- Termómetro
- Ayuda para unir el refrigerante con el matraz colector
- Matraz colector o erlenmeyer de 250ml
- Manta eléctrica
- Pinzas, gomas, porcelana, vaselina, cinta aislante
- Una probeta
- Alcohol comercial

#### Procedimiento

- Montar el aparato de destilación sencilla untando todos los elementos necesarios con vaselina, según el siguiente esquema:





- En el matraz de destilación poner 50 ml de alcohol comercial.
- Calentar uniformemente hasta que la temperatura alcance el punto de ebullición del líquido.
- El vapor desprendido se recoge en la columna refrigerante que, por efecto del frío, lo condensa y lo devuelve en estado líquido al matraz colector o erlemmeyer.
- Las sustancias no volátiles o impurezas disueltas en el alcohol no hierven, sino que permanecen en el matraz de destilación, por lo que el destilado que se recoge en el erlemmeyer es puro; es decir, se recogen los mililitros de alcohol puro contenido en los 50 ml de alcohol comercial inicial.
- El termómetro situado en la parte superior de la conexión matraz-refrigerante nos indica la temperatura a la que se alcanza el punto de ebullición del alcohol, permaneciendo constante hasta la total destilación.
- Desde que se comienza a calentar vamos mirando el termómetro, al principio cada dos minutos y después cada minuto. En el momento que comienza a destilar, cada tres minutos.

### Resultados

- Poner una tabla con los datos de tiempo (min) y temperatura(° C).
- Decir a qué temperatura destila el alcohol.

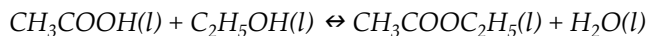
## 5.12.- Preparación de acetato de etilo.

### Objetivos

- Obtener un compuesto orgánico
- Combinar varias técnicas básicas de laboratorio.

### Fundamento

La acción de un ácido carboxílico sobre un alcohol origina un éster y agua, como se puede ver en la siguiente reacción:



Los ésteres tienen un olor agradable y son normalmente volátiles. La reacción es lenta y la existencia de un equilibrio hace que el rendimiento no pueda ser alto. El ácido sulfúrico se utiliza como catalizador y con acción deshidratante, así el equilibrio se desplazará hacia la derecha produciendo una mayor cantidad de acetato.

Una de las técnicas utilizadas en esta práctica es la destilación, que sirve para separar mezclas de líquidos. La separación se basa en los diferentes puntos de ebullición de los distintos componentes de la mezcla que, al calentarla hace que éstos se evaporen para condensarse posteriormente. El componente más volátil es el primero que se obtiene.



### Materiales y reactivos

- Dos soportes con aro y pinzas
- Equipo de destilación
- Vaso o erlenmeyer.
- Termómetro
- Embudo de decantación
- Vidrio de reloj
- Acetato amónico
- Etanol de 96°
- Sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- Carbonato sódico ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )
- Cloruro cálcico ( $\text{CaCl}_2$ )
- Sulfato de magnesio ( $\text{MgSO}_4$ ) anhidro

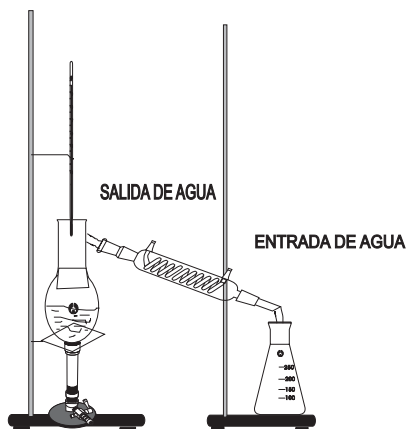
### Precauciones

- Extremar la precaución con los vapores no olvidándose en ningún instante de las gafas de seguridad. Evitar las quemaduras.
- El etanol es muy inflamable. Alejar las botellas de las llamas.
- El ácido sulfúrico es muy corrosivo.

### Procedimiento

- Colocar un matraz dentro de agua fría e introducir en él 30 ml de etanol, 50 g de acetato y 50 ml de sulfúrico. Mantener el matraz dentro de agua fría durante la operación.
- Terminada la reacción montar el aparato de destilación según el dibujo, introducir agua en el refrigerante mediante una goma enchufada a un grifo y calentar con cuidado, de modo que la destilación sea lenta.
- Recoger el destilado hasta los 80-85° C y parar la destilación.
- Consultar con una tabla de puntos de ebullición de productos orgánicos y deducir qué contienen la mezcla y el residuo.
- Preparar dos disoluciones saturadas de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y de  $\text{CaCl}_2$  hasta que no se pueda disolver más el soluto.
- El destilado se pasa a un embudo de decantación y se lava con la disolución de carbonato agitando suavemente y dejando separar las dos fases (acuosa y orgánica). Seguir lavando hasta que la fase superior nos de pH ácido, comprobando esto con papel indicador.
- Para eliminar los restos de carbonato lavar con cloruro de calcio y eliminar la fase acuosa.





Decir cuál es la fase acuosa y cuál es la fase orgánica en el embudo de decantación (donde caiga una gota de agua será la fase acuosa).

- El líquido que queda en el embudo se pone en una cápsula con sulfato de magnesio u otro deshidratante y se deja actuar media hora, tapando con un vidrio de reloj u otra cápsula.

- Lavar, secar y pesar un erlenmeyer con tapón de corcho y filtrar sobre él el contenido de la cápsula.

- Pesar el líquido, que será en su mayor parte acetato de etilo.

- Calcular el rendimiento de la obtención.

### Resultados y cálculos

- gramos de acetato iniciales= \_\_\_\_\_
- peso del Erlenmeyer vacío= \_\_\_\_\_
- peso del Erlenmeyer con el acetato= \_\_\_\_\_
- gramos de acetato obtenidos= \_\_\_\_\_
- rendimiento $[(g \text{ obtenidos}/g \text{ de acetato iniciales}) \cdot 100]$ = \_\_\_\_\_%

### 5.13.- Determinación de la fórmula de un óxido.

#### Objetivos

Determinar la relación estequiométrica entre los átomos de un óxido.

#### Fundamento

El magnesio en caliente reacciona con el oxígeno del aire para formar el correspondiente óxido.

#### Material y reactivos

- Mechero
- Soporte
- Aro
- Triángulo
- Pinza metálica
- Crisol de porcelana (15 ml) con tapadera
- Cinta de magnesio (25 cm)
- Balanza granatario que aprecie hasta las centésimas de gramo



**Procedimiento**

- Pesar en la balanza el crisol de porcelana con la tapadera.
- Introducir la cinta en el crisol y volver a pesar. Si la cinta está ennegrecida es necesario lijarla previamente.
- Calcular, por diferencia entre los pesos anteriores, el peso de la cinta de magnesio.
- Colocar el crisol tapado sobre el triángulo cerca del mechero y calentar.
- Al cabo de unos cinco minutos de calentamiento retirar la tapa y observar el producto formado.
- Cuando se haya enfriado (5 minutos) volver a pesar el crisol (no olvidarse de la tapadera).

**Resultados y cálculos**

- Antes de calentar: Peso del crisol + tapadera;  
Peso del crisol + tapadera + cinta de magnesio;  
Peso de la cinta de magnesio.
- Después de calentar: Peso del crisol + tapadera;  
Peso del crisol + tapadera + sustancia blanquecina;  
Peso sustancia blanquecina.

1- Se ha producido una variación de peso ¿a qué cree que es debido un aumento de peso?

2- ¿Qué compuesto se habrá formado?

3- Escribir la reacción que se ha producido:

4- Peso de la sustancia blanquecina.

5- Peso de la cinta de magnesio.

6- Peso del oxígeno combinado.

Peso del Mg = a = 24,3.

Peso del oxígeno = b = 16.

- Dividir a y b por el más pequeño de los dos y obtener la relación de los átomos de magnesio y oxígeno en el óxido.

- Fórmula:

Comparar el resultado obtenido con el teórico.



### 5.14.- Fórmula de un precipitado.

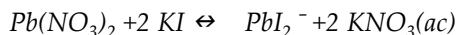
#### Objetivos

- Comprobar que al mezclar dos reactivos que se combinan aparece la máxima cantidad de compuesto cuando las cantidades de los reactivos están en proporciones estequiométricas.
- Obtener la fórmula de un compuesto a partir de la máxima cantidad de compuesto obtenido.

#### Fundamento

Uno de los factores que afectan a la cantidad de producto obtenido en una reacción es la proporción en la que se mezclan los reactivos.

En esta reacción al mezclar una disolución de nitrato de plomo (II) con una disolución de yoduro potásico obtendremos un precipitado de yoduro de plomo (II):



Se estudiará la relación molar entre los reactivos y los productos. Los moles de los reactivos se hallarán a partir del volumen y la concentración de las disoluciones molares iniciales y los moles de precipitado se hallarán a partir de su masa.

#### Materiales y reactivos

- Pipeta
- Gradilla
- Centrífuga
- Tubos de centrífuga
- Yoduro potásico (KI) 0,5 M
- Nitrato de plomo  $[Pb(NO_3)_2]$  0,5 M

#### Precauciones

- Use guantes.
- Los compuestos de plomo son venenosos. Se deberá lavar las manos después de haber manejado estos compuestos.
- El nitrato de plomo es un compuesto poco soluble. Es necesario buscar información antes de preparar la disolución.
- No calentar excesivamente el precipitado obtenido de yoduro de plomo para evitar que se convierta en un producto pesado.
- Los compuestos de plomo deben ser eliminados en recipientes especiales.



**Procedimiento**

- Numerar 10 tubos de centrífuga, pesarlos y añadir sucesivamente los volúmenes de cada disolución, indicados en la tabla de abajo.

- Introducir los tubos en la centrífuga. Una vez realizada la operación se decanta el líquido sobrante.

- Llevar los tubos a la estufa y esperar hasta que estén bien secos (no superar la temperatura de 100° C).

- Una vez enfriado el tubo, pesarlo.

<i>Tubo</i>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<i>ml Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub></i>	1,2	1,5	2,0	2,4	2,8	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0
<i>ml KI</i>	7,8	7,5	7,0	6,6	6,2	6,0	5,5	5,0	4,5	4,0
<i>mmoles</i>										
<i>Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub></i>										
<i>mmoles KI</i>										
<i>mg precipitado</i>										

**Resultados y tratamiento de los datos experimentales**

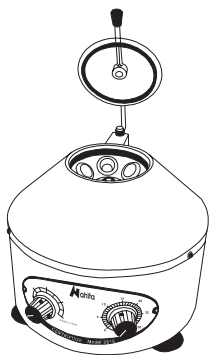
- Una vez realizada la experiencia completar la tabla anterior.

- Representar los mg de precipitado obtenidos frente a los moles de Pb<sup>2+</sup> y I<sup>-</sup> utilizados.

- ¿Cuál es la relación moles I<sup>-</sup> /moles Pb<sup>2+</sup> más simple en números enteros cuando se formó la mayor cantidad de ioduro de plomo?

- Usando los datos anteriores ¿Cuál es la verdadera fórmula del ioduro de plomo?

- ¿Por qué no se formó la misma cantidad de ioduro de plomo en cada tubo? Interpretar la gráfica.



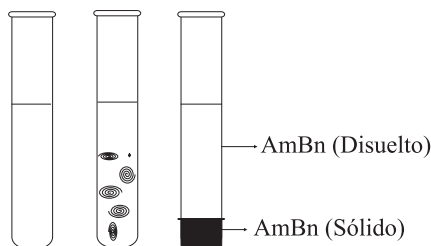
### 5.15.- Precipitación.

#### Objetivos

- Estudiar algunas reacciones de precipitación.
- Observar la formación de varios precipitados.
- Comprobar la variación de la solubilidad con la temperatura.
- Estudiar la disolución de precipitados.

#### Fundamento

Precipitación es la formación de un compuesto insoluble en el seno de una disolución. El sólido es claramente visible, provoca turbidez en el medio y se deposita en el fondo.



$AmBn \text{ (disuelto)} = mA^{n-} + nB^{m+} \uparrow \downarrow \text{Equilibrio de solubilidad.}$

$AmBn \text{ (sólido)} K_{ps} = p_s = [A^{n-}]^m \cdot [B^{m+}]^n$

Si en la fase líquida  $[A^{n-}]^m \cdot [B^{m+}]^n < P_s \Leftrightarrow$  El compuesto AmBn no precipita y si había precipitado se disuelve.

Si es  $> P_s \Leftrightarrow$  El compuesto AmBn precipita hasta que la fase líquida, que permanece en equilibrio con el precipitado, está saturada (a una temperatura dada).

La fase líquida que permanece en equilibrio con el precipitado está saturada del compuesto que precipita y siempre cumple:

$$[A^{n-}]^m \cdot [B^{m+}]^n = P_s$$

La concentración en moles/ litro del compuesto AmBn en disolución saturada (a una temperatura dada) se llama *solubilidad molar*.



**Material y reactivos**

- Gradilla con tubos de ensayo de 20 ml y 5 ml
- Frasco lavador
- Mechero y cerillas
- Pinzas
- Vaso de precipitados
- Ioduro potásico (KI) 0,1M
- Cloruro sódico (NaCl) 0,1M
- Cromato potásico ( $K_2CrO_4$ ) 0,1M
- Nitrato de plata ( $AgNO_3$ ) 0,1M
- Hidróxido sódico (NaOH) 0,1M
- Amoníaco ( $NH_3$ ) 0,1M
- Nitrato de plomo [ $Pb(NO_3)_2$ ] sólido

**Precauciones**

- Para adicionar un reactivo gota a gota, procurar hacerlo lentamente, se verá mejor suspendiendo la adición entre gota y gota (20 gotas = 1 ml).
- Procurar que la gota no resbale sobre las paredes del tubo.
- Para agitar el tubo cogerlo por la parte superior y comunicarle un movimiento de vibración.
- Para calentar el tubo procurar que no esté lleno más que hasta la mitad; no debe concentrarse la llama en un punto, sino desplazar el tubo de ensayo por la llama (**Cuidado**: el líquido puede entrar en ebullición y provocar proyecciones).
- Para calentar, se coge el tubo con la pinza y se dirige la boca del tubo en sentido contrario a donde nos encontremos. La boca del tubo de ensayo no debe apuntar a ningún compañero.
- Antes de realizar cualquier reacción se limpia el tubo con agua destilada.
- Cuando se utilice un cuentagotas hay que devolverlo rápidamente a su frasco correspondiente. No se debe tener varios frascos destapados a la vez.
- Al final se limpian todos los tubos con abundante agua del grifo con ayuda de la escobilla.
- El precipitado, si es poco abundante, se observará mejor colocando el tubo delante de algo que haga contraste.

**Procedimiento*****Reacción cromato potásico/nitrato de plata***

- En un tubo de ensayo lleno hasta la mitad de agua destilada, añadir 6 ó 7 gotas de disolución de cromato potásico (amarilla), agitar hasta mezclar y adicionar lentamente 3 ó 4 gotas de disolución de nitrato de plata. Se observa un precipitado rojo de cromato de plata.

**Cuestiones**

- Escribir la reacción.
- Explicar el equilibrio de solubilidad y escribir la expresión del  $p_s$ .





**Reacción cloruro sódico/nitrato de plata**

- En un tubo de ensayo con agua destilada hasta la tercera parte añadir 6 ó 7 gotas de cloruro sódico y adicionar lentamente 2 ó 3 gotas de nitrato de plata. Se observa un precipitado blanco de cloruro de plata.

- Añadir unas gotas de disolución diluida de  $\text{NH}_3$  hasta observar la disolución completa del precipitado.

- Adicionar unas gotas de ioduro potásico; se vé aparecer un precipitado de ioduro de plata. La concentración de plata es ahora suficiente para que  $[\text{Ag}^+][\text{I}^-] > P_S$ .

**Cuestiones**

- Escribir la reacción, el equilibrio de solubilidad y la expresión del  $P_S$  del  $\text{AgCl}$ .

**Reacción nitrato de plomo (II)/hidróxido sódico**

- En un tubo de ensayo con agua destilada hasta la mitad añadir unos minúsculos cristaltos de nitrato de plomo (II). Adicionar 3 ó 4 gotas de disolución de hidróxido sódico y observar el precipitado de hidróxido de plomo (II). Escribir la reacción.

- Seguir añadiendo unas gotas de hidróxido sódico hasta observar la disolución total del precipitado.

**Reacción nitrato de plomo(II)/ioduro potásico**

- En un tubo de ensayo con agua destilada hasta la tercera parte disolver una punta de espátula de  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  y después añadir lentamente 3 ó 4 gotas de  $\text{KI}$ . Se observa un precipitado amarillo de  $\text{PbI}_2$ . Continuar posteriormente la adición de  $\text{KI}$  hasta obtener un precipitado abundante. Escribir la reacción.

- Encender el mechero y calentar el tubo hasta casi ebullición. Seguir las instrucciones, calentar hasta observar la disolución total o parcial del precipitado.

- Introducir el tubo en un vaso de agua fría, sirviendo la pinza como apoyo. Observar la aparición del antiguo precipitado en forma de "lluvia de oro".

**Cuestiones**

- Ayudándose de la variación de las temperaturas y de  $P_S$ , justificar estos hechos.



### 5.16.- Determinación del producto de solubilidad.

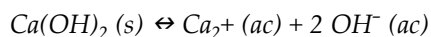
#### Objetivos

Determinar la solubilidad y el producto de solubilidad del hidróxido de calcio.

#### Fundamento

Cuando una disolución saturada de un electrolito fuerte está en equilibrio con el sólido en exceso, es posible expresar este equilibrio por medio del producto de solubilidad.

El equilibrio entre el hidróxido de calcio sólido y sus iones en disolución acuosa es:



Para hallar  $K_{ps}$  es preciso conocer la concentración de  $\text{Ca}^{2+}$  y de los iones  $\text{OH}^-$  en disolución saturada en el equilibrio.

La concentración de los iones hidróxido puede determinarse por valoración con ácido clorhídrico. La concentración de los iones calcio se calculará a partir de los resultados de la valoración.

#### Materiales y reactivos

- Erlenmeyer
- Pipeta
- Bureta
- Vaso de precipitados
- Embudo
- Papel de filtro
- Frascos
- Hidróxido de calcio sólido (CaOH)
- Ácido clorhídrico 0,1M -estandarizado- (HCl)
- Fenolftaleína

#### Precauciones

- El manejo de ácidos y bases debe hacerse con las debidas precauciones. En el caso del hidróxido de calcio debe evitarse su absorción por la piel, por lo que se recomienda use guantes.

- Es necesario realizar rápidamente los pasos experimentales que impliquen condiciones de equilibrio para no alterarlas.



- El papel de filtro absorbe soluto hasta alcanzar equilibrio con la solución, por lo que se deben eliminar los primeros mililitros del filtrado, ya que son menos concentrados.

### Procedimiento

- Introducir en cada uno de los cuatro erlenmeyer aproximadamente 2 g de hidróxido de calcio sobre 100 ml de agua destilada y cerrar.
- Agitar cuidadosamente durante un minuto. Etiquetar cada botella con nombre y apellido, experimento y fecha. Dejarlo un día o más.
- Filtrar el contenido de los erlenmeyer en unos frascos, eliminando los primeros 5 ml.
- Llenar una bureta con HCl.
- Pipetear 25 ml de la disolución de hidróxido de calcio en un vaso de precipitados.
- Añadir dos gotas de fenolftaleína y valorar hasta desaparición de color rosado. Registrar las lecturas de la bureta en una tabla.
- Repetir los pasos desde llenar una bureta con HCl hasta la valoración con las otras tres disoluciones.
- Registrar la temperatura.

### Resultados y tratamiento de los datos experimentales

- Registrar los datos en una tabla.
- Calcular la concentración de ión hidróxido en la disolución saturada de hidróxido de calcio.
- A partir de la concentración de los iones hidroxilo, calcular la concentración de los iones calcio en el equilibrio.
- Calcular la solubilidad del hidróxido de calcio a la temperatura del experimento y compararlo con el valor teórico, que se encuentra tabulado.
- Calcular el producto de solubilidad y compararlo con el teórico.

**Las fórmulas para poder realizar los cálculos son las siguientes:**

$$V_{HCl} * N_{HCl} = V_{Hidróxido} * N_{Hidróxido}$$

$$K_{PS} = [Ca^{2+}] * [OH^-]^2$$

$$K_{PS} = S * (2S)^2 = 4S^3$$



### 5.17.- Reacciones de oxidación - reducción (redox).

#### Objetivos

- Realizar algunas reacciones de oxidación-reducción en las que intervengan oxidantes típicos como el  $\text{MnO}_4^-$  y el  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ .
- Trabajar con la serie de tensiones (de potenciales).
- Identificar en toda reacción oxidante y reductor, y sus números de oxidación. Proceder a igualar las secuencias de reducción y oxidación
- Observar la importancia del medio en algunas reacciones redox.

#### Fundamento

Todo proceso redox significa una transferencia de electrones. En la reacción encontramos al menos dos átomos que han cambiado de número de oxidación:

Oxidante: disminuye su número de oxidación y se reduce.

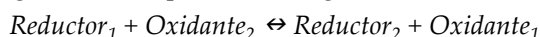
Reductor: aumenta su número de oxidación y se oxida.

El fundamento de una pila es un proceso redox; la reducción se produce en una semipila y la oxidación en la otra.

La serie de tensiones ( tabla de potenciales normales de reducción) es el resultado de medir el potencial de las distintas semipilas respecto al electrodo normal de hidrógeno, que es tomado como referencia.

Esta serie es constituida para concentraciones 1M y temperatura de 25° C. Para concentraciones distintas debemos utilizar la *ecuación de Nernst* para calcular la F.E.M de una pila. Cuando la F.E.M = 0, se ha llegado a un equilibrio entre reactivos y productos. La ecuación de Nernst nos permite calcular ahora la constante de dicho equilibrio.

Una reacción redox en general se expresa de la siguiente forma:



#### Material y reactivos

- Gradilla y tubos de ensayo grandes.
- Frasco lavador
- Espátula.
- Dicromato potásico ( $\text{K}_2 \text{Cr}_2 \text{O}_7$ ) 0,1 M
- Sulfito sódico [ $\text{Na}_2 \text{SO}_3$  ( $\text{NaHSO}_3$ )] 0,1M
- Permanganato potásico ( $\text{K Mn O}_4$ ) 0,05 M
- Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2 \text{SO}_4$  concentrado)
- Sulfato cuproso ( $\text{Cu SO}_4$  sólido)



### Precauciones

El ácido sulfúrico hay que manejarlo con mucho cuidado. Si cae alguna gota sobre la piel, lavar con abundante agua y avisar al profesor.

### Procedimiento

#### *Reacción : Cu(II) /Fe*

- En un tubo de ensayo con agua destilada hasta la mitad añadir una punta de espátula de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (azul) y agitar para disolver, conseguirás una disolución de color azul.

- Añadir unas limaduras de hierro y agitar fuertemente. Observar el hierro y los cambios de coloración, guardar el tubo en la gradilla y observarlo más tarde.

### *Cuestiones*

- Escribir el proceso redox en su forma iónica y molecular.
- ¿Quién es el oxidante y el reductor? ¿Dónde se produce la reducción y la oxidación?

#### *Reacción $\text{KMnO}_4$ / $\text{Na}_2\text{SO}_3$*

- En un tubo de ensayo con agua destilada hasta la mitad añadir 6 ó 7 gotas de disolución de  $\text{KMnO}_4$ . Sobre esta disolución, adicionar 3 gotas de ácido sulfúrico concentrado y después, gota a gota, disolución de  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  hasta observar pérdida completa de color.

### *Cuestiones*

- Escribir e igualar la reacción , señalando el oxidante, el reductor y los procesos de oxidación y reducción.
- Calcular el peso equivalente de  $\text{KMnO}_4$  para este proceso.
- Calcular el peso equivalente del  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ .
- ¿Cuántos ml de  $\text{KMnO}_4$  0,1 M se necesitarían para oxidar 10g de  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ?

#### *Reacción $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ / $\text{Na}_2\text{SO}_3$*

- En un tubo de ensayo con agua destilada hasta la mitad añadir 6 ó 7 gotas de disolución  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  y 4 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Adicionar después, gota a gota, disolución de  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  y observar los cambios de coloración; seguir añadiendo hasta que el color sea persistente.



**Cuestiones**

- Escribir e igualar la reacción, señalando oxidante, reductor y los procesos de oxidación y reducción.
- Calcular el peso equivalente del  $K_2Cr_2O_7$ .

**Cálculos y resultados**

Fórmula para calcular el peso equivalente:

$$P_{eq} = (Pm/n), \text{ donde: } Pm = \text{masa molecular, atómica o iónica;} \\ n = \text{número de electrones ganados o perdidos en el proceso.}$$

**5.18.- Volumetrías de oxidación - reducción.****Objetivos**

- Equilibrar la reacción entre el permanganato potásico y el agua oxigenada.
- Determinar la concentración de agua oxigenada mediante una valoración redox usando una disolución estándar de  $MnO_4^-$ .

**Fundamento**

Disponiendo de una disolución oxidante valorada se puede, en principio, conocer la concentración de cualquier disolución que pueda ser oxidada totalmente por aquella, contando con un indicador adecuado.

Las reacciones redox tienen lugar equivalente a equivalente:

*Número de equivalentes de oxidante = número de equivalentes de reductor*

$$V_{OX} * N_{OX} = V_{RED} * N_{RED}$$

En medio ácido, el  $MnO_4^-$  oxida al agua oxigenada, produciéndose  $O_2$  y  $Mn^{2+}$  (incoloro). Cuando una disolución de  $KMnO_4$  se añade gota a gota a una disolución acidificada de agua oxigenada, las gotas se decoloran hasta que haya reaccionado toda el agua oxigenada. Conocida la concentración y el volumen gastado de la disolución de permanganato potásico, se podrá calcular el número de moles oxidados de agua oxigenada.

Se plantea en esta práctica un procedimiento para determinar la riqueza de una disolución de agua oxigenada con una solución de permanganato estandarizada.



**Material y reactivos**

- Bureta
- Soporte y pinza
- Vasos de precipitados de 50 ml
- 1 cuentagotas
- 1 trípode y rejilla
- 1 embudo
- Disolución de  $\text{MnO}_4^-$  (ion permanganato) 0,020 M
- Disolución de ácido sulfúrico 5M
- Disolución de agua oxigenada problema

**Precauciones**

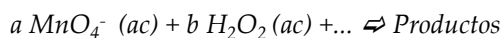
- El ácido sulfúrico es un ácido muy corrosivo. La mezcla del ácido y agua es un proceso fuertemente exotérmico que debe manipularse con extrema precaución. Se recomienda medirlo con un cuentagotas y añadirlo resbalando por las paredes de un vaso.
- Evitar el contacto con la disolución de permanganato potásico, ya que mancha la piel.
- Los ácidos pueden tener reacciones peligrosas con el permanganato de potasio.
- El color intenso de la disolución de permanganato potásico oscurece el menisco, por lo que se debe leer y anotar el nivel superior de la disolución.
- En esta experiencia se debe tener especial precaución en el lavado de los materiales debido a las manchas residuales del permanganato.

**Procedimiento**

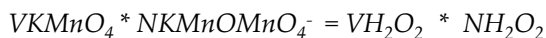
- Tomar en un vaso de precipitados 20 ml de disolución de agua oxigenada problema y añadir 1ml de ácido sulfúrico 5 M.
- Sin dejar enfriar, ir añadiendo disolución de permanganato desde la bureta hasta que una gota colorea la disolución del vaso.
- Repetir la experiencia hasta obtener resultados concordantes.

**Resultados y tratamiento de los datos experimentales**

- Determinar los coeficientes estequiométricos a y b en la ecuación:



- De acuerdo con el volumen medio gastado de permanganato, calcular la molaridad de la disolución de agua oxigenada.



$$N = M * V$$

Se utiliza esta fórmula para pasar de normalidad a molaridad o a la inversa. Aquí V es la valencia, es decir, el número de electrones intercambiados en la reacción.

### 5.19.- Pilas electroquímicas.

#### Objetivos

- Construir tres pilas o celdas electroquímicas midiendo la diferencia de potencial entre los electrodos y su polaridad.
- Estudiar la variación del potencial de celda con la concentración.

#### Fundamento

En esta práctica vamos a emplear tres semipilas (electrodos) formadas por los pares redox  $Cu^{2+}/Cu$ ,  $Zn^{2+}/Zn$ ,  $Ag^+/Ag$ . Cada semipila está constituida por uno de los metales anteriores (en forma de hoja o hilo) en una solución de sus propios iones, que se indican como sigue:  $Cu/Cu^{2+}$ ,  $Zn/Zn^{2+}$  y  $Ag/Ag^+$ . Uniendo los dos electrodos con un puente salino se forma una pila.

En cualquier pila, el que un electrodo en particular actúe como ánodo (oxidación, polo negativo) o como cátodo (reducción, polo positivo) depende de su compañero de pila, lo que puede determinarse experimentalmente a partir de la medida del potencial de pila. Este hecho nos permite conocer no sólo el potencial de la pila, sino también cuál de los electrodos es el ánodo y cuál el cátodo,, esto permite escribir el diagrama de la pila.

La notación de una pila es la siguiente:



El potencial de una pila:  $E_{pila} = E_{cátodo} - E_{ánodo}$ ,  $E_{cátodo} > E_{ánodo}$

La segunda parte de la práctica se dedica al estudio de la variación del potencial de la pila con la concentración, que viene dada por la *ecuación de Nernst*:

$$E_{pila} = E_{pila}^0 - (0,059/n) * \log ( [Red_1]^c * [Ox_2]^d / [Ox_1]^a * [Red_2]^b )$$





**Materiales y reactivos**

- Voltímetro
- Cables de conexión y pinzas de cocodrilo
- Vasos de precipitados (100 ml)
- Matraz aforado
- Pipetas
- Sulfato cuproso ( $\text{CuSO}_4$ )
- Sulfato de zinc ( $\text{ZnSO}_4$ )
- Nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ )
- Nitrato potásico ( $\text{KNO}_3$ )
- Hoja de cinc, hoja de cobre e hilo de plata

**Precauciones**

- Consultar con el profesor la forma de utilizar el voltímetro.
- No poner en contacto los bornes de la pila ni los electrodos cuando se realizan las medidas.
- Desechar el puente salino después de cada lectura.
- Limpiar y secar los electrodos una vez utilizados.

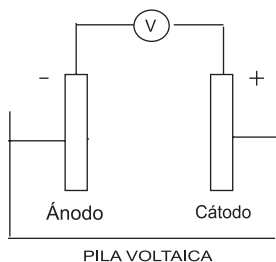
**Procedimiento**

**A) Formación de celdas electrolíticas**

- Preparar disoluciones de  $\text{CuSO}_4$  (1,0M),  $\text{ZnSO}_4$  (1,0M) y  $\text{AgNO}_3$  (0,1M)
- Echar en tres vasos 20 ml de cada disolución
- Seguidamente, colocar en cada disolución el metal correspondiente sujetándolo verticalmente con una pinza al borde del vaso. Las pinzas no deben mojarse.
  - Tomar las semipilas de cobre y cinc y conectar los electrodos respectivos al voltímetro mediante dos cables (la conexión al polo positivo o negativo es indiferente, ya que debe anotarse luego también el signo de la tensión medida).
  - Encender el voltímetro y disponerlo para medir.
  - Preparar un puente salino. La forma más sencilla consiste en utilizar un trozo de papel de filtro de unos 10 cm de longitud, convenientemente enrollado o doblado sobre sí mismo, que debe sumergirse completamente en una solución saturada de nitrato potásico. Una vez empapado, levantar el papel de filtro sobre la disolución para que vierta el exceso de la misma.
  - Conectar las dos semipilas mediante el puente salino y anotar la lectura del voltímetro en una tabla similar a la que se muestra en la página siguiente, indicando el signo.

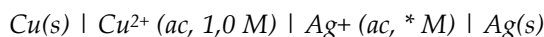


- Repetir la experiencia empleando las semipilas de plata y cobre, y finalmente las semipilas de plata y cinc, anotando igualmente los resultados.



### B) Variación del potencial de celda con la concentración

- Construir dos semipilas empleando cobre en sulfato de cobre, y plata en nitrato de plata.



- Medir la diferencia de potencial de la pila siguiendo el pro-

cedimiento de la primera parte, anotando la polaridad de los electrodos y utilizando la disolución 1,0 M de  $\text{CuSO}_4$  y 0,0010M de  $\text{AgNO}_3$ .

- Reemplazar la disolución 0,0010M de  $\text{AgNO}_3$  por la de 0,00033 M de  $\text{AgNO}_3$ .

- Repetir el procedimiento anterior para las otras disoluciones de plata siguiendo el orden de la tabla de abajo.

### Tratamiento de los datos experimentales

- Elaborar la siguiente tabla con los resultados obtenidos en la primera parte de esta práctica.

<i>Pila</i>	<i>Semipila conectada al polo positivo</i>	<i>Semipila conectada al polo negativo</i>	<i>Diferencia Potencial/V</i>
1			
2			
3			

- A la vista de los resultados anteriores escribir las reacciones redox que tienen lugar para cada una de las tres pilas, así como los correspondientes diagramas de pila.

- Confeccionar una tabla similar a la que se indica a continuación, calculando el valor del logaritmo de la concentración de cinc y el potencial del electrodo de cinc (a partir del potencial de la pila).



$[Ag^+(ac)] / mol\ dm^{-3}$	$Log([Ag^+(ac)] / mol\ dm^{-3})$	$\Delta E/V$	$E(Ag^+(ac) / Ag)/V$
0,100			
0,010			
0,0033			
0,0010			
0,00033			
0,00010			

- Representar el potencial del electrodo de plata frente al logaritmo de la concentración de  $Ag^+$ .

- Determinar la pendiente y la ordenada en el origen de la recta e indicar cómo se relacionan los parámetros de la ecuación de Nernst.

## 5.20.- Electrólisis.

### Objetivos

Estudiar la electrólisis desde el punto de vista cualitativo y cuantitativo.

### Fundamento

La **electrólisis** es el proceso químico que tiene lugar cuando se suministra energía eléctrica a una célula electrolítica. Consiste en la realización, por medio del suministro de energía eléctrica, de una reacción imposible de verificar termodinámicamente de una forma espontánea. Esta práctica se divide en dos partes claramente diferenciadas:

- En primer lugar, se procederá a analizar desde un punto de vista cualitativo los procesos que se producen en los electrodos.

- En segundo lugar, se abordan los aspectos cuantitativos de la electrólisis. Sabiendo que existe una relación simple entre la cantidad de electricidad que pasa a través de una célula electrolítica y las cantidades de sustancia depositada en los electrodos (*Leyes de Faraday*), se determinará el peso equivalente del cobre.

La *primera Ley de Faraday* dice que la masa de sustancia liberada en una electrólisis es directamente proporcional a la cantidad de electricidad que ha pasado a través del electrolito.

$$m = E \cdot Q = E \cdot I \cdot t$$

donde:

$m$  = masa de sustancia liberada o de electrolito descompuesto.

$Q$  = cantidad de electricidad.

$I$  = intensidad de corriente



$t$  = tiempo transcurrido.

$E$  = equivalente electroquímico (cantidad de electrolito descompuesto o de sustancia liberada por 1 culombio de electricidad).

La *segunda Ley de Faraday* dice que las masas de distintas sustancias liberadas por la misma cantidad de electricidad son directamente proporcionales a sus pesos equivalentes.

$$m = k \cdot P_{eq}$$

Un Faraday (96.500 C) es la cantidad de electricidad necesaria para depositar por electrólisis 1 equivalente-gramo de cualquier sustancia.

$$E = P_{eq} / 96.500$$

### Materiales y reactivos

- Fuente de alimentación
- Dos electrodos de carbón y dos electrodos de cobre
- Vaso de precipitados
- Cloruro de cobre ( $\text{CuCl}_2$ )
- Ioduro potásico (KI)
- Cloruro de estaño ( $\text{SnCl}_2$ )
- Sulfato cuproso ( $\text{CuSO}_4$ )

### Precauciones

- No poner en contacto los electrodos ni los bornes de conexión cuando la fuente de alimentación esté conectada.
- Mirar las indicaciones de la etiqueta de los productos utilizados en la experiencia para mantener las medidas de seguridad.
- Al concluir los procesos experimentales, los electrodos deberán limpiarse con agua destilada.

### Procedimiento

#### **A) Estudio Cualitativo**

- Preparar una disolución de  $\text{CuCl}_2$  aproximadamente 1M.
- Sumergir los electrodos inertes de carbón en la disolución, procurando que no entren en contacto.



- Proceder a conectar los electrodos con las terminales de la fuente de alimentación.
- Observar los fenómenos que se produzcan anotando cambios de color, aparición de depósitos, burbujeo, olores que se detecten.
- Repetir el proceso con disoluciones de KI y  $\text{SnCl}_2$ .

### ***B) Estudio Cuantitativo***

- Coger dos electrodos de cobre y pesar aquel que vaya a actuar como ánodo en el proceso de la electrólisis.
- Conectar los dos electrodos a los terminales positivo y negativo de la fuente de alimentación, cuidando que el electrodo pesado quede conectado al terminal positivo de la batería.
- Preparar una disolución acuosa de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  pulverizando en el mortero una pequeña cantidad de la sal y disolviéndola en unos 200 ml de agua destilada.
- Sumergir los electrodos en dicha disolución acuosa cuidando que no entren en contacto.
- Encender la fuente de alimentación y regular el voltaje a fin de conseguir una intensidad de aproximadamente 0,6 A (es importante saber exactamente la intensidad que circula).
- Dejar que se produzca la electrólisis durante unos 20 min (es importante medir el tiempo exacto empleado en el proceso).
- Al paso de la corriente se produce un depósito de cobre en el cátodo y una pérdida del mismo en el ánodo. Pesar de nuevo el ánodo.

### **Tratamiento de los datos experimentales**

- Indicar lo que se observa para cada una de las experiencias de la parte cualitativa.
- Deducir las semirreacciones de la célula electrolítica en los tres casos basándose en los fenómenos observados.
- Calcular el peso equivalente del cobre.

## **5.21.- Determinación de la concentración de una disolución por espectrofotometría.**

### **Objetivos**

- Desarrollar las técnicas para el uso y operación de un espectrofotómetro.
- Utilizar técnicas gráficas y análisis de datos para evaluar resultados.
- Medir concentración de sustancias mediante la absorbancia de sus disoluciones.



### Fundamento

Cuando un haz de luz atraviesa una disolución con un soluto absorbente, las moléculas absorben energía radiante de frecuencia característica y se excitan a niveles superiores de energía. Por ello, la intensidad de luz que sale de la disolución  $I_t$  es menor que la que incide  $I_0$ . La cantidad de luz transmitida se mide con un espectrofotómetro.

Para mayor sencillez de medida normalmente se ajusta la intensidad de una radiación incidente  $I_0$  a una escala lineal de 100, correspondiendo entonces  $I_t$  al tanto por ciento de luz transmitida (%T).

En la práctica se prefiere utilizar la cantidad de luz absorbida por la muestra en lugar de la transmitida, porque el grado de absorción es función directa de la concentración de sustancia absorbente. La absorbancia de la sustancia,  $A$ , se relaciona con la intensidad de luz incidente y transmitida según la ecuación empírica:

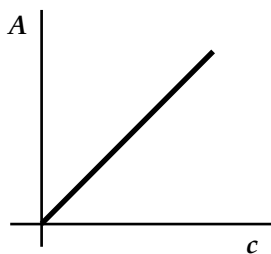
$$A = -\log I_t / I_0$$

$$A = -\log \%T/100 = 2 - \log \%T$$

La *Ley de Lambert-Beer* relaciona la absorbancia de una disolución con su concentración mediante la expresión :

$$A = a * b * c$$

Donde  $a$  se denomina *coeficiente de extinción molar* o *absortividad molar* y es propio de cada sustancia, depende de la longitud de onda de la radiación incidente y representa el camino óptico, coincidiendo por tanto con la anchura de la cubeta que contiene la muestra;  $b$  es el *espesor de la cubeta*, se mide en cm y  $c$  es la *concentración*, que se expresa en mol/l.



La representación gráfica la realizamos: en el eje de coordenadas la absorbancia, frente a la concentración en el eje de abscisas; el resultado es una línea recta que pasa por el origen.

En esta práctica se utiliza un espectrofotómetro para determinar la concentración de una sustancia coloreada, en este caso, el nitrato de cromo.

El experimento consta de tres partes:

- Determinar el espectro de absorción de una disolución de concentración conocida de nitrato de cromo.
- Comprobar experimentalmente la ley de Lambert-Beer.
- Obtener la concentración de una disolución de nitrato de cromo.



**Material y reactivos**

- Espectrofotómetro Vis-Uv
- Cubetas
- Pipetas
- Vasos de precipitados
- Tubos de ensayo
- Matraz de 50 ml
- Nitrato de cromo ( $\text{CrNO}_3$ ) 0,05M

**Precauciones**

- No manejar el espectrofotómetro sin haberse informado de su funcionamiento.
- Mirar la etiqueta del nitrato de cromo para asegurarse que no tiene ninguna peligrosidad especial.
- Llenar la cubeta de medida con el suficiente volumen de disolución para que el haz de luz la atraviese.
- Es necesario trabajar a bajas concentraciones para que la ley de Lambert - Beer se cumpla.

**Procedimiento**

**A) Determinación del espectro de absorción de una disolución de nitrato de cromo**

- Preparar una disolución de  $\text{Cr}^{+3}$  a partir de la disolución concentrada 0,05M.
- Tomar unos mililitros de la disolución acuosa de  $\text{Cr}^{+3}$  0,02M.
- Llenar la cubeta de muestra del espectrofotómetro con la disolución anteriormente preparada. Realizar un barrido del espectro entre 390 nm y 550 nm, variando la longitud de onda a intervalos de 10 nm.
- Representar gráficamente la absorbancia frente a la longitud de onda, determinando el valor de la longitud para la cual la absorbancia es máxima.
- Repetir todo el proceso preparando otra disolución más diluida de nitrato de cromo.
- Comprobar las gráficas extrayendo conclusiones.

**B) Determinación experimental de la ley de Lambert-Beer**

- Preparar 6 disoluciones de  $\text{Cr}^{+3}$  por dilución de la disolución original y medir la absorbancia de cada una de ellas a la longitud de onda máxima encontrada en el gráfico realizado en el apartado anterior.
- Representar los valores de absorbancia encontrados frente a la concentración de nitrato de cromo de cada disolución preparada.



- Ajustar la recta para obtener el valor de los coeficientes de extinción (se obtiene a partir de la pendiente de la representación de la ley de Lambert-Beer obtenida anteriormente).
- ¿Por qué se hacen en este apartado las medidas en el valor de longitud de onda máximo?

### C) Determinación de la concentración de nitrato de cromo de una muestra problema

- El profesor entregará en este apartado una disolución nitrato de cromo de concentración desconocida.
- Medir la absorbancia de esta disolución.
- Calcular la concentración de la disolución problema a partir de la gráfica obtenida en el apartado anterior.

## 5.22.- Determinación de la Ley de velocidad de una reacción.

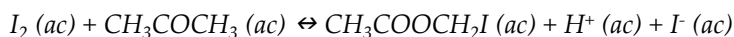
### Objetivos

- Determinar la ecuación de velocidad para una reacción química y el orden de reacción.
- Utilizar análisis gráficos de los datos experimentales.

### Fundamento

La velocidad de una reacción química viene afectada por varios factores. La velocidad de la reacción puede ser expresada como la variación en la concentración de los reactivos o de los productos respecto al tiempo.

Se obtendrá el orden de la reacción entre yodo y propanona (acetona) respecto a cada reactivo y del catalizador (iones hidrógeno).



Siendo la ecuación de velocidad,

$$v = k [CH_3COCH_3]^p [I_2]^q [H^+]^r$$

Donde  $k$  es el coeficiente de velocidad o constante de velocidad, y los exponentes  $p, q, r, \dots$  son los órdenes parciales respecto a cada reactivo y la suma de ellos es el orden total de la reacción.

Se calculará el orden de reacción respecto a cada uno de los reactivos, variando las concentraciones de una especie y manteniendo constantes las otras. La reacción se sigue espectrofotométricamente.





En esta técnica las muestras absorben radiación electromagnética de una fuente y la cantidad absorbida va relacionada con la concentración de la sustancia que se desea analizar en disolución. Las moléculas absorben luz. La longitud de onda absorbida y la cantidad de ésta, depende tanto de la estructura de la molécula como del medio en el que se halla. Cuando una radiación incide sobre un medio homogéneo, es parcialmente absorbida y parcialmente transmitida. La relación entre la intensidad de la radiación incidente y la transmitida fue estudiada por Lambert- Beer:

$$A = a * b * c$$

La cinética se puede seguir con esta técnica y lo que se realiza es medir la absorbancia a intervalos de tiempo determinados.

La experiencia tiene tres partes:

- 1- Elección de la longitud de onda adecuada.
- 2- Calibración del espectrofotómetro (tal que las lecturas medidas se puedan convertir en concentraciones de yodo).
- 3- Obtención de valores de concentraciones de yodo a intervalos de tiempo para una serie de experiencias.

$[\text{CH}_3\text{COCH}_3]_0$  variable

$[\text{I}_2]_0$  variable

$[\text{H}^+]_0$  variable

$[\text{I}_2]$ ,  $[\text{H}^+]$  constante

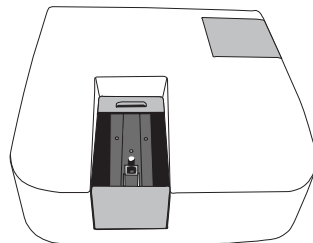
$[\text{CH}_3\text{COCH}_3]$ ,  $[\text{H}^+]$  constante

$[\text{CH}_3\text{COCH}_3]$ ,  $[\text{I}_2]$  constante

Esta experiencia puede ser conveniente realizarla entre varios grupos de alumnos y luego trabajar con los datos aportados por todos para no alargarla demasiado.

### Material y reactivos

- Espectrofotómetro UV-VIS
- Buretas
- Termómetro y cronómetro
- Tubos de ensayo
- Yodo en yoduro potásico ( $\text{I}_2$ ) 0,02M en KI (ac)
- Acetona ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ) 2,0M
- Ácido clorhídrico (HCl) 2,0M



**Precauciones**

- Consultar con el profesor las normas de manejo del espectrofotómetro.
- Antes de empezar la experiencia es necesario conocer todas las normas de seguridad en ella implicadas.
- No olvidar de introducir el tubo de agua destilada cada vez que se empiece un experimento en el espectrofotómetro.
- Las medidas volumétricas se realizarán con buretas en lugar de con pipetas.

**Procedimiento**

- Realizar los apartados 1<sup>º</sup> y 2 . La sustancia a seguir espectrofotométricamente es la disolución de yodo.
- Hacer los cálculos necesarios para completar la siguiente tabla.

	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>d</i>	<i>e</i>	<i>f</i>	<i>g</i>
<i>V</i> CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub> 2M/cm <sup>3</sup>	2	4	6	2	2	2	2
<i>V</i> I <sub>2</sub> 0,02M/cm <sup>3</sup>	2	2	2	4	1	2	2
<i>V</i> HCl 2,0M/cm <sup>3</sup>	2	2	2	2	2	4	6
<i>V</i> de agua/cm <sup>3</sup>	4	2	0	2	5	2	0
[CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub> ]							
[I <sub>2</sub> ]							
[H <sup>+</sup> ]							

- De las mezclas asignadas por el profesor para preparar (a,b,c...), poner las cantidades implicadas (yodo, ácido clorhídrico y agua) en la cubeta del espectrofotómetro.
- Añadir el volumen de acetona a un tubo de ensayo también con bureta.
- Medir la temperatura de las disoluciones.
- Añadir la disolución de acetona a la cubeta, agitar y poner en marcha el espectrofotómetro.
- Poner la cubeta en el espectrofotómetro y tomar las medidas cada 30 s, durante unos 6 min o hasta que el color desaparezca.
- Registrar los resultados en la siguiente tabla.

Tiempo/min	0	1/2	1	1 1/2	2	2 1/2	3	3 1/2	4	4 1/2	5	5 1/2	6
Lectura medida													
[I <sub>2</sub> ] /10 <sup>-3</sup> M													



- Registrar la temperatura de la mezcla después de la lectura final.
- Repetir estos pasos con cada tubo asignado.

### Tratamiento de los datos experimentales

- Utilizar la curva de calibración para convertir las lecturas medidas en  $[I_2]$  y llevar los resultados a la tabla anterior.
- Hacer una gráfica de  $[I_2]$  frente al tiempo para cada experiencia realizada.
- A partir de estas gráficas calcular la velocidad inicial de la reacción.
- Determinar el orden de reacción con respecto a los componentes, comparando la velocidad inicial a diferentes concentraciones.
- ¿Cómo influye la  $[CH_3COCH_3]$ ,  $[I_2]$ ,  $[H^+]$  sobre la velocidad de reacción? Expresarlo matemáticamente y comparar la ecuación de velocidad con la ecuación estequiométrica.

Si la representación gráfica es una línea recta, la velocidad inicial es simplemente la pendiente de la recta. Si las gráficas no son líneas rectas, trazar la tangente a la curva en el tiempo cero y medir la pendiente.

## 5.23.- Factores que afectan a la velocidad de reacción.

### Objetivos

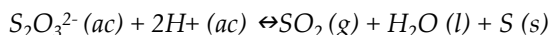
Estudiar diversos factores que afectan a la velocidad de una reacción

### Fundamento

La velocidad de una reacción está influenciada por diversos factores. Se investigará en esta experiencia la forma en que la concentración y la temperatura afectan a las reacciones químicas. La **concentración**, porque al ser mayor el número de moléculas por unidad de volumen habrá más choques entre ellas y esto aumentará la velocidad de reacción. La **temperatura** de una sustancia, porque al ser mayor su energía es mayor y, consecuentemente, serán más eficaces los choques entre las moléculas.

En la primera parte se estudiará qué efecto produce sobre la velocidad de la reacción la variación de concentración de reactivos, y en la segunda parte la temperatura. Para estudiar el efecto de una variable es necesario mantener las otras constantes.

En este experimento estudiaremos la velocidad a la que el ión tiosulfato se descompone por la acción del ión hidrógeno.



La velocidad inicial de la reacción puede controlarse determinando el tiempo que tarda en aparecer el precipitado amarillo de azufre, observando una turbidez.

### Materiales y reactivos

- Pipetas
- Gradilla y tubos de ensayo
- Termómetro
- Baño termostático
- Cronómetro
- Sulfito de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) 0,3M
- Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0,5M

### Precauciones

- Será necesario asegurarse, antes de empezar la experiencia, de que se están cumpliendo todas las normas de seguridad indicadas en las etiquetas de los productos comerciales.

- Es necesario comprobar que todas las disoluciones que se vayan a mezclar estén a la misma temperatura.

### Procedimiento

#### *A) Variación de la velocidad con la concentración de tiosulfato*

- Medir la temperatura del agua.
- Añadir a 6 tubos de ensayo, las cantidades señaladas en la siguiente tabla:

<i>Tubo</i>	<i><math>\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3</math> 0,3 M/ml</i>	<i><math>\text{H}_2\text{O}</math>/ml</i>
1	6	0
2	5	1
3	4	2
4	3	3
5	2	4
6	1	5

- Añadir sucesivamente 6 ml de sulfúrico a cada tubo, midiendo el tiempo que tarda en aparecer la turbidez. No empezar con un tubo antes de tener medido el tiempo del anterior.



***B) Variación de la velocidad con la concentración de ácido***

- Proceder de la misma forma que en el apartado A), pero variando la concentración de ácido. Para ello se puede utilizar la misma tabla, ahora cambiando los ml de tiosulfato por ml de  $H^+$  y utilizando las mismas cantidades que la vez anterior.

***C) Variación de la velocidad con la temperatura***

- Echar 5 ml de disolución de tiosulfato en un erlenmeyer e introducir en el baño termostático a  $30^{\circ}C$ . Pasado un corto espacio de tiempo para que la disolución alcance la temperatura del baño, añadir 5 ml de la disolución de clorhídrico, también a  $30^{\circ}C$ . Tomar el tiempo igual que en los apartados anteriores.

- Repetir el procedimiento anterior calentando la disolución de tiosulfato a  $40, 50$  y  $60^{\circ}C$ .

**Resultados y tratamiento de los datos experimentales**

- Preparar una tabla para el apartado A) y B) donde se incluya la concentración inicial de  $Na_2S_2O_3$  y de  $H_2SO_4$ , y el tiempo que tarda en aparecer el precipitado de azufre en cada tubo.

- Representar  $[Na_2S_2O_3]$  frente al tiempo en segundos.

- ¿Cómo afecta el cambio en la concentración de tiosulfato al tiempo que tarda en aparecer el precipitado amarillo?

- Representar  $[H_2SO_4]$  frente al tiempo.

- ¿Cómo afecta el cambio en la concentración de ácido sulfúrico al tiempo que tarda en aparecer el azufre?

- Preparar una tabla para el apartado C) donde se incluyan concentraciones de reactivos, temperatura de la experiencia y tiempo que tarda en aparecer el precipitado.

- Hacer un gráfico representando las temperaturas de las mezclas en función del tiempo de reacción.

- ¿Qué generalización se puede extraer de esta gráfica?



## 5.24.- Influencia de un catalizador en la velocidad de reacción.

### Objetivos

Comprobar de forma cualitativa la influencia de un catalizador en la cinética de una reacción.

### Fundamento

Los catalizadores son sustancias que tienen la propiedad de aumentar la velocidad de una reacción e intervienen en todos los pasos de la misma, permaneciendo químicamente inalterados al terminar el proceso. Desde el punto de vista energético, la presencia de un catalizador disminuye la energía de activación.

### Material y reactivos

- 2 vasos de precipitados
- Tartrato sódico-potásico
- Agua oxigenada ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) de 20 volúmenes(\*)
- Cloruro de cobalto ( $\text{CoCl}_2$ )

(\*) La forma de expresar la concentración como volúmenes puede ser considerada, a efectos de cálculos, para el cambio de concentración como si de moles se tratara, es decir,  $\text{H}_2\text{O}_2$  20M.

### Procedimiento

- Disolver en un vaso de precipitados ("A"), 6 g de tartrato sódico-potásico en 100ml de agua.
- Calentar hasta  $70^\circ \text{C}$  el vaso que contiene la disolución de tartrato. Al alcanzar esa temperatura, apagar el mechero.
- Añadir 40 ml de  $\text{H}_2\text{O}_2$  de 20 volúmenes al vaso de precipitados. Verter la mitad del contenido en otro vaso de precipitados que se llamará "B". Hacerlo rápidamente (no se ha de enfriar el líquido).
- Añadir al vaso de precipitados "A" una pizca de cristalitos de  $\text{CoCl}_2$  sin dejar que se enfríe la disolución. Agitar rápidamente las dos disoluciones (vasos A y B) haciendo un movimiento circular. Observar y comparar el desprendimiento de burbujas y el color de las disoluciones.
- Antes de abandonar el laboratorio, limpiar escrupulosamente el material que se ha utilizado y comprobar que todo queda en perfectas condiciones.

### Cuestiones

- ¿Cómo ha influido la adición de  $\text{CoCl}_2$  en el vaso A? ¿Qué ha variado respecto al vaso B?
- ¿Puede considerarse que el  $\text{CoCl}_2$  ha actuado como un catalizador? ¿Por qué?



### 5.25.- Distinción experimental de aldehídos y cetonas.

#### Objetivos

Distinguir un aldehído de una cetona.

#### Fundamento

Aldehídos y cetonas son grupos funcionales semejantes ya que ambos poseen el grupo funcional carbonilo, pero también presentan sus diferencias. Por ejemplo, los aldehídos se oxidan más fácilmente que las cetonas. Aprovechamos esta diferencia para reconocerlos en una muestra orgánica mediante el empleo de oxidantes moderados, que afectan a los aldehídos pero no a las cetonas. Emplearemos dos reacciones: la del espejo de plata y la de Fehling.

#### Material y reactivos

- Gradilla con tubos de ensayo
- Mechero
- Pipetas
- Matraces aforados de 250 ml
- Nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ) 0,06M
- Amoníaco diluido 50 % en volumen ( $\text{NH}_3$ )
- Metanal ( $\text{CH}_2\text{-CHO}$ ) 0,1M
- Acetona ( $\text{CH}_3\text{-CO-CH}_3$ ) 0,1M
- Sulfato de cobre (II) cristalizado ( $\text{CuSO}_4$ )
- Tartrato sódico potásico
- Hidróxido sódico ( $\text{NaOH}$ )

#### Procedimiento

##### *Reacción del espejo de plata*

- Verter 3 ml de la disolución de nitrato de plata en un tubo y añadir amoníaco gota a gota hasta que se disuelva el precipitado que se forma al principio.
- Calentar el tubo y añadir gotas de la disolución de metanal.
- Calentar de nuevo el tubo y observar lo que ocurre en las paredes del mismo: se ha formado una película de plata metálica (***¡Atención!*** Las disoluciones amoniacaes de plata deben ser desechadas tras su uso para evitar que con el tiempo se vuelvan explosivas).
- Repetir ahora la operación en otro tubo pero sustituyendo el metanal por la acetona. Observar que no aparece el espejo de plata.



**Reacción de Fehling**

- En primer lugar preparar los reactivos:

Fehling A: pesar 17,32 g de sulfato de cobre (II) cristalizado y, con un matraz aforado de 250 ml, disolverlo en agua y enrasar.

Fehling B: pesar 86,5 g de tartrato sódico potásico, mezclarlo con 25 g de NaOH, añadir agua y enrasar en un matraz de 250 ml.

- Mezclar en un tubo de ensayo 2 ml de Fehling A y 2 ml de Fehling B.

- Agitar y calentar a ebullición.

- Añadir 1 ml de la disolución problema (metanal) y calentar hasta la ebullición durante un minuto: se verá aparecer un precipitado de color rojo [óxido de cobre (I)].

- Repetir el proceso en otro tubo sustituyendo el metanal por la acetona. No hay precipitado rojo.

**5.26.- Elección de un disolvente para cristalizar.****Objetivos**

- Aprender a realizar ensayos de solubilidad.

- Elegir correctamente el disolvente para efectuar una cristalización.

**Fundamento**

En la técnica de cristalización la etapa más importante y fundamental es la elección del disolvente. Sabemos que la cristalización es otra técnica para purificar sustancias sólidas y si el disolvente no está bien elegido la purificación no sale bien. Para que el disolvente sea correcto, la sustancia a cristalizar tiene que ser soluble en caliente e insoluble en frío. Si es soluble en frío no es válida.

**Material y reactivos**

- Seis tubos de ensayo

- Baño de agua

- Mortero

- Pinzas

- Pipeta de 1 ml

- Vasos pequeños de precipitados

- Espátula y balanza

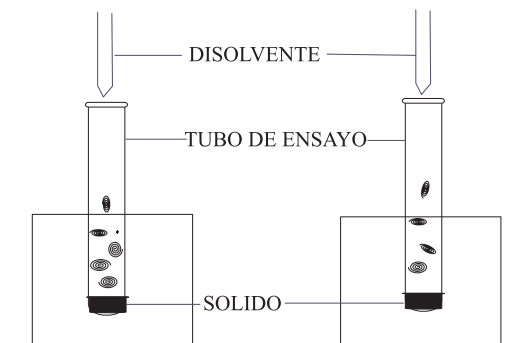




- Vaso de precipitados grande
- Manta eléctrica
- Gradilla
- Disolventes para probar: éter, metanol, agua
- Sustancia para probar: ácido salicílico

### Procedimiento

- En un mortero pulverizar el producto cuya solubilidad se quiere probar y colocar 0,1 g de dicho producto en un tubo de ensayo.
- Antes de añadir esos gramos hay que tarar el tubo de ensayo.
- Añadir, gota a gota y agitando, el disolvente que se quiere probar hasta completar 1 ml. Esto se realiza con una pipeta y en frío.
- Si se disuelve el producto el disolvente no es adecuado para cristalizar.
- Si no se disuelve se continua el ensayo.
- Calentar el tubo de ensayo en un baño de agua e ir añadiendo más disolvente de 0,5 en 0,5 ml hasta completar 3 ml.
- Si el producto se disuelve antes de llegar a este volumen, se dice que es soluble en caliente y, por lo tanto, sirve para cristalizar.



### Resultados

- Realizar un cuadro con los resultados observados.



### 5.27.- Síntesis e investigación del agua de un alumbre.

#### Objetivos

- Preparar un compuesto inorgánico a partir de cantidades conocidas de sus compuestos básicos.
- Calcular el agua de hidratación del alumbre.

#### Fundamento

Cierto número de sales inorgánicas cristalizan de sus disoluciones acuosas en forma de hidratos salinos.

Salen dobles típicas son los alumbres: de Al y  $\text{NH}_4$ ; de Al y K; de Cr y  $\text{NH}_4$ ; de Cr y K; de Fe y  $\text{NH}_4$ ; de Fe y Na. Suelen ser sulfatos de un metal trivalente y uno monovalente.

Estos alumbres cristalizan con X moléculas de agua. La fórmula general de los alumbres es por tanto:  $(\text{SO}_4)_2\text{MN}\cdot\text{XH}_2\text{O}$ .

M representa al metal trivalente, N al monovalente y X el número de moléculas de agua. En este experimento se procederá a la síntesis de un alumbre utilizando el análisis gravimétrico para determinar el porcentaje de masa de agua en la sal hidratada y poder determinar así la fórmula.

La *gravimetría* es una técnica en la que la cantidad de un componente se determina por medio de una pesada. Para poderlo pesar hay que realizar una precipitación y normalmente una calcinación, o simplemente secarlo.

Una de las técnicas que vamos a utilizar para la precipitación es la *cristalización*, que consiste en disolver una sustancia en un disolvente formando una disolución lo más concentrada posible o casi saturada, y cambiar las condiciones para que disminuya su solubilidad de manera que las impurezas que le acompañan sigan siendo solubles, con lo que se cristaliza sólo el sólido que queremos purificar. Las etapas que se siguen en una cristalización son las siguientes: disolución de la sustancia que se quiere cristalizar, filtración, cristalización, secado de los cristales y pruebas de pureza.

#### Material y reactivos

- |                           |   |
|---------------------------|---|
| - Trípode y tela metálica | - Embudo  |
| - 2 vasos de precipitados | - Crisol refractario                            |
| - Cristalizador           | - Tenazas                                       |
| - Gradilla y tubos        | - Sulfatos de un metal monovalente y trivalente |
| - Mortero                 |   |



### Precauciones

- Antes de empezar el experimento será necesario asegurarse de que las sales que se van a utilizar no sean tóxicas y no den reacciones fuertemente exotérmicas al disolverlas en agua.
- Es necesario manejar siempre la tenazas cuando se utilice el crisol para evitar quemaduras y como medida de seguridad una vez enfriado, para evitar que los dedos no contaminen la superficie del crisol.

### Procedimiento

#### *A) Preparación del alumbre*

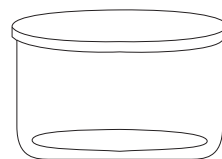
- Pesar los dos sulfatos dados por el profesor y disolverlos en la menor proporción posible de agua destilada.
- Mezclar las dos disoluciones y calentar, ya que conviene que la disolución a cristalizar sea saturada.
- Filtrar la disolución sobre el cristizador.
- Dejar en reposo hasta que se hayan formado los suficientes cristales  $[(\text{SO}_4)_2\text{MN}\cdot\text{XH}_2\text{O}]$ .
- Recoger los cristales sobre un Büchner en el que se haya colocado un papel de filtro. Se acopla a un kitasato y éste a una trompa de vacío. Dejar secar durante un rato.
- Pesar los cristales secos obtenidos.

#### *B) Determinación del agua de cristalización*

- Pesar un crisol refractario, primero vacío y luego con unos pocos cristales de alumbre (hasta una tercera o cuarta parte).
- Colocar el crisol con la tapa en el triángulo de forma que no la cierre del todo y calentar suavemente para evitar salpicaduras. Se continúa calentando (intensificando gradualmente el calor) hasta que la sal no decrepita.
- Colocar el crisol en un desecador.
- Esperar hasta que el crisol esté frío y pesar.
- Para asegurarse de que se ha eliminado todo el agua, calentar de nuevo hasta pesada constante.
- Repetir el experimento dos veces más, con otras cantidades distintas de cristales del alumbre hidratado.

### Resultados y tratamiento de los datos experimentales

- Calcular el número de moles de sal preparada.
- Calcular el número de moles de agua eliminada del hidrato.
- Calcular el número de moles de agua por mol de sal anhidra.
- Indicar la fórmula de la sal preparada.



*Cristalizador*



### 5.28.- Determinación del punto de fusión con electrothermal.

#### Objetivos

- Distinguir si una sustancia es o no pura por medio de la determinación del punto de fusión.
- Aprender a manejar el equipo para medir puntos de fusión.

#### Fundamento

Se llama *punto de fusión* al paso del estado sólido al líquido de una sustancia por acción del calor. Se define como punto de fusión de una sustancia la temperatura a la que funde. Durante el proceso de fusión la temperatura del sólido permanece constante porque la energía se emplea en el proceso. Para sustancias puras, dicho valor es una constante física característica, bien definida y reproducible.

La presencia de impurezas influye sobre el punto de fusión disminuyéndolo y además dan lugar a que la fusión no sea puntual como en las sustancias puras, sino que ocurre en un intervalo de temperatura más o menos grande.

La fusión normal comienza cuando la primera gota de líquido es visible, y el intervalo de fusión continúa hasta la temperatura en que todo el sólido se haya convertido en líquido.

La determinación del punto de fusión es de gran utilidad práctica. Puede tener aplicación para:

- Comprobar la pureza de una sustancia.
- Identificar una sustancia pura (existen tablas en las que las sustancias están ordenadas por puntos de fusión).

El ensayo del punto de fusión se aplica mucho en la identificación de compuestos orgánicos ya que la mayoría tienen puntos de fusión que no sobrepasan los 300° C, y pueden ser medidos fácilmente.

#### Material y reactivos

- Equipo para la determinación del punto de fusión
- Mechero
- Varilla de vidrio hueca
- Termómetro de 0 a 100° C
- Mortero
- Ácido benzoico



### Aparatos para medir el punto de fusión

El más simple y de gran uso en el laboratorio es el tubo Thiele. Consta de un tubo de cristal con un brazo lateral, que tienen en su interior aceite de silicona o parafina. Va cerrado con un tapón de corcho taladrado, donde se introduce un termómetro con el que se medirá la temperatura a la que funde la sustancia. Existen otros equipos comerciales sencillos de manejar que podremos utilizar en esta práctica si no disponemos del tubo Thiele.

En ambos casos la muestra se introduce en un capilar y éste se introduce en el tubo Thiele por el corcho, o bien en el equipo por el orificio adecuado.

Cuando el punto de fusión de la muestra es desconocido, lo más conveniente es preparar dos capilares con la muestra, haciendo una medida rápida con el primero para ver con aproximación la zona donde funde. Localizada ésta, se repite el experimento con el otro capilar, subiendo muy lentamente la temperatura en los alrededores de la zona anteriormente observada.

### Procedimiento

Se preparan capilares de aproximadamente 1 mm de diámetro y 30 mm de longitud de los que se cerrará el extremo. Introduzca una pequeña porción pulverizada de cristales secos del ácido benzoico en el tubo. Para ello, acerque el capilar por el extremo abierto a los cristales y dé unos golpecitos sobre la mesa para que vayan introduciéndose por la boca del capilar. De vez en cuando se ha de colocar el capilar en posición vertical y golpearlo suavemente contra la mesa para que los cristales vayan bajando hacia el fondo del mismo. 5 mm de producto en el capilar suelen ser suficientes.

Lleno el capilar, se introduce en el equipo. Al principio se puede calentar rápidamente hasta que lleguemos a unos 10° C por debajo del punto de fusión, momento en el que se debe procurar que la temperatura no suba más deprisa de un grado por minuto. De este modo se obtendrá un primer punto de fusión que no será muy preciso, al no ser la muestra perfectamente homogénea. Deje enfriar la sustancia hasta que se solidifique y vuelva a determinar el punto de fusión. Para leer la temperatura tenga cuidado de mirar el menisco correctamente.



### 5.29.- Obtención del ácido benzoico.

#### Objetivos

- Obtener ácido benzoico por oxidación del benzaldehído.
- Comprobar la pureza del producto determinando su punto de fusión.

#### Fundamento

Los ácidos carboxílicos pueden obtenerse fácilmente por oxidación del grupo formilo,-CHO, de los aldehídos.



En esta práctica obtendremos el ácido benzoico por oxidación del benzaldehído. Como agente oxidante utilizaremos el permanganato potásico en medio básico. Las etapas que vamos a seguir son las siguientes:

- Obtención del benzoato sódico.
- Obtención del ácido benzoico por acidificación de la sal alcalina.
- Purificación del ácido benzoico.
- Determinación de la pureza del ácido obtenido midiendo su punto de fusión.

Una de las técnicas que utilizamos en esta práctica es la *decantación*, que se basa en la diferencia de densidad del sólido y del líquido. Para lograr la separación, se deja reposar la mezcla hasta que la fase más densa (sólido) se encuentre en el fondo del recipiente.

El punto de fusión es una propiedad característica de una sustancia que nos da información sobre su pureza. Cuando una sustancia pura funde, lo hace en un intervalo de temperatura; si la sustancia es impura, el intervalo de fusión se amplía como consecuencia de las impurezas y tendrá un valor inferior al que le correspondería de ser pura la sustancia.

#### Materiales y reactivos

- |                          |   |
|--------------------------|---|
| - Soporte con aro y nuez | - Pipeta  |
| - Tela metálica          | - Papel de pH                                       |
| - Mechero                | - Benzaldehído (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -CHO) |
| - Pinzas erlenmeyer      | - Permanganato potásico (KMnO <sub>4</sub> )        |
| - Vaso grande            | - Hidróxido sódico (NaOH)                           |
| - Termómetro             | - Ácido clorhídrico concentrado (HCl)               |
| - Embudo de decantación  |   |
| - Probeta                |   |



### Precauciones

- Las lentejas de NaOH son muy corrosivas y pueden causar quemaduras al entrar en contacto con la piel. Pesar el NaOH con cuidado y rapidez, dado su carácter higroscópico.
- Al manipular el  $\text{KMnO}_4$  evite el contacto con la piel.
- El HCl concentrado es peligroso. Mirar los símbolos del margen derecho de la etiqueta que indican los riesgos.

### Procedimiento

- Pesar 5 g de NaOH y 8 g de  $\text{KMnO}_4$  (estos últimos se dividen en cuatro partes aproximadamente iguales).
- Disolver el NaOH en un erlenmeyer que contenga 100 ml de agua destilada. Añadir la primera porción de  $\text{KMnO}_4$  y 5 ml de benzaldehído.
- Colocar el erlenmeyer en un baño de agua. Cuando la mezcla alcance una temperatura de  $70^\circ \text{C}$ , añadir lentamente la segunda porción de  $\text{KMnO}_4$ . Mantener con agitación unos minutos más a la misma temperatura.
- Añadir poco a poco 5 ml de etanol para eliminar el exceso de  $\text{KMnO}_4$ , lo que se puede comprobar por el cambio de color en la disolución.
- Filtrar la mezcla en un embudo de decantación. En el filtrado transparente está disuelto el benzoato de sodio.
- Para obtener el ácido benzoico se acidula la mezcla añadiendo lentamente ácido clorhídrico. Cuando se alcanza la acidez (se determina midiendo el pH de la mezcla con papel de pH), se añade un exceso de 5 ml de ácido. Se formará un precipitado blanco de ácido benzoico.
- Filtrar el precipitado y lavar con un poco de agua fría.
- El precipitado impuro se recristaliza con agua (variando la temperatura). Filtrar de nuevo los cristales y lavar con agua helada.
- Pesar los cristales obtenidos cuando están secos.
- Tomar una pequeña porción de los cristales obtenidos y determinar el punto de fusión.

### Resultados y tratamiento de los datos experimentales

- Escribir las reacciones que se producen durante las distintas etapas de la síntesis.
- ¿Cuál es el % de ácido benzoico obtenido?
- ¿Cuál es el punto de fusión del ácido benzoico sintetizado? Comparar con el valor en las tablas.



### 5.30.- Determinación del punto de ebullición.

#### Objetivos

Aprender a determinar puntos de ebullición.

#### Fundamento

Determinaremos el punto de ebullición de tres muestras desconocidas. El proceso de ebullición se produce cuando un líquido volátil se coloca en un recipiente cerrado; hay moléculas que vencen las fuerzas intermoleculares y escapan hacia el vapor. A veces una de esas moléculas choca con la superficie y regresa al líquido. Al principio, el movimiento de las moléculas se produce del líquido al vapor pero, a medida que se eleva la concentración de las moléculas en el vapor, los índices de vaporización y condensación se aproximan entre sí. Así se llega a una posición de equilibrio dinámico, en el cual estos dos índices son iguales.

Si introducimos la muestra líquida en un recipiente abierto, se forman burbujas de vapor que ascienden a la superficie y se desintegran. Se dice entonces que el líquido está hirviendo.

El punto de ebullición de una sustancia se alcanza a la temperatura a la cual la presión de vapor es igual a la aplicada. Si la presión de vapor es igual a una atmósfera, el líquido hierve a una temperatura que se llama punto de ebullición normal. Es la constante más utilizada para identificar un líquido. La temperatura de ebullición depende de la masa de las moléculas y del tipo de enlace de los átomos de la molécula.

#### Material y reactivos

- Vasos de precipitados
- Tubos de ensayo
- Termómetro
- Capilares
- Placa calefactora
- Mechero
- Aceite de silicona
- Distintas muestras líquidas(C,D,E)

#### Procedimiento

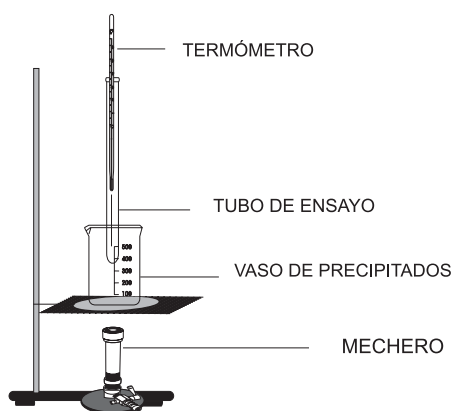
- Realizar los montajes.
- Determinar el punto de ebullición de las muestras.
- Efectuar el ensayo dos veces.





### A) Primer montaje

- Poner un baño de silicona en un vaso de precipitados.
- Dentro de él colocar un tubo de ensayo con la muestra.
- Se introduce un capilar con la parte abierta hacia abajo.
- Colocar un termómetro dentro del tubo de ensayo sin que toque las paredes ni el fondo.
- Calentar lentamente.
- Considerar alcanzado el punto de ebullición cuando por la base del capilar comienza a salir un rosario de burbujas.



### B) Segundo montaje

- Todo igual que antes, con la única diferencia de que el termómetro queda suspendido en el aire dentro del tubo de ensayo.
- El punto de ebullición se alcanza cuando el vapor asciende en forma de gotas continuadas.

### Resultados

- Poner la temperatura de ebullición obtenida de cada líquido por ambos métodos.

## 5.31.- Cromatografía en papel de aminoácidos.

### Objetivos

- Familiarizarse con la técnica cromatográfica para separar mezclas.
- Separar e identificar sustancias (aminoácidos) mediante una técnica ascendente cromatográfica.

### Fundamento

La **cromatografía** es la técnica de separación de una mezcla de solutos basada en la diferente velocidad con que se mueve cada uno de los solutos a través de un medio poroso, arrastrados por un disolvente en movimiento.

El movimiento característico para cada sustancia se calcula mediante la constante  $R_f$  (distancia recorrida por la muestra respecto a la distancia recorrida por el disolvente).

En este experimento una mezcla de tres aminoácidos es separada mediante una cromatografía en papel.



**Materiales y reactivos**

- Tubos de ensayo de 25,200 mm
- Tiras de papel Whatman de 12,200 mm
- Espátula
- Varilla
- Vasos de precipitados
- Erlenmeyer
- Pipeta
- Disolución 0,01M de ácido aspártico
- 0,01 M de leucina
- 0,01M de lisina
- 0,88 M de hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )
- Etanol
- Propanona
- Ninhidrina

**Precauciones**

- La disolución de amonio es corrosiva y se debe tener mucho cuidado con los vapores.
- Es aconsejable llevar puestos guantes de goma, ya que en el sudor están presentes varios aminoácidos.
- También se debe evitar el contacto de la ninhidrina con los dedos.

**Procedimiento**

- En una vitrina de gases preparar la mezcla del disolvente en un vaso de 400 ml: 24 ml de etanol, 3 ml de agua destilada y 3 ml de amonio 0,88M. Agitar la mezcla y cubrir el vaso con un vidrio de reloj.
- Doblar el papel de filtro longitudinalmente y utilizar los 2 cm superiores para manipular el papel. Con una varilla de vidrio mojar ligeramente con la disolución acuosa del ácido aspártico, a una distancia de 1,5 cm de su borde inferior.
- Utilizando una pipeta echar 0,2 ml del disolvente en el fondo del tubo de ensayo, teniendo cuidado de no mojar las paredes.
- Cortar con unas pinzas los 2 cm manipulados e introducir la tira de papel en el tubo de ensayo. Tapar el tubo con un tapón de corcho. Colocarlo en un erlenmeyer y dejar estar durante una hora.
- Repetir lo mismo con los otros dos aminoácidos y una mezcla de los tres.



- Retirar con unas pinzas la tira de papel de filtro. Colgarla de un gancho y pulverizar con ninhidrina (200 mg en 100 ml de acetona). Calentar el papel a 80-100° C.
- Esperar de 5 a 10 minutos y se verán aparecer manchas que indican las posiciones de aminoácidos.
- Medir las distancias desde la línea de origen (donde se ha puesto la gota del aminoácido) a los centros de las manchas.

### Tratamiento de los datos experimentales

1-Calcular  $R_f$  para cada aminoácido. Llevar los datos a la siguiente tabla:

<i>Aminoácidos</i>	<i>Distancia recorrida/cm</i>		$R_f$
	<i>Disolvente</i>	<i>Aminoácido</i>	
<i>Ácido aspártico solo</i>			
<i>Ácido aspártico mezcla</i>			
<i>Leucina solo</i>			
<i>Leucina mezcla</i>			
<i>Lisina solo</i>			
<i>Lisina mezcla</i>			

2- Comparar los resultados de  $R_f$  obtenidos con los que te proporcionará el profesor. ¿A qué pueden ser debidas las variaciones?

### 5.32.- Reacción de la ninhidrina.

#### Objetivos

Ver como con la ninhidrina puede caracterizar a todos los aminoácidos.

#### Fundamento

Todas las aminas primarias reaccionan con la ninhidrina desprendiendo amoníaco, el cual reacciona con otra molécula de ninhidrina formando un compuesto azul violáceo denominado *púrpura de Ruhemmans*.

#### Procedimiento

- A 4 ml de muestra agregar 1 ml de solución de ninhidrina al 0,1% en etanol.
- Mezclar, calentar a ebullición suave durante un minuto y dejar enfriar.
- Aparecerá una coloración púrpura o azul según los aminoácidos presentes.

#### Resultados

Poner las observaciones realizadas.



### 5.33.- Separación de los componentes de varios indicadores por cromatografía en papel.

#### Objetivos

Realizar una cromatografía en papel ascendente y descendente para separar los componentes de varios indicadores.

#### Fundamento

La cromatografía es una técnica de separación de los componentes de una mezcla, la cual está basada en la diferente velocidad con que dichos componentes se mueven a través de un medio poroso, al ser arrastrados por un disolvente. La cromatografía está formada por dos fases, una es la *fase móvil* o disolvente con el que arrastramos los componentes de la muestra, y otra la *fase estacionaria*, que es el medio poroso donde colocamos la muestra.

En la cromatografía descendente el disolvente fluye a través del papel por capilaridad y gravedad y en la ascendente el disolvente asciende por capilaridad a través del papel.

#### Material y reactivos

- |                           |  |
|---------------------------|--|
| - Cubetas cromatográficas | - Vidrio de reloj                                  |
| - Capilares               | - Alcohol n-butílico                               |
| - Probetas                | - Alcohol etílico                                  |
| - Papel de cromatografía  | - Amoníaco(NH <sub>3</sub> )                       |
| - Pipetas                 | - Rojo de fenol                                    |
| - Balanza                 | - Azul de bromofenol                               |
| - Vasos de precipitados   | - Rojo congo                                       |
| - Secador                 | - Mezcla de naranja de metilo y azul de bromotimol |

#### Procedimiento

- Preparación del disolvente: consta de una mezcla de tres partes de alcohol n-butílico(30 ml), una parte de alcohol etílico(10 ml) y una parte de amoníaco 2 N(10 ml).

- En cada cubeta cromatográfica introducir el disolvente y cerrar para producir una atmósfera saturada de disolvente.

- Preparar los papeles para las cubetas.

- Señalar la línea base a dos o tres centímetros del borde inferior en la ascendente y del borde superior en la descendente.

- Sobre esa línea colocar las muestras de los siguientes indicadores:

- rojo de fenol.
- azul de bromofenol.



- rojo congo.
- mezcla de naranja de metilo y azul de bromotimol.
- Las muestras se colocan con capilares; éstos no deben ser mayores de 5 mm de diámetro.
- Dejar secar las muestras.
- Exponer a vapores de amoníaco para transformarlos en la forma básica.
- Introducir en las cubetas sin que el disolvente toque la línea base y dejar desarrollar la cromatografía.
- Cuando acabe la cromatografía sacar los papeles, marcar el frente del disolvente y secar los cromatogramas.

### Cálculos

Calcular los  $R_f$  de los indicadores y de la mezcla. El  $R_f$  es la relación que existe entre la distancia recorrida por un componente y la recorrida por el disolvente en el mismo tiempo. Se calcula para cada mancha.

### 5.34.- Cálculo del coeficiente de reparto.

#### Objetivos

Determinar el coeficiente de reparto de un soluto entre dos disolventes no miscibles.

#### Fundamento

El yodo molecular puede repartirse entre una fase acuosa y otra de tetracloruro de carbono (orgánica) no miscibles entre sí.

La relación entre las concentraciones de un sólido en dos disolventes que están en contacto es una constante denominada *coeficiente de reparto* y no depende de la cantidad de soluto. Resulta más eficaz realizar muchas extracciones con poco disolvente que una sola extracción con mucho disolvente.

En esta práctica vamos a calcular el coeficiente de reparto de yodo molecular entre dos fases:

$$K = [I_2]_{CCl_4} / [I_2]_{H_2O}$$

La concentración de yodo en ambas fases, una vez alcanzado el equilibrio, se determina por valoración con tiosulfato sódico.

Las etapas a seguir en esta práctica son:

- Alcanzar el equilibrio de reparto del yodo entre las dos fases.
- Determinar la concentración de yodo en cada una de las fases.



**Materiales y reactivos**

- Matraz aforado
- Pipetas
- Bureta
- Embudo de decantación
- Erlenmeyer
- Vaso de precipitados
- Pesa sustancias
- Soporte
- Aro
- Pinzas
- Yodo
- Tetracloruro de carbono
- Tiosulfato Sódico
- Yoduro de potasio
- Indicador de almidón

**Precauciones**

- El yodo es irritante, nocivo tanto por inhalación como por contacto con la piel.
- Resulta conveniente calibrar previamente la pipeta de 5 ml de tetracloruro de carbono.
- Durante la agitación es conveniente abrir de vez en cuando la llave del embudo de decantación para evitar que se produzcan sobretensiones en su interior.
- Cuando se valora la fase orgánica es necesaria una fuente de agitación para favorecer el paso del yodo de la fase orgánica a la acuosa, que es donde se produce la reacción de neutralización.

**Procedimiento**

- Preparar 50 ml de una disolución saturada de yodo en tetracloruro de carbono
- Colocar los 50 ml de la disolución anterior junto con 200 ml de agua destilada en un embudo de decantación
- Agitar durante 40 minutos, tiempo en el cual se alcanzará el reparto de yodo entre ambas fases. Dejar reposar unos 10 minutos para que ambas fases se separen.
- Preparar 250 ml de una disolución aproximadamente 0,01M de tiosulfato de sodio.
- Valorar el yodo de la fase acuosa. Sacar 100 ml de disolución y transferir a un erlenmeyer que contenga unos gramos de KI. Valorar con la disolución de tiosulfato sódico y añadir unas gotas de la disolución de almidón justamente antes del punto final (antes de que la disolución se vuelva totalmente incolora).
- Valorar el yodo de la fase de tetracloruro de carbono. Tomar 5 ml de muestra y descargar en un erlenmeyer con 20-30 ml de H<sub>2</sub>O y un poco de KI. Valorar a continuación con tiosulfato sódico.
- Obtener más valores de K. Para ello, separar la mayor parte de la fase acuosa y añadir a la disolución de tetracloruro de carbono restante 200 ml de H<sub>2</sub>O. Agitar, extraer muestras y valorar como antes. Repetir esta operación dos o tres veces más.



**Resultados y tratamiento de los datos experimentales**

- Hacer una tabla donde queden reflejados los resultados obtenidos en cada experiencia.
- Calcular los valores de K para cada experiencia.
- Calcular un valor medio de K.

**5.35.- Separación de una mezcla de acetona y agua por destilación fraccionada.**

**Objetivos**

- Comprender el fundamento y aplicaciones de la destilación fraccionada.
- Comparar la eficacia de la destilación fraccionada, frente a la destilación sencilla.

**Fundamento**

Esta práctica es una destilación fraccionada que consiste en la separación de dos líquidos cuya diferencia en los puntos de ebullición es menor que 80º C. Con este tipo de destilación conseguimos una mejor separación de los líquidos que si lo hacemos con destilaciones sucesivas. Esto ocurre gracias a la columna de fraccionamiento.

El componente más volátil se evapora durante su recorrido por la columna, se condensa y vuelve a caer, pero como suben otros vapores, por arrastre de vapores ascendentes consigue llegar al refrigerante y al matraz colector. En cambio, el componente menos volátil se queda en el matraz de destilación porque vuelve a caer.

**Material y reactivos**

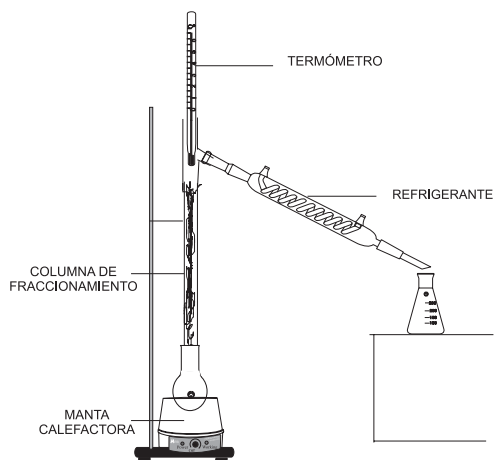
- Todos los accesorios necesarios para un montaje de destilación
- Columna de separación o de fraccionamiento
- Dos vasos colectores o erlenmeyer pequeños
- Probeta
- Acetona
- Agua
- Manta calefactora

Equipo de destilación



**Procedimiento**

- Montar el aparato de destilación como indica la figura.



- En el matraz de destilación colocar una mezcla líquida compuesta por 35 ml de acetona y 35 ml de agua medidos con una probeta, y unos trocitos de porcelana (plato poroso) para que la ebullición sea homogénea.

- Abrir el grifo y calentar el matraz de destilación.

- La acetona tiene un punto de ebullición más bajo que el agua, por lo que será la que primero alcance el punto de ebullición.

- Ascenderá por la columna en forma de vapor y producirá el intercambio de calor entre el vapor que vuelve a subir y el condensado que baja.

- La acetona se recoge en el matraz erlenmeyer.

- Cuando se alcance el punto de ebullición del agua, comenzará la destilación de ésta con el mismo intercambio de calor.

- Habrá que tener precaución de cambiar el matraz erlenmeyer alrededor de los 85° C, para asegurarnos de que la acetona ha terminado de destilar y todavía no ha empezado a destilar el agua.

- Medir lo que obtenemos de agua y de acetona.

**Resultados**

- Realizar una tabla y una gráfica en la que se represente la temperatura y el tiempo.

- Anotar los puntos de ebullición obtenidos de la acetona y del agua.

- Anotar cuánto se ha recogido de acetona y de agua.

- Comparar con una práctica de destilación sencilla.





### 5.36.- Análisis físico de una muestra.

#### Objetivos

Aprender a realizar el análisis físico de una muestra.

#### Fundamento

El análisis físico permite hacer las observaciones referentes al estado físico, color, olor y ensayo a la llama de cada sustancia. El estado físico nos orienta sobre el tipo de sustancia de la que se trata(función) y sobre su peso molecular. Esto dependerá de si la sustancia es sólida, líquida o gaseosa. Si una sustancia tiene color llevará algún *grupo cromóforo*, que son aquellos que confieren color a la sustancia. También, según el olor que desprenda la sustancia puede hacerse una aproximación al grupo funcional que lleva; por último, al calentar a la llama será una sustancia u otra dependiendo de lo que pase, es decir, si sale humo negro, llama azul, se producen explosiones...

#### Material y reactivos

- Gradilla
- Tubos de ensayo
- Pipeta
- Mechero
- Ácido acético
- Alcohol metílico
- Anilina

#### Procedimiento

Poner una pequeña cantidad de cada sustancia en un tubo de ensayo y realizar los siguientes análisis:

- a) Ver si la sustancia es sólida, líquida o gaseosa.
- b) Ver el color que tiene.
- c) Con respecto al olor, no oler directamente del frasco y sí de los vapores. Los olores que pueden tener son: frutal, picante, a cebolla, huevos podridos, pescado...
- d) Observar lo que pasa cuando calentamos a la llama el tubo de ensayo. Puede salir humo negro, llama azul- clara, residuo blanco, explosiones al calentarlo, oler a caramelo, a pelo quemado...

#### Resultados

Realizar un cuadro con los resultados obtenidos de cada sustancia.



### 5.37.- Funciones oxigenadas.

#### Objetivos

Ver como actúan los diferentes compuestos que contienen oxígeno en su molécula.

#### Fundamento

Los compuestos que tienen al oxígeno como componente común de sus respectivos grupos funcionales son llamados *compuestos oxigenados de la química del carbono*.

La tabla siguiente resume estas funciones:

<i>Función</i>	<i>Grupo funcional</i>	<i>Tipo de enlace carbono-oxígeno</i>
Alcoholes	-OH	C-O, simple
Fenoles	-OH	C-O, simple
Aldehídos	$\begin{array}{c} \text{C}=\text{O} \\ \diagdown \\ \text{H} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{C}=\text{O} \\ \diagdown \\ \text{H} \end{array}$ C=O, doble
Cetonas	$\begin{array}{c} \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{C} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{C} \end{array}$ C=O, doble
Acidos	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{C}-\text{OH} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{C}-\text{OH} \end{array}$ simple y doble
Esteres	$\begin{array}{c} \text{C}=\text{O} \\ \diagdown \\ \text{O} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{C}=\text{O} \\ \diagdown \\ \text{O} \end{array}$ doble y simple

#### Material y reactivos

- Gradilla con seis tubos de ensayo
- Espátula metálica
- Pinzas
- Ácidos fórmico, acético, oxálico y tartárico
- Solución concentrada de bicarbonato sódico, ácido clorhídrico, NaOH 1M, Cl<sub>3</sub>Fe 1M, AgNO<sub>3</sub> 1M, reactivo de Tollens, fenolftaleína y rojo de metilo, etanol, sodio, KMnO<sub>4</sub>, Cl<sub>3</sub>Fe y agua de bromo, alcohol absoluto y CuSO<sub>4</sub> anhidro, formaldehído, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, sacarosa, bisulfito sódico, reactivo de Fehling.

#### Procedimiento

##### A) Alcoholes

- 1- Probar el carácter ácido, básico, o neutro del *etanol* con papel indicador.
- 2- Solubilidad del etanol en agua.
- 3- Reacción con los álcalis. Añadir una lenteja de NaOH.



4- Reacción con el sodio metálico. Añadir al tubo una cantidad del tamaño de un gramo de trigo.

5- Oxidación del alcohol con  $\text{KMnO}_4$ . Añadir 1 ml de éste, calentando si es preciso.

6- Reacción con el cloruro férrico. Observar el cambio de color al añadir una disolución de cloruro férrico.

7- Decoloración del agua de bromo. Añadir 1 ml de agua de bromo.

8- La presencia de agua en el alcohol de 96 grados, añadiendo una pequeña cantidad de sulfato de cobre anhidro.

9- Repetir la experiencia con el *alcohol etílico absoluto*.

### B) Fenoles

Repetir con el *fenol* los apartados del 1 hasta el 7 inclusive.

### C) Aldehídos

1- Oxidar en medio ácido con  $\text{KMnO}_4$  sendas muestras de *acetaldehído* y *formaldehído*.

2- Probar el poder reductor de aldehído con el licor de Fehling (mezcla partes iguales de A) y B), con acetaldehído, formaldehído, glucosa.

3- Repetir el apartado anterior, pero con el reactivo Tollens. Colocar 1 ml de reactivo Tollens e igual cantidad de producto. Calentar (dará espejo de plata).

4- Reacción con bisulfito sódico. Añadir 1 ml de acetaldehído y 5 ml de disolución saturada de bisulfito sódico.

### D) Cetonas

1- Repetir los apartados anteriores con *acetona* y *sacarosa*.

2- En el apartado cuatro, comprobar que los cristales del compuesto bisulfítico son solubles en medio alcalino. Añadir para ello una lenteja de NaOH.

### E) Ácidos

1- Reconocimiento de ácidos. Colocar en sendos tubos de ensayo 1 ml de cada uno de los cuatro ácidos (*fórmico*, *acético*, *oxálico* y *tartárico*) y 1 ml de disolución de bicarbonato. Se produce efervescencia.

2- Probar la solubilidad de cada ácido en agua, HCl y NaOH.

3- Comprobar el carácter ácido de cada uno de ellos con fenolftaleína, rojo de metilo y papel indicador universal.

4- Comprobar el carácter reductor con los siguientes reactivos:  $\text{Cl}_3\text{Fe}$ ,  $\text{AgNO}_3$ , y reactivo de Tollens.



## F) Ésteres

### Reacciones de saponificación

En un pequeño balón, mezclar 5 g de *benzoato de etilo* con 30 ml de NaOH 4N y tres o cuatro lentejas de NaOH sólido. Colocar unos trocitos de porcelana porosa en la disolución para evitar que la ebullición sea tumultosa. Ajustar un refrigerante de reflujo y hervir suavemente la mezcla hasta que desaparezca la capa de éster. La desaparición indica que el éster se ha transformado en alcohol y ácido originarios (saponificación). Filtrar la disolución una vez enfriada para eliminar los trocitos de plato poroso.

Al filtrado, completamente limpio, agregarle HCl concentrado gota a gota hasta que no aparezca más precipitado.

Filtrar nuevamente.

De la filtración obtenemos una parte sólida compuesta por el ácido y una parte líquida compuesta por el alcohol.

### Reconocimiento

**a) Del ácido.** Por medio de la reacción característica de los ácidos con el bicarbonato.

Disolver una pequeña cantidad del precipitado en agua caliente. Agregarle 1 ml de  $\text{NaHCO}_3$ . La reacción con desprendimiento de burbujas nos demuestra que el producto obtenido de la saponificación es un ácido.

**b) Del alcohol.** A 1 ml del líquido resultante de la filtración, agregarle 12 gotas de NaOH 6N. Entonces se añade a la mezcla, gota a gota, el reactivo yodo-yoduro potásico. La desaparición del color pardo del reactivo y la formación de un color amarillo en la disolución nos indica que el líquido tratado es un alcohol.

Si sigue agregando reactivo y se calienta aparecerá un precipitado de color amarillo que confirma la conclusión anterior.

### Reacciones de esterificación

Colocar en tres cápsulas de porcelana (a,b,c) 4 ó 5 ml de alcohol ordinario; en las dos últimas (b y c) agregar unos cristallitos de ácido bórico y en la c), además 1 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Inflamar el contenido, observar y anota el color de la llama en a), b),c). La aparición de una coloración verde en la llama es debida a la formación de borato de etilo.

### Resultados

Escribir todas las observaciones de todas las pruebas realizadas.



### 5.38.- Aminas.

#### Objetivos

Ver como actúan las aminas con diferentes compuestos.

#### Fundamento

Los **compuestos nitrogenados** constituyen uno de los grupos más importantes entre las sustancias orgánicas: proteínas, vitaminas, medicamentos....

Uno de estos compuestos nitrogenados son las **aminas**, derivados alquílicos o arílicos del amoníaco. Se forman al sustituir en él uno o más átomos de hidrógeno por radicales alifáticos o aromáticos.

#### Material y reactivos

- Gradilla
- Pinzas
- Espátula
- Metilamina
- Fenilamina
- Polvos de gas
- Dicromato potásico
- Ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) concentrado
- Ácido clorhídrico (HCl) diluido
- Nitrito sódico ( $NaNO_2$ )
- Hidróxido sódico (NaOH)
- Cloroformo
- Sulfato de cobre ( $CuSO_4$ )

#### Procedimiento

1- Comprobar el carácter básico de las aminas tratando **fenilamina** con:

- a) fenolftaleína
- b) HCl
- c)  $Cl_3Fe$

2- Repetir la experiencia anterior con **metilamina**.

3- Colocar en un tubo de ensayo una pequeña muestra de polvos de gas con 5 ml de agua y añadir una gota de fenilamina ¿Qué ocurre?



4- Agregar una gota de fenilamina a 3 ml de ácido sulfúrico y añadir unas gotas de dicromato. Observar los cambios.

5- Añadir a 5 ml de metilamina la misma cantidad de HCl diluido. Agregar disolución de nitrito sódico gota a gota. Calentar. Observar los vapores desprendidos. Tratar de identificarlos.

6- Colocar en un tubo 1 ml de metilamina, tres de NaOH y dos gotas de cloroformo. Calentar. Observar los vapores desprendidos. *Estos vapores son venenosos.*

7- Añadir a 3 ml de disolución de sulfato de cobre 1 ml de metilamina. Anotar los colores inicial y final.

### Resultados

Escribir todas las observaciones realizadas en cada ensayo.

## 5.39.- Síntesis del ácido acetilsalicílico.

### Objetivos

Obtener el ácido acetilsalicílico.

### Fundamento

La práctica consiste en la obtención de lo que comúnmente llamamos aspirina partiendo de otros reactivos. Normalmente, en las síntesis orgánicas se realizan varias etapas para obtener el compuesto deseado. Además, se suelen obtener impuros y luego hay que purificarlos.

### Material y reactivos

- |                                     |                     |
|-------------------------------------|---------------------|
| - Matraz de fondo redondo de 100 ml | - Erlenmeyer        |
| - Vaso de precipitados              | - Embudo de vidrio  |
| - Cristalizador                     | - Ácido salicílico  |
| - Embudo Büchner                    | - Anhídrido acético |
| - Kitasato                          | - Ácido sulfúrico   |
| - Manta calefactora                 | - Tolueno           |

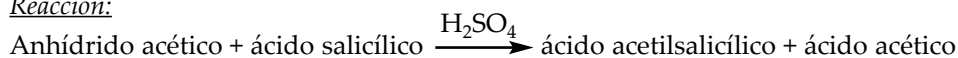
### Procedimiento

- En el matraz de 100 ml de fondo redondo colocar 6 g de ácido salicílico.
- Añadir 8 ml de anhídrido acético y 20 gotas de ácido sulfúrico concentrado.
- Agitar y calentar con cuidado hasta completa disolución.
- En un vaso de precipitados poner 50 ml de agua destilada y echar la mezcla del matraz.



- Colocar el vaso en otro vaso grande con hielo hasta que cristalice.
- Filtrar a vacío.
- Se ha obtenido la aspirina, pero impura porque se obtiene también ácido acético.
- Purificación del ácido acetilsalicílico.
- Colocar en un erlenmeyer y cubrir con un poco de tolueno.
- Calentar hasta que se disuelva y filtrar. **Importante:** filtrar calentando para evitar que el ácido acetilsalicílico cristalice en el papel de filtro.
- Colocar el recipiente en un cristizador con hielo hasta que cristalice y filtrar a vacío
- Después de filtrar pesar lo que hemos obtenido.

Reacción:



Resultados

Cantidad de aspirina obtenida.

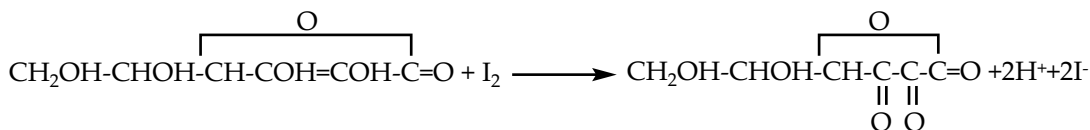
5.40.- Determinación de vitamina C.

Objetivos

Determinar la cantidad de vitamina C que contienen las tabletas.

Fundamento

La vitamina C (ácido ascórbico) es un agente reductor que se puede determinar por medio de una titulación con solución de yodo estándar. Como indicador utilizamos el almidón, que produce un color azul intenso con el yodo. Es un indicador específico que reacciona con uno de los reactantes en la titulación para producir un color. En este proceso el yodo actúa como agente oxidante (yodimetría).



*Ácido ascórbico*

*Ácido deshidroascórbico*

Ya que la molécula pierde 2 electrones en esta reacción, su peso equivalente es la mitad de su peso molecular, 88,07 g/eq.



**Material y reactivos**

- Matraz erlenmeyer de 250 ml
- Bureta
- Varilla de vidrio
- Tableta de cartón
- Tabletas de vitamina C
- Almidón
- Solución estándar de yodo

**Procedimiento**

- Pesar con exactitud tres tabletas de vitamina C de 100 mg (nota 1) y colocarlas en un matraz erlenmeyer de 250 ml.
- Disolver las tabletas en cerca de 50 ml de agua, agitar el matraz con movimientos circulares hasta la total disolución de las tabletas (nota 2).
- Agregar 5ml de indicador de almidón.
- Titular de inmediato (nota 3) con solución estándar de  $I_2$  hasta que aparezca el color azul oscuro que persista por lo menos durante un minuto.
- Repetir 2 veces el procedimiento anterior; recuerde realizar la titulación tan pronto como se disuelva la muestra.

**Cálculos**

Calcular los miligramos de vitamina C en cada tableta.

*Miliequivalentes ácido ascórbico(vitamina C)= miliequivalentes de yodo*

*Miliequivalentes de ácido ascórbico(vitamina C)= $V_{12} * N_{12}$*

*Miliequivalentes =[miligramos/(Pm/valencia)] de ácido ascórbico (vitamina C)*

*Miligramos de vitamina C en cada tableta =(miligramos obtenidos/3)*

**Notas**

1. 300 mg de ácido ascórbico deben necesitar cerca de 34 ml de  $I_2$  0.1N para su titulación.
2. Se puede utilizar una varilla de vidrio para romper las tabletas. Una cantidad pequeña del excipiente de las tabletas no se va a disolver y permanecerá en suspensión.
3. Una solución de vitamina C se oxida con facilidad con el oxígeno del aire, así que la titulación se debe realizar tan pronto como se disuelva la muestra. Durante la titulación el matraz se puede cubrir con una pieza de cartón que tenga una pequeña perforación para la punta de la bureta.





### 5.41.- Determinación de la dureza total del agua.

#### Objetivos

Determinar la dureza total de una muestra cualquiera de agua.

#### Fundamento

La dureza total del agua y la presencia de calcio y magnesio en ella se pueden determinar por medio de una titulación directa con AEDT, utilizando como indicador negro de eriocromo T.

El AEDT es el agente quelante que más se utiliza para la titulación de iones metálicos, es el llamado ácido etilendiaminotetraacético. En este caso sólo vamos a analizar la cantidad de calcio.

#### Material y reactivos

- Matracas erlenmeyer de 250 ml                      - Indicador
- Bureta    - Muestra de agua a analizar
- Solución amortiguadora

#### Procedimiento

- El profesor proporcionará el agua que se va a analizar.
- Pipetear tres porciones iguales en matraces erlenmeyer de 250 ml (nota 1).
- A la primera muestra agregarle 1.0 ml de solución amortiguadora (nota 2) y 5 gotas de solución del indicador (nota 3).
- Titular con solución estándar de AEDT hasta el cambio de color de rojo vino a azul puro.
- Repetir el procedimiento con las otras dos muestras de agua.

#### Cálculos

- Calcular la dureza total del agua expresada como partes por millón (ppm) de carbonato de calcio. Fórmulas necesarias:

$$\text{Volumen de AEDT (ml)} * \text{titulo CaCO}_3 \text{ (mg/ml)} = \text{mg CaCO}_3$$
$$(\text{1000ml/litro} * \text{mgCaCO}_3) / \text{ml de muestra} = \text{mg CaCO}_3/\text{litro, o ppm}$$

#### Notas

1. El volumen de agua que se va a titular se debe elegir para que se utilicen de 40 a 50 ml de solución de AEDT para la titulación.
2. Preparar esta solución disolviendo 6.75 g de cloruro de amonio en 57 ml de amoníaco concentrado y diluyendo a 100 ml. El pH del amortiguador está ligeramente por encima de 10.
3. Preparar, disolviendo 0,5 g de negro de eriocromo T, grado reactivo en 100 ml de alcohol. Como alternativa se puede utilizar en forma sólida, la cual se prepara moliendo 100 mg del indicador en una mezcla de 10 g de NaCl y 10 g de hidroxiclорuro de hidroxilamina.



### 5.42.- Extracción de la cafeína del café.

#### Objetivos

- Aprender a realizar una extracción sólido - líquido.
- Aplicar la extracción como método de separación sólido-líquido.

#### Fundamento

La sustancia que interesa se encuentra en una muestra sólida y se extrae con un disolvente líquido.

Después, se realiza una extracción líquido-líquido porque la sustancia se encuentra en un líquido y se extrae con otro líquido. Si se realiza una extracción múltiple se consigue una mayor extracción de la sustancia que se quiere obtener. Al final se evapora el disolvente utilizado para la extracción.

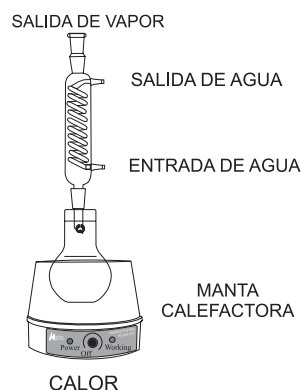
#### Material y reactivos

- |                     |                         |
|---------------------|-------------------------|
| - Matraz            | - Papel de filtro       |
| - Refrigerante      | - Erlenmeyer            |
| - Vidrio de reloj   | - Matraz aforado        |
| - Balanza           | - Vaso de precipitados  |
| - Embudo cónico     | - Agitador              |
| - Probeta           | - Embudo de decantación |
| - Manta calefactora | - Baño de arena         |
| - Kitasatos         | - Pipetas               |
| - Trompa de vacío   | - Placa calefactora     |
| - Embudo Büchner    | - Café molido           |
| - Agua destilada    | - Cloroformo            |
| - Acetato de plomo  | - Sulfato de sodio      |

#### Procedimiento

- Poner aproximadamente 35 gramos de café molido en un matraz con unos 200 ml de agua.

- Poner a reflujo durante dos horas según el siguiente esquema:



- Estando todavía caliente la solución filtrar a vacío, donde se obtiene un líquido que consta de agua y cafeína.
- El café se queda sin filtrar.
- Pasar el filtrado a un vaso de precipitados donde se añaden 50 ml de disolución de acetato de plomo al 10%.
- Calentar a ebullición y después de empezar a hervir; agitar en el agitador con imán durante 10 minutos.
- Filtrar a vacío en caliente.
- Dejarlo enfriar a temperatura ambiente.
- Llevarlo a un embudo de decantación.
- Extraer la capa orgánica con dos porciones de 30 ml de cloroformo (la capa orgánica está situada abajo).
- Pesar un erlenmeyer.
- Pasar las capas orgánicas a un erlenmeyer y secar con sulfato de sodio hasta que la solución se aclare, sea transparente.
- Realizar una filtración normal para quitar el sulfato de sodio.
- Evaporar el cloroformo hasta sequedad en un baño de arena y pesar el erlenmeyer lleno.

### Resultados

- Peso erlenmeyer vacío.
- Peso erlenmeyer lleno.
- Gramos de cafeína obtenida= erlenmeyer lleno- erlenmeyer vacío.
- Tanto por ciento de cafeína en el café = (gr de cafeína/gr de café) \* 100.

### 5.43.- Cristales de colores.

#### Objetivos

Observar los colores de diferentes cristales.

#### Materiales y reactivos

- Vaso de precipitados
- Espátula
- Agua
- Arena
- Silicato de sodio
- Cristales varios(sulfato de cinc, cloruro cúprico, cloruro férrico, nitrato de níquel).



**Procedimiento**

- Tomar un vaso de precipitados y agregar 1 cm de arena.
- Diluir una parte de silicato de sodio en 4 partes de agua.
- Echar la solución diluída de silicato de sodio, en el vaso de precipitados.
- Agregar "pequeñas" cantidades de cristales.

**Resultados**

Observar los colores que se obtiene en cada caso.

**5.44.- Preparación de una sal compleja de hierro.****Objetivos**

Sintetizar un compuesto de coordinación en condiciones cuidadosamente controladas.

**Fundamento**

Se trata de preparar, con el mayor rendimiento posible, una cantidad de trioxalato ferrato (III) de potasio trihidratado ( $K_3[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 3H_2O$ ).

El compuesto de coordinación se sintetiza mediante una mezcla reaccionante formada por una sal doble de sulfato de amonio y hierro(II) hexahidratado [ $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ ], ácido oxálico ( $H_2C_2O_4$ ), oxalato de potasio ( $K_2C_2O_4$ ) y peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ).

La síntesis del compuesto de coordinación se lleva a cabo en las siguientes etapas:

1. Síntesis de oxalato de hierro (II)
2. Oxidación de hierro(II) a hierro (III), en condiciones de exceso de ión oxalato.
3. Aislar, secar y guardar el producto obtenido.

**Materiales y reactivos**

- |                         |  |
|-------------------------|--|
| - Vasos de precipitados | - Ácido oxálico ( $H_2C_2O_4$ )                    |
| - Tubos de ensayo       | - Oxalato de potasio ( $K_2C_2O_4$ )               |
| - Probeta               | - Peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ )               |
| - Pipetas               | - Fenol ( $C_6H_5OH$ )                             |
| - Matracas aforados     | - Sal de Mohr ( $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ ) |
| - Embudo Büchner        | - Ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ )                    |
| - Termómetro            |  |



### **Precauciones**

- El ácido sulfúrico es un ácido muy fuerte y corrosivo, manipularlo con precaución.
- El ácido oxálico es tóxico, lavarse las manos después de utilizar la solución.
- Evitar el contacto con la piel del peróxido de hidrógeno.
- Añadir el peróxido de hidrógeno con precaución, ya que la reacción que provoca es exotérmica.
- Los cristales que se forman de  $K_2[Fe(C_2O_4)_3] \cdot 6H_2O$  son sensibles a la luz, guardarlos en un recipiente opaco.

### **Procedimiento**

- En un tubo de ensayo de 200 mm echar 1 g de  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ , 3 ml de agua destilada y unas gotas de ácido sulfúrico 6M. Mover la mezcla para disolver, será necesario calentar un poco con un mechero Bunsen.

- A la disolución de hierro(II) del apartado anterior se le añaden 5 ml de  $H_2C_2O_4$  1M. Se formará un precipitado amarillo de  $FeC_2O_4$ .

- Añadir unas gotas de ácido sulfúrico 6M. Para disolver el precipitado, calentar en un baño de agua unos diez minutos, agitando de vez en cuando. Enfriar la mezcla de reacción y dejar que precipite el  $FeC_2O_4$ , decantar y desechar el líquido. Lavar el precipitado dos o tres veces con agua destilada.

- Añadir 2-3 ml de  $K_2C_2O_4$  2M al precipitado de  $FeC_2O_4$  y calentar la mezcla en baño de agua hasta que se alcance una temperatura de 40° C. Añadir lentamente y agitando unos 8 ml de peróxido de hidrógeno al 6%, de forma que la temperatura de la mezcla no supere los 60° C. Si no ha aparecido un precipitado marrón, añadir más peróxido de hidrógeno.

- Calentar la mezcla del apartado anterior en un baño de agua hirviendo durante unos minutos, agitar y añadir gota a gota 2 ml de  $H_2C_2O_4$  1M. Aparecerá una solución amarillo-verdosa que contiene el compuesto de coordinación. Si no aparece, añadir 10 gotas de  $K_2C_2O_4$  2M y 10 gotas de  $H_2C_2O_4$  1M.

- Sacar la solución del baño de agua y añadir 5 ml de etanol del 95%. Si no aparecen cristales, añadir unas gotas de etanol hasta que aparezcan; si siguen sin aparecer después de añadir 1ml de etanol, añadir unas gotas de peróxido de hidrógeno.

- Para aislar los cristales de  $K_2[Fe(C_2O_4)_2] \cdot 6H_2O$  filtrar en un embudo Büchner (se puede utilizar un pequeño volumen de solución alcohol/agua 75/25 para ayudar a transferir los cristales del embudo). Lavar los cristales con acetona y dejarlos secar.

- Determinar la masa de los cristales secos.

### **Resultados**

Calcular el rendimiento obtenido en el proceso de la síntesis.



### 5.45.- Polaridad molecular y solubilidad.

#### Objetivos

Aprender cuándo una sustancia es soluble en otra dependiendo de la polaridad de las moléculas.

#### Fundamento

El agua y el tetracloruro de carbono ( $\text{CCl}_4$ ) son inmiscibles. La molécula del agua, que tiene una estructura angular, es polar. En cambio la del  $\text{CCl}_4$ , que tiene forma de tetraedro regular, es apolar. Por lo tanto, estos disolventes deben ser inmiscibles, insolubles entre sí.

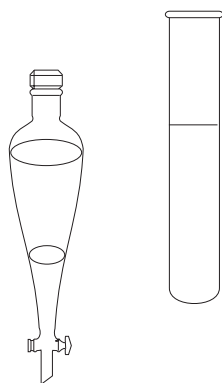
#### Material y reactivos

- |                         |                           |
|-------------------------|---------------------------|
| - Tubos de ensayo       | - Matraz aforado          |
| - Embudo de decantación | - Agua                    |
| - Gradilla              | - Tetracloruro de carbono |
| - Vaso de precipitados  | - Cristales de yodo       |

#### Procedimiento

- Poner dos pequeños volúmenes, uno de cada disolvente, en un mismo tubo de ensayo y observar lo que ocurre.

- Para separar líquidos inmiscibles se emplea un embudo de decantación, que se puede ver en la figura.



- El yodo es prácticamente insoluble en agua. La razón es que la molécula  $\text{I}_2$  está constituida por dos átomos unidos por enlace covalente apolar, y por lo tanto no es soluble en los disolventes polares como el agua.

- Poner un poco de agua en un tubo y añadir unos cristallitos de yodo.

- Observar lo que ocurre.

- No vaciar el tubo.

- Colocarlo en una gradilla para su uso posterior.

- El yodo es soluble en tetracloruro de carbono. Es lógico porque el  $\text{CCl}_4$  es un disolvente no polar.

- Introducir el contenido del tubo que se dejó en la gradilla en un embudo de decantación, cuidando que los cristales de yodo no se queden en el tubo.

- Añadir tetracloruro y agitar el embudo, con la precaución de mantenerlo cerrado mediante la llave y el tapón.
- Observar lo que ocurre.
- Separar los dos líquidos utilizando la llave.

### Cuestiones

¿Cómo solubilizar el yodo en agua?

### 5.46.- Valoración de $\text{Ag}^+$ con tiocianato potásico.

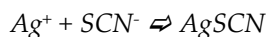
#### Objetivos

Realizar una volumetría de precipitación.

#### Fundamento

La formación de sales insolubles puede aprovecharse para la valoración de algunos iones de forma similar a lo indicado en las reacciones de neutralización. En este caso debe ponerse de manifiesto el fin de la reacción de precipitación, al igual que en aquellas se ponía de manifiesto el final de la reacción de neutralización. También para estas valoraciones, *volumetrías de precipitación*, se conocen indicadores adecuados que señalan el final de la reacción.

Esta valoración está basada en la siguiente reacción de precipitación:



Mientras hay  $\text{Ag}^+$  en disolución se produce, al agregar disolución de sulfocianuro, precipitado blanco de  $\text{AgSCN}$ .

Cuando todo el ion  $\text{Ag}^+$  ha precipitado, una nueva adición de  $\text{SCN}^-$  no produce reacción y queda  $\text{SCN}^-$  libre.

Este momento se puede conocer si la disolución contiene  $\text{Fe}^{3+}$  porque ambos iones,  $\text{Fe}^{3+}$  y  $\text{SCN}^-$ , reaccionan entre sí formando un compuesto (un ion complejo) de intenso color rojo.



**Material y reactivos**

- Matraz erlenmeyer
- Bureta
- Nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ )
- Disolución nítrica de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$
- Disolución de sulfocianuro potásico ( $\text{KSCN}$ ) 0,1N
- Pipeta aforada 10 ml

**Procedimiento**

- Introducir en un matraz erlenmeyer 20 ml de disolución de  $\text{AgNO}_3$  de concentración desconocida (que sea aproximadamente 0,1 molar).
- Agregar unas gotas de disolución nítrica de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  molar (que es el indicador).
- Valorar, agregando desde la bureta poco a poco y agitando, una disolución de  $\text{KSCN}$  0,1 N hasta observar que la disolución adquiere ligero color rojo.

**Cálculos**

- Calcular la concentración de la disolución de  $\text{AgNO}_3$

$$V_{\text{AgNO}_3} * N_{\text{AgNO}_3} = V_{\text{KSCN}} * N_{\text{KSCN}}$$

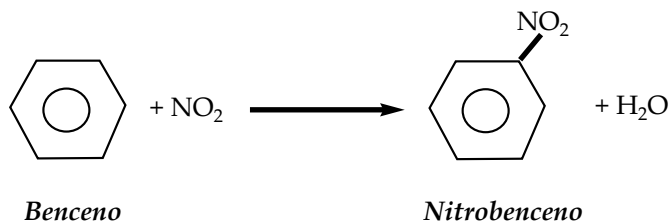
**5.47.- Nitración del benceno.****Objetivos**

Obtener el nitrobenzono mediante una nitración.

**Fundamento**

Una de las reacciones importantes de sustitución de hidrocarburos aromáticos es la reacción de nitración que consiste en la sustitución de un hidrógeno bencénico por otro átomo o grupo, en este caso  $\text{NO}_2$ .

Reacción:





El nitrobenzeno es un líquido amarillo pálido, de densidad 1,2. Es insoluble en agua y muy soluble en etanol.

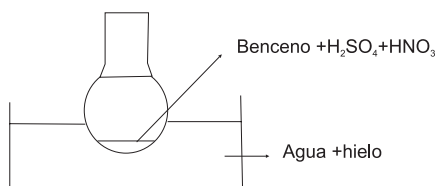
Su olor a almendras amargas permite utilizarlo como perfume para aromatizar jabones corrientes. (Suele conocerse como *esencia de Mirbana*).

**Material y reactivos**

- Matraz redondo
- Baño de agua fría
- Vaso de precipitados
- Embudo de decantación
- Ácido nítrico fumante
- Ácido sulfúrico concentrado
- Benceno

**Procedimiento**

- Introducir 20 ml de ácido nítrico fumante en un matraz sumergido en un baño de agua fría como se indica en la figura 1.



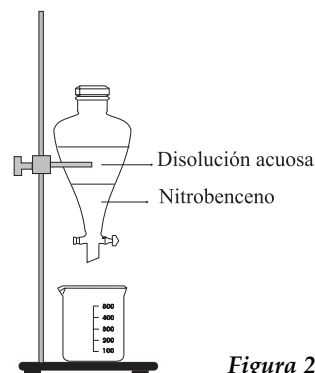
**Figura 1**

- Agregar gota a gota 10 ml de  $H_2SO_4$  concentrado y, por último, añadir lentamente 20 ml de benceno agitando y manteniendo fría la mezcla durante unos 40 minutos.

- Al cabo de este tiempo, verter el contenido del matraz sobre un vaso de agua y, seguidamente, separar el nitrobenzeno, más denso que el agua, mediante un embudo de decantación tal como se indica en la figura 2.

**Resultados**

Poner la cantidad obtenida de nitrobenzeno.



**Figura 2**



### 5.48.- Obtención de jabón (saponificación de ésteres).

#### Objetivos

Obtener un jabón.

#### Fundamento

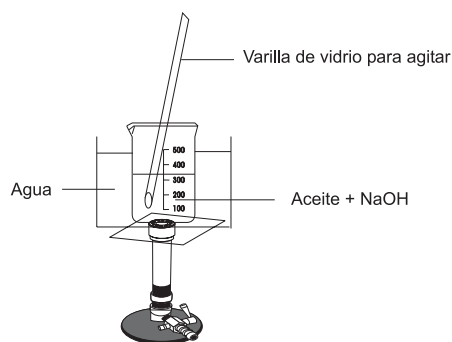
En la naturaleza se encuentran gran número de ésteres en las ceras, grasas y aceite. Estos ésteres producen glicerina (propanotriol) por hidrólisis, y el ácido correspondiente (ácido graso: oleico, que abunda en el aceite de oliva...) queda en forma de sal sódica o potásica, según el hidróxido utilizado en el proceso de hidrólisis alcalina.

Las sales sódicas y potásicas de los ácidos grasos son jabones.

Se suele llamar *saponificación de los ésteres* al proceso de hidrólisis de los mismos (que es el proceso inverso al de esterificación).

#### Material y reactivos

- Vasos de precipitados
- Mechero
- Varilla de vidrio
- Moldes para las pastillas de jabón
- Aceite
- Baño de agua
- Hidróxido sódico (NaOH)



#### Procedimiento

- En un vaso de precipitados introducir 200 ml de aceite y calentar suavemente (puede calentarse en baño de agua, como se indica en la figura).

- Añadir 25 g de NaOH disueltos en unos 50 ml de agua y seguir calentando suavemente durante más de un hora, agitando de vez en cuando.

- Pasado este tiempo, verter el contenido del vaso en otro mayor que contenga un litro de agua y hervir durante unos minutos.

- Mientras agregar sal común poco a poco, hasta unos 400g. El jabón se "corta" y aparece en forma de grumos en la superficie del líquido.

- Separar del líquido y calentar suavemente.

- Verter en moldes adecuados y dejar enfriar, con lo que se obtendrán pastillas de excelente jabón.

- Si después de separar el jabón del líquido se agregan unos mililitros de la esencia de Mirbana obtenida en la práctica 47, se obtendrá un buen jabón perfumado.



**Resultados**

Cuántas pastillas de jabón se obtienen.

**5.49.- Formación de colorante azoico.****Objetivos**

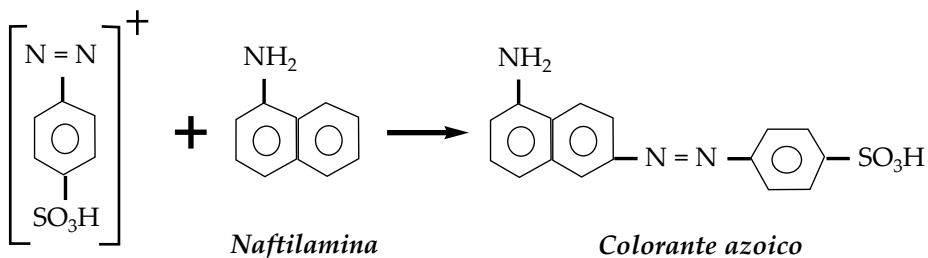
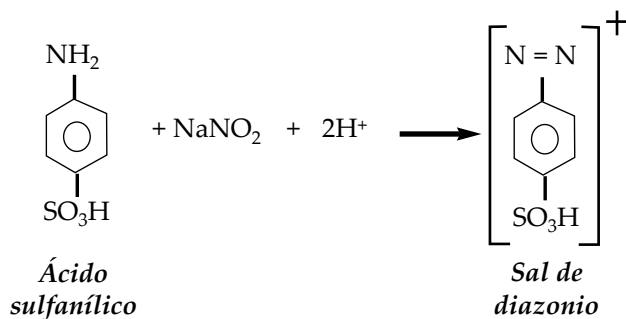
Obtener un colorante azoico.

**Fundamento**

Las aminas primarias ofrecen un comportamiento particularmente interesante al reaccionar con ácido nitroso porque pueden formar sales de diazonio si la reacción tiene lugar en frío y en medio ácido fuerte.

Estos **compuestos de diazonio** reaccionan fácilmente con otras sustancias orgánicas originando azoderivados, entre los cuales se encuentran numerosos compuestos de intenso color (azocolorantes o colorantes azoicos) de gran importancia industrial.

Las reacciones que tienen lugar son las siguientes:



**Material y reactivos**

- Tubo de ensayo
- Disolución  $\text{NaNO}_2$  0,1M
- Disolución de ácido sulfanílico al 1% en acético del 30%
- Disolución de a-naftilamina al 0,3% en acético del 30%

**Procedimiento**

- En un tubo de ensayo introducir 2 ml de disolución de  $\text{NaNO}_2$  0,1 molar.
- Agregar 0,5 ml de disolución de ácido sulfanílico al 1% en acético del 30% y 0,5ml de disolución de a-naftilamina al 0,3% en acético del 30%.

**Resultados**

Observar un intenso color rojo del colorante azoico formado.

**5.50.-Reacción del etanol con permanganato potásico.****Objetivos**

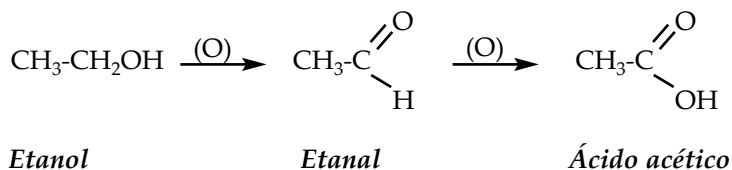
Comprobar como el etanol se oxida con relativa facilidad por la acción del permanganato potásico.

**Fundamento**

Los alcoholes se oxidan por la acción de compuestos como el permanganato potásico o el dicromato potásico, originando productos diferentes según el tipo de alcohol.

Los alcoholes primarios pueden oxidarse en dos etapas, primero hasta aldehído y después hasta ácido carboxílico.

En esta práctica el etanol se oxida a etanal y después a ácido acético:



Los alcoholes secundarios se oxidan a cetonas.

Ni los fenoles ni los alcoholes terciarios se oxidan fácilmente.



**Material y reactivos**

- Tubos de ensayo
- Disolución de  $\text{KMnO}_4$  0,05M
- Agua destilada
- Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 6M
- Hidróxido sódico ( $\text{NaOH}$ ) 6M
- Etanol

**Procedimiento**

- En tres tubos de ensayo introducir 2 ml de disolución 0,05 M de  $\text{KMnO}_4$  y añadir:
  - al primero, 2 ml de agua destilada.
  - al segundo, 2 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  6M.
  - al tercero, 2 ml de  $\text{NaOH}$  6M.

- Añadir a cada uno de los tubos 0,5 ml de etanol y observar, a los cinco minutos, los cambios que tengan lugar.

**Resultados**

Observar las diferencias de velocidad de la oxidación, así como las diferencias en los productos de reacción.

***Nota***

- El  $\text{MnO}_4^{2-}$  en disolución es verde.
- El  $\text{MnO}_2$  es un precipitado pardo.
- El ion  $\text{Mn}^{2+}$  es débilmente rosado, casi incoloro.



### 5.51.- Síntesis de nylon 6,10.

#### Objetivos

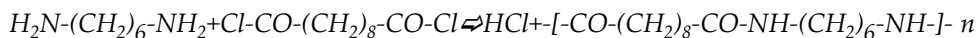
Polimerización del nylon 6,10 en la interfase de dos líquidos inmiscibles.

#### Fundamento

Las poliamidas se utilizan principalmente en forma de fibras. Este tipo de poliamidas y sus derivados más inmediatos se conocen con el nombre de nylons.

En cuanto a la nomenclatura, cuando la poliamida se expresa con un solo número, el nylon procede bien de una lactama o bien de un  $\omega$ -aminoácido (cadena hidrocarbonada con un grupo amino en el extremo y un grupo carboxilo en el otro). Si se expresa con dos números separados por una coma, se obtiene por la reacción de una diamina con un diácido o un dihaluro de ácido o diéster; la primera cifra se corresponde con el número de carbonos de la diamina y la segunda con el número de carbonos del segundo monómero.

El nylon 6,10 puede ser sintetizado por la reacción de una diamina (1,6- hexanodiamina) y un dihaluro de ácido (cloruro de sebacoilo o 1,10-dicloruro de decanodioilo). En definitiva la reacción global es :



Esta reacción no requiere de la existencia de indicadores, sino que se da por simple mezcla de reactivos. Es una reacción de condensación.

En este caso, la diamina se disuelve en agua y el dihaluro en ciclohexano. Como ambas disoluciones son inmiscibles, la polimerización se producirá únicamente en la *interfase* (zona de contacto) de los dos líquidos.

El proceso de reacción se da por ataque nucleófilo (con densidad de carga negativa) del nitrógeno de la amina al carbono carbonilo del dihaluro, que es electrófilo (con densidad de carga positiva). El proceso transcurre de forma que primeramente se expulsa el ión cloruro, y posteriormente uno de los protones del grupo amina entrante, desprendiéndose así el clorhídrico y formándose el grupo amida característico de las poliamidas.

#### Material y reactivos

- 2 pipetas de 10 ml
- 1 pipeta de 1 ml
- Vaso de precipitados de 50 ml
- Vaso de precipitados de 250 ml
- Cuentagotas



- Pera de goma
- Varilla de vidrio
- Alambre
- Papel secante
- Solución de 1,6-hexano diamina en agua (5% de riqueza en peso y densidad 1 g/ml)
- Solución de hidróxido sódico (20% de riqueza en peso)
- Verde de bromocresol u otro colorante
- Solución de cloruro de sebacoilo en ciclohexano (9% en peso y densidad 0,78 g/ml)

### Procedimiento

- Colocar 7 ml de la solución de 1,6-hexanodiamina en un vaso de precipitados de 50 ml y adicionar 10 gotas de la solución de hidróxido sódico. Para que el producto final sea coloreado, se añadirá 1 ml de verde de bromocresol, azul de metileno, u otro colorante.

- Adicionar muy cuidadosamente 7 ml de la solución de cloruro de sebacoilo sobre la disolución acuosa, dejándolo caer lentamente con ayuda de la varilla de vidrio. No agitar ni mover los líquidos.

- Observar en la interfase la aparición de nylon (película blanca). Con ayuda del alambre arrastrar el polímero y sacarlo fuera, enroscando los hilos obtenidos alrededor de la varilla de vidrio. **No tocar el nylon con las manos, ni tampoco las disoluciones.**

- En el vaso de precipitados grande añadir agua destilada. Introducir el nylon obtenido y agitar con la varilla de vidrio para lavarlo. Sacar el polímero y colocarlo sobre un papel secante, presionando con la mano para eliminar la mayoría del agua.

- Esperar al siguiente día de prácticas para que el polímero esté totalmente seco y así poder pesarlo y calcular el rendimiento de la reacción.

- Para evitar obstrucciones, **no tirar nada de nylon ni de las disoluciones por el desagüe.** Emplear el contenedor de residuos orgánicos.

### Cuestiones

¿Qué peso de polímero se ha obtenido? ¿Cuál es el rendimiento de la polimerización realizada?

### Nota

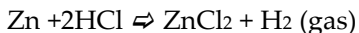
El polímero de nylon deberá secarse sobre papel de filtro previamente plegado en varios dobles para evitar ensuciar la mesa de prácticas.



## 6.- Resultados de algunas cuestiones de las prácticas.

### Práctica 2

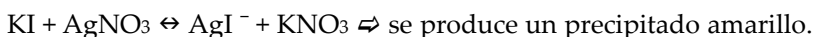
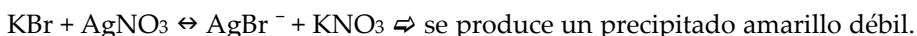
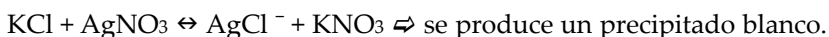
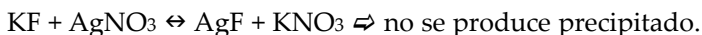
La reacción que se produce en esta práctica es la siguiente:



El gas que se produce al desprenderse burbujas es el hidrógeno.

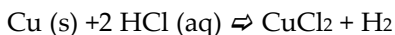
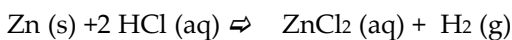
### Práctica 5

Descripción de la degradación de colores y sus reacciones después de añadir nitrato de plata:

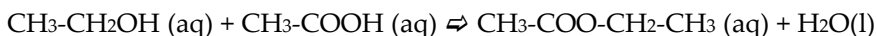
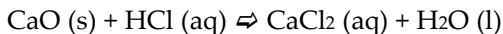
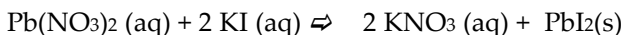


### Práctica 6

Reacciones completas y ajustadas de la práctica:



$3\text{Cu (s)} + 8 \text{HNO}_3 \text{ (aq)} \rightleftharpoons 3 \text{Cu(NO}_3)_2 \text{ (aq)} + 2 \text{NO (g)} + 4 \text{H}_2\text{O (l)}$  (Si el ácido está suficientemente concentrado se puede obtener también  $\text{NO}_2$ ).





### **Práctica 8**

#### **Respuestas de las cuestiones:**

a) Porque la disolución que resulta al neutralizar la sal se hidroliza. La disolución es básica. Coincide el punto de equivalencia de la disolución con el punto de viraje del indicador, que tiene un pH básico.

El otro indicador que se puede utilizar es el tornasol, que en presencia de ácido adquiere una coloración roja, y frente a una base adquirirá una coloración azul.

b) Para evitar que se sumen el color del vinagre y el color de la fenolftaleína.

c) No, porque el número de equivalentes es el mismo se añada o no se añada agua.

d) Básico, porque se forma una sal de ácido débil y base fuerte que se hidroliza.

### **Práctica 11**

Temperatura a la que destila el alcohol: 63° C

### **Práctica 13**

#### **Respuestas a las cuestiones:**

1- A que el Mg ha reaccionado con el oxígeno y se ha formado el compuesto. El Mg se ha oxidado.

2- El óxido de magnesio.

3-  $\text{Mg} + \frac{1}{2} \text{O}_2 \rightleftharpoons \text{MgO}$

### **Práctica 15**

#### **Reacciones y expresiones de las reacciones:**

a)  $\text{K}_2\text{CrO}_4 + 2 \text{AgNO}_3 \rightleftharpoons 2 \text{KNO}_3 + \text{Ag}_2\text{CrO}_4 \downarrow (\text{rojo})$

$\text{Ag}_2\text{CrO}_4 \rightleftharpoons 2 \text{Ag}^+ + \text{CrO}_4^{2-}$

$K_{ps} = [\text{Ag}^+]^2 * [\text{CrO}_4^{2-}]$

b)  $\text{NaCl} + \text{AgNO}_3 \rightleftharpoons \text{NaNO}_3 + \text{AgCl} \downarrow (\text{blanco})$

$\text{AgCl} \rightleftharpoons \text{Ag}^+ + \text{Cl}^-$

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

c)  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 + 2 \text{NaOH} \rightleftharpoons 2 \text{NaNO}_3 + \text{Pb}(\text{OH})_2 \downarrow$

d)  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 + 2 \text{KI} \rightleftharpoons \text{PbI}_2 \downarrow (\text{amarillo}) + 2 \text{KNO}_3$



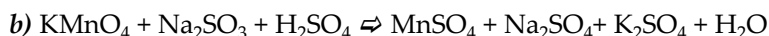
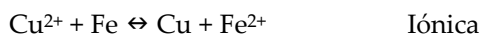
**Práctica 17**

Reacciones:

a) Oxidante

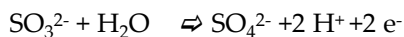


Reductor



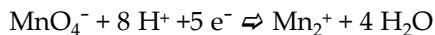
Semiecuación de oxidación:

Reductor

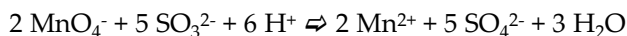


Semiecuación de reducción:

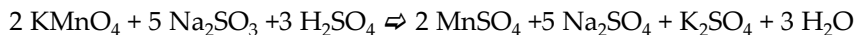
Oxidante



Ecuación iónica global:



Ecuación molecular:



Cálculo del equivalente gramo del  $\text{KMnO}_4$

$$P_{\text{eq}} = (P_m / n^\circ \text{ de } \text{e}^-) = (158/5) = 31,6$$

Cálculo del peso equivalente del  $\text{Na}_2\text{SO}_3$

$$P_{\text{eq}} = (126/2) = 63$$



Pregunta del volumen:

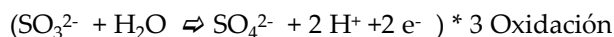
$$\text{Moles de Na}_2\text{SO}_3 = 10/126 = 0,079$$

$$\text{Moles de KMnO}_4 = (0,079 * 2)/5 = 0,032$$

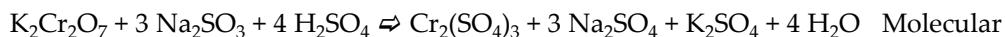
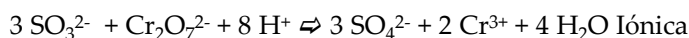
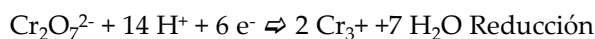
$$V_{\text{KMnO}_4} = 0,032/0,1 = 0,32\text{l} = 320 \text{ ml}$$



Reductor



Oxidante



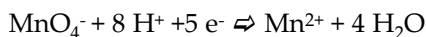
Cálculo del peso equivalente del  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  en esa reacción:

$$P_{\text{eq}} = (P_m/n^\circ \text{e}^-) = (294/6) = 49$$

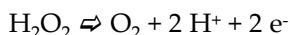
**Práctica 18**

Reacción de la valoración:

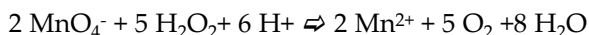
La semirreacción de reducción del permanganato en medio ácido, ajustada atómica y electrónicamente, es:



Y la de oxidación del agua oxigenada:



Multiplicar la primera ecuación por 2 y la segunda ecuación por 5 y sumarlas, simplificando las especies químicas que aparecen en ambos miembros. Resulta así:



**Práctica 21**

Respuesta: Porque lo primero que hay que hacer, para una determinación cuantitativa de una sustancia, es realizar un espectro para determinar a qué longitud de onda vamos a trabajar. Se trabaja siempre en un máximo de longitud de onda donde la sensibilidad es mayor y se produce una menor desviación de la ley de Lambert-Beer.

**Práctica 22**

Cálculo de concentraciones en la siguiente tabla:

	$[CH_3COCH_3]$	$[I_2]$	$[H^+]$
a)	0,4 M	0,004	0,4
b)	0,8 M	0,004	0,4
c)	1,2 M	0,004	0,4
d)	0,4 M	0,008	0,4
e)	0,4 M	0,002	0,4
f)	0,4 M	0,004	0,8
g)	0,4 M	0,004	1,2

**Práctica 23**

Cálculo de las concentraciones iniciales de  $Na_2S_2O_3$  y de  $H_2SO_4$

Tubos	$[Na_2S_2O_3]$	$[H_2SO_4]$
1	0,3 M	0,5 M
2	0,25 M	0,42 M
3	0,2 M	0,33 M
4	0,15 M	0,25 M
5	0,1 M	0,16 M
6	0,05 M	0,083 M

**Práctica 24**

Respuestas a las cuestiones:

1- Al principio llevaba una velocidad relativamente alta; a medida que pasa el tiempo va aumentando la velocidad cada vez más, cambiando el color de la disolución volviéndose de un verde brillante.

2- Sí, porque ha aumentado la velocidad de reacción.



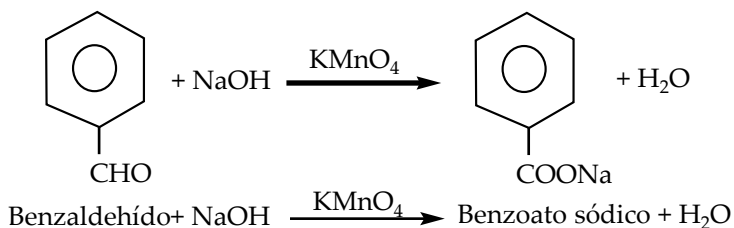
**Práctica 26**

<i>Sustancia</i>	<i>agua</i>	<i>éter</i>	<i>metanol</i>	<i>Disolvente a utilizar</i>
Ácido salicílico	Frío: insoluble Caliente: soluble	soluble	soluble	agua

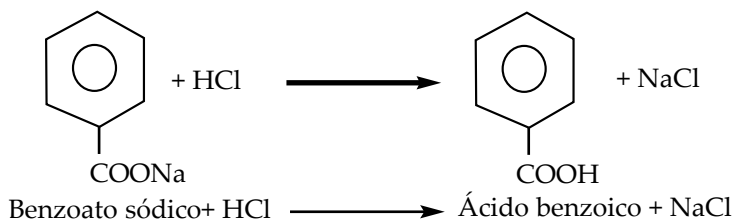
**Práctica 28**

Reacciones:

1- Obtención del benzoato sódico:



2- Obtención del ácido benzoico:



Cálculo del % de ácido benzoico obtenido:

a) Con el dato de densidad del benzaldehído y con los 5 ml que se toman se pueden calcular los gramos que tomamos de ese compuesto.

$$\text{Gramos de benzoato sódico a obtener} = \text{gramos de benzaldehído} * (\text{Pm de benzoato sódico} / \text{Pm del benzaldehído})$$

b) Cálculo de los gramos de ácido benzoico que se deben obtener:

$$\text{Gramos de ácido benzoico} = \text{gramos de benzoato sódico} * (\text{Pm de ácido benzoico} / \text{Pm de benzoato sódico}).$$

c) Cálculo del % de ácido benzoico obtenido:

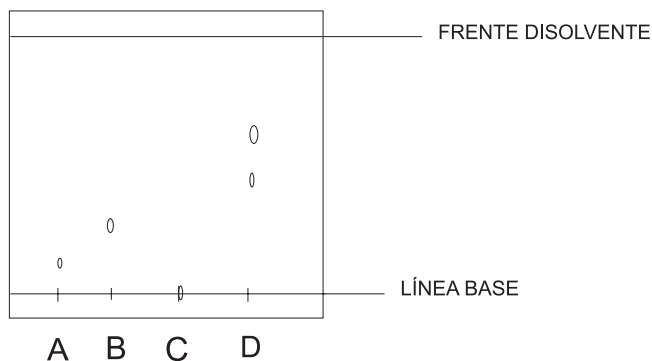
$$\% \text{ de ácido benzoico} = (\text{gramos obtenidos} / \text{gramos que debemos obtener}) * 100$$

Punto de fusión del ácido benzoico puro: 121° - 123° C



**Práctica 32**

Cómo tiene que salir el cromatograma:



**Práctica 34**

Respuesta: La diferencia fundamental entre una destilación sencilla y una destilación fraccionada está en que, cuando los dos líquidos tienen una diferencia en sus puntos de ebullición menor de 80° C, la obtención del destilado es mejor en la destilación fraccionada debido a la columna de fraccionamiento. En la destilación sencilla también obtenemos los líquidos, pero en este caso también podemos obtener mezcla y no los líquidos puros.

**Práctica 35**

<u>Compuesto</u>	<u>Estado físico</u>	<u>Color</u>	<u>Olor</u>	<u>Combustión y residuo a la llama</u>
Ácido acético	Líquido	Incoloro	Vinagre	Hierve/huele a picante
Alcohol metílico	Líquido	Incoloro	Chicle fresa	Explosiones
Anilina	Líquido	Amarillo	Anilina	Hierve

**Práctica 38**

Gramos de aspirina que hay que obtener:

Gramos aspirina= 6 g de ácido salicílico \* (180 g/mol /138 g/mol ) =7,8 g que se debería obtener.

% aspirina=(g aspirina obtenida/7,8 g ) \* 100= %



**Práctica 42**

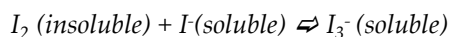
Los colores observados deberán ser los siguientes:

<b>CRISTAL</b>	<b>COLOR</b>
Sulfato de cinc	Blanco
Cloruro cúprico	Verde brillante
Cloruro férrico	Marrón
Nitrato de níquel	Verde

**Práctica 44**

Respuesta: Varias reacciones interesantes en medio acuoso consumen yodo como reactivo. Es necesario, pues, convertir el yodo (insoluble) en alguna especie química que sea hidrosoluble. Para ello bastará enlazar algún ión con la molécula de yodo para formar una partícula polar, que ya será soluble en agua. El ion va a ser precisamente el yoduro,  $I^-$ , contenido en el yoduro potásico, KI.

La reacción es:



- Pesar 1,3 g de yodo y colocarlos en un vaso de precipitados.
- Añadir 2 g de yoduro potásico y 5 ml de agua .
- Agitar poco a poco la disolución, sin calentarla, y observar cómo el yodo se va disolviendo. Cuando la disolución sea completa, traspasarla a un matraz aforado de 100 ml y añadir agua hasta el enrase.
- Ya tiene una disolución de yodo de concentración conocida.



## 7.- Bibliografía.

- *Seguridad y Condiciones de Trabajo en el Laboratorio. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo.* Guardino Sola X. y col. 1994.
- *Seguridad en Laboratorios Químicos.* Monplet & Esteban. Panreac.
- *Manual de prácticas de Toxicología General. Dep. de Bromatología, Tecnología de Alimentos y Toxicología.* Facultad de Farmacia. Universidad de Navarra.
- *Guión de prácticas de Química para biólogos.* Departamento de química de la Universidad de Navarra.
- *La Seguridad en los Laboratorios Químicos.* Vídeos 1 y 2. EURO-Chemistry.
- *Catálogo AUXILAB, S.L.*
- *Manual de experimentación básica en química.* Universidad de Valladolid.
- *Matraz. El trabajo en el laboratorio.* ESO.
- *Calidad en Laboratorios Clínicos.* Iniciativa ATYCA. Programa de Calidad y Seguridad Industrial. Unión Europea Fondo Social Europeo.
- *Expresión de la incertidumbre de medida en las calibraciones.* CEA-ENAC-LC/02
- *Curso sobre determinación de incertidumbres en análisis químico.* Fundación para el fomento de la innovación industrial.
- *Química analítica cuantitativa.* Prentice Hall.
- *Como superar la física y química de 3º de B.U.P.* Antonio Miró. Cecilia Hernández. EDUNSA.
- *1000 problemas de Química General.* M.R Fernández. J.A. Fidalgo. Editorial Everest, S.A.
- *Problemas de química.* Cuestiones y ejercicios. José A. López Cancio. Prentice Hall.
- *Problemas de química de COU.* José Mº Teijón. José A. García. Tébar
- *Experimentación en Química Analítica.* Departamento de química y edafología. Universidad de Navarra.





## 8.- Conceptos básicos de química.

**Ácido.** Sustancia que libera iones hidrógeno ( $H^+$ ) cuando se disuelve en agua.

**Ácido carboxílico.** Ácidos que contiene el grupo carboxilo  $-COOH$ .

**Agente oxidante.** Sustancia que puede aceptar electrones provenientes de otra sustancia o incrementar el número de oxidación de otra sustancia.

**Agente reductor.** Sustancia que puede donar electrones a otra sustancia o disminuir los números de oxidación de otra sustancia.

**Alcohol.** Compuesto orgánico que contiene el grupo hidroxilo  $-OH$ .

**Aldehídos.** Compuestos con un grupo funcional carbonilo y la fórmula general  $RCHO$ , donde R es un átomo H, un grupo alquilo o un grupo arilo.

**Aminas.** Bases orgánicas que tienen grupo funcional  $-NH_2$  donde R puede ser H, un grupo alquilo o un grupo arilo.

**Anión.** Ion con carga negativa.

**Ánodo.** Electrodo en el que se llevan a cabo las oxidaciones.

**Átomo.** Unidad fundamental de un elemento que puede participar en una combinación química.

**Base.** Sustancia que libera iones hidróxido ( $OH^-$ ) cuando se disuelve en agua.

**Calor específico.** Cantidad de energía térmica que se requiere para elevar un grado Celsius a la temperatura de un gramo de sustancia.

**Cantidades estequiométricas.** Las cantidades exactas de reactivos y productos que aparecen en la ecuación química balanceada.

**Catalizador.** Sustancia que aumenta la velocidad de una reacción química sin consumirse.

**Catión.** Ion con carga neta positiva.

**Cátodo.** Electrodo en el que se llevan a cabo las reducciones.

**Cetonas.** Compuestos con un grupo funcional carbonilo y la fórmula general  $RR'CO$ , siendo R y R' grupos alquilo y arilo.

**Cifras significativas.** Números de dígitos significativos en una cantidad medida o calculada.

**Cinética química.** Área de la química relacionada con las velocidades (o rapidez) a las cuales se llevan a cabo las reacciones químicas.

**Composición porcentual en masa.** Porcentaje en masa de cada uno de los elementos que constituyen el compuesto.

**Compuesto.** Sustancia compuesta por átomos de dos o más elementos químicos unidos en proporciones fijas.

**Compuesto binario.** Compuesto formado solo por dos elementos.

**Compuesto iónico.** Cualquier compuesto neutro que contenga cationes y aniones.

**Compuesto de coordinación.** Especie neutra que contiene un ion complejo.



**Compuestos orgánicos.** Compuestos que contienen carbono, por lo general en combinación con elementos como el hidrógeno, el oxígeno, el nitrógeno y el azufre.

**Compuestos inorgánicos.** Compuestos distintos de los orgánicos.

**Compuestos covalentes.** Compuestos que contienen sólo enlaces covalentes.

**Concentración de una disolución.** La cantidad de soluto presente en una cantidad dada de disolución.

**Concentración molar.** Véase molaridad.

**Condensación.** Fenómeno en el que se pasa del estado gaseoso al líquido.

**Conductor.** Sustancia capaz de conducir la corriente eléctrica.

**Configuración electrónica.** Distribución de electrones entre los diversos orbitales de un átomo o molécula.

**Constante de equilibrio.** Número igual a la relación de las concentraciones de equilibrio de los productos entre las concentraciones de equilibrio de los reactivos, cada una elevada a una potencia igual a su coeficiente estequiométrico.

**Constante de velocidad.** Constante de proporcionalidad entre la velocidad de reacción y las concentraciones de los reactivos.

**Cristalización.** Proceso en el que un soluto disuelto sale de la disolución y forma cristales.

**Cualitativo.** Observaciones generales acerca de un sistema.

**Cuantitativo.** Valores numéricos obtenidos a través de diversas mediciones del sistema.

**Densidad.** La masa de una sustancia dividida entre su volumen.

**Densidad electrónica.** Probabilidad de que un electrón sea encontrado en una región particular de un orbital atómico.

**Dilución.** Procedimiento para preparar una disolución menos concentrada a partir de otra más concentrada.

**Disolución.** Mezcla homogénea de dos o más sustancias.

**Disolución insaturada.** Disolución que contiene menor cantidad de soluto que el que puede.

**Disolución saturada.** Disolución que resulta cuando, a una temperatura dada, se ha disuelto la máxima cantidad de una sustancia en un disolvente.

**Disolución estándar.** Disolución cuya concentración se conoce con exactitud.

**Disolvente.** Sustancia presente en mayor cantidad en una disolución.

**Electrólisis.** Proceso en el que se usa la energía eléctrica para provocar que se realice una reacción química no espontánea.

**Electrolito.** Sustancia que, al disolverse en agua, produce una disolución que puede conducir la electricidad.

**Electrón.** Partícula subatómica que tiene una masa muy pequeña y lleva una carga eléctrica unitaria negativa.



**Electronegatividad.** Capacidad de un átomo para atraer electrones hacia él en un enlace químico.

**Elemento.** Sustancia que por métodos químicos no se puede descomponer en sustancias más sencillas.

**Energía.** Capacidad para realizar un trabajo o producir un cambio.

**Energía química.** Energía almacenada en el interior de las unidades estructurales de las sustancias químicas.

**Energía de activación.** Cantidad mínima que se requiere para iniciar una reacción química.

**Enlace covalente.** Enlace en el que dos átomos comparten dos electrones.

**Enlace iónico.** Fuerza electrostática que mantiene a los iones unidos en un compuesto iónico.

**Equilibrio.** Estado en el que no hay cambios observables con respecto al tiempo.

**Equilibrio homogéneo.** Estado de equilibrio en el que todas las especies reaccionantes están en la misma fase.

**Equilibrio heterogéneo.** Estado de equilibrio en el que todas las especies reaccionantes están en la misma fase.

**Equilibrio químico.** Estado químico en el que no se observa cambio neto alguno.

**Estequiometría.** Las relaciones de masa entre reactivos y productos en las reacciones químicas.

**Estructura de Lewis.** Representación de los enlaces covalentes que usan los símbolos de Lewis. Los pares de electrones compartidos se representan ya sea con líneas o como pares de puntos entre dos átomos, y los pares libres se muestran como pares de puntos de átomos individuales.

**Fórmula química.** Expresión que muestra la composición química de un compuesto en términos de los símbolos de los elementos implicados.

**Fórmula molecular.** Expresión que muestra los números de átomos exactos de una molécula.

**Fracción molar.** Relación del número de moles de un componente de una mezcla con el número total de moles de todos los componentes de la misma.

**Fuerzas de Van der Waals.** Fuerzas dipolo-dipolo, dipolo-dipolo inducido y de dispersión.

**Fuerzas intermoleculares.** Fuerzas de atracción que existen entre las moléculas.

**Fuerzas ion-dipolo.** Fuerzas que operan entre un ion y un dipolo.

**Fuerzas de dispersión.** Fuerzas de atracción que surgen como resultado de dipolos temporales inducidos en los átomos o moléculas, también llamadas fuerzas de London.

**Fuerzas de dipolo-dipolo.** Fuerzas que actúan entre moléculas polares..

**Hidrocarburos.** Compuestos constituídos sólo por carbono e hidrógeno.

**Hidrólisis.** Reacción de una sustancia con el agua, que por lo general cambia el pH de la disolución.

**Ley.** Enunciado conciso, verbal o matemático de una relación entre fenómenos que es siempre igual en las mismas condiciones.



**Ley de velocidad.** Expresión que relaciona la velocidad de una reacción con la constante de velocidad y las concentraciones de los reactivos.

**Ley de Charles y Gay Lussac.** El volumen de una cantidad fija de gas, mantenido a presión constante, es directamente proporcional a la temperatura absoluta del gas.

**Ley de Dalton de la presiones parciales.** La presión total de una mezcla de gases es la suma de las presiones que cada uno de los gases ejercería si estuviera solo.

**Ley de Boyle.** El volumen de una cantidad fija de un gas, mantenido a temperatura constante, es inversamente proporcional a la presión del gas.

**Ley de Avogrado.** A presión y temperatura constante, el volumen de un gas es directamente proporcional al número de moles de gas presente.

**Ley de las proporciones múltiples.** Si dos elementos se pueden combinar para formar más de un compuesto, las masas de uno de los elementos que se combinan con una masa fija del otro elemento están en relaciones de números enteros pequeños.

**Ley de las proporciones definidas.** Muestras diferentes del mismo compuesto contienen siempre sus elementos constituyentes en las mismas proporciones en masa.

**Ley de la conservación de la masa.** La materia no se puede crear ni destruir.

**Ley de la conservación de la energía.** La cantidad total de energía en el universo es constante.

**Ligante.** Molécula o ion que esta enlazado al ion metálico en un ion complejo. Todos los ligantes son bases de Lewis.

**Litro.** El volumen ocupado por un decímetro cúbico.

**Longitud de enlace.** Distancia entre los centros de dos átomos enlazados en una molécula.

**Masa.** Medida de la cantidad de materia contenida en un objeto.

**Masa molecular.** La suma de las masas atómicas de los átomos que constituyen la molécula.

**Masa atómica.** Masa de un átomo en unidades de masa atómica.

**Masa molar.** La masa en gramos o kilogramos de un mol de átomo, moléculas u otras partículas.

**Masa molar de un compuesto.** Masa en gramos o kilogramos de un mol de compuesto.

**Materia.** Cualquier cosa que ocupa espacio y posee masa.

**Metales.** Elementos que son buenos conductores de calor y la electricidad y tienen tendencia a formar iones positivos.

**Mezcla.** Combinación de dos o más sustancias en las que estas conservan su identidad.

**Mezcla heterogénea.** Los componentes individuales de una mezcla permanente físicamente separados y se pueden apreciar como tales.

**Mezcla homogénea.** Después de suficiente agitación, la composición de la mezcla es la misma en toda la disolución.



**Miscible.** Se dice que dos líquidos que son completamente solubles entre sí, en todas las proporciones, son miscibles.

**Mol.** Cantidad de sustancia que contiene tantas entidades elementales (átomos, moléculas u otras partículas).

**Molalidad.** Número de moles de soluto disuelto en un kilogramo de disolvente.

**Molaridad.** Número de moles de soluto en un litro de disolución.

**Molécula.** Agregado de por lo menos dos átomos, con una distribución definida, que se mantiene unido mediante fuerza especiales.

**Molécula diatómica.** Molécula que consta de dos átomos.

**Molécula poliatómica.** Molécula formada por más de dos átomos.

**Neutrón.** Partícula subatómica que no tiene carga eléctrica neta. Su masa es ligeramente mayor que la del protón.

**Newton.** Unidad de fuerza en el S.I.

**No metales.** Elementos que por lo general son malos conductores de calor y la electricidad.

**Núcleo.** Corazón de un átomo.

**Número de masa (A).** El número total de protones y neutrones presentes en el núcleo del átomo.

**Número de oxidación.** Número de cargas que tendría un átomo en una molécula si los electrones fueran transferidos completamente en la dirección indicada por la diferencia de electronegatividades.

**Número atómico.** Número de protones en el núcleo de un átomo.

**Número de coordinación.** En los compuestos de coordinación se define como el número de átomos donadores que rodean al átomo metálico central en un complejo.

**Número de Avogadro.**  $6.022 \times 10^{23}$ ; el número de partículas de un mol.

**Orden de reacción.** Suma de las potencias a las cuales se elevan las concentraciones de todos los reactivos, tal como aparecen en la ley de velocidad.

**Pascal.** Una presión de un Newton por metro cuadrado ( $1\text{N}/\text{m}^2$ ).

**Periodo.** Línea horizontal en la tabla periódica.

**pH.** Logaritmo negativo de la concentración de iones hidrógeno.

**Precipitado.** Sólido insoluble que se separa de una disolución.

**Presión.** Fuerza aplicada por unidad de área.

**Primera Ley de la termodinámica.** La energía se puede convertir de una forma a otra, pero no puede ser creada ni destruida.

**Producto.** Sustancia que se forma como resultado de una reacción química.

**Protón.** Partícula subatómica que tiene una carga eléctrica unitaria. La masa del protón es unas 1840 veces la del electrón.



**Punto de fusión.** Temperatura a la cual coexisten en equilibrio las fases sólida y líquida.

**Química.** Ciencia que estudia las propiedades de las sustancias y cómo reaccionan estas entre sí.

**Química orgánica.** Rama de la química que estudia los compuestos del carbono.

**Reactivos.** Sustancias de las que se parte en una reacción química.

**Reacción de neutralización.** Reacción entre un ácido y una base.

**Reacción de segundo orden.** Reacción cuya velocidad depende de la concentración de un reactivo elevada a la segunda potencia, o de las concentraciones de dos reactivos diferentes, cada una elevada a la primera potencia.

**Reacción redox.** Reacción en la que hay transferencia de electrones o un cambio en los números de oxidación de las sustancias que toman parte en ella.

**Reacción reversible.** Reacción que puede ocurrir en ambas direcciones.

**Rendimiento de una reacción.** Cantidad de producto obtenida de la reacción.

**Rendimiento real.** Cantidad de producto obtenido realmente en una reacción.

**Rendimiento teórico.** Cantidad de producto que se predice en la ecuación balanceada, cuando reacciona todo el reactivo limitante.

**Rendimiento porcentual.** Relación del rendimiento real respecto al rendimiento teórico, multiplicado por 100.

**Sal.** Compuesto iónico constituido por un catión diferente del  $H^+$  y un anión distinto del  $OH^-$  u  $O^{2-}$ .

**Semirreacción.** Reacción que muestra explícitamente los electrones implicados en la oxidación o en la reducción.

**Solubilidad.** Cantidad máxima de soluto que se puede disolver en una cantidad dada de disolvente, a una temperatura específica.

**Solubilidad molar.** Número de moles de soluto en un litro de una disolución saturada (mol/l).

**Soluto.** Sustancia presente en menor cantidad en una disolución.

**Sublimación.** Proceso en el que las moléculas pasan directamente de la fase sólida a la de vapor.

**Sustancia.** Forma de la materia que tienen una composición definida o constante (número y tipo de unidades fundamentales presentes) y propiedades que la diferencian.

**Teoría.** Principio unificador que explica un cuerpo de hechos y las leyes que se basan en ellos.

**Titulación.** Adición gradual de una disolución de concentración exactamente conocida a otra disolución de concentración desconocida hasta que se completa la reacción química entre ambas disoluciones.

**Velocidad de reacción.** Cambio en las concentraciones de los reactivos o productos respecto al tiempo.

