

QUÍMICA

CODIGO DE LA MATERIA: 63.01

GUIA DEL LABORATORIO

CODIGO DE LA PUBLICACIÓN: 63.01.12

FACULTAD DE INGENIERÍA U.B.A.

INDICE

TÍTULO	PÁGINA
INSTRUCCIONES PARA EL LABORATORIO	1
TRABAJO PRÁCTICO N° 1	3
TRABAJO PRÁCTICO N° 2	6
TRABAJO PRÁCTICO N° 3	8
TRABAJO PRÁCTICO N° 4	10
TRABAJO PRÁCTICO N° 5	12
TRABAJO PRÁCTICO N° 6	14
TRABAJO PRÁCTICO N° 7	16
TRABAJO PRÁCTICO N° 8	18
TRABAJO PRÁCTICO N° 9	20

INSTRUCCIONES PARA EL LABORATORIO

- Conocer perfectamente el Trabajo Práctico a realizar antes de ir al Laboratorio.
- Tener presente todas las precauciones que le haya informado el docente como aquellas que se encuentran escritas en la guía de Trabajos Prácticos o en carteles colocados en el laboratorio.
- **No está permitida la realización de cualquier experiencia no autorizada por el jefe de T.P.**
- **No está permitido fumar en el laboratorio.**
- **No se debe ingerir alimentos o bebidas en el laboratorio.**
- Los frascos con los reactivos para el T. P. del día se encontrarán en determinados sectores del Laboratorio.
 - a) **No** Transportarlos a otro sitio.
 - b) Si un frasco está vacío, solicitar AL DOCENTE que reponga el contenido.
 - c) **No** devolver a los frascos de reactivos el sobrante.
 - d) **No** introducir ningún objeto, o material sucio en los frascos de los reactivos.
- **No** se desplace innecesariamente, transportando material y/o reactivos.
- **No** tocar las sustancias con las manos.
- **No** frotarse los ojos cuando se está trabajando en el laboratorio.
- **No** probar ninguna sustancia.
- **No** oler directamente acercando la cara al recipiente de reacción. Traer un poco de gas hacia la nariz, moviendo la mano sobre la superficie del mismo.
- **Evitar** derramar reactivo sobre la mesa de trabajo. En caso de que ocurriera, AVISAR INMEDIATAMENTE AL DOCENTE para hacer una adecuada limpieza, evitando perjudicar a su compañero que ignora el estado de su mesa.
- **No pipetear** Ácidos fuertes, Bases fuertes o cualquier otra sustancia Corrosiva o Tóxica.
- **Leer** cuidadosamente el rótulo del frasco de reactivo antes de sacar nada de su contenido.
- Apagar los mecheros cuando en las proximidades se está trabajando con solventes inflamables (éter, benceno, acetona, alcohol).
- Al calentar sustancias en un tubo de ensayos tomar las siguientes precauciones:
 - **No** inclinar la boca del tubo hacia uno mismo o hacia un compañero.
 - Observar que el tubo no esté rajado.
 - Tomar el tubo con la pinza de madera a unos 2-3 cm del borde del mismo.
 - Calentar suavemente al comienzo, colocando el tubo sobre la llama pero sin tocarla, agitándolo suavemente.
 - Cuando se ha calentado el líquido, el tubo puede ubicarse dentro de la llama, estando ésta cerca del fondo del tubo y nunca por encima del nivel del líquido contenido.
 - Si el tubo contiene materiales granulados o en polvo, calentar todavía más lentamente.
 - Utilizar la campana cuando se desprenden gases.
 - Si una sustancia corrosiva se pone en contacto con la piel o con los ojos informar **INMEDIATAMENTE**

AL DOCENTE y lavar con abundante cantidad de agua.

- Dejar pasar bastante tiempo para que se enfríe el vidrio caliente (el vidrio caliente tiene el mismo aspecto que el vidrio frío).
- Antes de desconectar el mechero Bunsen, verificar que se ha cerrado la llave de gas.
- Tirar todos los sólidos y papeles inservibles en el cesto que el docente le indique.
- **No** echar ningún objeto en las piletas.
- Antes de arrojar un líquido en la pileta CONSULTE CON EL DOCENTE la mejor manera de realizar esta operación.
- Una vez finalizado el Trabajo Práctico LAVARSE CUIDADOSAMENTE LAS MANOS.
- INFORMAR INMEDIATAMENTE AL JEFE O DOCENTE A CARGO SOBRE CUALQUIER ACCIDENTE, DUDA, O INCONVENIENTE POR PEQUEÑOS QUE ESTOS PAREZCAN

TRABAJO PRÁCTICO N °1

SEPARACIÓN DE UNA MEZCLA: ARENA Y CLORURO DE SODIO

A) OBJETIVOS:

- 1- Identificar y utilizar los materiales de uso común en el laboratorio.
- 2- Ejecutar algunas operaciones básicas de laboratorio.
- 3- Separar las fases de un sistema heterogéneo dado.
- 4- Aplicar un método de fraccionamiento de una solución.

B) INTRODUCCIÓN TEÓRICA:

El ingeniero puede encontrarse frente a la necesidad de separar las distintas fases de un sistema heterogéneo o de fraccionar soluciones para obtener sus componentes.

Dispone, en el primer caso, de métodos mecánicos como la sedimentación, decantación, filtración, etc., en los cuales los componentes del sistema no sufren transformaciones ni físicas ni químicas. Para el fraccionamiento de componentes, se utilizan métodos como la destilación y la cristalización, en los cuales uno o más de los componentes cambian de estado de agregación.

C.1) Conocimiento de algunos materiales de laboratorio:

- vaso de precipitados o de precipitación
- matraz de Erlenmeyer
- tubo de ensayo
- embudo de filtración
- probeta graduada
- pipeta graduada
- pipeta aforada
- varilla de vidrio
- vidrio de reloj
- crisol
- soporte, agarradera y nuez de hierro
- gradilla y pinza de madera
- mechero

C.2) Ejecución correcta y segura de algunas operaciones de laboratorio:

- encendido, uso y apagado del mechero de gas
- uso de la pipeta: caso de líquidos peligrosos
- armado del filtro
- lavado de sólidos en vaso y filtro
- armado de un baño María
- calcinación en crisol

D) PARTE EXPERIMENTAL:

D.1) Separación de una mezcla de arena y cloruro de sodio

Se entregará a cada grupo una mezcla de arena y cloruro de sodio.

D.1.1) Procedimiento:

Colocar una muestra de mezcla de arena y cloruro de sodio en un vaso de precipitados de 250 cm³. Agregar 20 cm³ de agua destilada, medidos con probeta. Calentar hasta aproximadamente 50 °C y ayudar a la disolución de la sal agitando con varilla de vidrio. Dejar sedimentar la arena.

Tener preparado el dispositivo de filtración.

Pasar (decantar) primero la solución sobrenadante al embudo.

Recoger el filtrado en otro vaso de precipitados. Lavar la arena remanente en el primer vaso con tres porciones sucesivas de 10 cm³ cada una, medidas con una pipeta, aprovechando en cada oportunidad para lavar el papel de filtro.

Para el mejor aprovechamiento de cada una de estas porciones de agua de lavado, cuidar:

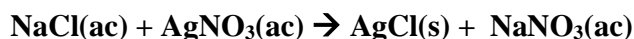
a) que el filtrado original o el lavado anterior haya drenado totalmente del embudo al vaso inferior;

b) que el agua con que se lavó el primer vaso se dirija a toda la periferia desde el borde del papel. Luego transferir el remanente de arena del vaso al embudo, con ayuda de la varilla de vidrio y de muy pequeñas porciones de agua (2 cm³ cada vez).

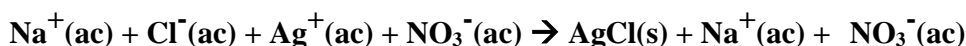
Finalmente completar el lavado con pequeñas porciones de agua (2 cm³ cada una) aplicadas con una pipeta en toda la periferia del borde del papel.

Verificar si el lavado realmente ha quedado completado. Para ello, a 1 cm³ de muestra recogida del pico del embudo en un tubo de ensayo, agregar 3 gotas de solución de nitrato (V) de plata al 1%. Una turbidez blanquecina indica la presencia de cloruro de plata y un lavado insuficiente.

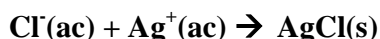
La ecuación molecular correspondiente a la reacción del anión cloruro en solución es:



La ecuación iónica completa es:



Y la ecuación iónica neta:



Se tratará de lavar hasta ausencia de ion cloruro en el filtrado que se va obteniendo.

Para recuperar el cloruro de sodio sólido y puro, se extraerá una porción del líquido filtrado inicial a fin de proceder a la cristalización de la sal; Para ello, pasar 2 cm³ del filtrado obtenido a un vidrio de reloj y colocarlo en un baño de María. Llevar a sequedad, retirar el vidrio de reloj, dejar enfriar y observar los cristales obtenidos.

D.2) Destilación simple de una solución acuosa de sulfato (VI) de cobre (II):

- Armar el dispositivo de destilación según indicaciones del docente.
- Cargar el balón de destilación con la muestra. Agregar unos trocitos de cerámica para evitar burbujeo.
- Conectar la circulación de agua por el refrigerante.
- Calentar el balón hasta ebullición suave. Mantenerlo así por aproximadamente 15 minutos.
- Tomar muestras del destilado en dos tubos de ensayo en los que se confirmará la ausencia de iones sulfato y de iones cobre con los reactivos adecuados.

E) INFORME

Completar el Informe del Trabajo Práctico N° 1.

TRABAJO PRÁCTICO N°2

REACCIONES DE DOBLE DESCOMPOSICIÓN CON FORMACIÓN DE UNA FASE SÓLIDA

A) OBJETIVOS

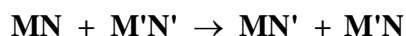
- 1- Predecir y efectuar experimentalmente distintas reacciones químicas.
- 2- Observar las reacciones efectuadas experimentalmente y reconocer los productos obtenidos
- 3- Interpretar las reacciones a partir de sus ecuaciones moleculares.
- 4- Escribir ecuaciones iónicas para representar fenómenos químicos.

B) COMENTARIO PREVIO

De acuerdo con los objetivos prefijados para este trabajo práctico se desea que el estudiante trabaje en esta oportunidad con libertad: que prevea posibles reacciones, las efectúe, y las interprete con ecuaciones moleculares y iónicas. Por lo tanto la Guía y los docentes a cargo del curso le darán sólo una información mínima.

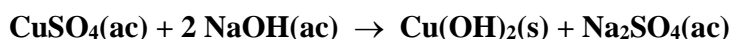
C) INTRODUCCIÓN TEÓRICA

Las reacciones de doble descomposición son del tipo



Se producen realmente cuando se forma un producto, (o dos en algunos casos dos) que no permanece disuelto en el solvente (habitualmente un gas que se desprende o un sólido que precipita). En este trabajo práctico nos ocuparemos de este último caso, o sea las reacciones que se producen con formación de una fase sólida constituida por el producto menos soluble. Observar que en este tipo de reacciones no hay cambios en los números de oxidación.

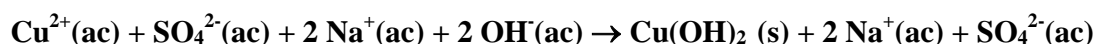
Ejemplo:



En este caso se separa una fase sólida $\text{Cu}(\text{OH})_2$ como permite preverlo la tabla de solubilidad que se indica más adelante.

Para escribir las ecuaciones iónicas hay que tener en cuenta que al producto que forma una fase sólida que se separa de la solución (precipita) no se lo representa dissociado en iones.

La ecuación iónica completa y explícita es, por lo tanto:



Y la ecuación iónica neta (la verdaderamente representativa del fenómeno producido):



D) TÉCNICA OPERATIVA

Utilizar la tabla para predecir la ocurrencia de una reacción dada.

Comenzar con la precipitación del hidróxido de cobre (II) mencionada como ejemplo y luego continuar con otras reacciones.

Verter aproximadamente 2 ó 3 cm³ de una de las soluciones necesarias en un tubo de ensayos y luego, gota a gota, la otra solución.

Observar e interpretar.

NOTA: la composición química de algunas sustancias producidas puede ser algo distinta de la que puede predecirse en cursos de este nivel (por ejemplo por formación de sales básicas, óxidos hidratados, etc). No tomaremos en cuenta estas particularidades.

E) INFORME

Completar el Informe del Trabajo Práctico N° 2.

Tabla de solubilidad de algunas sustancias en agua a 20° C

	Sodio Potasio Amonio	Cobre(II) Mercurio(II)	Plata	Calcio	Bario	Hierro(II) Hierro(III) Niquel(II) Cobalto(II)
Hidróxido de...,	Sb	I	I	E. Sb	Sb	I
cloruro, bromuro, ioduro de ...	Sb	Sb (ver 3)	I	Sb	Sb	Sb
carbonato, ortofosfato(V) de...	Sb	I	I	I	I	I
nitrato(V) de..., acetato de...	Sb	Sb	Sb	Sb	Sb	Sb
sulfato(VI) de...	Sb	Sb	E. Sb	E. Sb	I	Sb
sulfuro de...	Sb	I	I	Sb	Sb	I

Notas:

- Sb:** Soluble.
E. Sb: Escasamente soluble.
I: Insoluble (en general solubilidad menor de 1% m/m).
- El anión acetato se estudia en química orgánica. Puede representárselo como Ac⁻ (su fórmula es CH₃COO⁻)
- El bromuro de mercurio (II) es poco soluble y el ioduro de mercurio (II) es insoluble.
- Al decir "insoluble" debe entenderse "extremadamente poco soluble" ya que en ningún caso la insolubilidad es total.

TRABAJO PRÁCTICO N° 3

DETERMINACIÓN DE LA MASA MOLAR DEL MAGNESIO

A) OBJETIVOS:

- 1- Determinar experimentalmente la masa atómica del magnesio.
- 2- Armar un dispositivo para la recolección de una sustancia gaseosa de acuerdo con un esquema dado.
- 3- Calcular el error del resultado experimental obtenido de la masa atómica del magnesio con relación al valor tabulado.
- 4- Resolver un problema experimental aplicando conocimientos sobre las leyes de los gases.

B) COMENTARIO PREVIO:

A través de este trabajo práctico el alumno se familiarizará con el armado de un aparato apto para la recolección y la medición de volúmenes de sustancias gaseosas (que sean prácticamente insolubles en agua). Ello le permitirá, utilizando dichos valores y sus conocimientos sobre las leyes de los gases y la estequiometría de las reacciones químicas, calcular la masa molar de un elemento químico y compararla con el valor tabulado, lo que le dará idea del error experimental.

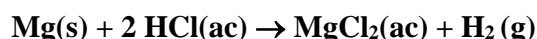
C) INTRODUCCIÓN TEÓRICA:

El mol es una unidad que mide la cantidad de sustancia y se define como la cantidad de materia que contiene aproximadamente $6,02 \cdot 10^{23}$ unidades elementales (átomos, moléculas, iones, etc) de una especie química definida. La masa molar de la especie química en cuestión, será la masa (en gramos) de material que contenga un mol de esas unidades elementales.

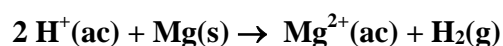
En el caso de sustancias gaseosas, un mol de moléculas ocupa siempre aproximadamente 22,4 L en condiciones normales de presión y temperatura (CNPT), independientemente de la naturaleza del gas.

En este trabajo práctico se determinará la masa molar del magnesio, midiendo el volumen de hidrógeno desprendido a partir de una masa conocida de magnesio que reacciona en presencia de un exceso de cloruro de hidrógeno acuoso (ácido clorhídrico) según las siguientes ecuaciones:

Ecuación Molecular:



Ecuación Iónica Neta:



De acuerdo con las ecuaciones anteriores, la relación estequiométrica entre Mg y H₂ es 1 a 1; esto quiere decir que si reacciona totalmente, 1 mol de Mg produce 1 mol de H₂.

D) PARTE EXPERIMENTAL:

El hidrógeno gaseoso se desprende en un equipo como el de la figura. La cantidad de moles de hidrogeno desprendido se pueden calcular empleando la ecuación de los gases ideales a partir de los parámetros del experimento (temperatura, presión y volumen del gas). Tanto el volumen como la temperatura se obtienen a través de medidas directas. La presión de H₂ se puede calcular sabiendo

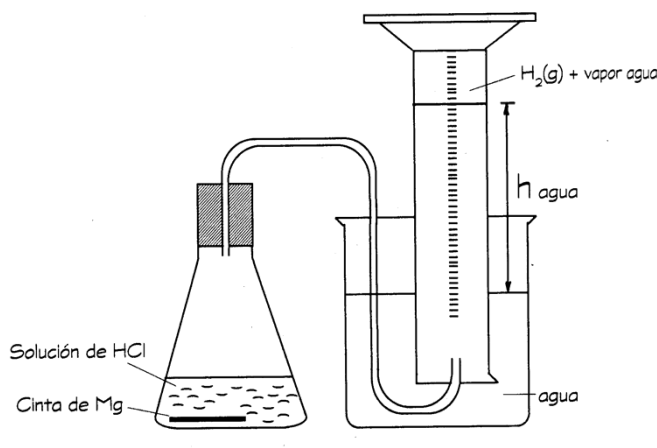
que la presión total sobre el plano que define la superficie del agua en el vaso es la misma tanto fuera como dentro de la probeta. Afuera, la presión va a estar definida por la presión atmosférica, mientras que adentro, la presión será la suma de la presión de H_2 , la presión de vapor del agua y la presión de la columna de agua líquida:

$$P_{ATM} = P_{H_2} + P_{vap\ H_2O} + P_{col\ H_2O}$$

La presión ejercida por la columna de agua se puede vincular con la presión ejercida por una columna equivalente de mercurio:

$$\rho_{H_2O} * h_{H_2O} * g = \rho_{Hg} * h_{Hg} * g$$

La altura de la columna de mercurio equivalente, expresada en mmHg, puede emplearse como unidad de presión.



quema del dispositivo de trabajo para
colectar el gas Hidrogeno

E) PROCEDIMIENTO

Colocar en el erlenmeyer 25 cm^3 de solución de HCl 1 M.

En la piletta colocar el vaso y llenarlo con agua, e introducir en el mismo la probeta invertida también llena con agua. Remover un poco de agua del vaso de modo que resulte una capacidad libre de aprox. 100 cm^3 , y luego pasar el conjunto a la mesa de trabajo.

Armar el aparato de acuerdo con la figura, utilizando el de erlenmeyer con HCl, una probeta de 100 cm^3 , un vaso de precipitados de 250 cm^3 . Y el tapón con el tubo de desprendimiento.

Introducir el extremo libre del tubo de desprendimiento dentro de la probeta, evitando la entrada de aire.

Colocar rápidamente la cinta de magnesio de masa conocida en el erlenmeyer y taparlo inmediatamente. Dejar que prosiga la reacción hasta el cese de desprendimiento de hidrógeno.

Retirar el tubo de desprendimiento de la probeta. Si es posible igualar los niveles en el vaso y en la probeta o medir con una regla la diferencia entre los mismos (h_{agua}) y leer el volumen de gas producido (V).

F) INFORME

Completar el Informe del Trabajo Práctico N° 3.

TRABAJO PRÁCTICO N° 4

SOLUBILIDAD DEL CLORATO (V) DE POTASIO

A) OBJETIVOS:

- 1- Aplicar los conocimientos sobre solubilidad de una sustancia en un disolvente dado para determinar experimentalmente la masa de una muestra problema.

B) COMENTARIO PREVIO

En esta experiencia se calculará la masa de una sustancia soluble en agua. Para ello se la disolverá por calentamiento en una cantidad de agua conocida. Enfriando la solución obtenida y registrando la temperatura de aparición de los primeros cristales, se podrá recurrir a la curva de solubilidad de dicha sustancia en agua y conocer la composición de la solución saturada a esa temperatura. Con éste dato y la masa de solvente utilizada, se podrá calcular la masa de soluto desconocida.

C) INTRODUCCIÓN TEÓRICA:

La solubilidad de una sustancia en agua depende de las características de dicha sustancia y de la temperatura de la solución.

Para un par soluto/solvente se dice que la solubilidad es la relación de cantidades soluto/solvente de la solución saturada a una determinada temperatura. La solución saturada es aquella que se encuentra en equilibrio con un exceso del soluto no disuelto.

Se conoce como curva de solubilidad a la representación gráfica de la solubilidad en función de la temperatura. En general los valores tabulados de solubilidad se expresan en gramos de soluto sobre 100 g de solvente (g st / 100 g sv).

D) PARTE EXPERIMENTAL

Colocar en un tubo de ensayo limpio y seco al clorato (V) de potasio contenido en el sobre que se entregará a cada alumno.

No debe quedar sal adherida a las paredes del tubo. Anotar el número de la muestra.

Medir exactamente mediante una pipeta 5 cm³ (5 g) de agua destilada y colocarla en el tubo. Introducir el termómetro y calentar a baño de María hasta que la sal se haya disuelto totalmente, agitar suavemente con el termómetro para facilitar la disolución de la sal y homogeneizar la temperatura de la solución, evitando la rotura del fondo del tubo.

Sacar el tubo del baño de María y exponer al aire para que se enfríe lentamente mientras se agita con el termómetro. Observar cuidadosamente y anotar la temperatura a la cual aparecen los primeros cristales de clorato (V) de potasio, (T₁). Este registro corresponde a la temperatura de saturación de la solución, y su composición será c₁. Calentar apenas hasta redissolver y repetir cuidadosamente la lectura de precipitación de los primeros cristales. Anotar la segunda temperatura T₁' de esta 2^a observación.

En el mismo tubo de ensayos añadir otros 5 cm³ de agua destilada medidos exactamente con pipeta, completando así una masa de 10 g de agua. Repetir el procedimiento de calentamiento a baño María, enfriamiento y lectura de la temperatura a la cual aparecen los primeros cristales (T₂). La composición de la solución en este caso será c₂. Calentar para redissolver y repetir el procedimiento para obtener T₂'.

Buscar en la curva de solubilidad del clorato (V) de potasio adjunta al informe del práctico los valores de solubilidad a las distintas temperaturas registradas, y calcular la masa de sal utilizada

relacionándola con las composiciones halladas y las masas de agua agregadas.

TABLA DE SOLUBILIDAD DE KClO_3

temperatura (°C)	Solubilidad (g st/100 g agua)
0	3,3
10	5,0
20	7,4
30	10,5
40	14,0
50	19,3
60	24,5
70	31,5
80	38,5
90	48,0
100	57,0

E) INFORME

Completar el Informe del Trabajo Práctico N° 4.

TRABAJO PRÁCTICO N°5

NEUTRALIZACIÓN: TITULACIÓN ACIDO-BASE

A) OBJETIVOS

- 1- Determinar experimentalmente la composición de una solución dada, de acuerdo con una técnica propuesta.
- 2- Utilizar un equipo de titulación en una volumetría ácido-base.
- 3- Calcular, con los valores obtenidos experimentalmente, la concentración de una solución problema.
- 4- Determinar la concentración de ácido etanoico en el vinagre comercial.

B) INTRODUCCIÓN TEÓRICA

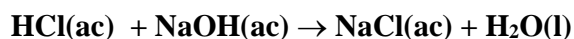
El análisis volumétrico es un método utilizado para determinar la cantidad de una sustancia presente en una muestra problema mediante una operación llamada titulación. La reacción puede ser ácido-base, oxidación-reducción o de formación de complejos.

Titulación ácido-base:

Las titulaciones o valoraciones son métodos clásicos de análisis químico cuantitativo, utilizados para determinar la concentración de una sustancia problema (analito) a partir de su reacción con otra sustancia de concentración conocida (valorante). En las titulaciones ácido-base la reacción ocurre entre un ácido y una base, para formar una sal y agua.

La reacción del medio puede ser neutra, ácida o básica según los equilibrios de las sustancias reaccionantes. Cuando se neutraliza un ácido fuerte como el ácido clorhídrico con una base fuerte como el hidróxido de sodio se forma una sal de reacción neutra (cloruro de sodio) y agua, y el pH de la solución obtenida en el punto equivalente será igual a 7.

La reacción que ocurre es la siguiente:



En el punto de equivalencia de una titulación se cumple que el número de equivalentes del ácido es igual al número de equivalentes de la base.

La titulación consiste en medir un volumen de base o de ácido de concentración desconocida y agregar la cantidad equivalente de ácido o base de concentración conocida.

El punto final de la titulación se manifiesta mediante algún cambio físico, por ejemplo el cambio de color de un reactivo auxiliar llamado indicador, que debe agregarse al iniciar la titulación y cuyo cambio nos indica aproximadamente el punto de equivalencia de la misma.

C) PARTE EXPERIMENTAL

Se titulará una solución de concentración desconocida de HCl con solución valorada de NaOH 0,1 N (la normalidad de una solución valorada debe tener al menos 3 cifras significativas). El indicador utilizado será fenolftaleína al 0,5% en etanol, incolora a pH menor que 8 y rojo-violácea a pH mayor que 9.

D) PROCEDIMIENTO

Medir 10,00 cm³ exactos de solución de concentración desconocida de HCl con una pipeta aforada

o con una bureta seca o previamente enjuagada con la misma solución, y colocarla en un erlenmeyer de 250 cm³.

A la solución en el erlenmeyer agregar 2 ó 3 gotas de indicador fenolftaleína.

Cargar una bureta de 25 cm³ con NaOH de concentración conocida 0,1N. Para ello enjuagar previamente la bureta con ésta misma solución.

La superficie del líquido en la bureta origina un menisco cóncavo. Se acostumbra tomar como lectura de la bureta el punto inferior del menisco que resulta tangente a una división, procedimiento llamado enrase.

Enrasar la bureta en 0,00 cm³ exactamente. Cuidar que no quede aire debajo de la llave. Para evitar errores de paralaje el ojo se debe encontrar al mismo nivel que el menisco.

Efectuar la valoración agregando la base desde la bureta al erlenmeyer colocado debajo, en forma lenta y agitando continuamente.

Cuando se produce el cambio de color en el contenido del erlenmeyer hacer la lectura en la bureta, anotando su valor. Este es el volumen de ácido consumido. Para evitar error considerar siempre la misma parte del menisco.

Calcular la Normalidad de HCl con los valores experimentales

E) DETERMINACIÓN DE LA ÁCIDEZ DE UN VINAGRE

Se utilizará la solución valorada de NaOH para determinar la concentración de ácido etanoico en el vinagre.

Repetir el procedimiento de titulación, realizando una toma de 2 cm³ de una muestra de vinagre comercial en lugar de la toma de HCl.

F) INFORME

Completar el Informe del Trabajo Práctico N° 5.

TRABAJO PRÁCTICO N° 6

PARTE 1: REACCIONES REDOX Y ELECTROQUIMICA

A) OBJETIVOS

- 1- Prever si es espontánea o no una reacción de desplazamiento utilizando la serie de potenciales de reducción estándar de electrodo.
- 2- Observar distintos tipos de reacciones de óxido-reducción.
- 3- Realizar una titulación redox.
- 4- Determinar la masa de una muestra problema de una sustancia reductora.

B) COMENTARIO PREVIO

La realización del trabajo de electroquímica tiene por fin familiarizar al alumno con las reacciones químicas redox y con aquellos equipos, pilas y celdas electrolíticas, donde éstas se producen espontánea o no espontáneamente.

C) INTRODUCCIÓN TEÓRICA

En un sistema comunicado donde hay diferencias de potencial electroquímico entre las sustancias presentes se producen reacciones químicas de intercambio de electrones, también conocidas como reacciones oxidación y reducción simultáneas.

- 1.- Si la corriente eléctrica que circula es generada por el mismo sistema, puede aprovecharse la reacción redox producida para la obtención de trabajo eléctrico, mediante la construcción de pilas.
- 2.- Si dicha corriente es introducida en el sistema desde el exterior, la reacción redox que se produce puede servir para la construcción de celdas electrolíticas que permiten, entre otras cosas:
 - a) La obtención de determinadas sustancias, ejemplo: aluminio, cloro, hidróxido de sodio, etc.
 - b) La refinación de metales, ejemplo: cobre
 - c) el recubrimiento de materiales con el fin de protegerlos de la corrosión o de mejorar su aspecto estético o ambos objetivos a la vez, ejemplo: niquelado.

D) REACCIONES REDOX ESPONTANEAS

Utilizar la tabla de potenciales de electrodo para predecir si se producen o no las siguientes reacciones y los productos de las mismas.

- a) $\text{HCl(ac)} + \text{Fe(s)}$ (con solución 1 M)
- b) $\text{HCl(ac)} + \text{Cu(s)}$ (con solución 1 M)
- c) $\text{CuSO}_4\text{(ac)} + \text{Fe(s)}$ (con solución 1 M)
- d) $\text{Pb(CH}_3\text{COO)}_2\text{(ac)} + \text{Zn(s)}$ (con solución 1 M)

Efectuar las reacciones correspondientes utilizando 2-3 cm³ de cada una de las soluciones en cada caso.

Observar sin agitar las reacciones **c)** y **d)**, con el correr del tiempo.

Para cada una de las posibles reacciones indicar:

- Observaciones
- Interpretación de lo observado

Y, si hay reacción:

- Ecuaciones parciales de oxidación y de reducción
- Ecuación Molecular

PARTE 2: TITULACIÓN REDOX

A) OBJETIVOS

- 1- Determinación experimental de la masa de una muestra problema de sulfato(VI) de hierro(II) heptahidratado.

B) COMENTARIO PREVIO

Las reacciones de intercambio de electrones también pueden utilizarse para identificar y cuantificar la presencia de diferentes especies químicas. Las titulaciones redox son los procedimientos de análisis volumétrico que emplean este tipo de reacciones y funcionan de manera similar a las titulaciones ácido-base estudiadas en el práctico 5. En este caso, durante el ensayo hacemos reaccionar una solución de concentración conocida de un agente reductor u oxidante con una muestra problema de un agente oxidante o reductor hasta alcanzar el punto de equivalencia de la reacción. El punto de equivalencia es el momento de la titulación donde la cantidad de equivalentes del titulante (solución de concentración conocida) coincide y reacciona con la cantidad de equivalentes de analito en la muestra problema, y se identifica a través de un cambio físico en el sistema (por ej., un cambio de color) que recibe el nombre de punto final. A partir de estas equivalencias, y al igual que en las titulaciones ácido-base, es posible cuantificar a nuestra muestra problema.

E) PARTE EXPERIMENTAL

Se carga un Erlenmeyer de 250 cm³ con la muestra problema de proveniente de un tubo de ensayo, 25 cm³ de agua y 25 cm³ de ácido sulfúrico 1 N.

Se titula (de acuerdo al procedimiento aprendido durante el trabajo práctico 4) con solución de permanganato de potasio 0,1 N (normalidad redox), hasta coloración rosa pálido permanente.

Calcular la masa de la muestra problema de sulfato(VI) de hierro(II) heptahidratado.

F) INFORME

Completar el Informe del Trabajo Práctico N° 6.

TRABAJO PRACTICO N° 7

ELECTRÓLISIS

A) OBJETIVOS:

- 1- Realizar la electrolisis de diferentes soluciones
- 2- Predecir los productos obtenidos de acuerdo a los potenciales de reducción tabulados
- 3- Determinar la polaridad de una fuente CC

B) ELECTRÓLISIS DE UNA SOLUCIÓN DE NaCl:

A partir de la electrolisis de una solución de NaCl y los productos obtenidos en el proceso, se buscará determinar la polaridad de una fuente de corriente continua.

i. Parte experimental

Colocar sobre un vidrio de reloj un papel de filtro humedecido con una solución de NaCl a la que se ha agregado 2 ó 3 gotas de solución de fenolftaleína.

Sobre el papel de filtro colocar dos electrodos conectados a una fuente de corriente continua de 12 V. Observar los cambios ocurridos y relacionarlo con las posibles reacciones redox predichas a partir de los potenciales de reducción tabulados. Establecer la polaridad de la fuente a partir de estas observaciones.

C) ELECTRÓLISIS DE UNA SOLUCIÓN DE IODURO DE POTASIO

i. Parte experimental

- 1) Llenar el tubo en U con solución 0,05 M de KI.
- 2) Colocar los electrodos en las ramas del tubo cuidando que la parte superior de los mismos no quede sumergida en la solución.
- 3) Conectar a la fuente de potencial de 12 V.
- 4) Efectuar la electrólisis durante 2 a 5 minutos.
- 5) Observar los cambios que ocurren en cada electrodo.

ii. Reconocimiento de los productos de la reacción:

- 1) Extraer cuidadosamente, sin mezclar, el líquido incoloro de la zona catódica y colocarlo en un tubo de ensayos. Agregar 2 gotas de solución de fenolftaleína y agitar. Observar y anotar el resultado.
- 2) Extraer cuidadosamente 4 gotas del líquido pardo de la zona anódica y colocarlo en un tubo de ensayos que contenga 10 cm³ de agua destilada. Agitar hasta homogeneizar el color y agregar 3 gotas de solución fresca de almidón, agitar, observar y anotar el resultado.

D) ELECTRÓLISIS DE UNA SOLUCIÓN DE SULFATO (VI) DE COBRE (II)

i. Con ánodo atacable

Colocar en un vaso de precipitados 100 cm³ de solución ácida de CuSO₄. Sumergir un ánodo de cobre y una placa de acero inoxidable como cátodo. Conectar los electrodos a una fuente de corriente continua de 12 V, durante 5 minutos.

Observar los cambios que se producen en los electrodos y el color de la solución cada 5 minutos durante la electrólisis.

ii. Con ánodo inatacable Parte experimental

Preparar en un vaso de precipitados de 250 cm³, una celda electrolítica con el mismo electrolito del caso anterior. Introducir un electrodo de carbono grafitico (ánodo) y una chapa de cobre (cátodo). Conectar a la fuente de corriente continua de 12 V, durante 5 minutos.

Observar los cambios que se producen en los electrodos y el color de la solución cada 5 minutos durante la electrólisis.

E) INFORME

Completar el Informe del Trabajo Práctico N° 7.

TRABAJO PRÁCTICO N° 8

CORROSIÓN

A) INTRODUCCIÓN:

Los cuerpos metálicos expuestos a ciertos fluidos modifican sus propiedades mecánicas por acción de un fenómeno químico indeseable llamado corrosión. El caso más estudiado es el de la corrosión del hierro. El fluido o medio agresivo puede ser: el agua de mar, el aire húmedo, los vapores ácidos, o la película de humedad que recubre a todo el cuerpo. La corrosión electroquímica o galvánica es la más importante, siendo ésta un proceso de óxido-reducción.

Cuando un cuerpo metálico se encuentra sumergido en un medio agresivo puede distinguirse una zona anódica y una zona catódica. En el área anódica el metal pierde electrones que fluyen hacia el área catódica donde provocan una reducción cuya reacción dependerá de la humedad, del pH del medio agresivo y del grado de aireación de esa superficie metálica.

Los iones metálicos (Me^{n+}) formados en la zona anódica y los aniones OH^- formados en la zona catódica se desplazan hacia las zonas opuestas, y en el punto de encuentro precipita el hidróxido o el óxido hidratado correspondiente. El lugar donde se produce el óxido depende de las velocidades relativas de los dos iones.

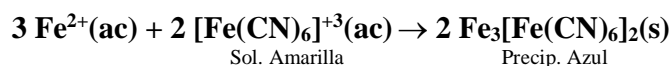
B) CORROSIÓN RÁPIDA DE HIERRO POR FORMACIÓN DE UN PAR Fe-Cu SUMERGIDO EN AGUA SALINA QUE CONTIENE OXÍGENO DISUELTO.

Reacción en zona anódica (sobre Fe): $\text{Fe}^0 \rightarrow \text{Fe}^{2+} + 2\text{e}^-$

Reacción en zona catódica (sobre Cu): $2\text{H}_2\text{O(l)} + \text{O}_2(\text{ac}) + 4\text{e}^- \rightarrow 4\text{OH}^-(\text{ac})$

Reconocimiento de los productos finales:

El ion Fe^{2+} se reconoce con hexacianoferrato(III) de potasio, comúnmente llamado ferricianuro de potasio, con el que da un compuesto azul según la ecuación:



El ion OH^- se reconoce con fenolftaleína.

Técnica operativa e interpretación:

Arrollar de manera compacta un alambre de cobre alrededor de un clavo grueso de hierro.

Envolverlo con papel de filtro embebido en una solución preparada con 100 cm³ de agua, 2 g de NaCl, 0,1 g de $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, 6 gotas de solución alcohólica de fenolftaleína

Observar al cabo de unos minutos la aparición de coloraciones rosada y azul, individualizando en cada caso las zonas anódica y catódica.

C) CORROSIÓN DE UNA CHAPA DE ACERO AL CARBONO POR FORMACIÓN DE REGIONES ANÓDICAS Y CATÓDICAS A CAUSA DE UNA DIFERENCIA DE AEREACIÓN

Cuando una superficie metálica se halla parcialmente sumergida en un medio agresivo se originan zonas anódica y catódica debido al diferente grado de aireación de las mismas.

Reacción en zona anódica (menor aireación): $\text{Fe}^{\circ} \rightarrow \text{Fe}^{2+} + 2\text{e}^{-}$

Reacción en zona catódica (mayor aireación): $2 \text{H}_2\text{O(l)} + \text{O}_2(\text{ac}) + 4\text{e}^{-} \rightarrow 4 \text{OH}^{-}(\text{ac})$

Los productos finales, Fe^{+2} y OH^{-} , se reconocen con los reactivos indicados en la experiencia B.

Técnica operativa:

Disponer de la solución indicada en el experimento B.

Colocar sobre la superficie limpia y pulida de una placa de acero al carbono, 2 gotas de la solución anterior.

Observar al cabo de aproximadamente 15 minutos si aparecen áreas coloreadas y cómo se hallan distribuidas.

D) INFORME

Completar el Informe del Trabajo Práctico N° 8.

TRABAJO PRÁCTICO N° 9

TITULACIÓN DE DUREZA TOTAL DE AGUA CON EDTA. ABLANDAMIENTO DE AGUA POR INTERCAMBIO IÓNICO.

A) INTRODUCCIÓN TEÓRICA

La “dureza” de un agua es un término que se asocia al contenido de minerales disueltos, en particular, a la presencia de iones Ca^{2+} y Mg^{2+} en solución en el líquido. Por consiguiente, no constituye dureza la presencia de calcio y magnesio en compuestos insolubles o aún en sustancias disueltas en el agua siempre que estas últimas no estén disociadas de modo de suministrar dichos iones. Este último caso es el de algunos "complejos".

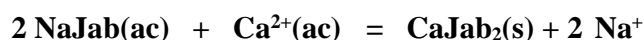
Se dice entonces que el **agua "dura"** es aquella que contiene disueltas sales disociadas de Ca^{2+} y Mg^{2+} en concentración superior a las tolerancias fijadas para cada uso.

Por otro lado, se denomina **agua "blanda"** a aquella que tiene concentración de iones Ca^{2+} y Mg^{2+} por debajo los límites de tolerancia.

La dureza se manifiesta en dos fenómenos indeseados muy conocidos:

- "cortado" del jabón
- formación de incrustaciones ("sarro") al calentarse el agua

Se dice que el agua dura "corta" al jabón ya que, a menos que se haga un agregado grande de jabón (un exceso estequiométrico respecto del contenido de Ca^{2+} y Mg^{2+}), no se logra la espuma ni la detergencia propia de las soluciones de jabones solubles, que son los de sodio y potasio:



siendo Jab el anión del jabón, como por ejemplo, palmitato, estearato, oleato, etc.

B) ¿CÓMO SE MIDE Y CÓMO SE EXPRESA LA DUREZA?

La propiedad anteriormente descrita de "cortar" el jabón permite determinar el contenido en Ca^{2+} y Mg^{2+} del agua en base al volumen de solución valorada de jabón soluble que es necesario agregar a un volumen conocido de muestra de agua hasta que se forme una espuma persistente.

La dureza total, o sea la suma de Ca^{2+} y Mg^{2+} , determinada de ésta manera o de otras, es expresable, por ej., en miliequivalentes-gramo de $(\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+})$ por litro de agua, siendo

$$1 \text{ meq-g Me}^{2+} = 0,5 \text{ mmol Me}^{2+}$$

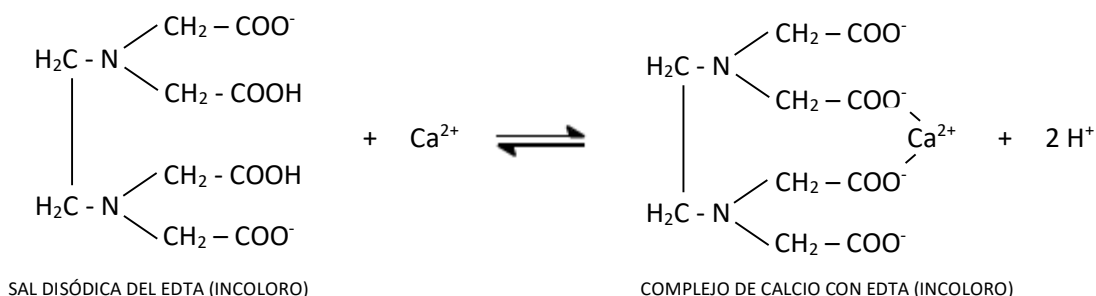
o en mg CaCO_3/l de agua (p.p.m. de CaCO_3 , partes por millón de CaCO_3). A pesar de ser el CaCO_3 prácticamente insoluble en agua y parecer un contrasentido usar esta sustancia como referencia, se emplea su masa en expresiones de dureza por dos razones:

- 1- La masa molar del CaCO_3 es 100 g/mol, lo que facilita los cálculos;
- 2- El CaCO_3 es el producto de la eliminación de la dureza de Ca^{2+} en algún procedimiento industrial sencillo (método «cal-soda»).

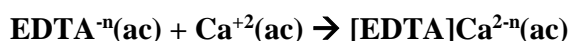
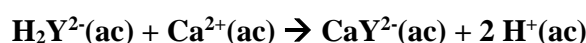
La determinación volumétrica que se realizará en la práctica será la del método muy preciso del EDTA (ácido Etilen Diamino Tetra Acético, empleado en forma de sal disódica).

El fundamento de éste método es el siguiente:

- Las sales de sodio del EDTA («edetatos») son electrolitos fuertes.
- Sus aniones forman complejos solubles en agua con Ca^{2+} , Mg^{2+} , etc., es decir compuestos que mantienen «secuestrados» a dichos iones, de acuerdo con la ecuación:



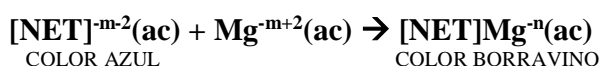
o en su versiones reducidas:



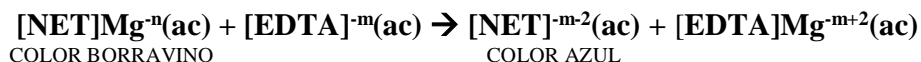
A su vez, el complejo cálcico es algo más estable que el de magnesio, de manera que la reacción arriba representada es mucho más completa en el caso del calcio que en el del magnesio.

Para poder llevar a cabo la titulación e identificar el punto equivalente, es necesario incorporar un indicador. El Negro de Eriocromo T (NET), tiene la propiedad de formar a su vez otro complejo, color rojo borravino, con magnesio. Este complejo es relativamente poco estable y puede ser descompuesto por el agregado de sal de EDTA, formándose entonces el complejo más estable de EDTA con magnesio.

El colorante mencionado sirve de indicador, pues no complejado con magnesio tiene un color azul profundo a pH=10 y, en cambio, en presencia de magnesio se forma el complejo de color borravino:



Cuando se agrega sal de EDTA a una solución de iones Mg^{2+} que contenga una pequeña cantidad del indicador, se observa un nítido viraje de rojo a azul en el instante en el que se haya agregado suficiente cantidad de sal de EDTA como para complejar todo el magnesio con EDTA (mol a mol) y descomponer así totalmente el complejo $[\text{NET}]\text{Mg}$ que estaba presente:



Los iones Ca^{2+} presentes no forman complejo con el indicador NET y son consumidos por la sal de EDTA antes que el Mg^{2+} .

Por consiguiente, el consumo de sal de EDTA en la titulación corresponderá al total de $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ presentes en la muestra, a razón de 1 mol de sal de EDTA por mol de Me^{2+} .

C) ¿CÓMO SE ELIMINA LA DUREZA?

Las resinas de intercambio iónico son sólidos no cristalinos, porosos, insolubles en agua, que existen en forma de trozos de forma irregular o bien esféricos, de algunos milímetros de diámetro. Las resinas catiónicas tienen macroaniones unidos a cationes «discretos», como por ej. H^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , etc. o aún de masas mayores, pero no macromoleculares.

En medios polares, como el agua y las soluciones acuosas, existen equilibrios iónicos heterogéneos, como:



donde R representa un fragmento del macroanión correspondiente a una carga elemental negativa. Se observa la posibilidad del intercambio de los iones «discretos» de la fase acuosa a la fase resina y viceversa. La ecuación, leída de izquierda a derecha, muestra la posibilidad de reemplazar los iones Me^{2+} en una solución acuosa por iones Na^+ provenientes de la fase resina y viceversa. La misma ecuación, leída de derecha a izquierda, muestra la posibilidad de convertir la resina cálcica o magnésica, es decir agotada a los fines del ablandamiento, nuevamente a sódica, es decir regenerarla.

Si se pasa un agua dura por un lecho de ésta resina al estado sódico, este agua se va ablandando a medida que sus iones Me^{2+} se van sustituyendo por iones Na^+ provenientes de la resina.

La reacción de ablandamiento puede llegar a hacerse total siempre que el agua percole por un lecho de cierta altura, encontrándose paso a paso con resina cada vez más sódica y, finalmente, totalmente sódica. De esa manera, por razones de equilibrio químico, el agua efluente será totalmente sódica. Por cada equivalente-gramo de Me^{2+} (0,5 mol) eliminado de la fase acuosa, entra en él un eq-g de Na^+ (1 mol).

Una vez avanzada la conversión de la resina sódica a cálcico-magnésica, comienza a aparecer dureza en el agua tratada efluente del lecho, y se vuelve necesario regenerar la carga de resina.

Esta regeneración se efectúa con una solución concentrada de cloruro de sodio (salmuera) que desplaza el equilibrio de la reacción (1) hacia la izquierda.

D) PARTE EXPERIMENTAL

DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL DE AGUA POR EL MÉTODO DEL EDTA

1. En un frasco Erlenmeyer de 250 cm³ colocar 50,00 cm³ (*) de muestra de agua de dureza desconocida, medidos con bureta o pipeta aforada.
2. Agregar 10 cm³ de solución reguladora de pH=10 (cloruro de amonio y amoníaco disueltos en agua) y 3 gotas de indicador NET.
3. Titular con solución de sal de EDTA de composición tal que cada cm³ de ella compleje Me^{2+} equivalente a 1,000 mg de CaCO_3 , hasta el viraje de color borravino a azul.
4. Expresar la concentración de EDTA de la etiqueta en Molaridad (adopta valores entre 0,008 y 0,012 M)
5. Expresar la concentración de EDTA en mg CaCO_3 /mL de EDTA
6. Calcular la dureza total del agua ensayada en p.p.m. CaCO_3 .

(*) Nota: El volumen de la toma está ajustado para que el consumo de EDTA en la bureta caiga dentro de su rango de carga (0-25 mL). En caso de ser necesario se puede modificar el volumen de toma para continuar valorando dentro del rango de carga de la bureta.

ABLANDAMIENTO DE AGUA POR INTERCAMBIO IÓNICO

1. Controlar que la resina en la columna de intercambio esté cubierta con agua. No debe quedar en seco durante más que unas horas.
2. Abrir la llave o pinza de Mohr en la parte inferior, drenar y eliminar el agua.
3. Verter 15 cm³ de agua dura por la parte superior de la columna.

4. Abrir la pinza o llave en la parte inferior y recoger el agua tratada en un tubo de ensayos.
5. A un segundo tubo de ensayos agregar un volumen de agua sin tratar similar al del agua tratada del punto 4.
6. Agregar a cada uno de los tubos de ensayos 5 gotas de solución de jabón. Agitar y observar qué aspecto toma el agua de cada tubo.
7. Lavarla resina en la columna pasándole agua destilada, 2 o 3 porciones hasta llenarla cada vez, y drenarla.
8. Finalmente, dejarla cargada con agua de modo de volver a cubrir la resina. El personal del laboratorio se encargará oportunamente de su regeneración.

E) INFORME

Completar el Informe del Trabajo Práctico N° 9.

