

EDUCACIÓN SECUNDARIA

PRÁCTICAS DE QUÍMICA PARA EDUCACIÓN SECUNDARIA

José Andrés Garde Mateo Francisco Javier Uriz Baztán



Título: Prácticas de Química para Educación Secundaria

Autores: J.A. Garde Mateo; F.J. Uriz Baztán

Edita: Gobierno de Navarra. Departamento de Educación y Cultura

©: Gobierno de Navarra. Departamento de Educación y Cultura

Cubierta: Ilune Diseño

Dibujo identificativo de las prácticas: César Garralda Salvatierra

Fotocomposición: PRETEXTO

Imprime: Gráficas Ona

Depósito Legal: NA-1314-1997

I.S.B.N.: 84-235-1605-9

Promociona y distribuye: Fondo de Publicaciones del Gobierno de Navarra

Departamento de Presidencia e Interior c/ Navas de Tolosa, 21 - 31002 Pamplona

Teléfono y fax: (948) 10 71 23

PRESENTACIÓN

fin de apoyar la implantación de las nuevas enseñanzas y colaborar al desarrollo de actividades de enseñanza aprendizaje que hagan más eficaz el trabajo de profesores y alumnos, el Departamento de Educación y Cultura pone a disposición del profesorado diversos materiales curriculares que puedan servirle de referencia y que aporten sugerencias para mejorar métodos y procesos educativos.

En este caso se trata de un conjunto de prácticas programadas por un grupo de profesores que organizó un curso experimental sobre prácticas de Química en el C.A.P. de Pamplona. En esta publicación se describen 50 actividades prácticas agrupadas en 20 bloques temáticos. Algunas, las más sencillas, son adecuadas para la Educación Secundaria Obligatoria; otras, más complejas, lo son para el Bachillerato. Además, en el capítulo inicial se recogen ciertas normas de obligado cumplimiento para trabajar en el laboratorio con seguridad y el libro se cierra con una bibliografía básica.

Queda en manos de cada profesor la aplicación de las mismas, de forma que surtan el mayor efecto en sus alumnos. Confiamos en su profesionalidad y capacitación para que esta y otras propuestas contribuyan a incrementar la calidad de la enseñanza en nuestra Comunidad.

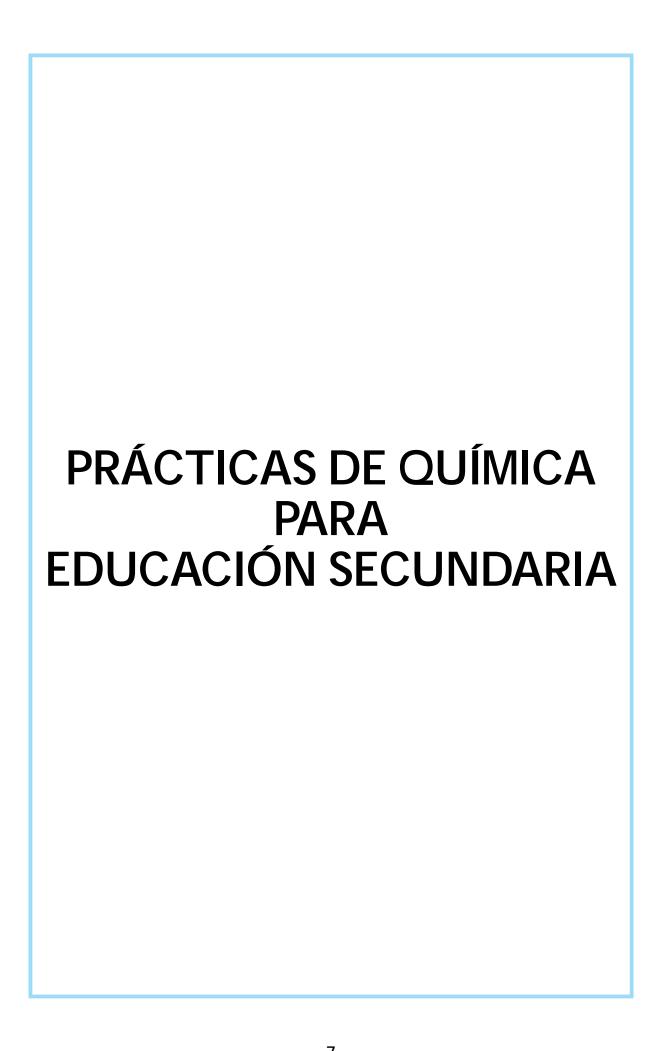
Jesús Marcotegui Ros Consejero de Educación y Cultura

ÍNDICE

Introducción	
0. Generalidades	I
Normas generales de Laboratorio Material básico de Laboratorio Limpieza del material de vidrio Seguridad en el Laboratorio Primeros auxilios Incendio de productos químicos	I I I
I. Volumetrías. Tipos	2
I.1. Concepto I.2. Aspectos a valorar en volumetría I.3. Características de una reacción en análisis volumétrico I.4. Patrones primarios I.5. Tipos de volumetrías Análisis de la acidez de un vinagre Determinación del contenido de ácido acetil-salicílico de una aspirina Permanganimetría Determinación de agua oxigenada de una disolución	
2. PH	3
Medida del pH	4 4 4
3. Velocidad de una reacción	4
4. Corrosión de metales	5
Corrosión de un clavo de hierro	5
5. Polímeros	5
Síntesis del nylon 6,10	5
6. Electrólisis del agua	6

Prácticas de Química

7.	Formación de cristales metálicos
	Cristalización de algunos metales
8.	Reacciones de aldehídos y cetonas
	Determinación y características de algunos hidratos de carbono
9.	Emisión atómica en llama
	Estudio colorimétrico cualitativo de distintos metales por E.A
۱٥.	Colorimetría y fotocolorimetría
	Análisis cuantitativo por colorimetría
П.	Electrodeposición del cobre
	Electrodeposición del cobre en una cucharilla
12.	Cromatografía
	Separación de los componentes de tintas comerciales, cationes metálicos y pigmentos vegetales
۱3.	Sustancias iónicas y covalentes
	Conductividad
۱4.	Estudio del equilibrio químico, desplazamiento del mismo y solubilidad de un gas
	Bebidas carbónicas
۱5.	Destilación
	Grado de alcohol y volátiles de un vino
۱6.	Diversas reacciones orgánicas
17.	Conservación de la materia. Leyes fundamentales
	Conservación de la masa
	Ley de Charles
18.	Reacciones exotérmicas y endotérmicas
	Reacción endotérmica
	Calor de dilución del ácido sulfúrico
19.	Reacciones de precipitación
	Filtración I
	Filtración 2
20.	Extracción y coeficiente de reparto
Rihl	liografía



INTRODUCCIÓN

El profesorado debe fomentar que "el alumno construya sus propios conocimientos". Ello requiere que el alumno se convierta en protagonista de su propio aprendizaje, que se implique de forma activa en todo el proceso. El papel del profesor es principalmente el de crear situaciones que permitan al alumno intervenir activamente en su proceso de aprendizaje para que, lejos de limitarse a memorizar los conceptos, pueda integrarlos dentro de su propio sistema cognitivo, relacionándolos con lo que previamente conoce. Los profesores de las áreas tecnológicas conocen bien el valor de las experiencias prácticas en este proceso. La observación directa de los fenómenos permite una comprensión adecuada de los conceptos y ayuda a centrar las ideas de los alumnos.

En nuestra experiencia docente como profesores de asignaturas que integran teoría y práctica hemos observado que la actitud que los alumnos adoptan en el laboratorio es diferente a la que muestran en las clases estrictamente teóricas. En la mayoría de los casos, e independientemente de su edad, los alumnos se muestran en el laboratorio más responsables, hacen más preguntas, se encuentran más distendidos, aprenden a trabajar en equipo, se incrementa la colaboración entre los compañeros y se amplía la comunicación profesor-alumno.

Presentamos más de 50 actividades prácticas, agrupadas en 20 bloques temáticos. El catálogo de experiencias es suficientemente amplio y puede servir de apoyo al profesor y al alumno durante los dos cursos del nuevo Bachillerato. Algunas de las prácticas pueden realizarse también en el segundo ciclo de la Educación Secundaria Obligatoria. Corresponde al profesor, en función de la programación, de las características del alumnado, de las posibilidades del centro, etc., decidir qué prácticas le resultan adecuadas. En todo caso, las experiencias que aquí se describen pueden también servirle como orientación para diseñar otras nuevas sobre los mismos o distintos temas.

El primer capítulo, que presentamos bajo el título de *Generalidades*, recoge información de obligado conocimiento para quienes trabajan en un laboratorio, aunque este trabajo, como en el caso de nuestros alumnos y alumnas, no suponga una actividad laboral. Debemos conocer las normas generales del laboratorio, los nombres y utilidad del material y equipos básicos, las diferentes técnicas de limpieza del material de vidrio, la clasificación de peligrosidad de los reactivos, los riesgos (Consejo de Europa), la forma de eliminación de los residuos, la descripción y abreviaturas utilizadas y los primeros auxilios en caso de accidente.

Cada uno de los capítulos siguientes agrupa las experiencias prácticas relacionadas con un tema o bloque. Hemos procurado plantear las actividades siguiendo un esquema común:

- 1. Introducción.
- 2. Objetivo de la práctica.
- 3. Fundamento teórico.
- 4. Material y reactivos necesarios.
- 5. Procedimiento experimental.
- 6. Resultados.
- 7. Cuestiones.

En este último apartado de *cuestiones* con el que finalizan la mayoría de las experiencias prácticas se incluyen preguntas y trabajos sencillos para que el alumno reflexione una vez realizada la práctica. El alumno debe recoger en su **cuaderno** las respuestas a estas preguntas.

Como profesores de Secundaria, conocemos los problemas que se pueden presentar para la realización de prácticas de laboratorio a causa de las limitaciones económicas y de espacios de nuestros centros. Ello nos ha predispuesto a diseñar estas experiencias prácticas teniendo en cuenta también estos factores.

En general, todas las prácticas que presentamos se caracterizan por los siguientes rasgos:

- No son experiencias complejas. Son fáciles de realizar y no se necesita un instrumental sofisticado.
- No resultan económicamente costosas. El material empleado es sencillo, generalmente de vidrio y/o plástico, y barato.
- Los reactivos, en la mayoría de los casos, son económicos y no tienen gran pureza; los que resultan más caros se utilizan en cantidades mínimas.
- Parte del material de determinadas experiencias —hilos de cobre, de lana, sal, azúcar, pilas, globos, cucharillas, botes de vidrio, vino, vinagre, leche, almidón, etc.— puede obtenerlo el alumno en casa; de esta forma se implica en la experiencia y se motiva antes de realizarla.
- La mayor parte de las experiencias presentadas pueden realizarse en el tiempo de una clase (menos de 1 hora).
- El alumno o grupo que realiza la práctica puede controlar la calidad, exactitud y precisión de su experiencia comparando sus resultados con los de otros grupos.
- Se facilita la evaluación, lo que constituye uno de los pilares de este tipo de enseñanza. Independientemente de los resultados diarios de la experiencia, el alumno tendrá su cuaderno de prácticas mediante el cual el profesor puede evaluar y corregir los errores ayudando al alumno a superar las dificultades.
- Los guiones facilitan a los profesores y/o al alumnado el diseño de experiencias similares mediante la introducción de pequeñas variaciones metodológicas, cambios en el volumen, en el tiempo, en las concentraciones, etc. Estas nuevas experiencias pueden incorporarse a los cuadernos de prácticas.



NORMAS GENERALES DE LABORATORIO

ANTES DE EMPEZAR:

- 1. La asistencia a las Prácticas es obligatoria.
- 2. No dejéis abrigos, carpetas u otros objetos sobre las mesas de trabajo. Cuanto más despejado esté el lugar de trabajo mejor se desarrollará el experimento y menos peligro existirá para vosotros y para vuestras cosas.
- 3. Se recomienda llevar bata para evitar manchas y quemaduras. También es aconsejable traer un trapo de algodón para poder agarrar los recipientes calientes o limpiarlos y secarlos.
- 4. Se deben seguir en todo momento las directrices del guión y del profesor. No se comenzará a trabajar hasta haber recibido las instrucciones necesarias. Consultar las dudas y dificultades.
- 5. Es imprescindible leer al menos una vez el guión antes de comenzar. Todo lo que se debe saber o lo que se necesita está contenido en él.
- 6. Comprobar que está todo el material necesario y en las condiciones adecuadas de conservación y limpieza. Comunicar cualquier anomalía al profesor. Cada grupo será responsable del material asignado.
 - 7. Por seguridad, está terminantemente prohibido fumar dentro del laboratorio.

DURANTE EL TRABAJO:

8. No debe probarse ningún producto y debe evitarse el contacto con la piel. En caso de que algún producto corrosivo caiga en la piel, se eliminará con abundante agua fría. Extremad los cuidados al trabajar con sustancias inflamables, tóxicas o corrosivas. Comunicad cualquier accidente, quemadura o corte.

- 9. La manipulación de productos sólidos se hará con ayuda de una espátula o cucharilla y para trasvasar líquidos se utilizará una varilla de vidrio en los casos en que sea necesario.
- 10. Para oler algún producto no debe acercarse la cara al recipiente, sino que se arrastrará el vapor hacia la nariz pasando la mano por encima de él.
- II. Con el fin de evitar contaminaciones, nunca se devolverán al frasco los restos de producto no utilizados.
- 12. El material de vidrio es muy frágil, por lo que se evitarán los golpes y cambios bruscos de temperatura. Se deberá anotar en una hoja o cuadernillo el material que se rompa y comunicarlo al profesor.
- 13. Cualquier experimento en el que se desprendan gases tóxicos o inflamables o en el que se utilicen reactivos potencialmente nocivos deberá llevarse a cabo en las campanas extractoras del laboratorio.
- 14. Los restos sólidos no metálicos deben tirarse en las papeleras, nunca en las fregaderas. Los residuos metálicos se almacenarán en un recipiente especial. Los residuos acuosos se verterán en las fregaderas grandes, con abundante agua antes, durante y después del vertido. En cuanto a los líquidos y disolventes orgánicos, se echarán en un bidón de plástico, para su posterior reciclado.

AL TERMINAR:

- 15. El papel de filtro que se emplee como tapete debe permanecer durante toda la práctica entero y limpio. No escribir nunca sobre él. Si por un descuido se mancha, al final de la práctica se tirará la parte sucia y se guardará la parte limpia, para que pueda utilizarse como papel de secado. Se sustituirá por un papel nuevo entero y limpio.
- 16. El lugar y el material de trabajo deben quedar limpios y ordenados. También se deben apagar y desenchufar los aparatos.
- 17. Hasta que el profesor no dé su conformidad, no se considerará finalizada la experiencia, y por lo tanto, no podrá pasarse a otra.

MATERIAL BÁSICO DE LABORATORIO

Para las prácticas básicas de química, es necesaria la utilización de un material mínimo de vidrio o plástico. El alumnado debe conocer el nombre de cada utensilio, su función y su manejo.

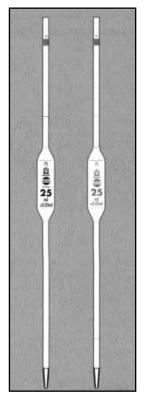
Agradecemos la atención de:

BRAND GMBH + CO., C.P. 1155, D-97861 Werheim/Main, Alemania

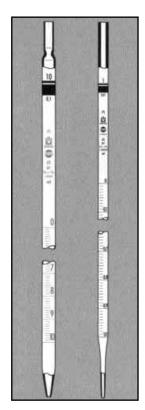
y a su representación en España:

Schott Ibérica S.A., Avda. de Roma 2, E-08014 Barcelona.

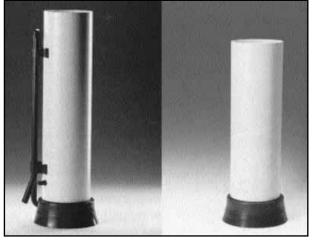
Por la colaboración prestada para la inclusión de material gráfico de su catálogo General Brand 400 en nuestra publicación.



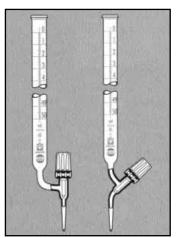




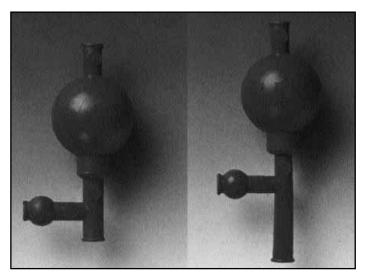
Pipetas graduadas



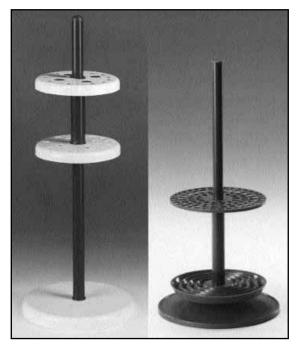
Accesorios para limpieza de pipetas



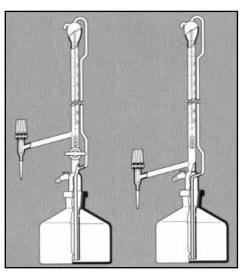
Buretas



Peras de goma



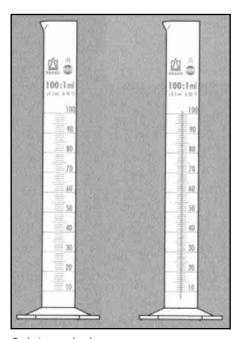
Soportes para pipetas



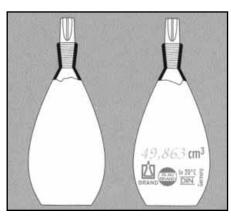
Buretas



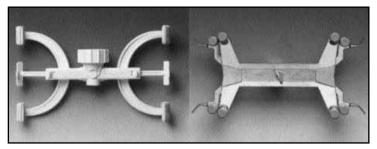
Soporte para buretas



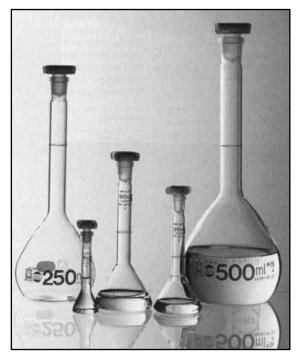
Probetas graduadas



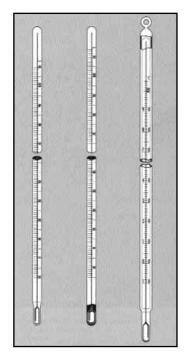
Pictómetros



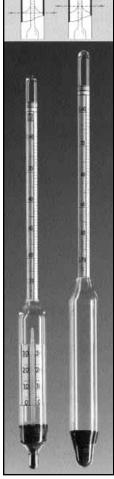
Pinzas para buretas



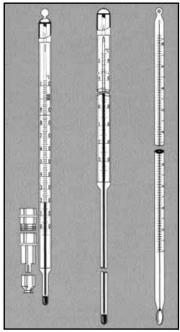
Matraces aforados



Termómetros



Densímetros



Termómetros de precisión

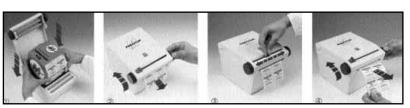
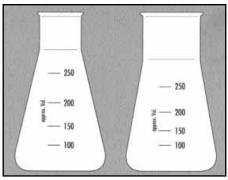


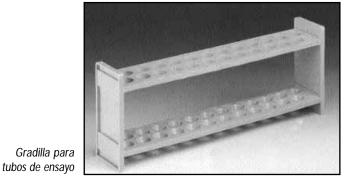
Lámina de cierre Parafilm



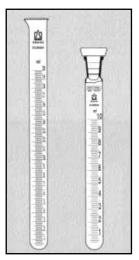
Micropipetas



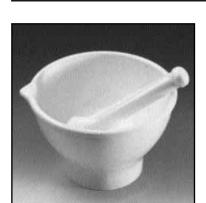
Matraces Erlenmeyer



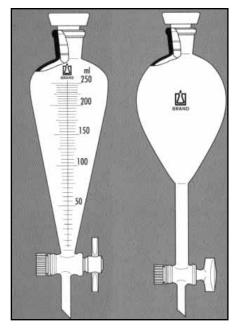
Vidrios de reloj



Tubos de ensayo graduados

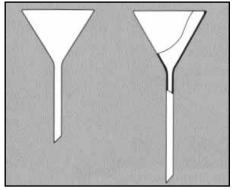


Mortero con mano



Embudos de separación

Prácticas de Química



Embudos

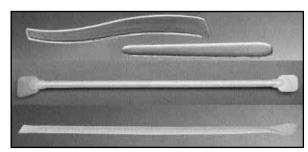


Kitasato con oliva

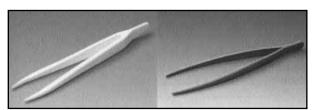
Pinzas



Frasco lavador

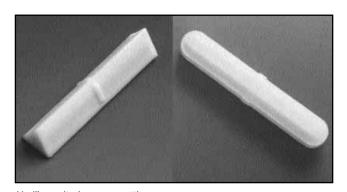


Espátulas

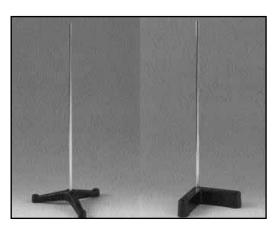




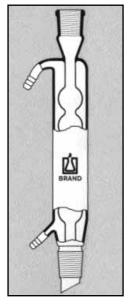
Frasco con tubuladura



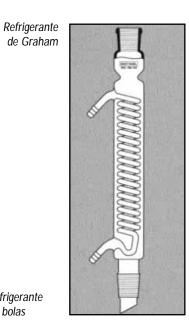
Varillas agitadoras magnéticas

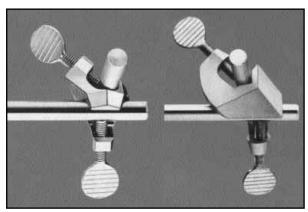


Soportes

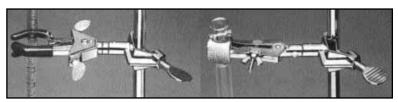


Refrigerante de bolas

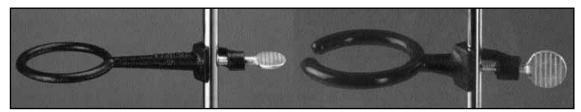




Doble nuez



Pinzas con nuez de sujeción



Aros para soportes

LIMPIEZA DEL MATERIAL DE VIDRIO

El cuidado del material en cuanto a su limpieza y conservación tiene gran importancia en cualquier laboratorio. Es necesario extremar la limpieza del material y de los aparatos para tenerlos en perfectas condiciones de uso, pues un material defectuoso puede echar a perder cualquier análisis.

Limpiar perfectamente todo el material inmediatamente después de su uso es una regla de oro en todo laboratorio. De no hacerlo así, los restos de las sustancias manipuladas pueden dejar manchas que luego son casi imposibles de eliminar.

Para la limpieza del material de vidrio suele ser suficiente el empleo de un detergente suave, teniendo la precaución de enjuagar luego perfectamente con agua. Se recomienda utilizar escobillas para remover las adherencias. Cuando se trata de manchas más resistentes, la mezcla crómica es el sistema más empleado (100 g de dicromato potásico en 1 litro de ácido sulfúrico diluido en proporción 1:4).

Uno de los materiales que más rápidamente se debe limpiar después de su uso son las pipetas, especialmente si se ha trabajado con sangre. Se desaconseja el empleo de hidróxido sódico si la solución va a estar en contacto durante mucho tiempo con el material (ataca el vidrio).

Los ácidos concentrados y calientes pueden ser muy útiles para determinadas manchas, pero su manejo es siempre peligroso.

El último paso aconsejable en la limpieza es enjuagar el material con agua destilada desionizada dos o tres veces. Cuando la forma del material dificulte su secado espontáneo (las pipetas, por ejemplo), se aconseja añadir un poco de acetona; posteriormente se eliminará totalmente cualquier resto de agua en la estufa.

Determinados materiales que utilizan juntas de vidrio o llaves pueden ser objeto de un cuidado especial para evitar que se seque el lubricante que asegura el buen funcionamiento del cierre hermético. Para ello debe utilizarse silicona.

Una recomendación final concerniente a los aparatos en general: la limpieza se debe limitar a su parte externa, ya que el mantenimiento del interior lo debe efectuar personal debidamente cualificado.

Los productos orgánicos oleosos se limpian con acetona.

SEGURIDAD EN EL LABORATORIO.

PRIMEROS AUXILIOS EN CASO DE ACCIDENTE

En los laboratorios se suelen producir pequeños accidentes (incidentes) que en la mayoría de los casos no son graves. La primera actuación en caso de accidente será el requerimiento urgente de atención médica. Es importante comunicar al médico todos los detalles del accidente y mostrarle, siempre que sea posible, la etiqueta del producto que lo ha causado. Sólo en caso en que la asistencia del facultativo no sea inmediata podrán seguirse las instrucciones que, en concepto de primeros auxilios, se describen a continuación, con la ayuda de los propios reactivos del laboratorio. Sin embargo, es necesario recurrir al médico en cuanto sea posible.

Mostramos algunos remedios previstos para los accidentes que se producen en los laboratorios industriales, pero que alguna vez pueden suceder en nuestros laboratorios de prácticas.

1. Actuación en caso de corrosiones en la piel

1.1. Por ácidos

Cortar lo más rápido posible la ropa empapada por el ácido. Echar abundante agua a la zona afectada. Neutralizar la acidez de la piel con bicarbonato sódico durante 15 ó 20 minutos. Quitar el exceso de pasta, secar y cubrir la piel con linimento óleo-calcáreo o similar.

1.2. Por ácido fluorhídrico

Frotar inmediatamente la piel con agua hasta que la blancura desaparezca (prestar atención particular a la piel debajo de las uñas). Después, efectuar una inmersión de la parte afectada o tratar con compresas empapadas de sulfato de magnesio 7-hidratado, solución saturada enfriada con hielo, durante un mínimo de 30 minutos. Si el médico no ha llegado aún, aplíquese cantidad abundante de una pasta preparada con óxido de magnesio y glicerina.

1.3. Por álcalis

Aplicar agua abundante y aclarar con solución saturada de ácido bórico o solución de ácido acético al 1%. Secar. Cubrir la parte afectada con pomada de ácido tánico.

1.4. Por halógenos

Echarse inmediatamente un chorro de hidróxido amónico al 20%. Seguidamente lavarse con agua. Secarse y finalmente poner linimento óleo-calcáreo o similar.

1.5. Por sustancias reductoras

Aplicar una compresa de permanganato potásico al 0,1%. Secar. Espolvorear con sulfamida en polvo y vendar.

1.6. Por otros productos químicos

Echar agua abundante en la parte afectada y lavar bien con agua y jabón.

2. Actuación en caso de producirse corrosiones en los ojos

2.1. Por ácidos y por halógenos

Inmediatamente después del accidente, irrigar los dos ojos con grandes cantidades de agua, templada a ser posible, bien a chorro o con ayuda de una pera de goma grande, cuando se carece de lavaojos. Mantener los ojos abiertos, si es necesario cogiendo los párpados y estirándolos hacia el exterior, manteniéndolos separados de tal modo que el agua penetre debajo de los párpados. Continuar con la irrigación por lo menos durante 15 minutos. A continuación lavar los ojos con bicarbonato sódico al 1% con la ayuda de una bañera ocular, renovando la solución dos o tres veces, y dejar en contacto durante 5 minutos. Finalmente, verter en cada ojo una gota de aceite de oliva puro.

2.2. Por álcalis

Inmediatamente después del accidente, irrigar los dos ojos con grandes cantidades de agua, templada a ser posible, bien a chorro o con ayuda de una pera de goma grande, cuando se carece de lavaojos. Mantener los ojos abiertos, si es necesario cogiendo los párpados y estirándolos hacia el exterior, manteniéndolos separados de tal modo que el agua penetre debajo de los párpados. Continuar con la irrigación por lo menos durante 15 minutos. A continuación lavar los ojos con solución de ácido bórico al 1% con la ayuda de una bañera ocular, renovando la solución un par o tres veces, y dejar en contacto durante 5 minutos. Finalmente, verter en cada ojo una gota de aceite de oliva puro.

2.3. Por otros productos químicos

Inmediatamente después del accidente, irrigar los dos ojos con grandes cantidades de agua templada a ser posible, bien a chorro o con ayuda de una pera de goma grande, cuando se carece de lavaojos. Mantener los ojos abiertos, si es necesario cogiendo los párpados y estirándolos hacia el exterior, manteniéndolos separados de tal modo que el agua penetre debajo de los párpados. Continuar con la irrigación por lo menos durante 15 minutos. Finalmente, verter en cada ojo una gota de aceite de oliva puro.

3. Actuación en caso de ingestión de productos químicos

Antes de cualquier actuación concreta, retirar el agente nocivo del contacto con el paciente y requerir urgentemente atención médica. Si el accidentado se encuentra inconsciente, ponerlo en posición inclinada con la cabeza de lado y sacarle la lengua hacia adelante. No darle a ingerir nada ni inducirlo al vómito. Mantenerlo caliente, tapándole incluso con una manta. Si el paciente está consciente, mantenerlo caliente y recostado. Estar preparado para practicar la respiración boca-boca. No dejar jamás solo al accidentado. Es muy importante averiguar el producto que ha causado el accidente e informar al médico tan pronto como sea posible.

3.1. Ácidos corrosivos

No provocar jamás el vómito. No dar a ingerir ni carbonato ni bicarbonato sódico. Administrar lechada de magnesia en grandes cantidades. Administrar grandes cantidades de leche o claras de huevo batidas con agua.

3.2. Álcalis corrosivos

No provocar jamás el vómito. Administrar abundantes tragos de solución de ácido acético al 1%. Administrar grandes cantidades de leche o claras de huevo batidas con agua.

3.3. Metanol

Administrar inmediatamente 2 ó 3 vasos de agua. Provocar el vómito y darle tras cada vómito tragos de agua salada templada (una cuchara de sal por vaso). Repetir continuamente hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los vómitos. Administrar I vaso de agua con dos cucharadas soperas de bicarbonato sódico.

3.4. Bromo

Administrar 2 ó 4 vasos de agua inmediatamente. Provocar el vómito y darle tras cada vómito tragos de agua salada templada (una cuchara de sal por vaso). Repetir continuamente hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los vómitos. Administrar 15 gramos de antídoto universal* en medio vaso de agua templada. Posteriormente, administrar una cucharada de tiosulfato sódico pentahidratado en un vaso de agua y luego, lechada de magnesia, 30 gramos en agua.

3.5. Cianuros, ácido cianhídrico

Si el paciente está inconsciente, no darle nunca nada por boca. Si está consciente o cuando vuelva en sí, administrarle un vaso de agua templada con sal (I cucharada por vaso). Provocar el vómito. Repetir continuamente hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los vómitos. Si respira con dificultad, practicarle la respiración artificial. Mojar un pañuelo con iso-amilo nitrito y mantenerlo ligeramente debajo de la nariz durante 15 segundos. Repetir las inhalaciones hasta 5 veces, a intervalos.

3.6. Metales y compuestos de antimonio, bismuto, cadmio y estaño

Administrar de 2 a 4 vasos de agua inmediatamente. Provocar el vómito. Repetir continuamente la administración de agua salada hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los vómitos. Administrar 15 gramos de antídoto universal en medio vaso de agua templada. Administrar grandes cantidades de leche o claras de huevo batidas con agua.

3.7. Arsénico y sus compuestos

Provocar el vómito. Repetir continuamente la administración de agua salada hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los vómitos. Administrar un vaso de agua templada con dos cucharadas soperas de sulfato magnésico 7-hidratado (no más de 30 gramos) o dos cucharada soperas de lechada de magnesio (óxido de magnesio en agua).

3.8. Bario y sus compuestos solubles en agua

Administrar un vaso de agua templada con dos cucharadas soperas de sulfato magnésico 7-hidratado. Provocar el vómito. Repetir continuamente la administración de agua salada hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los vómitos. Administrar grandes cantidades de leche o claras de huevo batidas con agua.

3.9. Mercurio y sus compuestos

Administrar de 2 a 4 vasos de agua inmediatamente. Provocar el vómito. Repetir continuamente la administración de agua salada hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los

^{*} Antídoto universal: Carbón activo: óxido de magnesio: ácido tánico (2:1:1).

vómitos. Administrar 15 gramos de antídoto universal en medio vaso de agua templada. Administrar 1/4 litro de leche o seis claras de huevo después del lavado gástrico.

3.10. Plomo y sus compuestos

Administrar I vaso de agua templada con dos cucharadas de sulfato magnésico 7-hidratado o de sulfato sódico I0-hidratado. Administrar de 2 a 4 vasos de agua inmediatamente. Provocar el vómito. Repetir continuamente la administración de agua salada hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los vómitos. Administrar I5 gramos de antídoto universal en medio vaso de agua templada. Administrar grandes cantidades de leche o claras de huevo batidas con agua.

3.11. Fenoles, cresoles

Administrar un vaso de agua templada con sal. Provocar el vómito. Repetir continuamente la administración de agua salada hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los vómitos. Administrar grandes cantidades de leche o claras de huevo batidas con agua. No dar ni aceites ni alcohol.

3.12. Formaldehído (formol)

Administrar un vaso lleno de agua que contenga una cucharada sopera colmada de acetato amónico. Provocar el vómito con grandes cantidades de agua templada con sal. Repetir tres veces. Administrar leche o huevos crudos.

3.13. Ácido oxálico y oxalatos solubles en agua

Administrar un vaso de agua de cal (solución saturada de hidróxido cálcico) o solución de cloruro cálcico al 1%. Administrar de 2 a 4 vasos de agua inmediatamente. Provocar el vómito con grandes cantidades de agua templada con sal. Repetir continuamente la administración de agua salada hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los vómitos. Administrar 15 gramos de antídoto universal en medio vaso de agua templada. Después de un tiempo de haber vomitado, administrar medio vaso de agua con 15-30 gramos de sulfato magnésico 7-hidratado y dejarlo en el estómago.

3.14. Yodo

Administrar una cucharada de tiosulfato sódico 5-hidratado en un vaso de agua y luego lechada de magnesia, como máximo 30 gramos en agua. Administrar de 2 a 4 vasos de agua inmediatamente. Provocar el vómito con grandes cantidades de agua templada con sal. Repetir continuamente la administración de agua salada hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los vómitos. Administrar I5 gramos de antídoto universal en medio vaso de agua templada. Administrar grandes cantidades de leche o claras de huevo batidas con agua.

3.15. Ingestión de otros productos químicos o cuando se desconozca la identidad de la sustancia ingerida

Administrar de 2 a 4 vasos de agua inmediatamente. Provocar el vómito con grandes cantidades de agua templada con sal. Repetir continuamente la administración de agua salada hasta que el vómito sea claro. Si es posible, guardar la muestra de los vómitos. Administrar 15 gramos de antídoto universal en medio vaso de agua templada.

4. Actuación en caso de inhalación

Llevar al paciente al aire fresco inmediatamente. Obtener asistencia médica tan pronto como sea posible. Al primer síntoma de dificultad respiratoria, iniciar la respiración artificial boca a boca. El oxígeno debe ser administrado solamente por personal entrenado. Continuar la respiración artificial hasta que el médico lo aconseje.

Tratar de identificar el vapor venenoso. Si se trata de cloro, cianuro de hidrógeno, foxgeno, sulfuro de hidrógeno u otros gases altamente tóxicos, debe utilizarse una máscara especial para gases durante el tiempo de rescate del accidentado. Si la máscara disponible no es la adecuada, el rescatador debe contener la respiración durante todo el tiempo que esté en contacto con los vapores venenosos.

INCENDIO DE PRODUCTOS QUÍMICOS

Agentes de extinción

Las principales causas de incendios en los laboratorios suelen ser la manipulación con cierta ligereza de los productos, mecheros, etc., y el emplazamiento de las sustancias inflamables cerca de fuentes de calor como estufas, hornillos, etc.

Para disminuir los riesgos de incendios, se recomienda, en laboratorios donde se realizan un número pequeño de prácticas con alumnos, trabajar con mecheros pequeños tipo "camping" y eliminar las instalaciones centralizadas que necesitan reparaciones y revisiones periódicas y que pueden verse más fácilmente afectadas por dejación u olvido.

En cualquier caso, una vez iniciado el fuego hay que tener en cuenta que no siempre el agua es el agente de extinción idóneo. Para cada grupo de productos inflamables debe emplearse un agente de extinción apropiado:

- 1. Agua, polvo seco o anhídrido carbónico.
- 2. Polvo seco o anhídrido carbónico.
- 3. Arena seca o polvo seco.

Nota: se entiende por polvo seco sustancias preparadas exprofeso como agente extintor.

Clasificación de peligrosidad













E. Explosivo

O. Comburente

F. Inflamable

T. Tóxico

C. Corrosivo

Xn. Nocivo Xi. Irritante

Explosivos. Substancias y preparados que puedan explosionar bajo el efecto de una llama o que son más sensibles a los choques o a la fricción que el dinitrobenceno.

Comburentes. Substancias y preparados, que en contacto con otros, particularmente con los inflamables, originan una reacción fuertemente exotérmica.

Extremadamente Inflamables. Substancias y preparados líquidos cuyo punto de destello sea inferior a 0° C, y su punto de ebullición inferior o igual a 35° C.

Fácilmente inflamables. Se definen como tales:

- Substancias y preparados que a la temperatura ambiente en el aire y sin aporte de energia, puedan calentarse e incluso inflamarse.
- Substancias y preparados en estado líquido que tengan un punto de destello igual o superior a 0° C e inferior a 21° C.
- Substancias y preparados sólidos que pueden inflamarse fácilmente por la acción breve de una fuente de ignición y que continúen quemándose o consumiéndose después del alejamiento de la misma.
- Substancias y preparados gaseosos que sean inflamables en el aire a presión normal.
- Substancias y preparados que en contacto con el agua o el aire húmedo desprendan gases fácilmente inflamables en cantidades peligrosas.

Inflamables. Substancias y preparados cuyo punto de destello sea igual o superior a 21° C e inferior a 55° C.

Muy tóxicos. Substancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos extremadamente graves, agudos o crónicos e incluso la muerte. Su criterio de clasificación se establece en la Tabla I.

Tóxicos. Substancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración culánea pueden entrañar riesgos graves, agudos o crónicos e incluso la muerte. Su criterio de clasificación se establece en la Tabla I. Nocivos. Substancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden entrañar riesgos de gravedad limitada.

Corrosivos. Substancias y preparados que en contacto con los tejidos vivos puedan ejercer sobre ellos una acción destructiva.

Irritantes. Substancias y preparados no corrosivos, que por contacto inmediato, prolongado o repetido con la piel o mucosas puedan provocar una reacción inflamatoria.

Peligrosos para el medio ambiente. Substancias y preparados cuya utilización presente o puedan presentar riesgos inmediatos o diferidos para el medio ambiente.

Carcinogénicos. Substancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan producir cáncer o aumento de su trocuencia.

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.

Tabla I. Criterios de toxicidad

Categoria	DL ₅₀ oral rata mg/Kg	DL ₅₀ cutánea rata o conejo mg/Kg	CL ₅₀ por inhalación en rata mg/l
Muy tóxicas	< 25	< 50	< 0,50
Tóxicas	20-200	50-400	0,5-2
Nocivas	200-2000	400-2000	2-20

DL₈₀: Dosis letal media CL₈₀: Concentración letal media

Clave IMDG

Clase Descripción Explosivos Gases: comprimidos, lícuados o disueltos a presión 3.1 Liquidos inflamables con punto de inflamación inferior a - 18º C 3.2 Líquidos inflamables con punto de inflamación entre -18 y +23° C 3.3 Liquidos inflamables con punto de inflamación entre +23 y +61° C 4.1 Sólidos inflamables 4.2 Subst. que pueden experimentar combustión espontánea 4.3 Subst. que en contacto con el agua desprenden gases inflamables 5.1 Substancias comburentes 5.2 Peróxidos orgánicos 6.1 Substancias venenosas (tóxicas) 6.2 Substancias infecciosas Materias radiactivas Corrosivos Otras substancias peligrosas

Riesgos específicos y consejos de prudencia según Consejo de Europa (BOE 284:27-11-85)

Frases R

(Riesgos específicos de las sustancias peligrosas)

- Explosivo en estado seco.
- Riesgo de explosión por golpes, fricción, fuego u otras fuentes de ignición.
- Gran riesgo de explosión por golpes, fricción, fuego u otras fuentes de ignición.
- Forma compuestos metálicos explosivos muy sensibles.
- Peligro de explosión bajo la acción del calor.
- Peligro de explosión en contacto o sin contacto con el aire.
- Puede provocar incendios.
- Peligro de fuego en contacto con materias combustibles.
- Peligro de exposición al mezclar con materias combustibles.
- R:10 Inflamable.
- R:11 Muy inflamable.
- R:12 Extremadamente inflamable.
- R:13 Gas licuado extremadamente inflamable.
- R:14 Reacciona violentamente con el agua.
- R:15 Reacciona con el agua liberando gases fácilmente inflama-
- H:16 Puede explosionar en mezcla con substancias comburentes.
- R:17 Se inflama espontáneamente en contacto con el aire.
- R:18 Al usarlo pueden formarse mezclas aire-vapor explosivas/in-
- R:19 Puede formar peróxidos explosivos.
- R:20 Nocivo por inhalación.
- R:21 Nocivo en contacto con la piel.
- R:22 Nocivo por ingestión.
- R:23 Tóxico por inhalación.
- R:24 Tóxico en contacto con la piel.
- R:25 Tóxico por ingestión.
- R:26 Muy tóxico por inhalación.
- R:27 Muy tóxico en contacto con la piel.
- R:28 Muy tóxico por ingestión.
- R:29 En contactó con el agua libera gases tóxicos.
- R:30 Puede inflamarse fácilmente al usarlo
- R:31 En contacto con ácidos libera gases tóxicos.
- R:33 Peligro de efectos acumulativos.
- R:34 Provoca quemaduras.
- R:35 Provoca quemaduras graves.
- R:36 Irrita los ojos.
- R:37 Irrita las vias respiratorias.
- R:38 Irrita la piel.
- R:39 Peligro de efectos irreversibles muy graves.
- R:40 Posibilidad de efectos irreversibles.
- R:41 Riesgo de lesiones oculares graves
- R:42 Posibilidad de sensibilización por inhalación.
- R:43 Posibilidad de sensibilización en contacto con la piel.
- R:44 Riesgo de explosión al calentarlo en ambiente confinado.
- R:45 Puede causar cáncer.
- R:46 Puede causar alteraciones genéticas hereditarias.
- R:47 Puede provocar malformaciones congénitas.
- R:48 Riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada.

Frases S

(Consejos de prudencia relativos a las sustancias peligrosas)

- Guardar bajo llave.
- Mantener fuera del alcance de los niños.
- S:3 Conservar en lugar fresco.
- Mantener alejado de locales habitados. S:4
- Conservar bájo...(líquidos apropiados a especificar por el fa-S:5 bricante).
- Conservar bajo...(gas inerte a especificar por el fabricante). S:6
- S:7
- Mantener el recipiente bien cerrado. Mantener el recipiente en lugar seco. S:8
- S:9 Conservar el recipiente en lugar bien ventilado.
- S:10 Mantener el producto en estado húmedo.
- S:11 Evitar el contacto con el aire.
- S:12 No cerrar herméticamente el recipiente.
- S:13 Mantener alejado de alimentos, bebidas y piensos.
- S:14 Mantener alejado de...(materias incompatibles a especificar por el fabricante). S:15 Mantener alejado del calor.
- S:16 Mantener alejado de cualquier fuente de ignición. No fumar.
- S:17 Mantener alejado de materias combustibles.
- S:18 Manipular y abrir el recipiente con cuidado.
 S:20 No comer ni beber durante su utilización.
- S:21 No fumar durante su utilización.
- S:22 No respirar el polvo.
- S:23 No respirar los gases/humos/vapores/aerosoles [denominación(es) adecuadas(s) a especificar por el fabricante].
- S:24 Evitar el contacto con la piel.
- S:25 Evitar el contacto con los ojos.
- S:26 En caso de contacto con los ojos, lavarlos inmediatamente con agua abundante y consultar a un médico.
- Quitarse inmediatamente las prendas contaminadas o empapadas.
- S:28 En caso de contacto con la piel, lavarse inmediatamente con abundante...(productos a especificar por el fabricante).
- S:29 No tirar los residuos por los desagües.
 S:30 Jamás verter agua sobre el producto.
- S:31 Mantener alejado de materias explosivas.
- S:33 Evitar la acumulación de cargas electroestáticas.
- S:34 Evitar los golpes y rozamientos.
- S:35 Eliminar los residuos del producto y sus recipientes con todas las precauciones posibles
- S:36 Usar indumentaria protectora adecuada.
- Usar guantes adecuados.
- S:38 En caso de ventilación insuficiente, usar equipo respiratorio adecuado.
- S:39 Usar protección para los ojos/la cara.
- Para limpiar el suelo y todos los objetos contaminados por este producto, utilizar...(a especificar por el fabricante).
- En caso de incendio y/o explosión no respirar los humos.
- S:42 Durante las fumigaciones/pulverizaciones usar equipo respiratorio adecudo [denominación/es adecuada/s a especificar por el fabricante].
- S:43 En caso de incendio usar...(medios de extinción a especificar por el fabricante). Si el agua aumenta el riesgo se debe añadir: «No usar jamás agua».
- S:44 En caso de indisposición, consulte a un médico (si es posible muestre la etiqueta).
- S:45 En caso de accidente o indisposición, consulte a un médico inmediatamente (si es posible muestre la etiqueta). S:46 En caso de ingestión, acuda inmediatamente al médico y
- muestre la etiqueta o el envase. S:47 Conservar a una temperatura no superior a...°C (a especificar por el fabricante).
- S:48 Conservar húmedo con...(medios adecuados a especificar por el fabricante).
- S:49 Conservar únicamente en el recipiente de origen.
- S:50 No mezclar con...(a especificar por el fabricante).
- S:51 Utilizar únicamente en lugares bien ventilados.
- S:52 No usar sobre grandes superficies en locales habitados.
- S:53 Evitar la exposición al producto. Antes de su utilización, proveerse de instrucciones especiales.

Combinación de las frases R

R:14/15	Reacciona violentamente con el agua, liberando gases muy inflamables.	S:1/2	Guardar bajo llave y mantener alejado del alcance de los niños.
R:15/29	Reacciona con el agua liberando gases tóxicos y fácil- mente inflamables.	S:3/7/9	Conservar el recipiente bien cerrado en lugar fresco y bien ventilado.
R:20/21 R:21/22	Nocivo por inhalación y en contacto con la piel. Nocivo en contacto con la piel y por ingestión.	S:3/9	Conservar el recipiente en lugar fresco y bien venti- lado.
R:20/22	Nocivo por inhalación y por ingestión. Nocivo por inhalación, por ingestión y en contacto con	S:3/14	Conservar en lugar fresco y lejos de(materias incom- patibles a especificar por el fabricante).
R:23/24	la piel. Tóxico por inhalación y en contacto con la piel.	S:3/9/14	Conservar en lugar fresco, bien ventilado y lejos de(materias incompatibles a especificar por el fabri-
R:23/25	Tóxico por inhalación y por ingestión. Tóxico en contacto con la piel y por ingestión.	S:3/9/49	cante). Conservar únicamente en el recipiente original, en lu-
R:24/25 R:23/24/25	Tóxico por inhalación, por ingestión y en contacto con		gar fresco y bien ventilado. Conservar únicamente en el recipiente original, en lu-
R:26/27	la piel. Muy tóxico por inhalación y en contacto con la piel.	3:3/9/14/49	gar fresco y bien ventilado, lejos de(a especificar por el fabricante).
R:26/28 R:26/27/28	Muy tóxico por inhalación y por ingestión. Muy tóxico por inhalación, por ingestión y en contacto	S:7/8	Mantener el recipiente bien cerrado y en lugar seco. Mantener el recipiente bien cerrado y en lugar bien
R:27/28	con la piel. Muy tóxico en contacto con la piel y por ingestión	S:7/9	ventilado.
R:36/37 R:36/38	Irrita los ojos y las vias respiratorias. Irrita los ojos y la piel.	S:20/21 S:24/25	No comer, beber, ni fumar durante su utilización. Evitar el contacto con la piel y los ojos.
R:36/37/38 R:42/43	Irrita los ojos, la piel y las vías respiratorias. Posibilidad de sensibilización por inhalación y en con-	S:36/37	Usar indumentaria y guantes de protección ade- cuados.
	tacto con la piel.	S:36/39	Usar indumentaria adecuada y protección para los ojos/la cara.
		S:37/39	Usar guantes adecuados y protección para los ojos/la cara.
		S:36/37/39	Usar indumentaria y guantes adecuados y protección

Eliminación de residuos de laboratorio

Recipientes para eliminación de residuos

- A. Disolventes orgánicos que no contengan halógenos
- B. Disolventes orgánicos que contengan halógenos
- Residuos sólidos orgánicos
- Disoluciones salinas
- E. Residuos inorgánicos tóxicos
- Combustibles tóxicos
- Mercurio y residuos de sales inorgánicas de mercurio
- Residuos de sales metálicas regenerables
- Sólidos inorgánicos

Según el número de eliminación asignado los productos se recogerán en los recipientes anteriores de acuerdo con el siguiente criterio:

- Disolventes orgánicos exentos de halógenos: Recipiente A.
- Disolventes orgánicos que contienen halógenos: Recipiente B. Reactivos orgánicos relativamente inertes: Recipientes A, B o
- C, según las características. Acidos orgánicos: se neutralizan y se recogen en el recipiente 4.
- Bases orgánicas o aminas: se neutralizan y se recogen en los recipientes A o B.
- 6. Nitrilos o mercaptanos: Se oxidan y se recogen en los recipientes A o B.
- Los aldehídos se tratan con hidrógenosulfito sódico y se recogen en los recipientes A o B.
- Los compuestos organometálicos se hidrolizan cuidadosamente y se recogen en los recipientes A o D.
- 9. Productos cancerígenos o muy tóxicos: Recipiente F.
- Peróxidos orgánicos: se destruyen y se recogen en los recipientes A o B

 Los halogenuros de ácido se esterifican y se recogen en el recipiente B

Conservar únicamente en el recipiente de origen y a una temperatura no superior a...ºC (a especificar por el

- Los ácidos inorgánicos se neutralizan y se recogen en el recipiente D.
- Las bases inorgánicas se neutralizan y se recogen en el reci-13.
- piente D. Sales inorgánicas: recipiente I. Sus disoluciones en recipiente
- Disoluciones y sólidos con metales pesados: Recipiente E.
- Sales de Talio: Recipiente E.
- 17. Compuestos de Selenio: Recipiente E.

para los ojos/la cara.

fabricante).

S:47/49

Combinación de las frases S

- Compuestos de Berilio: Recipiente E.
- Compuestos de Uranio y Torio: Se tratan según las prescripciones legales.
- Compuestos de Mercurio: Recipiente G.
- 21. Los cianuros se oxidan con hipoclorito sódico y se recogen en el recipiente D.
- Los Peróxidos inorgánicos y los oxidantes se reducen y se recogen en el recipiente D.
- 23. El ácido fluorhidrico y los fluoruros se precipitan: La disolución acuosa se recoge en el recipiente D y el sólido en el recipiente
- 24. Los halogenuros inorgánicos se hidrolizan, se neutralizan y se recogen en el recipiente E.
- El fósforo y sus componentes se inactivan y se precipitan. Las disoluciones acuosas se recogen en el recipiente D y los sólidos en el recipiente I.
- Los metales alcalinos, sus amidas y los hidruros metálicos se descomponen con 2-Propanol, se neutralizan y se recogen en el recipiente A.
- 27. Metales preciosos: Recipiente H.
- Disoluciones acuosas: Recipiente D.
- Alquilos de aluminio: Recipiente F.
- 30. Productos de limpieza: Recipiente D.

Descripción ficha catálogo



- 1. Código del producto
- 2. Nombre del producto
- Calidad
- Normas de pureza
- Chemical Abstract Service registry number
- 6. Fórmula molecular
- Peso molecular
- 8. Constantes físicas:
 - (i) Densidad: expresada en g/ml a 20°C
 - Punto de fusión
 - 3 Punto de ebullición a presión atmosférica.
 - ① Indice de refracción
- 9. Especificaciones de pureza
- 10. Símbolo de peligrosidad

- Datos relativos a la seguridad y el transporte
 - N.º de las frases de riesgos específicos y consejos de prudencia
 - Punto de inflamación
 - Métodos de eliminación de residuos
 - Condiciones y lugar de almacenamiento
 - Clave del Código Maritimo Internacional de Mercancias Peligrosas N.º de las Naciones Unidas para el transporte de Mercancias Peligrosas
 - N.º de referencia del Consejo de Europa para las substancias peligrosas
- Tipo de envase
- 13. N.º de Unidades
- 14. Presentación
- 15. Precio

Normas de pureza citadas

ACS American Chemical Society Specifications, 7^a ed. 1987

BP British Pharmacopoeia 1988
FCC Food Chemicals Codex
NF The National Formulary XVII
Ph.Eur. Pharmacopée Européenne 2ª ed.
USP The United States Pharmacopeia XXII

Abreviaturas utilizadas

Acidim. Valoración ácido - base

Ac. Perciór. Valoración con ácido perciórico anh. anhidro

Argentom. Argentometría
Cerim. Cerimetría

CG Cromatografía de gases
C.I. Número del Colour Index
Complex. Complexometría

desc. descomposición

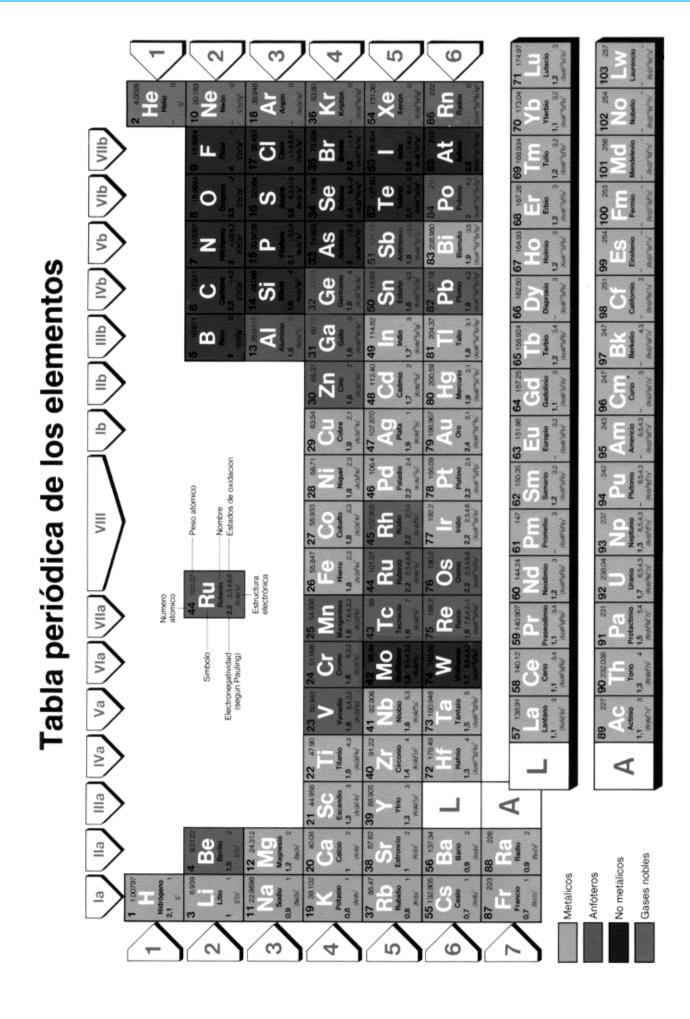
Determ. de N Determinación del nitrógeno

dil. diluido Gravim. Gravimetría

HPLC Cromatografía líquida de alta presión

lodom. lodometria
Oxidim. Oxidimetria
Permang. Permanganometria
Saponific. Saponificación
sol. sat. disolución saturada
subl. sublimación

TLC Cromatografía en capa fina Valor. de precipit. Valoración de precipitación



CAPÍTULO J VOLUMETRÍAS. TIPOS

1.1. Concepto

La valoración o titulación es un proceso analítico que consiste en medir la concentración de un líquido por medio de otro (valorante) de concentración conocida, midiendo los volúmenes que reaccionan.

En principio, las reacciones se realizan equivalente a equivalente y el punto en el cual ya se ha dado la reacción es el llamado punto de equivalencia.

 n° eq. agente valorado = n° eq. agente valorante

1.2. Aspectos a valorar en Volumetría

Preparación de la disolución valorada

Tenemos dos posibilidades:

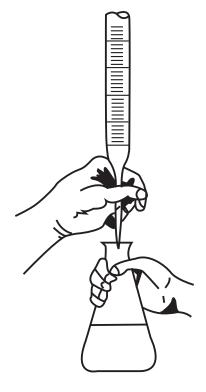
- a) Usar patrones primarios.
- b) Prepararla por aproximación y valorarla después.

Aparatos de volumetría

- Erlenmeyer.
- Matraces aforados.
- Probetas o pipetas.
- Buretas.

Técnica de la valoración

Las normas básicas para cualquier volumetría son las siguientes:



Técnica de la valoración

- La bureta se sujeta al soporte mediante una nuez y pinza.
- Se homogeneiza la bureta con unos 10 ml del agente que vayamos a introducir en la bureta y se tira.
- No dejar ninguna burbuja en la bureta.
- La llave de la bureta debe estar suave y perfectamente engrasada.
- Se enrasa de modo que el menisco del líquido de su interior sea tangente al 0 en la escala.
- Bajo el Erlenmeyer es conveniente colocar un trozo de papel de filtro para observar el viraje.
- Es conveniente realizar una primera valoración rápida de modo que sepamos el volumen aproximado que se gasta.
- Posteriormente se realiza otra valoración, vertiendo líquido rápidamente hasta aproximadamente 2 ml menos que en el caso anterior. A partir de aquí se realiza la demostración gota a gota. Al llegar al punto de equivalencia se ve el cambio de color y es en ese momento cuando se da por finalizada la valoración.
- Se hacen como mínimo tres valoraciones concordantes.
- Con estos volúmenes se obtiene el volumen promedio, que se toma como volumen del agente valorante, cuya concentración se conoce.
- Se llevan los valores a la ecuación y se obtiene la concentración desconocida.

Sistema indicador

Permite conocer el punto en que se ha añadido la cantidad equivalente de sustancia valorada. Induce a error de volumen, por lo que a veces se hace un ensayo en blanco (se sustituye el agente a valorar por agua destilada), calculando así el error del indicador.

1.3. Características de una reacción en análisis volumétrico

- Rápida.
- Cuantitativa, con equilibrio francamente desplazado a la derecha, el valorante debe ser ácido o base fuerte, oxidante o reductor fuerte.
- Estequiométrica, que no haya reacciones laterales y que dé productos conocidos.
- Que exista sistema indicador apropiado.

1.4. Patrones primarios

Son sustancias que permiten conocer por pesada la cantidad exacta tomada, ya que no se perturban en contacto con el aire.

Deben tener una serie de características:

- Pureza alta.
- Estable, que no se altere con el tiempo.
- No higroscópico ni eflorescente.

- Fácil de conseguir y que no sea caro.
- Peso equivalente alto.
- Solubilidad apreciable.
- Carácter ácido, base, oxidante o reductor fuerte.

1.5. Tipos de volumetrías

1.5.1. Neutralización o ácido base

Es la neutralización entre los H⁺ del ácido y los OH⁻ de la base. El indicador es la sustancia orgánica de diferente color que es necesaria añadir al medio ácido o alcalino para ver el punto de neutralización. La fenolftaleína, indicador muy utilizado, es transparente en medio ácido y roja en medio alcalino. Otro indicador frecuente es el naranja de metilo.

Ej. de neutralización de NaOH con HCI:

En la bureta tenemos HCl con una Normalidad (N) conocida y en un Erlenmeyer tenemos NaOH, del cual queremos conocer su N (que al hemos añadido fenolftaleína, dando color rojo). Se va añadiendo HCl hasta la decoloración del líquido.

$$V_a * N_a = V_b * N_b$$

Como patrones primarios se emplean el carbonato sódico anhidro, el ftalato ácido de potasio...

Si el ácido a valorar es diprótico, tendrá dos puntos de equivalencia y lo mismo sucederá con las bases divalentes.

1.5.2. Precipitación

Se basa en reacciones en las que el agente valorante y el valorado producen un precipitado. Ejemplos característicos son las argentimetrías, como la determinación de cloruros por el método Mohr y Volhard.

$$NaCl + AgNO_3 \rightarrow AgCl (blanco) + NaNO_3$$

Como patrones primarios se emplean plata metálica, nitrato de plata y cloruro potásico; y como indicadores el cromato potásico y tiocianato potásico.

1.5.3. Redox

Se basan en procesos de oxidación reducción. Según el agente valorante, se dividen en:

- Agente valorante oxidante. Permanganimetrías, Dicromatometrías, Iodometrías, Iodatometrías...
- Agente valorante reductor, como Tiosulfatometrías, Oxalatometrías...

Los patrones primarios son: para los oxidantes el dicromato potásico, bromato potásico, iodato potásico y iodo; y para los reductores el oxalato sódico y el hierro electrolítico. Los indicadores son: permanganato (autoindicador), almidón en lodometrías...

La valencia es el número de electrones intercambiados en el proceso. Así, un ejemplo es

$$MnO_4^- + 8H^+ + 5e \rightarrow Mn^{++} + 4H_2O$$

violeta transparente (autoindicadora)

La valencia es 5. Se realiza en medio ácido (ácido sulfúrico).

1.5.4. Formación de complejos o complexometrías

Se forma un complejo entre el agente valorante y el valorado. El agente acomplejante más importante es la complexona II o E.D.T.A. (etilén diamino tetraacético), que se emplean en la valoración del calcio.

1.5.5. Retroceso

En algunos casos es necesario llevar a cabo un análisis del agente a valorar (A) por adición de un exceso de reactivo (B), determinando después el exceso por valoración con un segundo reactivo (C) de concentración conocida.

$$n^{\circ}$$
 Eq. A + n° eq. C = n° eq. B.



ANÁLISIS DE LA ACIDEZ DE UN VINAGRE

(Volumetría de neutralización)

Introducción. Valoración de la disolución de NaOH preparada

El análisis volumétrico o volumetría consiste en la determinación de la concentración de una sustancia mediante una valoración, que es el cálculo de volumen necesario de una sustancia de concentración conocida (solución patrón) que ha de reaccionar completamente con la sustancia a analizar.

La valoración se basa en el hecho de que el punto final de la misma coincide con el punto de equivalencia en el que el número de equivalentes del reactivo coincide con el número de equivalentes de la sustancia problema. En el punto final de la valoración se cumple:

$$V*N=V'*N'$$

De acuerdo con estas instrucciones, se deberá preparar 100 ml de una disolución de NaOH 0,5 N, partiendo de hidróxido sódico en su forma comercial sólida. Esta disolución es la que introduciremos en la bureta (realizando los pasos correspondientes de homogeneización y enrase). Tomar a continuación 10 ml exactos de disolución patrón de ácido oxálico 0,500 N en un Erlenmeyer y agregar unas gotas del indicador fenolftaleína.

Con cuidado se añade poco a poco NaOH hasta que en el Erlenmeyer aparece durante un instante de un ligero tono rosado. Continuar agregando hidróxido sódico gota a gota agitando suave y continuamente hasta que una gota haga que el color rosa pálido persista por lo menos 15 segundos.

Leer y anotar el volumen de la disolución de la bureta y calcular, con la fórmula anterior, la normalidad del hidróxido sódico. Repetir la valoración y con los dos datos hacer la media. El resultado será la verdadera normalidad de la disolución de NaOH.

2. Análisis de la acidez de un vinagre

El vinagre es el líquido obtenido de la fermentación acética del vino, con una riqueza mínima de 50 gramos de ácido acético por litro (5% p/V).

La acidez total se define como la totalidad de los ácidos volátiles y fijos (acético, tartárico, citralémico, láctico...) que contiene el vinagre, expresado en gramos de ácido acético por 100 ml de vinagre.

La normativa española establece que los vinagres comerciales deben contener al menos una riqueza de 50 gramos de ácido acético por litro. Viene a suponer que los vinagres comerciales deben tener una concentración aproximada de ácido acético 0,8 M.

Determinaremos la concentración de ácido acético en algunas muestras de vinagre comercial por titulación con NaOH, esto es, calcularemos la molaridad en ácido acético de las distintas muestras a partir de la reacción ácido-base:

$$CH_3$$
 - $COOH$ + $NaOH$ \rightarrow CH_3 - $COO^- Na^+$ + H_2O

Esta reacción se encuentra muy desplazada hacia la derecha, lo que le hace ser apta para ser utilizada en los métodos volumétricos de análisis.

En esta valoración de un ácido débil con una base fuerte obtendremos, en el punto de equivalencia, tan solo moléculas de acetato sódico (sal básica).

$$CH_3-COO^-+$$
 $H_2O \rightarrow CH_3$ $-COOH + OH^-$

En el punto de equivalencia la disolución será básica y para detectar el punto final de la valoración elegiremos un indicador que cambie de color en un intervalo de pH alto (8-10), por ejemplo la fenolftaleína.

3. Material y reactivos

- Matraz aforado de 100 ml.
- Vaso de precipitados de 50 ml.
- Varilla de vidrio y embudo cónico.
- NaOH en lentejas (sólido).
- Bureta de 25 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Disolución de ácido oxálico 0,500 N.
- Disolución de fenolftaleína al 5% en etanol.
- Vinagres comerciales.

4. Procedimiento experimental

Tomar un Erlenmeyer limpio y seco de 250 ml y de una muestra de vinagre pipetear con exactitud 10 ml. Diluir la muestra entre 30 y 40 ml de agua destilada, hasta conseguir una muestra débilmente coloreada que nos permita observar el viraje del indicador. Volver a llenar la bureta con disolución de NaOH de concentración conocida y enrasar a cero.

Agregar 6 gotas del indicador a la disolución de vinagre, poner un papel blanco debajo y añadir poco a poco NaOH. Cuando se encuentre cerca del punto de viraje (aparición de un tono rosa), añadir gota a gota hasta que el color persista 15 segundos. Entonces se alcanza el punto final de la valoración.

Anotar el volumen de hidróxido sódico consumido.

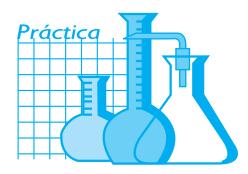
Repetir la valoración del vinagre

5. Resultados

- a) ¿Cuántos gramos de NaOH necesitas para preparar 100 ml de una disolución 0,5 N?
- b) Formula la reacción que se produce entre el ácido oxálico y el hidróxido sódico. ¿Cuál es el peso equivalente de cada sustancia?

- c) ¿Qué normalidad tiene la disolución preparada de NaOH valorada con la disolución de ácido oxálico 0,500 N?
 - d) ¿Cuántos g/l de ácido acético contiene el vinagre valorado? ml utilizados de la disolución de NaOH en la valoración I = ml utilizados de la disolución de NaOH en la valoración 2 = valor medio de ml utilizados en ambas valoraciones =

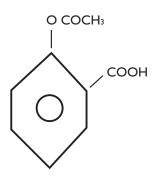
Normalidad del ácido acético del vinagre: g/l del ácido acético del vinagre: ¿Se ajusta el vinagre a la legislación?



DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN ÁCIDO ACETIL-SALICÍLICO DE UNA ASPIRINA

(Volumetría de neutralización)

El objetivo de la práctica es determinar el contenido en ácido acetil-salicílico (componente analgésico activo de la aspirina), mediante una volumetría ácido-base (acidimetría).



Procedimiento experimental

- 1. Determinar la masa de una tableta de aspirina en la balanza.
- 2. Triturar la aspirina con ayuda del mortero, pasarla a un vaso, arrastrar los restos de aspirina que puedan quedar adheridos al mortero con agua destilada. Enrasar a 100 ml.
 - 3. Llenar la bureta (según las indicaciones) con disolución 0,1 N de NaOH.
- 4. Poner 25 ml de disolución de aspirina en un Erlenmeyer, añadir 2 gotas de fenolftaleína y valorarla con la base.
- 5. Repetir 2 ó más veces si los resultados no son concordantes. Si lo son, sacar la media aritmética de los volúmenes de base consumidos y responder a las siguientes cuestiones:

Datos y cálculos

Masa de la aspirina.

Normalidad del NaOH.

Volúmenes de NaOH: I.ª 2.ª 3.ª MEDIA

Normalidad del AAS.

Peso equivalente del AAS.

Contenido de AAS en la aspirina.

Porcentaje



PERMANGANIMETRÍA (Volumetría de oxidación reducción)

1. Fundamento teórico

Análisis volumétrico cuantitativo de una volumetría redox.

I. Preparación de 100 ml de disolución de permanganato potásico 0,1N a partir de permanganato potásico sólido previamente pesado. Para calcular la cantidad necesaria a pesar, hay que tener en cuenta la definición de normalidad (N = n° de eq.g/n° de l) y que el peso equivalente (y por tanto la normalidad) depende del tipo de reacción que vaya a tener lugar. Así, en nuestro caso la valencia es 5, ya que se intercambian 5e⁻ en el proceso:

$$MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- Mn^{++} + 4H_2O$$

2. Valoración de la disolución de permanganato potásico con oxalato sódico 0,1N en medio ácido, reacción muy frecuente en el laboratorio.

En una valoración, lo que vamos a hacer es determinar la normalidad de una disolución mediante otra cuya concentración ya conocemos.

El fundamento teórico es que el punto de equilibrio (de equivalencia) se alcanza cuando el número de equivalentes de la disolución valorada es el mismo que el de la disolución a valorar.

En este caso, para que transcurra la reacción se necesitan iones H⁺ que pueden ser suministrados por un ácido no oxidable por el permanganato (ácido sulfúrico).

Las valoraciones de permanganato no necesitan indicador, ya que él mismo comunica a las disoluciones un color violeta que pasa a incoloro debido a la reacción.

$$MnO_4^- \rightarrow Mn^{++}$$
 violeta incoloro

La valoración de permanganato por oxalato es catalizada por los iones Mn⁺⁺ y por el calor, de manera que conforme transcurre la reacción se verifica el proceso autocatalítico.

2. Material y reactivos

- Bureta de 25 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Embudo cónico.
- Vaso de precipitados o Erlenmeyer de 50 ml.
- Matraz aforado de 100 ml.
- Varilla de vidrio.
- Permanganato potásico.
- Ácido sulfúrico concentrado.
- Disolución de oxalato sódico 0,1 N.

3. Procedimiento experimental

En un Erlenmeyer se ponen 15 ml de oxalato sódico de concentración 0,1 N, se añaden 15 ml de ácido sulfúrico diluido 1:5 y agua destilada hasta 60 ml y se calienta hasta cerca de 70°C (salida de los primeros vapores). Se retira el vaso de la placa calefactora y se echa lentamente permanganato potásico desde la bureta (agitando). Al principio la reacción transcurre lentamente y debe esperarse unos segundos hasta la desaparición del color rosado. Una vez el vaso incoloro, añádase otra pequeña fracción de 1 ml, agítese con una varilla y esperar la desaparición del color. Obsérvese que cada vez el tiempo requerido para la desaparición del color es menor.

Cuando la reacción haya transcurrido sobre 1/3 del total, los iones Mn⁺⁺ que van formándose catalizan la reacción, haciéndola casi instantánea. Seguir añadiendo lentamente el permanganato hasta que el color rosa se mantenga permanentemente. Se entiende que la última adición ha de ser tan pequeña como sea posible (una gota) pues no debemos incurrir en el error de pasarnos. Si esto sucede, hay que anotar el permanganato usado, que tiene un valor informativo, y volver a comenzar de nuevo.

4. Resultados y cuestiones

- 1. ¿Qué cantidad de permanganato es necesario pesar?
- 2. ¿Qué sentido tiene el realizar la operación de homogeneizar?
- 3. Añadir el ácido sulfúrico y agua destilada al Erlenmeyer en el que se va a realizar la valoración, ¿va a suponer alguna modificación en los resultados?
 - 4. ¿Qué indicador se utiliza en esta valoración?
 - 5. ¿Por qué se adiciona ácido sulfúrico al Erlenmeyer?
 - 6. ¿Cual es la normalidad real de la disolución de permanganato preparada?



DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN AGUA OXIGENADA DE UNA DISOLUCIÓN

(Volumetría de oxidación reducción)

1. Objetivo

El objetivo de esta práctica será la determinación del contenido en agua oxigenada de una disolución por valoración con disolución de permanganato potásico 0,1 N. En este proceso, el agua oxigenada actúa de agente reductor oxidándose en el transcurso de la operación, mientras el permanganato que actúa de agente oxidante experimenta un proceso de reducción.

2. Material y reactivos

- Erlenmeyer de 250 ml.
- Pipetas (de 10 y 25 ml).
- Bureta de 25 ml.
- Disolución valorada de permanganato potásico 0,1 N.
- Ácido sulfúrico 3 M.
- Agua oxigenada.

3. Procedimiento experimental

Se colocan en un Erlenmeyer 25 ml de la disolución a estudiar sobre los que se añaden 10 ml de ácido sulfúrico 3 M. Se llena la bureta con la disolución valorada de permanganato y se procede a la valoración, hasta observar la aparición de un tinte rosa-violeta débil permanente y se mide el volumen de permanganato consumido. Se repite la operación dos veces para confirmar los resultados. Dar como resultado final la media aritmética si los valores son concordantes.

1.ª Determinación	2.ª Determinación	3.ª Determinación	Media	H ₂ O ₂ (N)

Del conocimiento de la normalidad de la disolución, calcula los gramos de agua oxigenada por litro en la solución incógnita (p. equiv. del agua oxigenada = 17).

CAPÍTULO 2 pH



MEDIDA DEL pH

No vamos a entrar en las definiciones químicas e instrumentales, sino que nos ceñiremos al procedimiento experimental. El pH indica la acidez o alcalinidad de una sustancia y para su medida se pueden utilizar varios procedimientos; los dos más utilizados son los siguientes:

- I. Empleo de tiras de papel indicador universal.
- 2. Empleo del pHmetro, que es un voltímetro equipado con electrodos, con una escala potenciométrica que nos indica el pH.

1. Empleo de tiras de papel indicador universal

Material y reactivos

- Ácido clorhídrico (HCl 0,1 N 0,01 N y 0,001 N).
- Hidróxido de sodio NaOH de las mismas concentraciones.
- Cloruro amónico 0.1 N.
- Cloruro sódico 0,1 N.
- Acetato sódico 0,1 N.
- Agua destilada y agua de grifo.
- Limón, vinagre, leche, vino...
- Vasos de precipitados, pipetas, tubos de ensayo y papel indicador.

Procedimiento experimental

Con papel indicador universal de pH se miden los pH de las disoluciones anteriores y se anotan los resultados.

Resultados

Ácidos: HCI 0,1N: HCI 0,01N: HCI 0,001N:

Interpretación:

Bases: NaOH 0,1N: NaOH 0,01N: NaOH 0,001N:

Interpretación:

Sales: NH4Cl 0,1N: NaCl 0,1N: NaAcO 0,1N:

Interpretación:

Agua: Destilada: Corriente:

Interpretación:

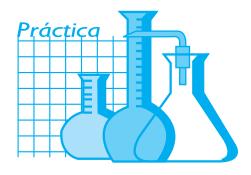
2. Empleo del pHmetro

El calibrado del pHmetro se realiza siempre que vayamos a medir pH con él.

Como existen muchos modelos de pHmetros, nos limitaremos a seguir las normas indicadas por el fabricante del instrumento.

Medida del pH con pHmetro

Empleando los mismos reactivos y material del apartado anterior, se mide el pH con el pHmetro, anotando los resultados.



CURVA DE VALORACIÓN DE UN ÁCIDO FUERTE CON UNA BASE FUERTE

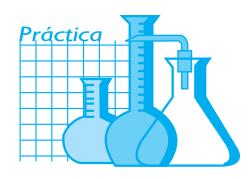
En una valoración ácido base podemos representar la curva de valoración mediante una gráfica que ponga de manifiesto la variación que experimenta el pH de la disolución al ir añadiendo uno de los reactivos en volúmenes conocidos.

1. Material y reactivos.

- Bureta.
- Erlenmeyer.
- Vaso de precipitados 400 ml.
- Frasco lavador.

2. Procedimiento experimental

Hacemos la valoración de HCl aproximadamente 0,1 N con NaOH de normalidad exactamente conocida, para lo cual tomamos 20 ml de HCl en un Erlenmeyer, montamos la bureta en el dispositivo del pHmetro, con la base, y medimos el pH después de haber añadido 0,5; 10; 15; 18; 19; 19,3; 19,6; y 19,9; 20,2; 20,5; 21; 22 y 25 ml de la base, anotando los resultados en forma de tabla. Después de cada adición y antes de la medida del pH, es necesario agitar bien. Con los datos de la tabla obtenida, se representa gráficamente, en papel milimetrado, el pH frente a ml de NaOH añadidos y se traza la curva de valoración. Se comentan los resultados.

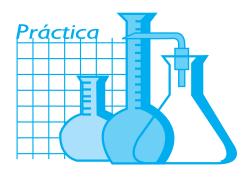


ESCALA DE pH

Se puede realizar una escala completa de pH, comprendida entre 2 y 12 con una exactitud de 0,1 unidades de pH, empleando para ello la "tabla de las 39 gotas". Es un sistema rápido y fácil. Se utilizan dos disoluciones estables, como son la solución A (ácido bórico anhidro 0,2 M y ácido cítrico monohidratado 0,05 M) y la solución B (fosfato trisódico dodecahidratado 0,1 M). El volumen total de la muestra es de 39 gotas y las proporciones son las de la tabla que se adjunta.

Tabla de las 39 gotas

Unidades de pH	N.º de gotas	N.º de gotas
(± 0.1 unid.)	Solución A	Solución B
2 3 4 5 6 7 8 9 10	39 35 31 27 24 20 17 14 11	0 4 8 12 16 19 22 25 28 30 36



SOLUCIONES AMORTIGUADORAS, BUFFER O TAMPONES

1. Introducción

Las soluciones tampones son sistemas cuyo pH permanece notablemente estable cuando se le añaden otras sustancias. La solución amortiguadora debe resistir el cambio de pH no sólo bajo la influencia de un ácido o de una base, o de una disolución por adición de solvente, sino también bajo el efecto de un cambio de temperatura o de una adición de sales neutras. En un trabajo de precisión es necesario controlar por electrometría el valor de pH, después de añadir todos los elementos del sistema. En general la dilución a la mitad de la concentración inicial sólo afecta al pH en algunas centésimas de unidad. Existe una excepción, el tampón marcado como número I, que varía aproximadamente en 0,15 en las condiciones citadas.

Presentamos en tablas las soluciones amortiguadoras, expresando las soluciones madre A y B, así como la composición en ml de cada una de ellas necesaria para preparar este tipo de disoluciones.

2. Objetivos

Clarificar el concepto de soluciones tampón mediante la preparación de las mismas y su comprobación.

3. Material y reactivos

- Vasos de precipitados de 250 ml.
- Pipetas de 10 ml.
- pHmetro.
- Papel indicador.
- Soluciones de las disoluciones madre.
- NaCl (3 N).

4. Procedimiento experimental

4.1. Preparación de tampones

Con los valores de las soluciones madres que proporcionan las tablas, preparar 100 ml de solución tampón de pH 4 y otros tantos de pH 7. Comprobarlos con el pHmetro.

4.2. Comprobación

Comprobar el poder amortiguador de la solución de pH 7 mediante el siguiente procedimiento:

Se toman 20 ml de amortiguador y se colocan en un Erlenmeyer. Se toman 20 ml. de una solución de pH parecido, de NaCl y se colocan en otro Erlenmeyer. Se van añadiendo gotas de ácido 3 N a ambos y se miden los pH respectivos, se anotan los resultados y se sigue añadiendo más gotas. Se repite las veces que sean necesarias para ratificarnos del poder amortiguador.

Se repite lo mismo, pero en lugar de añadir ácido, se añade base.

Tampón	Soluciones madre		Composición del terre 4-
N _o	A	В	Composición del tampón
1	KCl 0,2n (por litro, 14,91 g)	HCl 0,2 n	25 ml A + x ml B, diluir con agua hasta 100 ml
2	Glicocola 0,1 molar en NaCl 0,1 n (por litro, 7,507 g de glicocola $+$ 5,844 g de NaCl)	HCl 0,1n	x ml A + (100-x) ml B
3	Citrato disódico 0,1 molar (por litro, 21,01 g de C _e H _e O ₇ · 1 H ₂ O + 200 ml de NaOH 1n)	HCl 0,1n	x ml A + (100-x) ml B
4	Diftalato ácido de potasio 0,1 molar (por litro, 20,42 g de KHC ₈ H ₄ O ₄)	HCl 0,1n	50 ml A + x ml B, diluir con agua hasta 100 ml
5	como Nº 4	NaOH 0,1n	50 ml A + x ml B, diluir con agua hasta 100 ml
6	como N°3	NaOH 0,1n	x ml A + (100-x) ml B
7	Fosfato monopotásico ¹ / ₁₅ molar (por litro, 9,073 g de KH ₂ PO ₄)	Fosfato disódico ¹ / ₁₅ molar (por litro, 11,87 g de Na ₂ HPO ₄ · 2 H ₂ O)	x ml A + (100-x) ml B
8	Barbital sódico 0,1 molar (por litro, 20,62 g)	HCl 0,1n	x ml A + (100-x) ml B
9	Ácido bórico, semineutralizado, 0,2 molar (corresponde a solución 0,05 molar de bórax: por litro, 12,37 g de ácido bórico + 100 ml de NaOH 1n)	HCl 0,1n	x ml A + (100-x) ml B
10	como Nº 2	NaOH 0,1n	x ml A + (100-x) ml B
11	como Nº 9	NaOH 0,1n	x ml A + (100−x) ml B
12	Ácido cítrico 0,1 molar (por litro, 21,01 g de $C_6H_8O_7\cdot 1H_2O)$	Fosfato disódico 0,2 molar (por litro, 35,60 g de Na ₂ HPO ₄ · 2 H ₂ O)	x ml A + (100-x) ml B
13	Añadir a las soluciones de ácidos cítrico y fosfórico (100 ml aproximadamente), cada una equivalente a 100 ml de NaOH 1n, 3,54 g de ácido ortobórico cristalizado y 343 ml de NaOH 1n, completar hasta 11	HCl 0,1n	20 ml A + x ml B, diluir con agua hasta 100 ml
14	Ácido cítrico, fosfato monopotásico, barbital, ácido bórico, cada uno 0,028 57 molar (por litro, 6,004 g de $C_0H_8O_7 \cdot 1H_2O$, 3,888 g de KH_2PO_4 , 5,263 g de barbital y 1,767 g de H_3BO_3)	NaOH 0,2 n	100 ml A + x ml B
15	Acetato sódico 0,1n (por litro, 8,204 g de $C_2H_3O_2Na$ o 13,61 g de $C_2H_3O_2Na \cdot 3 H_2O)$	Ácido acético 0,1n (6,005 g/l)	x ml A + (100−x) ml B
16	Ácido ββ-dimetilglutárico 0,1 molar (por litro, 16,02 g)	NaOH 0,2 n	a) 100 ml A + x ml B, completar con agua hasta 1 l b) 100 ml A + x ml B + 5,844 g de NaCl, diluir con agua hasta 11 (solución NaCl △0,1 molar)
17	Piperacina 1 molar (por litro, 86,14 g)	HCl 0,1n	$5 \text{ ml A} + \times \text{ml B}$, diluir con agua hasta 100 ml
18	Tetraetiletilendiamina 1 molar (por litro, 172,32 g)	HCl 0,1n	5 ml A + x ml B, diluir con agua hasta 100 ml
19	Tris-maleato ácido 0,2 molar (por litro, 24,23 g de tris [hidroximetil]-aminometano + 23,21 g de ácido maleico o 19,61 g de anhídrido maleico)	NaOH 0,2 n	25 ml A + x ml B, diluir con agua hasta 100 ml
20	Dimetilaminoetilamina 1 molar (por litro, 88 g)	HCl 0,1n	5 ml A + x ml B, diluir con agua hasta 100 ml
21	Imidazol 0,2 molar (por litro, 13,62 g)	HCl 0,1n	$25 \text{ ml A} + \times \text{ml B}$, diluir con agua hasta 100 ml
22	Solución mixta de trietanolamina 0,5 molar (por litro, 76,11 g) y de sal disódica del ácido etilendiaminotetracético (20 g de $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2\cdot 2$ H_2O por litro)	HCl 0,05 n	10 ml A + x ml B, diluir con agua hasta 100 ml
23	Solución mixta de N-dimetilaminoleucilglicocola 0,1 molar (por litro, 24,33 g de $C_{10}H_{20}O_3N_2\cdot ^3/_2$ $H_2O)$ y de NaCl 0,2n (por litro, 11,69 g)	100 ml de NaOH 1n diluidos con A hasta 1 l	x ml A + (100-x) ml B
24	Tris 0,2 molar (por litro, 24,23 g de tris[hidroximetil]aminometano)	HCl 0,1n	25 ml A + x ml B, diluir con agua hasta $100 ml$
25	2-amino-2-metilpropano-1,3-diol 0,1 molar (por litro, 10,51 g)	HCl 0,1n	$50 \text{ ml A} + \times \text{ml B}$, diluir con agua hasta 100 ml
26	Carbonato de sodio anhidro 0,1 molar (por litro, 10,60 g)	Bicarbonato de sodio 0,1 molar (8,401 g/l)	$x \operatorname{ml} A + (100-x) \operatorname{ml} B$

Tablas científicas Geigy

Hd	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0	2,2	2,4	5,6	2,8	30	2,0	1, 6	1,4	٠ ر ر	٥, ٥	4,0	4,2	4,4	4,6	8,4	5,0	5,2	5.4	5,6	5,8	0.9	2,0	, 4	, ,	, «	1 0	2,0	ž 4	7,4	2,8	0	8,2	8,4	8,6	8,8	0,6	9,2	4,6	9,0	0, 0	10,0	10,1	10,6	10,8	11,0	11,2	11,4	11,6	11,8	12,0	7,7	4,01	12,8
76	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:		:	:	:	:	:	:	:	:	: :		: :	:	:	<i>.</i> :	:	10,0	18,4	29,3	5,0	4,60	73,	81,2	87.9	:	:	:	:	:	:	:	:	: :
22	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	43.9	41,6	38.4	34,8	30,7	23,3	17,7	13,3	2,5	2,2	4, c	C, 2	: :		: :	:	:	:	:	:	:	:	:	: :
72	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:		:	:	:	:	:		, 5	, 6	33.7	27.0	22,0	17,3	13,0	8,8	5,3	:	:	:	:	:	:		: :	:	:	:	:	:	:	:	:	: :
ដ	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:		:	:	:	:	: ;	4,00	2,0	2,5	52,1	41.1	31,4	23,0	15,9	10,3	:	:	:	:	:	:	: :		: :	:	:	÷	:	÷	:	:	:	: :
75	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:		:	:	:	:		9 6	2,6	. 6	52,0	42.0	31.9	22,5	16,0	11,7	:	:	:	:	:	:	: :		: :	:	:	:	:	:	:	:	:	: :
77	÷	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	. :		:		43.4	40,4	2,7	4,5	,	4,07	17,0	2,0	9,9		: :		:	:	:	:	:	:	:	:	: :		: :	:	:	:	:	:	÷	:	:	: :
20	÷	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	94.3	91,7	08	8,00	120	22	6,4,6	3,5	61,7	1,2	,	: :	,-	: :		45,4	42,8	39,2	34,7	29,3	23,6	13,0	1,0	2,0	;	: :	:	:	:	:	:	÷	:	:	: :
\$:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	3.2	5.0	7,3	9,7	12,4	1,2,1	10	, 6	3,0	1 5	, i	3,7	, %	31.2	33.0	36,9	39,9	42,7	:	:	:	:	:	:	:	: :		: :	:	:	:	:	:	:	:	:	: :
2	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	94.3	91.5	87.8	83.1	77.6	717	64,4	7,7	20,00	ָ ֭֓֞֝֞֝֞֝ ֭֓֞֞֞֞֩֞֩֞֩֞	,	:	:	:	: :	:	46.4	43.9	40,9	36,8	31,8	26,2	20,4	15,2	10,0	4,	:		: :	:	:	:	:	:	:	:	:	: :
1	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	94,3	91,5	87.8	83,6	77,6	71,8	66.5	61.0	2,8	, r	,	:	:	:	:	:	: :	:	: :	: :	:	45,5	43,2	40,0	35,8	30,8	20,0	4,7	10,0	6,9	· :	:	:	:	:	:	:	:	:	: :
16 b	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		14.4		7,07	9,0	72,4	36,6	40,3	43,1	45,7	48,3	51.5	53,6	58.2	63.6	68.7	73.6	7,00	2,5	2,2	96	3 2	2,0	, 4	2,7	? :		: :	:	:	:	:	:	:	:	:	:	: "		: :	:	:	:	:	:	:	:	:	: :
162	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:			, <u>;</u>	0,5	3,5	20,2	32,4	36,2	39,3	41,3	43,5	45.7	48,4	513	55.0	58.8	, 29	, 6	747	5,5	2,2	5 8	5,5	0,70	9,6	? :	:	: :	: :	:	:	:	:	:	:	:	:	:			:	:	:	:	:	:	:	:	: :
5	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	: ;	, ,	16,6	23,9	33,5	44,9	26,6	67.8	76,8	84.0	89,3	:		:	:	:	:	:	:	:	:	: :	:	: :	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		: :	:	:	:	:	:	:	:	:	: :
=	:	:	:	:	:	:	:	:	1,6	3,6	5	7,0	,	, <u>;</u>	1;	13,5	15,3	17,5	19,7	21,9	24,1	26.3	28,6	31,0	33.4	35,8	38	40,0	43,3	2,4	48,3	2 6	52,7	2,7	2,0	60,5	60,0	65,0	67.2	69,3	71,3	73,2	75,1	77,0	78,8	4,08	81,8	84,3	84.5	86,5	87.8	89,3	91,3	94,5	0,66	:	:	:	: :
5	:	:	:	:	:	74,4	8,89	64,6	61,3	58,9	56.0	5,5	1,0	7,0	24,7	21,8	50,7	49,7	48,6	47,5	46,4	45.4	44,3	43.2	42.0	40,8	30,7	38,4	37,0	2,7	34,5	,	24,7	30,5	200	28,8	78.	27.6	27,0	26,3	25,2	24,0	22,6	21,4	20,2	19,0	1,1	16,1	16,0	15,5	14.7	13,5	11,7	9,1	5,5	1,3	:	:	: : —
12	:	:	:	:	:	:	98,8	94,5	0,06	85,1	80,3	2,4	5,5	0,0	8,	1,00	62,0	59,1	56,4	53,7	51,2	49.0	46,9	44.7	42,4	40,0	37.4	34,5	31,5	7,7	7,5	3 5	12,0	0,0	, 4	4,6		: :	: :	:	:	:	:	:	:	:	:	:		: :	:	:	:	:	:	:	:	:	: :
=	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	: :			: :		:	:	:	:	:	:	:	:	: :	:	: :	: :	: :	:	:		_	_	_	_	54,1			:	:	:,	:	:	:	:	:	: :
2	: —	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:			:		:	:	:	:	:	:	:	:	: :	:	: :	: :			_		78,9	73,2	2,70	0,70	5.57	53,6	52,2	51.2	50,4	49,5	48,7	47,6	46,0	45,4	24,1	21,4
•	· :	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	-	:	. :	. :	: :		:	:	:	:	:	:	:	:		_		_		73,6	_		:	:	:	:	:	-	: :	_: _	: -	:	: —	:	:	: —	:	: : —
∞	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:		:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	:	: :	-	_	: :	_	:	:	:	:										90,1		:	:	:	:	:	:		: :	:	:	:	: _	:	:	: —	:	: : —
_	: —	:	:	:	:	: -	:	: —	:	: —	: 	: _	:	:	:	:	:	:	:	:				_			_									7.4			_	: :	:	:	: -	:	:	:	:	:		: :	:	: 	:	: —	:	:	: —	:	: :
•	: —	:	:	:	:	: -	:	:	:	:	: —	:	:	:	_	_	:				:				_			_		_	4,00	:	:	:	:	: :	: —	: :	_	_	:	:	:	: —	:	:	: —	:		-	-	: 	: -	: -	: -	: -	: -	: 	: : —
	:	:	:	:	:	-	-	:	3		_	:	:		:								28.5	34,	39	42,	45.0	46.7			:	:	:	:	:	: :	-	: :	:	:	:	:	:	:	:	:	:	: :		: :	:	:	:	: -	: -	:	: -	:	: :
4	:			: •				1 41,0													.:		:		_	-		:	:	:	: -	:	:	: _	:	: :	:	: : -	:	:	: -	:	:	:	:	: -	:	:	_	: :	: 	: -	:	: -	: -	: -	: _	: -	: : —
<u>۳</u>							_	_	_						-	-	52	9	99	74,	85,6	100	-		_	-		:	:	:	: 	:	:	:	: 	: :		: :	-	:	:	:	:	: _	:	:	: 	:	-	: :	-	: -	-: 	:	:	:	:	:	: : —
7								62,3		74.	2		3,5	, ,	:	:	:	:	:	:	:	:	:	-	:	:		:	:	:	:	: 	:	: 	: _	: :		: : -	:	:	:	:	:	:	:	: 	:	: :	_	: :	:	:	:	: -	: -	: -	: -	: 	: :
	0 54,2										_	:	:	:	:	:	:		4	9	:		2	4	9		_	:	į 4	:	:	:	:				_		4		:			4	:	:	:	1 4	٠				4			:	:	4 v	, α
Hd	<u>, , , , , , , , , , , , , , , , , , , </u>	<u>,</u>	1,	1,	1,	2,	2,	۷,	2,2	, 2 <u>,</u>	` ~	2,4	ĵ.	o° c	ĵ,	rî	4,	4,	4,	4,	4,	5.	, v	, r	, 2	,2,	` `	· ·	•	· ·	, Ç	'n	.,	.,	.,	: ~	`α	ς ω	œ	`&	œ΄	<u>o</u> ,	٥,	0,0	٠,٠	, ;	5,5	2,5	10,	10,	11,	11,	Ξ,	=	#	2,5	1,5	1,5	12,8

Tablas científicas Geigy



INDICADORES

Los indicadores son sustancias que indican la evolución de una reacción química. Existen varios tipos de indicadores:

a) Indicadores ácido - base o de neutralización

Cambian de color dentro de un intervalo pequeño de pH, o intervalo de viraje. Cada indicador tiene su intervalo característico, y por lo general, cambian de color al añadir una base sobre un ácido hasta la neutralización. Son ácidos o bases débiles, que se disocian según:

InH
$$\Leftrightarrow$$
 In⁻ + H⁺ color 1 color 2

Tienen, por tanto, diferente coloración según estén asociados o disociados. En medio ácido estará el equilibrio desplazado hacia la izquierda y tendrá el color I; si vamos añadiendo base, se va desplazando hacia la derecha hasta que adquiere el color 2.

Indicadores con estas características son el naranja de metilo, azul de bromotimol, tornasol, fenolftaleína y el indicador universal, que es una mezcla de indicadores que dan el valor del pH con gran aproximación.

b) Indicadores de oxidación - reducción

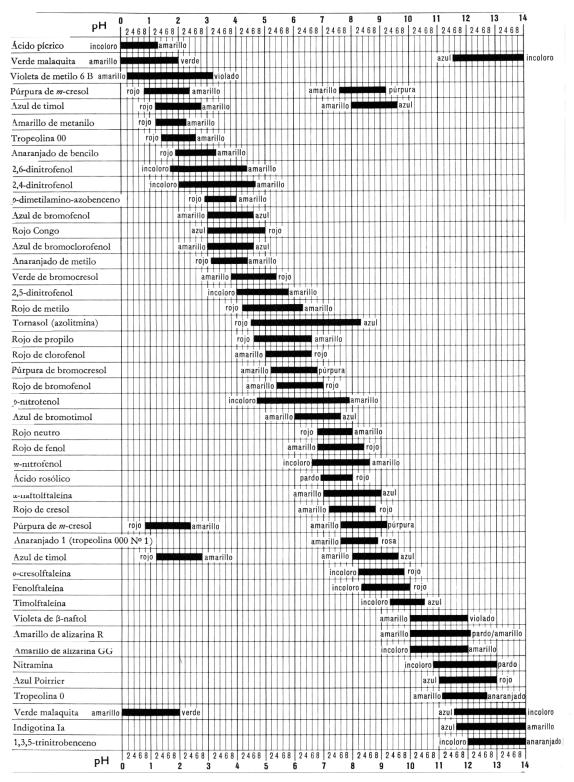
Indican si una reacción de oxidación - reducción ha finalizado o no. Ejemplo: el almidón forma con el I^2 un complejo azul intenso.

Si la reacción transcurre: $l_2 \rightarrow 2l^-$ mientras quede yodo molecular habrá color azul y cuando desaparezca éste, indica que la reacción ha terminado y ya no queda l_2 .

c) Indicadores de precipitación

Indican cuándo una reacción de precipitación ha terminado. Ejemplo: el cromato potásico K_2CrO_4 , en la valoración de Cl^- con nitrato de plata, forma un precipitado de color rojo de cromato de plata, cuando han terminado de precipitar los iones Cl^-

$$Cl^- + Ag^+ \rightarrow AgCl$$
 $CrO_4^- + 2Ag^+ \rightarrow Ag_2CrO_4$
amarillo rojo



Tablas cinetíficas Geigy

Práctica

Probar indicadores ácido-base. Para ello, poner en un tubo de ensayo unos 2 ml de ácido clorhídrico 0,1 N, añadir dos gotas del indicador preparado y añadir gota a gota disolución 0,3 N de NaOH, observando el cambio de color. Anotar los resultados.

Mirar en varios momentos de la neutralización anterior el pH con el indicador universal.

CAPÍTULO S VELOCIDAD DE REACCIÓN



VELOCIDAD DE REACCIÓN

1. Introducción

La velocidad de una reacción se expresa en términos de la desaparición de los reactantes y de la aparición de los productos, en un tiempo dado. Toda reacción química surge del número de choques eficaces entre las partículas (moléculas, iones...) de las sustancias reaccionantes. Este número es proporcional a la cantidad de partículas que se encuentran en la disolución (concentración).

Una medida de la velocidad de reacción es, pues, la relación entre el cambio de la concentración molar de un reaccionante o de un producto y el tiempo de cambio. Sea la reacción:

$$A + B \Leftrightarrow C + D$$

Si la concentración de A decrece desde un valor A_1 hasta A_2 en un tiempo t, la velocidad media de la reacción se puede expresar por:

$$V_{m} = \frac{-\Delta [A]}{\Delta t} = \frac{-([A_{2}] - [A_{1}])}{\Delta t} = \frac{[A_{1}] - [A_{2}]}{\Delta t}$$

o de una manera general:

$$V_{m} = \frac{-\Delta [A]}{\Delta t} = \frac{-\Delta [B]}{\Delta t} = + \frac{\Delta [C]}{\Delta t} = + \frac{\Delta [D]}{\Delta t}$$

Si en la reacción anterior la concentración de la sustancia B es tan alta, respecto a la de A, que podemos considerarla constante durante toda la reacción, esta velocidad dependerá en cada instante de la variación de la concentración molar de A.

De otra parte, un cambio en la temperatura de los reaccionantes se traduce en un incremento de la velocidad de sus partículas, de su energía cinética, de los choques eficaces y, en consecuencia, de la velocidad de reacción. En muchas reacciones, la velocidad se duplica cuando la temperatura aumenta 10°C.

Ciertas sustancias, llamadas catalizadores, cambian la velocidad de reacción. Su sola presencia modifica la energía de activación, traduciéndose en una variación del número de choques eficaces entre las partículas reaccionantes.

2. Objetivos

Comprobar experimentalmente la influencia de la concentración de un reaccionante, de la temperatura y de la presencia de un catalizador, en la velocidad de una reacción química.

3. Fundamento teórico

En la velocidad de una reacción química influyen varios factores; entre ellos, los más importantes son la concentración de los reactivos, la presencia de catalizadores y la temperatura de la reacción.

Aunque todos los factores mencionados pueden afectar a las reacciones químicas simultáneamente, puede plantearse la experiencia de forma que se mantengan constantes todos los factores excepto uno en cada ensayo.

Para observar estos efectos utilizaremos una reacción cuyo final es fácilmente determinable. La reacción que utilizaremos es:

a)
$$IO_3^- + 3 HSO_3^- \rightarrow I^- + 3 SO_4^{2-} + 3 H^+$$

El l⁻ que se va produciendo reaccionará con el IO³ dando l², pero aún así queda HSO₃⁻; este yodo molecular reaccionará otra vez dando l⁻.

b)
$$I_2 + HSO_3^- \rightarrow 2I^- + SO_4^{2-} + 3H^+$$

Tan sólo cuando se haya consumido todo el HSO_3^- (final de la reacción) podrá reaccionar el yoduro con el yodato:

c)
$$10_3^- + 51^- + 6H^+ \rightarrow 31_2 + 3H_2O$$

Todos los ensayos se van a realizar con exceso de ion yodato, para que una vez consumido el ion hidrógeno sulfito presente en la disolución, el yodato sobrante oxide al ion yoduro producido.

La formación de yodo en presencia de almidón se detecta inmediatamente por la presencia de color azul en la disolución, significando además que han terminado las reacciones A y B y se inicia la reacción C.

4. Material y reactivos

- Vasos de precipitado (1 de 600 ml para contener la solución B).
- Vasos de precipitado (2 de 200 ml para la solución A y el agua).
- Vasos de precipitado (1 de 100 y 1 de 50 ml).
- Pipetas de 25 y 10 ml para la solución A.
- Pipeta de 25 ml para la solución B.

- Pipeta de 10 ml para el agua.
- Varillas de vidrio.
- Termómetro de 0 a 100°C (1).
- Mechero completo (trípode y tela metálica, I).
- Cristalizador (1).
- Cuentagotas (1).
- Cronómetro.
- Disolución A (iodato potásico 4,18 g/litro).
- Disolución B (4 g de almidón en 400 ml de agua hirviente. añadir 0,6 g de KHSO₃ y 5 ml de ácido sulfúrico I M y agua hasta 1000 ml).
- Disolución de nitrato de cobre 0,02 M.
- Hielo.

5. Procedimiento experimental

Comprobaremos los efectos de la concentración, de la temperatura y de los catalizadores sobre la velocidad de reacción con las siguientes experiencias:

5.1. Efecto de la concentración

Deberemos realizar cinco experiencias v_1 , v_2 , v_3 , v_4 y v_5 del siguiente modo:

En un vaso de 50 ml, y con ayuda de las correspondientes pipetas, colocaremos la cantidad de la solución A que nos indica el cuadro. En un vaso de 100 ml colocamos las cantidades de B y agua indicadas. Al mismo tiempo que ponemos el cronómetro en marcha, vertemos el contenido del vaso de 50 ml en el vaso de 100 ml, agitamos suavemente y observamos el vaso hasta la aparición de color azul, instante en que paramos el cronómetro y anotamos el tiempo transcurrido. Repetimos el proceso para las cinco experiencias.

En el cuadro I, anotar los valores de los tiempos de reacción hallados en el estudio del efecto de la concentración de las sustancias reaccionantes.

Cuadro I

	Volúm	nenes de las disolucion	es c.c.	Tiempos de
vaso	А	В	Agua	Tiempos de reacción (s)
v _I	25	25	_	
v ₂	20	25	5	
v ₃	15	25	10	
v ₄	20	25	15	

Temperatura del laboratorio: °C

5.2. Efecto de la temperatura

Se apreciará mezclando las sustancias reaccionantes a temperatura ambiente y a temperaturas inferiores y superiores.

Verter en un vaso de precipitado 15 ml de la solución A y 10 ml de agua y en otro, 25 ml de la solución B. Calentar este último hasta que la disolución esté próxima a hervir. Posteriormente mezclar las dos disoluciones y medir la temperatura y anotar, como en las experiencias anteriores el tiempo que tarda en aparecer el color azul. (v_4) .

Con idénticos volúmenes de reacciones repetir el ensayo a temperatura del laboratorio (v_7) . Por último, colocar dos vasos de precipitado, con los mismos volúmenes en un cristalizador con hielo picado. Esperar 15 minutos, mezclar y anotar la temperatura y el tiempo que tarda en colorearse de azul (v_8) .

A continuación, anotar en el siguiente cuadro el efecto de la temperatura en el tiempo de reacción:

Cuadro II

Vaso	Temperatura °C	Tiempo de reacción (s)
v ₆		
v ₇		
v ₈		

5.3. Efecto de los catalizadores

La influencia de los catalizadores en la velocidad de reacción se manifiesta agregando a la mezcla de las disoluciones de yodato y de sulfito ácido pequeñas cantidades de ion cúprico.

Repetir el ensayo del apartado anterior, cuando las disoluciones se mezclan a temperatura ambiente, sin añadir y añadiendo 2, 4 y 6 gotas de disolución de nitrato de cobre (II) 0,02 M, para anotar en cada caso el tiempo de la reacción (vasos v_9 hasta v_{12} respectivamente).

Análogamente, incluir en el siguiente cuadro los datos obtenidos para los tiempos de reacción, al intervenir cantidades variables de un catalizador.

Cuadro III

Vaso	Disol. Cu gotas	Tiempo de reacción (s)
v ₉		
v 10		
v _{II}		

6. Observaciones y datos obtenidos

Hacer una exposición de los cambios más importantes encontrados en los siguientes casos, referentes a la velocidad de la reacción estudiada.

- 1. Por cambios de la concentración de las sustancias reaccionantes.
- 2. Por variación de la temperatura de reacción.
- 3. Por la presencia de un catalizador.

7. Cálculos y resultados

Calcular las concentraciones de cantidad de sustancia del ion yodato, después de mezcladas las disoluciones, incluyendo los resultados en el cuadro IV. Asimismo, indicar a continuación un esquema de los cálculos realizados.

Esquema del cálculo:

Cuadro IV

Vaso	Conc. IO ₃ -mol/litro	Inverso tiempo de reacción (s)
v ₁ v ₂ v ₃ v ₄		

8. Tratamiento de los resultados

Trazar en papel milimetrado las cuatro gráficas que se indican a continuación, haciendo uso de los datos de los cuadros que anteceden.

Gráfica	Abscisas	Ordenadas
I.G.	Concentración de IO ₃	Tiempos de reacción
2.G.	Concentración de IO ₃	Inversos de tiempos de r.
3.G.	Temperaturas	Tiempos de reacción
4.G.	Gotas de catalizador	Tiempos de reacción

a) Efecto de la concentración

En papel milimetrado representar las dos gráficas I.G y 2.G, con un eje de abscisas común para ambas; a la izquierda, trazar el eje de ordenadas de la gráfica I.G y, a la derecha, el correspondiente a la otra gráfica.

b) Efecto de la temperatura y de los catalizadores

A continuación, representar las dos gráficas 3.G y 4.G, con un mismo eje de ordenadas; en la parte baja, trazar el eje de abscisas de la gráfica 3.G y, en la parte superior, el correspondiente eje de la gráfica 4.G.

9. Preguntas

- I. ¿Qué conclusiones de carácter general pueden deducirse de la influencia en la velocidad de reacción correspondiente a los siguientes casos?
 - a) Un aumento de la concentración de uno de los reaccionantes:
 - b) Un descenso de la temperatura de reacción:
 - c) La presencia de un catalizador:
- 2. Para el objetivo propuesto, ¿es necesario conocer la concentración del sulfito ácido? Razonar la respuesta.
- 3. De la gráfica 3.G, leer los tiempos de reacción a 30° y 40°C. ¿Cuál es la relación entre ambas lecturas? Interpretar el resultado.
 - 4. En la presente práctica, ¿cómo se determinaría el tiempo de reacción a 60°C?
- 5. ¿Qué influencia ejerce la presencia del ion cúprico en los presentes ensayos? ¿Aumenta o disminuye la velocidad de reacción?
 - 6. ¿Puede un catalizador disminuir la velocidad de reacción?

CAPÍTULO 4 CORROSIÓN DE METALES



CORROSIÓN DE UN CLAVO DE HIERRO

I. Introducción

La corrosión puede definirse como el deterioro de un material a consecuencia de un ataque químico en su entorno. La mayor parte de la corrosión de los metales se produce por ataque electroquímico, ya que los metales tienen electrones libres capaces de establecer pilas electroquímicas entre los microcristales de una aleación metálica o entre metales distintos.

Por otra parte, los metales pueden reaccionar con el oxígeno, produciéndose una capa de óxido en la superficie. Nos interesa conocer la descripción cualitativa de la reacción y poner en evidencia la transferencia de electrones en los procesos de oxidación.

2. Objetivos

Esta práctica trata de visualizar el proceso de corrosión de un clavo de hierro. También se observará el efecto de varios tratamientos sobre la corrosión del clavo.

3. Fundamento teórico

Técnicamente es interesante distinguir entre oxidación directa y corrosión electroquímica. Esta última se origina, como se ha comentado anteriormente, por formación de pilas electroquímicas.

En los procesos generales de oxidación, el metal pasa del estado elemental a formar iones positivos (cationes metálicos) por pérdida de electrones, a través de una reacción de oxidación:

Metal
$$\rightarrow$$
 Mn⁺⁺ + n e⁻

Al mismo tiempo tiene lugar la reducción del oxígeno molecular:

$$1/2 O_{2} + 2 e^{-} \rightarrow O^{2}$$

Estas reacciones redox originan la formación de una capa de óxido metálico que recubre el propio metal y que, en algunos casos, puede actuar de protección, dependiendo de las características físicas de la capa de óxido formada. En las primeras etapas de la oxidación, la capa de óxido es discontinua y comienza por la extensión lateral de núcleos discretos de óxido. Después de la interconexión de los núcleos se produce el transporte de masa de los iones en dirección perpendicular a la superficie.

Existe también un fenómeno de corrosión bajo esfuerzo. La rotura por corrosión bajo esfuerzo de los metales tiene su origen en la combinación de efectos de tensiones intensas y corrosión específica que actúa en el entorno del metal. La rotura suele comenzar en una fisura u otra discontinuidad de la superficie metálica. En la punta de la grieta la corrosión electroquímica causará una disolución anódica, con lo que el metal se va disolviendo y la grieta avanza en un plano perpendicular al de las tensiones o el esfuerzo aplicado. Si se frena el esfuerzo o la corrosión, la grieta frena su avance.

El proceso de corrosión puede prevenirse de múltiples formas. Una de ellas es la técnica del recubrimiento metálico. Estos recubrimientos se aplican de modos diversos y sirven como películas protectoras o como materiales que se corroen en lugar de los metales a los que cubren. En el caso del acero galvanizado (acero recubierto de cinc), el cinc posee una mayor tendencia a la oxidación y, por lo tanto, constituye el ánodo de la reacción. El acero actuará como cátodo y no sufrirá oxidación alguna. Sin embargo, otros metales como el cobre no pueden proteger al hierro por ser menos oxidables (con menor capacidad anódica) que éste último. De lo que estamos realmente hablando es de la escala de potenciales de reducción.

En esta práctica vamos a estudiar las reacciones de oxidorreducción que tienen lugar en varios clavos en los que se provocan fenómenos de corrosión. Comprobaremos que en los clavos de hierro existen zonas con diferente potencial anódico, esto es, con distinta capacidad para la oxidación. En las zonas sometidas a mayor tensión (cabeza y punta del clavo) el metal es más anódico y por tanto más fácilmente oxidable. El hierro metálico se oxida a hierro 2.

$$2Fe (s) \rightarrow 2Fe^{2+} (ag) + 4e^{-}$$

El ion ferroso reacciona con el ferricianuro potásico para producir un precipitado azul, el azul de Turnbull.

$$H_2O + K^+ + Fe^{2+}(aq) + Fe(CN)_{6}^{3-}(aq) \rightarrow KFe [Fe(CN)_{6}]^* H_2O$$

Los electrones cedidos por los dos extremos del clavo atraviesan su parte central y ahí reducirán al oxígeno disuelto en una disolución de gel, para transformarlo en iones hidroxilo. El incremento de la concentración de iones OH- ocasiona un cambio de color del indicador fenolftaleína, que virará de incoloro a rosa.

$$O_2 + 2 H_2 O + 4 e^- \rightarrow 4 OH^-$$

4. Material y reactivos

- Vaso de precipitado de 250 ml.
- Placa de Petri.
- Clavos de hierro y de acero galvanizado.
- Clavos cobreados y cromados.
- Papel de aluminio.

- Gelatina o agar-agar en polvo.
- Ferricianuro potásico K₃ [Fe (CN)₆] 0,5 M.
- Disolución de fenolftaleína.

5. Procedimiento experimental

Preparar una disolución de agar-agar o gelatina en agua caliente. Se vierte una cantidad (6 g) en 150 ml de agua en un vaso de precipitados y se pone a calentar en una placa calefactora, con agitación constante. Cuando la gelatina está completamente disuelta, dejar enfriar un poco la disolución. Cuando esté templada, añadir con un cuentagotas unas 10 o 12 gotas de la solución de ferricianuro potásico 0,5 M y unas 10 o menos gotas de fenolftaleína, siempre con agitación.

Preparar dos placas de Petri, cada una de ellas con tres clavos. En la primera colocar un clavo normal otro clavo doblado por su parte central y un tercer clavo galvanizado. En la segunda placa de Petri, colocar un clavo recubierto en parte de papel de aluminio, un clavo cobreado y un último clavo cromado.

Verter en ambas placas la disolución de agar o gelatina (con el ferricianuro y la fenolftaleína) sobre los clavos, de manera que éstos queden completamente cubiertos por el agar y/o gelatina.

Al cabo de unos minutos se puede observar cierta coloración tenue en la cabeza y en la punta de los clavos. Sin embargo, para apreciar mejor el efecto de la corrosión habrá que dejar las placas durante toda la noche en los cajones de las mesas de prácticas. Observar la coloración al día siguiente y anotar las diferencias que aparecen en los distintos clavos.

Nota. Es importante no mover la placa de Petri una vez colocados los clavos.

6. Cuestiones

- I. Consultar la tabla de potenciales de reducción estándar para el hierro y el aluminio y responder a las siguientes preguntas:
- a) ¿Qué metal (Al o Fe) tiene mayor capacidad para oxidarse? ¿Cuál de los dos es más oxidante? Si estos dos metales se ponen juntos en una disolución acuosa que contenga iones de ambos, ¿qué metal resultará reducido y cuál oxidado?
- b) De acuerdo con la respuesta del apartado a, ¿por qué los materiales de aluminio sufren una corrosión mucho más lenta que los de hierro?, ¿sería el aluminio un buen protector para evitar la corrosión del hierro?
- 2. Consultar la tabla de potenciales estándar de reducción y localizar otros metales que sean más fácilmente oxidables que el hierro y que, por tanto, puedan protegerlo de la corrosión.
- 3. Algunas veces se ponen varillas de magnesio metálico en los calentadores de agua, ¿cuál es la razón?

CAPÍTULO 5 POLÍMEROS



SÍNTESIS DEL NYLON 6,10

1. Introducción

Las poliamidas se utilizan principalmente en forma de fibras, si bien dentro del sector de los materiales plásticos han alcanzado cierta importancia, principalmente para aplicaciones de ingeniería.

Las poliamidas formadas por fibras y sus derivados más inmediatos se conocen con el nombre de nylons.

En la actualidad el nylon 6,6 y el nylon 6 constituyen la casi totalidad del nylon producido para la obtención de fibras con destino a la industria textil; sin embargo, existen otros muchos nylons de gran importancia, como son: nylon 11, nylon 12, nylon 6,10, nylon 6,12 y otros.

En cuanto a su nomenclatura, cuando la poliamida se expresa con un solo número, el nylon procede bien de una lactama o bien de un w-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 un 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.

Como material, el nylon posee las siguientes propiedades: se combina con muchos colorantes, posee alta resistencia tensil, gran dureza, gran tenacidad y resistencia a mohos, enzimas y polilla.

Entre sus aplicaciones, aparte de la industria textil, cabría destacar su empleo en la obtención de objetos tales como cepillos, alfombras, engranajes, rodamientos, ruedas de bicicletas...

2. Objetivos

Polimerización del nylon 6,10 en la interfase de dos líquidos inmiscibles.

3. Síntesis teórica

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:

$$H_2N-(CH_2)_6-NH_2 + CI-CO-(CH_2)_8-CO-CI \rightarrow HCI + -[-CO-(CH_2)_8-CO-NH-(CH_2)_6-NH-]_{-n}$$

Esta reacción no requiere de la existencia de indicadores, sino que se da por simple mezcla de reactivos. Se trata, pues, de una reacción por 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 ion cloruro y posteriormente uno de los protones del grupo amina entrante, desprendiéndose así el clorhídrico y formándose el grupo amida característico de las poliamidas.

4. Reactivos y material

- 2 pipetas de 10 ml.
- I pipeta de I ml.
- Vaso de precipitados de 50 ml.
- Vaso de precipitados de 250 ml.
- Cuentagotas.
- Pera japonesa.
- Varilla de vidrio.
- Alambre.
- Papel secante.
- Solución de I,6-hexano diamina en agua (5% de riqueza en peso y densidad Ig/cc).
- 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/cc).

5. Procedimiento experimental

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.

Se observará 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 fregadero. Emplear el contenedor de residuos orgánicos

6. Cuestiones

- 1. ¿Qué peso de polímero se ha obtenido? ¿Cuál es el rendimiento de la polimerización realizada?
- 2. ¿De qué tipo de polimerización se trata? Justificarlo.
- 3. Indicar dos formas diferentes de obtener el nylon 6,12. Escribir las reacciones y señalar los nombres y las fórmulas de los reactivos de partida.
 - 4. Indicar cómo se obtendría el nylon 7.
 - 5. El polímero obtenido, ¿es un homopolímero o un copolímero?, ¿por qué?
 - 6. ¿Cuál es la función del hidróxido sódico?

Nota: En esta práctica deben emplearse dos pipetas de 10 ml, una para la anilina y otra para el cloruro de sebacoilo. Esta última debe lavarse con acetona una vez finalizada la práctica. El polímero de nylon deberá secarse sobre papel de filtro previamente plegado en varios dobles para evitar ensuciar la mesa de prácticas.

CAPÍTULO 6 ELECTRÓLISIS DEL AGUA



ELECTRÓLISIS DEL AGUA

1. Objetivo

Observar la electrólisis del agua por variaciones de color, debido a las transformaciones químicas que actúan directamente sobre los indicadores. Esta práctica puede realizarse con un proyector de opacos para todo el grupo de alumnos/as.

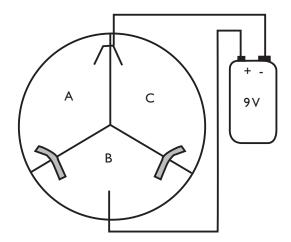
2. Material y reactivos

- Placa de Petri separada en tres zonas o tres placas de Petri pequeñas.
- Una pila de 9 voltios.
- Cuentagotas.
- Hilo de platino o de cobre.
- Lana o hilo recio.
- Cello o cinta aislante.
- Proyector de opacos.
- Disolución de nitrato potásico I M (200 ml).
- Disolución de hidróxido sódico 0,1 M (gotas).

- Fenolftaleína y timolftaleína como indicadores.
- Vinagre comercial (gotas).

3. Procedimiento experimental

En las áreas A, B y C, como explica el diagrama, o en tres pequeñas placas de Petri en el mismo orden, llenar cada compartimento con disolución I M de KNO₃. Los puentes salinos que conectan B con A y C están hechos con lana impregnada en la misma solución de nitrato potásico.



Añadir una gota de fenolftaleína a las zonas A y B y de timolftaleína al área C. Si A y C no son incoloras, añadir una gota de vinagre; si la solución de la zona B no está roja, añadir una gota de disolución de hidróxido sódico. Los colores de los tres compartimentos estarán blanco (transparente) rojo y blanco (transparente).

Conectar la pila de forma que el electrodo terminal positivo llegue (hilo de platino o de cobre) a estar en contacto con el compartimento B y el electrodo negativo termine en un hilo de platino o de cobre (no niquel-crómico, puesto que produce interferencias) que comunica las zonas A y C.

Inmediatamente se observa la actividad electrolítica. La reacción en el ánodo es:

$$2 H_2O(1) \rightarrow O_2(g) + 4 H^+(aq) + 4 e^-$$

Se produce ion hidrógeno, que acidifica el medio, por lo que la zona B vira a transparente. En el cátodo se da la siguiente reacción:

$$2 H_2O(1) + 4 e^- \rightarrow 2 H_2(g) + 4 OH(aq)$$

Se obtiene ion hidroxilo y la fenolftaleína de la disolución en el compartimento A vira a rojo, mientras que la timolftaleína pone azul la zona C.

Al cabo aproximadamente de 2 minutos, los colores de las zonas varían a rojo (A), transparente (B) y azul (C). Puede ser necesario un ligero agitamiento para unificar el color.

Si se cambian los electrodos, al cabo de 2 minutos retornan los colores originales a cada zona.

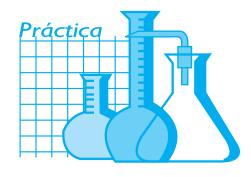
4. Cuestiones

- 1. ¿Cuál es la finalidad de los puentes de lana impregnados en nitrato potásico?
- 2. Explicar la razón de los cambios de color.
- 3. ¿Por qué se restauran los colores originales cuando se cambian los polos de la pila?

Nota: Se puede, durante la práctica, añadir pequeñas cantidades de ácidos y bases a cada compartimento, por lo que la experiencia se puede alargar lo que el profesor considere oportuno.

CAPÍTULO 7

FORMACIÓN DE DIFERENTES CRISTALES METÁLICOS



CRISTALIZACIÓN DE ALGUNOS METALES

1. Introducción

Los metales poseen distinta capacidad para reducirse u oxidarse y, por lo tanto, presentan distinto poder oxidante o reductor. Cuando un metal tiende a oxidarse, entonces es capaz de perder electrones con gran facilidad. Estos electrones servirán para reducir a otra sustancia: por lo tanto, un metal con tendencia a oxidarse actúa como reductor. Por el contrario, un metal que presente mayor facilidad para captar electrones se reducirá "arrancando" electrones de otra sustancia. Este metal actuará así como un oxidante.

La naturaleza diferentemente oxidante o reductora de los metales es la causa de que, puestos en contacto, desarrollen entre ellos reacciones redox por la transferencia de electrones desde el metal más reductor hasta el más oxidante. Los metales que se oxiden perderán electrones y se transformarán en iones solubles, mientras que los metales que se reducen, si están previamente en forma iónica, pasarán a su estado atómico fundamental y precipitarán en forma sólida. Este fenómeno se conoce como cristalización de los metales.

2. Objetivos

Se trata de observar de forma cualitativa el proceso de cristalización de algunos metales en presencia de otros metales diferentes, en virtud de reacciones de oxidorreducción.

3. Fundamento teórico

En esta práctica no se trata de estudiar a fondo el fenómeno de la solidificación o de la cristalización metálica, sino de relacionar este hecho con las propiedades químicas redox que presentan diferentes grupos de metales. Estos, al igual que otras muchas sustancias, presentan diferente capacidad reductora u oxidante. La forma de cuantificar esta propiedad es utilizando como parámetro el potencial estándar de reducción (Eo) para cada metal. El potencial estándar de reducción es una medida de la facilidad con que los iones metálicos pueden captar electrones, es decir, la facilidad con que pueden reducirse. Este parámetro se cuantifica respecto a un valor tomado como valor cero (el de la reacción $2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$) y se mide siempre a temperatura de 25° C y para una concentración I M de los iones metálicos (condiciones estándar).

Cuanto más positivo sea el valor de Eo para una semirreacción, mayor será la tendencia a que dicha semirreacción ocurra en la dirección hacia la derecha; por tanto, mayor será la tendencia del ion a reducirse y a comportarse como un oxidante.

En la tabla que presentamos se pueden ver los valores de los potenciales estándar de reducción para algunos elementos, metálicos y no metálicos.

Potenciales estándar en disolución acuosa a 25°C

Agente oxidante	Agente reductor	$E^0_{red}(V)$		
Li + (ac) + e -	→Li(s)	- 3,05		
$K^+(ac) + e^-$	$\rightarrow K(s)$	-2,93		
$Ba^{2+}(ac) + 2e^{-}$	\rightarrow Ba(s)	- 2,90		
$Ca^{2+}(ac) + 2e^{-}$	\rightarrow Ca(s) \rightarrow Na(s)	-2,87		
$Na^{+}(ac) + e^{-}$ $Mg^{2}^{+}(ac) + 2e^{-}$	$\rightarrow Mg(s)$	- 2,71 - 2,37		
$Al^{3+}(ac) + 3e^{-}$	$\rightarrow Al(s)$	-1,66		
$Mn^{2+}(ac) + 2e^{-}$	\rightarrow Mn(s)	-1,18		
$Zn^{2+}(ac) + 2e^{-}$	\rightarrow Zn(s)	-0.76		
$Cr^{3+}(ac) + 3e^{-}$	\rightarrow Cr(s)	-0,74		
$Fe^{2} + (ac) + 2e^{-}$	\rightarrow Fe(s)	-0,44		
$Cr^{3+}(ac) + e^{-}$ $Cd^{2+}(ac) + 2e^{-}$		-0,41 -0,40		
$PbSO_4(s) + 2e^{-s}$	$\rightarrow Pb(s) + SO_4^{2-}(ac)$	-0,40 -0,36		
$T1^+(ac)+e^-$	$\rightarrow Tl(s)$	-0,34		
$Co^{2+}(ac) + 2e^{-}$	$\rightarrow Co(s)$	-0.28		
$Ni^{2+}(ac) + 2e^{-}$	$\rightarrow Ni(s)$	-0,25		
$AgI(s) + e^{-}$	$\rightarrow Ag(s) + I^{-}(ac)$	-0,15		
$\operatorname{Sn}^{2+}(ac) + 2e^{-}$	\rightarrow Sn(s)	-0,14		
$Pb^{2+}(ac) + 2 e^{-}$ 2 H ⁺ (ac) + 2 e ⁻	$\rightarrow Pb(s)$	-0,13		
$AgBr(s) + e^{-}$		0,00 0,07		
$S(s) + 2 H^{+}(ac) + 2 e^{-}$	$\rightarrow H_2S(ac)$	0,14		
$\operatorname{Sn}^{4+}(ac) + 2e^{-}$	\rightarrow Sn ²⁺ (ac)	0.15		
$Cu^{2+}(ac)+e^{-}$	$\rightarrow Cu^+(ac)$	0,15		
$SO_4^{2-}(ac) + 4 H^+(ac) + 2 e^-$	\rightarrow SO ₂ (g)+2 H ₂ O	0,20		
$Cu^{2+}(ac) + 2e^{-}$	$\rightarrow Cu(s)$	0,34		
$Cu^{+}(ac) + e^{-}$	→Cu(s)	0,52		
$I_2(s) + 2 e^-$ Fe ³⁺ (ac)+e ⁻	$ \rightarrow 2 I^{-}(ac) \rightarrow Fe^{2+}(ac) $	0,53		
$Hg_2^2 + (ac) + 2e^-$	\rightarrow 2 Hg(l)	0,77 0,79		
$Ag^+(ac)+e^-$	$\rightarrow Ag(s)$	0,80		
$2 \text{ Hg}^{2+}(ac) + 2 e^{-}$	$\rightarrow Hg_2^{2+}(ac)$	0,92		
$NO_3^-(ac) + 4 H^+(ac) + 3 e^-$	\rightarrow NO(g)+2 H ₂ O	0,96		
$AuCl_4^-(ac) + 3e^-$	\rightarrow Au(s)+4 Cl ⁻ (ac)	1,00		
$Br_2(l) + 2e^-$	→2 Br ⁻ (ac)	1,07		
$O_2(g)+4 H^+(ac)+4 e^-$ $MnO_2(s)+4 H^+(ac)+2 e^-$	$\rightarrow 2 H_2O$ $\rightarrow Mn^{2+}(ac) + 2 H_2O$	1,23		
$Cr_2O_7^{2-}(ac) + 14 H^+(ac) + 6 e^-$	$\rightarrow Min^{-1}(ac) + 2 H2O$ $\rightarrow 2 Cr3+(ac) + 7 H2O$	1,23 1,33		
$Cl_2(g) + 2e^{-}$	→2 Cl ⁻ (ac)	1,36		
$ClO_3^-(ac) + 6 H^+(ac) + 5 e^-$	$\rightarrow \frac{1}{2}$ Cl ₂ (g) + 3 H ₂ O	1,47		
$Au^{3+}(ac) + 3e^{-}$	$\rightarrow Au(s)$	1,50		
$MnO_4^-(ac) + 8 H^+(ac) + 5 e^-$	\rightarrow Mn ²⁺ (ac)+4 H ₂ O	1,52		
$PbO_2(s) + SO_4^2(ac) + 4 H^+(ac) + 2 e^-$	→PbSO ₄ (s)+2 H ₂ O	1,68		
$H_2O_2(ac) + 2 H^+(ac) + 2 e^-$ $Co^{3+}(ac) + e^-$	\rightarrow 2 H ₂ O \rightarrow Co ²⁺ (ac)	1,77		
$F_2(g) + 2e^-$	\rightarrow 2 F ⁻ (ac)	1,82 2,87		
Disolución básica				
$Fe(OH)_2(s) + 2 e^{-s}$	\rightarrow Fe(s) + 2 OH ⁻ (ac)	-0,88		
2 H ₂ O+2 e ⁻	\rightarrow H ₂ (g) + 2 OH (ac)	-0,83		
$Fe(OH)_3(s) + e^-$	\rightarrow Fe(OH) ₂ (s) + OH ⁻ (ac)	-0,56		
$S(s) + 2e^{-}$	$\rightarrow S^{2}(ac)$	-0,43		
$Cu(OH)_2(s) + 2e^{-s}$	\rightarrow Cu(s) + 2 OH ⁻ (ac)	-0.22		
$CrO_4^{2-}(ac) + 4 H_2O + 3 e^{-}$	\rightarrow Cr(OH) ₃ (s) + 5 OH ⁻ (ac)	-0.12		
$NO_3^-(ac) + 2H_2O + 2e^-$	$\rightarrow NO_2^-(ac) + 2 OH^-(ac)$	0,01		
$ClO_4^-(ac) + H_2O + 2 e^-$ $O_2(g) + 2 H_2P + 4 e^-$	$\rightarrow ClO_3^-(ac) + 2 OH^-(ac)$ $\rightarrow 4 OH^-(ac)$	0,36		
$C_1(g) + 2 H_2 F + 4 e$ $ClO_3^-(ac) + 3 H_2 O + 6 e^-$	\rightarrow Cl ⁻ (ac)+6 OH ⁻ (ac)	0,40 0,62		
$ClO^{-}(ac) + H_2O + 2e^{-}$	\rightarrow Cl ⁻ (ac)+2 OH ⁻ (ac)	0,82		
	- (0,07		

Por el contrario, cuanto más negativo sea el valor, mayor será la tendencia de la semirreacción a producirse en sentido contrario al representado (mayor tendencia a desplazarse hacia la izquierda). Por tanto, el ion tenderá más fuertemente a oxidarse, esto es, a comportarse como un reductor.

En esta práctica se trata de aprovechar la diferencia en la capacidad oxidante y reductora de algunos metales para formar cristales de los metales que tengan más tendencia a reducirse (los más oxidantes). Si por ejemplo colocamos un pedazo de alambre de cobre en una solución de nitrato de plata (AgNO₃), tendremos en el medio átomos de cobre e iones de plata (Ag⁺), además de iones NO₃⁻ que no presentan mayor interés. De acuerdo con los datos de la tabla, los iones de plata tienen un potencial de reducción estándar más positivo que los iones de cobre (Cu²⁺) y por tanto muestran una mayor tendencia a reducirse que los iones de cobre. La reacción redox sería:

$$2Ag^{+}(aq) + Cu(s) \rightarrow Ag(s) + Cu^{2+}(aq)$$

Se formaría entonces un depósito de plata cristalizada en el medio acuoso. Por la misma razón, y en función de los valores de potenciales estándar de reducción observados en la tabla,

$$Cu^{2+}$$
 (aq) + Fe (s) \rightarrow Cu (s) + Fe²⁺ (aq)
Pb²⁺ (aq) + Zn (s) \rightarrow Pb (s) + Zn²⁺ (aq)

Estas reacciones darán lugar a la formación de depósitos cristalinos de estaño y plomo respectivamente.

4. Material y reactivos

- Vasos de precipitado (2 de 50 ml.
- Matraces aforados (2 de 100 ml).
- Kitasato.
- Pipetas de diferentes capacidades.
- Alambre de cobre.
- Clavos o limaduras de hierro.
- Zinc en láminas o en granalla.
- Solución de nitrato de plata (AgNO₃) al 2%.
- Sulfato cúprico solución al 5% (CuSO₄).
- Nitrato de plomo (II) solución al 5% Pb(NO₃)₂.

5. Procedimiento experimental

Precipitación de cristales de plata: llenar un tubo de ensayo previamente pesado con 10 ml de la solución de nitrato de plata y a continuación introducir en ella un pedazo de alambre de cobre que anteriormente se habrá pesado, preferentemente en balanza analítica. Al cabo de unos minutos se observarán de forma vistosa los cristales; se decanta entonces el líquido y el tubo con el alambre de cobre y la plata depositada se introduce en una estufa para ser pesados al día siguiente...

Precipitación de cristales de cobre: poner un clavo o unas limaduras de hierro en un vaso de precipitado de 50 ml previamente llenado con 30 ml de una disolución de sulfato de cobre (II) y observar la formación de cristales. Decantar, llevar a la estufa y pesar al día siguiente.

Precipitación de **cristales de plomo**: colocar una lámina de zinc, o bien zinc en granalla, en un vaso de precipitado que contiene 30 ml de la solución de nitrato de plomo y observar el crecimiento arborescente de los cristales de plomo que se depositan sobre el zinc.

6. Cuestiones

- I. Anotar las operaciones necesarias para calcular el rendimiento de la cristalización de la plata.
- 2. A la vista de la tabla de potenciales normales, proponer otros dos experimentos de cristalización.
- 3. ¿De qué manera se podrían redisolver los cristales precipitados de los metales? ¿Qué diferencia se observa entre este fenómeno y el de electrodeposición?, ¿guarda alguna relación con la corrosión?

CAPÍTULO S REACCIONES DE ALDEHÍDOS Y CETONAS



DETERMINACIÓN Y CARACTERÍSTICAS DE ALGUNOS HIDRATOS DE CARBONO

1. Introducción

Una de las características fundamentales de los aldehídos y de las cetonas es la existencia en su estructura (fórmula) del grupo funcional carbonilo. Cuando el carbonilo está asociado a un carbono primario forma los aldehídos, y cuando está en un carbono secundario da lugar a las cetonas. Aldosas y cetosas es una clasificación generalizada en la que se dividen los monosacáridos (azúcares).

Aunque el grupo funcional es el mismo, en disolución los aldehídos y las cetonas de 6 o más carbonos forman estructuras cíclicas del tipo furanosa (5 vértices) o piranosa (6 vértices). La estructura lineal de estas moléculas se caracteriza por que el carbono del grupo carbonilo es simétrico (2 valencias ocupadas por el oxígeno), pero cuando se forman los ciclos (estructuras de Fischer y de Haworth) el carbono que forma parte del grupo carbonilo se hace asimétrico, aumentando en número de isómeros ópticos. Son reductores cuando está en forma abierta con el grupo carbonilo libre.

2. Objetivos

Observar de forma cualitativa la existencia de los grupos aldehídos y cetonas. La demostración colorimétrica se basa en la variación de color de diferentes sustancias químicas por el poder reductor del grupo carbonilo.

Este mismo poder reductor da lugar a la formación de precipitados de plata formando un espejo sobre el tubo donde se realiza la reacción.

3. Fundamento teórico

Para que un azúcar sea reductor debe tener el grupo carbonilo libre, por lo que el carácter reductor está presente en los monosacáridos. En el caso de los disacáridos, poseen carácter reductor aquellas moléculas cuyo OH del carbono anomérico de la segunda molécula no interviene en la reacción acetal, como es el caso de la maltosa, mientras que la sacarosa (enlace 1,2) pierde esta función por desaparecer el OH del carbono anomérico de la fructosa. Tras la hidrólisis, quedan libres los dos OH que han intervenido en la reacción, dando lugar a la aparición nuevamente del carácter reductor.

4. Material y reactivos

- Pipetas de 10 ml (4).
- Tubos de ensayo (2).
- Tubos de ensayo largos (5).
- Vasos de precipitados (3).
- Matraces aforados de 100 ml.
- Mechero Bunsen.
- Reactivo Fehling I.
 Sulfato de Cobre 7 g.
 Agua hasta 100 ml.
- Reactivo Fehling II.

Tartrato sódico-potásico 55 g. Hidróxido sódico en lentejas 10 g. Agua hasta 100 ml.

- Nitrato de plata 0,05 M.
- Amoniaco.
- Ácido clohídrico 6 M.
- Glucosa.
- Fructosa.
- Maltosa.
- Sacarosa.

4. Procedimiento experimental

Colorimetría cualitativa del poder reductor

Colocar en un tubo de ensayo 6 ml de disolución de azúcar. En otro tubo, se echan 3 ml de reactivo Fehling I y otros 3 ml de Fehling II. Se calientan hasta que salgan los primeros vapores. (Cuidado con la ebullición).

Una vez caliente, se vierte sobre él el tubo con 6 ml de la sustancia a estudiar y se observa si varía de color. Si permanece azul, quiere decir que no tiene grupos reductores, mientras que la presencia de estos grupos dará lugar a la aparición del color rojo-amarillento-teja (más fuerte cuanto mayor sea la concentración de sustancias reductoras).

El azúcar reductor reduce el ion Cu²⁺ (color azul) a óxido cuproso Cu₂O de color teja.

Formación del espejo de plata

Cuando se calienta nitrato de plata en medio amoniacal, y en presencia del grupo carbonilo (aldehído), el ion plata se reduce a plata metálica, que se deposita en las paredes del tubo de cristal.

En un tubo de ensayo se depositan 3 ml de la disolución de nitrato de plata 0,05 M, se añade amoniaco en una proporción 1:1 gota a gota hasta la total redisolución del precipitado que se forma, por formación del complejo plata amoniacal

$$Ag^+ + 2NH_3 \rightarrow Ag(NH_3)_2^+$$

Se calienta en mechero a 100°C y se le añade la sustancia a analizar y se calienta de nuevo. La reacción es positiva cuando se forma el espejo de plata en las paredes del tubo.

El proceso que tiene lugar es:

$$2 Ag(NH_3)_2^+ + 2 OH^- + R - CHO \rightarrow 2 Ag_0 + H_2O + 3 NH_3 + R - COO - NH_4^+$$

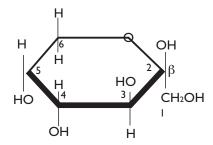
Comportamiento de la sacarosa

Realizaremos las pruebas específicas para estudiar el carácter reductor para el disacárido. Posteriormente otra muestra de sacarosa se hidroliza con HCl (I ml) y se repite la prueba de Fehling. La actuación del HCl sobre la sacarosa da lugar a la hidrólisis del enlace glicosídico, dejando libres los OH de los carbonos anoméricos.

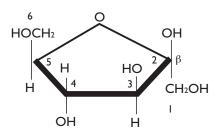
La reacción de Fehling sobre la sacarosa es negativa (color azul); después de la hidrólisis con HCl, la reacción es positiva (color marrón, rojo, teja) puesto que los componentes del disacárido, glucosa y fructosa poseen carácter reductor.

5. Cuestiones

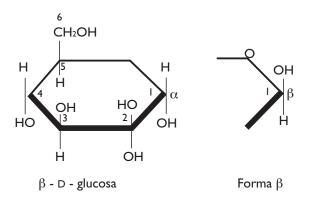
- 1. ¿Por qué cambia de color el sulfato de cobre en presencia de Aldehídos? Razona la respuesta.
- 2. ¿Por qué precipita la plata cuando añadimos un monosacárido a una disolución de nitrato de plata en medio amoniacal?

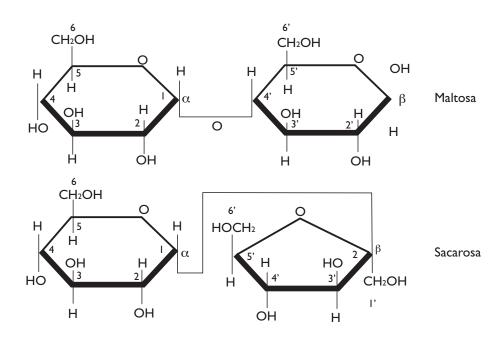


 β - D - fructopiranosa



 β - D - fructofuranosa





CAPÍTULO 9 EMISIÓN ATÓMICA EN LLAMA



ESTUDIO COLORIMÉTRICO CUALITATIVO DE DISTINTOS METALES POR EMISIÓN ATÓMICA

1. Introducción

Un átomo es capaz de absorber diferentes tipos de energía, calorífica y luminosa especialmente, que le conducen a una serie de estados excitados. Estos estados poseen unas energías determinadas y características de cada sustancia. Existe una tendencia a recuperar con rapidez el estado fundamental. La consecución de "volver al equilibrio" se puede realizar a través de choques moleculares (pérdida de energía en forma de calor) o a través de la emisión de radiación.

Puesto que los estados excitados posibles son peculiares de cada especie, también lo serán las radiaciones emitidas en su desactivación. El tipo de radiación emitida dependerá de la diferencia entre los estados excitados y el fundamental, de acuerdo con la ley de Planck,

E = hv

E = diferencia de energía entre los estados excitado y fundamental

h = Constante de Planck (6,62 10-34 J s).

v = frecuencia

De esta manera, un determinado elemento da lugar a una serie de radiaciones características que constituyen su espectro de emisión, que puede considerarse como su "huella dactilar" y permite por tanto su identificación.

2. Objetivos

Constatar los diferentes niveles energéticos en que puede encontrarse un electrón en un átomo, es decir, los diferentes orbitales así como las diferentes transiciones cuantificadas entre los mismos.

Esta práctica puede realizarse en el aula para todo el alumnado y consiste en observar los diferentes colores que emiten determinadas sustancias en una llama de metanol.

3. Material y reactivos

- Cápsula de porcelana.
- Varilla.
- Metanol.
- Compuestos (solubles en alcohol) que producen color en su estado de excitación.
- Cloruro de litio, de calcio y bario, yoduro de sodio y de potasio, ácido bórico, bromuro de cobre (II)...

4. Procedimiento experimental

Como hemos dicho anteriormente, el experimento puede hacerse en el aula.

Se pone una cucharilla de té del reactivo a estudiar sobre la cápsula de porcelana, se añaden 4 ó 5 ml de metanol y se prende fuego.

Observar los colores de la llama al añadir cada uno de estos compuestos. Agitar con una varilla al cabo de unos segundos de ignición.

Como dato informativo, indicaremos:

Compuestos	Color
Cloruro de litio Yoduro sódico Yoduro potásico Cloruro cálcico Cloruro bárico Ácido bórico Bromuro de cobre (II) Cloruro de cobre Nitrato de estroncio Carbonato de litio	Rojo Amarillo Púrpura Naranja o rojo Amarillo claro Verde Verde y azul Verde Rojo Rojo

5. Cuestiones

- I. ¿Qué se conoce como estado de excitación?
- 2. ¿Por qué hay que añadir en esta experiencia sustancias que sean solubles?
- 3. En la introducción se ha comentado que una sustancia puede tener "estados excitados" (en plural); ¿cómo explicarías que una determinada sustancia puede tener varios estados excitados?

Nota: Para realizar la experiencia debemos tener en cuenta:

- Que en el aula exista una adecuada ventilación.
- Trabajar con sustancias inflamables tiene un riesgo que hay que valorar.
- Para la demostración, emplear pequeñas cantidades de reactivos.
- Si no se dispone de algún reactivo, o bien resulta caro, puede sustituirse por otra sal.

CAPÍTULO 10 COLORIMETRÍA Y FOTOCOLORIMETRÍA



ANÁLISIS CUANTITATIVO POR COLORIMETRÍA

1. Introducción

Las técnicas colorimétricas se basan en la medida de la absorción de radiación en la zona visible por sustancias coloreadas. En algunas ocasiones, la muestra que deseamos determinar no posee color por sí misma; en tal caso, es preciso llevar a cabo un desarrollo de color empleando reactivos que den lugar a sustancias coloreadas con la muestra que interesa estudiar.

La colorimetría y fotocolorimetría no son en realidad técnicas distintas y la diferencia estriba en el tipo de instrumental empleado, de forma que se denomina colorímetro a aquellos aparatos en los que la longitud de onda con la que vamos a trabajar se selecciona por medio de filtros ópticos; en los fotocolorímetros o espectrofotómetros la longitud de onda se selecciona mediante dispositivos monocromadores.

2. Objetivos

La finalidad de esta experiencia es aprender a hacer análisis cuantitativos por colorimetría, así como la metodología propia de ésta técnica. Por consiguiente trabajaremos con un instrumental específico para colorimetrías, representaremos las concentraciones y absorbancias en papel milimetrado y realizaremos la cuantificación de dos formas: la representación gráfica y la determinación frente a un blanco (estándar o patrón).

3. Fundamento teórico

Utilizando términos quizás excesivamente simplistas puede definirse la espectrofotometría de absorción, como la medida de la atenuación que el material a estudiar (muestra) efectúa sobre una radiación incidente sobre el mismo con un espectro definido. En general, las medidas se realizan dentro del espectro comprendido entre 220 y 800 nm, y este espectro, a su vez, puede dividirse en dos amplias zonas: la zona de la radiación visible, situada por encima de 380 nm, y la zona de la radiación ultravioleta situada por debajo de estos 380 nm. La región del infrarrojo se sitúa por encima de los 800 nm.

En el **proceso de absorción** de la radiación, un fotón incidente transmite su energía a una molécula (llamada absorbente) lo que da lugar a su excitación pasando a un nivel de energía superior. Este proceso se representa de la siguiente forma:

$$A + h \rightarrow A^* \rightarrow A + calor$$

en la que A es el absorbente en su estado de energía bajo, A^* en su nuevo estado de excitación energética y hv (h es la constante de Planck y v la frecuencia) es la energía del fotón incidente, el cual posee una longitud de onda λ ($\lambda^*v=c$, donde c es la velocidad de la luz). A^* es ordinariamente inestable y rápidamente revierte a su estado energético más bajo, perdiendo así la energía térmica correspondiente. Sólo se absorben determinadas frecuencias luminosas, y la selección de las mismas depende de la estructura de la molécula absorbente.

Leyes de la absorción de energía radiante

Se refieren a las relaciones existentes entre la cantidad de absorbente y el grado con el que es absorbida la energía radiante. En términos generales, puede decirse que hay dos variables capaces de afectar al grado de absorción: la concentración del absorbente y la longitud del trayecto que el rayo luminoso recorre a través de la solución. La relación entre ambas se expresa con la fórmula denominada Ley de Beer:

$$P = Po 10^{-abc}$$

P = potencia radiante transmitida.

Po = potencia radiante incidente una cantidad proporcional a la misma, medida colocando en la cubeta el solvente puro.

a = absortividad, constante característica del absorbente y de la longitud de onda de la radiación incidente.

b = longitud del paso de la luz a través de la solución del absorbente, expresada generalmente en cm.

c = concentración del absorbente.

Algunos autores prefieren utilizar términos de lo e l, expresando entonces intensidad en lugar de potencia.

En la práctica lo que tiene importancia es la proporción P / Po denominada transmitancia (T) o cuando se multiplica por 100, porcentaje de transmitancia (%T). La ley de Beer también puede escribirse de la siguiente forma

$$log(Po/P) = abc$$

El término log (Po / P) se define como la **Absorbancia**. Cuando las medidas se efectúan utilizando siempre la misma cubeta (o bien un grupo de cubetas estandarizadas que posean un paso de luz constante) y los efectos ópticos debidos a la cubeta son reproducibles, el término b de la expresión de la absorbancia se hace constante. Dado que a es también constante para un determinado absorbente y una concreta longitud de onda, resulta entonces que la absorbancia es directamente proporcional a la concentración: A = kc (k = ab).

La ventaja fundamental que ofrece el empleo de la Absorbancia en lugar de la Transmitancia es que la relación existente entre la concentración y la absorbancia es linear, cosa que no sucede con el %T. Dado que la Absorbancia es proporcional a la concentración, tendremos que:

$$A_1 / A_2 = C_1 / C_2$$
 donde,

A₁ = Absorbancia del problema.

A₂ = Absorbancia de un estándar de concentración conocida.

C₁ = Concentración del problema.

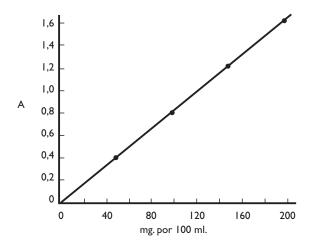
 C_2 = Concentración del estándar.

Concentración (problema) = A_1 (problema) / A_2 (estándar)* Concentración estándar

Curvas de calibración

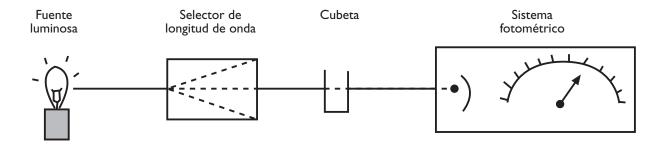
Una curva de calibración relaciona las A ó %T con las concentraciones y su empleo es necesario en los trabajos cuantitativos en los que hay que calcular la concentración del absorbente. Siempre que sea posible, es aconsejable la construcción de una curva de calibración que cubra la zona de concentraciones que se van a encontrar en la práctica. La elaboración de la curva debe ser la fase primera al montar y estandarizar cualquier procedimiento fotométrico. Las concentraciones pueden expresarse en cualquier tipo de unidades de medida; sin embargo, la medida más conveniente es emplear para las curvas las mismas unidades en las que se debe expresar el resultado final.

Ejemplo: curva de la Hemoglobina.

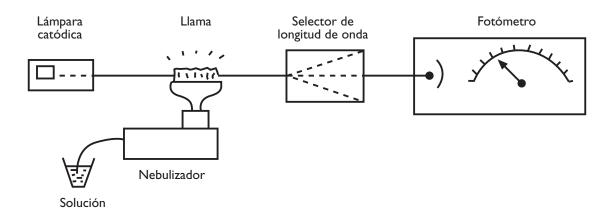


Instrumentos. Representamos de forma esquemática los componentes básicos de fotómetros y espectrofotómetros.

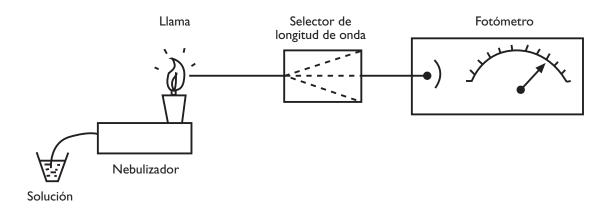
1. Componentes básicos de fotómetros y espectrofotómetros de UV-VIS e IR.



2. Representación esquemática de un fotómetro de absorción atómica.



3. Esquema de un fotómetro de llama de emisión atómica.



4. Material y reactivos

- Matraz aforado de 100 ml (1).
- Matraces aforados de 50 ml (4).
- Pipeta de 25 ml.
- Pipeta de 10 ml.
- Pipeta de 5 ml.
- Vasos de precipitados de 250 ml.
- Colorímetro o espectrofotómetro.
- Tubos de colorimetría (5).
- Papel milimetrado.
- Embudo y varilla de vidrio.
- Permanganato potásico.

5. Procedimiento experimental

Preparar una disolución de permanganato potásico disolviendo 0,158 g en 1000 ml de agua destilada. Así obtenemos una disolución de permangato 0,001M.

De esta disolución (solución madre) tomar en 4 matraces aforados 25,10, 5 y 2,5 ml y enrasar hasta 50 ml con agua destilada. De esta forma tenemos disoluciones de permanganato de 0.0005, 0.0002, 0.0001 y 0.00005 M.

Ajustar el colorímetro a 525 nm de longitud de onda (frente a 0 de absorbancia con agua destilada e infinito sin introducir el tubo de colorimetría).

Leer las absorbancias de los cuatro matraces añadiendo 5 ml de cada uno a los tubos del colorímetro.

Construir la tabla de calibrado en la que queden anotadas las absorbancias y las concentraciones. Representar gráficamente en papel milimetrado poniendo la absorbancia en ordenadas y la concentración en abscisas y trazar la recta de calibrado.

Calcular la concentración de una disolución problema de KMnO_4 que presenta el profesor.

CAPÍTULO 11 ELECTRODEPOSICIÓN DEL COBRE



ELECTRODEPOSICIÓN DEL COBRE

1. Introducción

En la práctica de corrosión de metales se mencionaba la naturaleza electroquímica de las reacciones de corrosión. Estas reacciones implican una transferencia de electrones entre el metal que sufre el ataque (que actúa como dador electrónico o ánodo) y una segunda sustancia que recibe tales electrones, y que por tanto se reduce, actuando como oxidante en la reacción redox.

Muchas partes metálicas se protegen de la corrosión por *electrodeposición*, para producir una fina capa protectora de metal. En este proceso, la parte que va a ser recubierta constituye el cátodo de una celda electrolítica. El electrolito es una sal que contiene cationes del metal de recubrimiento. Se aplica una corriente continua por medio de una fuente de alimentación, tanto a la parte que va a ser recubierta como al otro electrodo. Un ejemplo de deposición en varias capas es la del cromado de los automóviles. En el cromado, la electrodeposición consta de una capa inferior de cobre, una intermedia de níquel y una capa superior de cromo.

En esta práctica se va a realizar un sencillo experimento de electrodeposición de cobre.

2. Objetivos

Visualizar las reacciones electrolíticas y relacionar los productos obtenidos con las leyes de la electroquímica.

Se trata de fabricar una celda electrolítica con una fuente externa de alimentación eléctrica y de observar en ella la electrodeposición de una capa de cobre sobre una cucharilla de acero inoxidable, que actúa como cátodo de la celda.

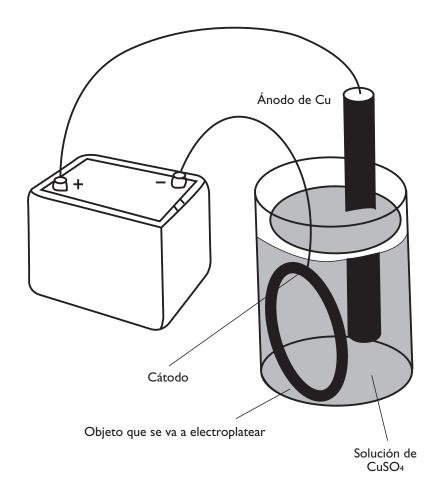
3. Fundamento teórico

En una celda electrolítica se produce una reacción redox no espontánea suministrando energía eléctrica al sistema por medio de una batería o una fuente de alimentación. La batería actúa como una bomba de electrones, arrancándolos del ánodo y empujándolos al interior del cátodo. Dentro de la celda, para que se mantenga la electroneutralidad, debe ocurrir un proceso que consuma electrones en el cátodo y que los genere en el ánodo. Este proceso es una reacción redox.

En el cátodo tendrá lugar la reducción de un ion al aceptar éste los electrones remitidos desde el ánodo. Los iones positivos (cationes) se dirigirán al polo negativo, llamado cátodo. En el ánodo se generan electrones debido a la oxidación de un metal u otra sustancia. Los electrones son enviados al otro electrodo por la batería. El ánodo pierde por tanto su carga negativa y por esa razón es el polo positivo.

Este esquema general es válido para la electrodeposición del cobre.

El metal sobre el que se va a producir el depósito de cobre se coloca como cátodo (en nuestro caso, la cucharilla de acero inoxidable). El electrolito es una disolución de sulfato de cobre (CuSO₄) que aporta Cu⁺⁺. Por último, el ánodo es un hilo de cobre a cuyos átomos la batería arranca electrones, cargando positivamente este electrodo y generando nuevos iones de cobre. Véase figura adjunta.



La batería (una pila), al arrancar electrones del cobre anódico, ocasiona oxidación de este metal:

$$Cu(s) \rightarrow Cu^{2+}(aq) + 2e^{-}$$

Los electrones llegarán al cátodo impulsados por la batería. Una vez allí, reducirán a los iones cúpricos presentes en el electrolito:

$$Cu^{2+}(aq) + 2e^{-} \rightarrow Cu(s)$$

De esta manera, en el cátodo se va formando un precipitado de cobre que se deposita como una fina capa de color rojizo en la superficie de la cucharilla. Existe además una relación simple entre la cantidad de electricidad que pasa a través de una celda electrolítica y la cantidad de sustancia depositada en el cátodo. Ambas cantidades son directamente proporcionales (ley de electrólisis de Faraday).

4. Material y reactivos

- Vaso de precipitados de 250 ml.
- Cucharilla de acero inoxidable.
- Alambre de cobre.
- Alambre de plomo o de estaño.
- Pila comercial de 1,5V, 4,5V ó 9V.
- Sulfato de cobre (II).
- Ácido sulfúrico concentrado.

5. Procedimiento experimental

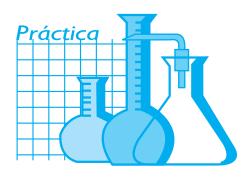
Coger una varilla de cobre, pesarlo y atarlo al polo POSITIVO de una batería o pila comercial utilizando alambre de soldadura de estaño para conectar el cobre y la pila. A continuación, coger una cucharilla de acero inoxidable limpia y seca, pesarla y atarla al polo NEGATIVO de la pila, empleando otro alambre de estaño.

Preparar en un vaso de precipitados de 250 ml, una solución de sulfato de cobre (15 g en 200 ml de agua destilada) y añadir 15 ml de ácido sulfúrico concentrado. Introducir luego los dos electrodos y esperar. Cuando se observe la capa de cobre electrodepositada sobre la cucharilla, sacar ésta de la celda electrolítica y secarla en estufa a 100 °C durante 10 ó 15 minutos. Volver a pesarla. La diferencia de pesos entre la cucharilla al final de la práctica y al principio corresponderá a la cantidad de cobre electrodepositado. A partir de este dato, y conociendo el tiempo que ha durado la electrodeposición, puede calcularse la intensidad de corriente circulante en la celda.

6. Cuestiones

- I. Anotar los pesos de la cucharilla y varilla de cobre antes y después de la electrodeposición.
- 2. Desarrollar los cálculos necesarios para calcular la intensidad de corriente circulante por la celda electrolítica.
- 3. ¿De qué manera podríamos llevar a cabo una deposición "espontánea" de cobre (sin el concurso de una fuente externa de energía) sobre otro metal? Describir el proceso y su mecanismo. ¿Qué otros ejemplos de deposiciones espontáneas de unos metales sobre otros se podrían mencionar, de acuerdo con los datos de la tabla de potenciales de reducción estándar? (Práctica de formación de diferentes cristales metálicos).

CAPÍTULO 12 CROMATOGAFÍA EN CAPA FINA Y COLUMNA



SEPARACIÓN DE LOS COMPONENTES DE TINTAS COMERCIALES, CATIONES METÁLICOS Y PIGMENTOS VEGETALES

1. Introducción

La cromatografía en placa fina (CPF) es la técnica de separación e identificación de sustancias químicas por la diferente retención que experimentan los componentes de una mezcla al ser más o menos adsorbidos por los componentes de una fase fija cuando son arrastrados por un disolvente. Este adsorbente, generalmente con un adhesivo, se deposita sobre una hoja de vidrio o de otro material que actúa como soporte inerte de la capa.

Intervienen los fenómenos de adsorción y disolución; por consiguiente, es fundamental tener en cuenta la polaridad (tanto de las sustancias a arrastrar como del disolvente) si queremos tener una buena separación.

El disolvente debe encontrarse en un recipiente cerrado (cámara de cromatografía); en contacto con la placa de cromatografía, asciende y arrastra las sustancias. Al avanzar disuelve los componentes y los mueve a velocidades distintas.

La técnica, en forma generalizada, comprende:

- Preparación del disolvente.
- Preparación de la cámara de cromatografía.
- Desarrollo del cromatograma.
- Secado.

- Revelado de las sustancias separadas.
- Estudio del Rf.

La máxima altura alcanzada por el disolvente en su avance se denomina frente del disolvente y puede utilizarse como referencia para expresar las distancias relativas recorridas por las diferentes sustancias en un cromatograma. El símbolo utilizado para designar esta distancia relativa es el Rf y se define como:

El cociente entre la distancia recorrida por una sustancia (o por cada componente) desde el origen (d) y la distancia del origen al frente del disolvente (h).

$$Rf = d/h$$

El valor máximo que puede tener el Rf es I, por lo que en general, como el denominador es siempre mayor que el numerador, el Rf debería ser un decimal (menor que la unidad), pero por comodidad se suele expresar como porcentaje.

El Rf es una cifra útil porque es constante cuando se reproduce el experimento en todas las condiciones y es tan característico y descriptivo de un compuesto como puede serlo el punto de fusión. Por supuesto, el Rf de un compuesto dado será diferente para distintos disolventes, pero ello constituye una ventaja, puesto que así es posible caracterizar a un compuesto más específicamente registrando sus Rfs en varios disolventes.

Algunos factores que afectan al Rf son: el grado de pureza del adsorbente, la concentración del ambiente de la cámara y la temperatura.

Si se va a utilizar un cromatograma para hallar el Rf, hay que marcar siempre (con lápiz y nunca con tinta) dos líneas o puntos: a) lugar donde se deposita la muestra; y b) inmediatamente después de realizar el cromatograma, el frente del disolvente.

2. Objetivos

Familiarizarse con técnicas de separación de sustancias y acercarse a los métodos modernos de análisis.

Presentaremos cuatro experiencias de fácil ejecución para que cada profesor, en función del instrumental y reactivos disponibles, realice la que considere más oportuna.

- Mostrar la separación de los componentes de tintas comerciales.
- Observar la separación y comportamiento de distintos metales.
- Separación y obtención de los componentes coloreados de plantas verdes y otros vegetales (clorofilas, xantofilas, carotenos...) por cromatografía en placa fina y cromatografía en columna.

3. Material y reactivos

- Cámara cromatográfica o tarros de cristal con tapa.
- Placas de cromatografía (tipo portas).
- Mortero.
- Tubos largos provistos de tapón.
- Pipeta de 25 ml.
- Pipeta de 10 ml.
- Micropipetas.
- Bureta.
- Arena de mar.
- Tintas comerciales (marrón, azul real, escarlata, verde y negra).

- Hojas de árboles, hierba, plantas verdes y rojas.Acetona.
- Ácido acético glacial.
- Algodón.
- Amoniaco.
- Dimetilglioxima.
- Etanol.
- Éter dietílico.
- Éter de petróleo.
- n-butanol.
- Soluciones 0,05M de nitratos, cloruros y sulfatos de níquel, cobalto, cobre, cadmio y mercurio.
- Sulfato sódico.
- Sulfuro de amonio.
- Agua destilada.

4. Procedimiento experimental

Separación de los colorantes de tintas comerciales

Poner 10 ó 15 ml de disolvente (n-butanol:etanol:amoniaco 2N en la proporción 6:2:2 ó bien n-butanol:ácido acético glacial:agua 12:3:5) en la cámara y cerrar herméticamente.

Mientras el vapor se distribuye por la cámara, preparar las cromatoplacas de la siguiente manera:

- Marcar con un lápiz aproximadamente a I cm. de la base (borde inferior) una línea paralela a dicho borde y colocar una microgota de cada una de las tintas sobre dicha línea espaciadas un mínimo de I cm., así como una mezcla de dos o más de ellas. Para realizar mezclas, debe estar seca la gota anterior.
- A los 10 minutos, introducir la cromatoplaca en la cámara y volver a cerrar.

Comienza a funcionar el cromatograma, que se observa a través de las paredes transparentes. Vigílese el comienzo del flujo del disolvente a partir del origen y véase como los pigmentos empiezan inmediatamente a separarse.

Aproximadamente a los 45 minutos, sacar el cromatograma, marcar el frente del disolvente y estudiar el Rf.

Análisis cualitativo de cationes metálicos

Realizar los primeros pasos como en el experimento anterior, añadiendo a la cámara el solvente compuesto por ACETONA: HCl 6M, 4:1 (v:v). Aproximadamente a los 15 minutos introducir la cromatoplaca a la que se ha incorporado una microgota de las sales a a analizar.

Sacar las placas a los 35 minutos y secarlas al aire durante 10 minutos.

En una cámara de un litro, depositar un vaso de precipitados de 30 ml que contenga 5 ml de hidróxido amónico e introducir las placas de cromatografía. La mancha donde está el cobre aparecerá azul. Extraer la placa de la cámara. Añadir una gota de dimetilglioxima sobre la mancha y aparecerá un color rosa sobre el níquel. Colocar la placa en una cámara de sulfuro de amonio similar a la del cobre y aparecerá en la mancha del cadmio un color amarillo pálido y el resto de manchas de color marrón o negro.

Extracción de pigmentos vegetales

Una parte fundamental de esta práctica es la extracción de los colorantes de los vegetales. Se toma un gramo de hojas o flores de cualquier planta, se corta en pequeños trocitos y con arena de mar se tritura en un mortero durante unos segundos. Se coloca el material molido en un tubo largo provisto de tapón y se le añade 3 ml de acetona. Arrastrar lo que queda en el mortero con I ml de acetona. Se cierra el tubo y se agita vigorosamente durante 15 segundos. Se añaden 4 ml de agua, se cierra y se agita nuevamente. Posteriormente, se añade 3 ml de éter de petróleo, se cierra y agita durante 5 segundos. Dejar reposar para que los disolventes se separen y los pigmentos son arrastrados a la capa superior (etérea). Se puede observar que el material vegetal ha quedado decolorado.

La fase superior es la que tomaremos como muestra para realizar la C.P.F. y la C.C.

Cromatografía en capa fina de los pigmentos

Se realiza de la misma forma que los experimentos anteriores empleando como solvente acetona: éter de petróleo 1:3 ó éter dietílico: éter de petróleo 2:1.



Cromatografía en columna de los pigmentos

Preparar como columna una pipeta o bureta en la que introduciremos un algodón que llegue hasta aproximadamente 5 cm de la base.

Rellenaremos de arena de mar hasta cerca de los 10 cm de la parte superior, intentando eliminar poros (golpeando suavemente sobre el cristal).

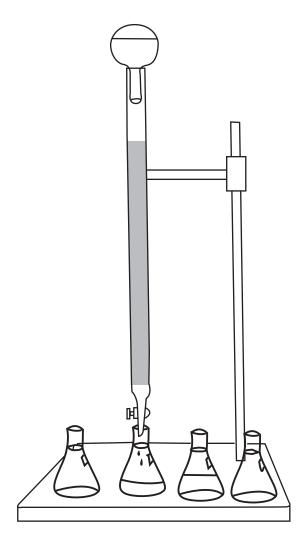
Añadiremos como solvente éter de petróleo hasta que empape toda la arena y cerraremos la llave (bureta) cuando el solvente esté cubriendo toda la columna hasta el límite superior de la arena.

Preparar la muestra lavándola varias veces con agua que se eliminará. Se seca con sulfato sódico y se filtra a través de algodón. Con una pipeta, tomar 2 ml de la muestra preparada y depositarla lo más suavemente posible sobre la parte superior de la columna (que está rellena de éter de petróleo). Abrir la llave e ir añadiendo pequeñas cantidades de solvente, en función de la velocidad de separación de los componentes de los pigmentos. Se puede observar cómo aparecen distintas bandas, que se re-

cogen separadas en otros tantos Erlenmeyers. En función del tipo de vegetal empleado como muestra, podemos encontrar:

Color amarillo-verdoso que se corresponde con clorofila del tipo b; azul-verdoso correspondiente a la clorofila a; amarillo-naranja que representan las xantofilas; y naranja que se corresponde con los carotenos.

Nota: Se obtienen mejores resultados empleando gel de sílice para relleno de la columna.



5. Cuestiones

- I. ¿Qué significado tiene el Rf?
- 2. ¿Por qué la cámara de cromatografía debe estar cerrada herméticamente?
- 3. La temperatura es uno de los factores más importantes para realizar la técnica de la cromatografía. Explicar el por qué.
 - 4. ¿Cuál es la diferencia entre la C.P.F. y la C.C. en relación a los experimentos realizados?

Nota: Cuidado con las sustancias que se emplean como solventes, son altamente inflamables.

CAPÍTULO 13 SUSTANCIAS IÓNICAS Y COVALENTES



CONDUCTIVIDAD

1. Introducción

Los compuestos iónicos son sólidos de altos puntos de fusión, que se disuelven en disolventes polares como el agua y que fundidos o disueltos conducen la corriente eléctrica.

En cuanto a los compuestos covalentes, existe una gran dispersión en cuanto a estado físico, desde sólidos con alto punto de fusión como el diamante, hasta gases como el amoniaco o el metano; generalmente son solubles en disolventes apolares como el benceno, hexano... y ni en estado fundido ni disuelto conducen la corriente eléctrica.

Las sustancias iónicas cuando se encuentran en disolución se disocian en iones (aniones con carga negativa y cationes con carga positiva), en cualquier caso partículas cargadas y como tales susceptibles de conducir la corriente eléctrica.

Las sustancias covalentes, por el contrario, cuando se disuelven no dan lugar a separación de cargas, por lo que no conducen la electricidad.

Apoyándonos en su aspecto y estado físico, en su solubilidad y en la conductividad de corriente eléctrica, podríamos caracterizar a las sustancias iónicas y covalentes.

2. Objetivos

Evaluar la conductividad eléctrica de sustancias iónicas y covalentes y su variación con la concentración

3. Material y reactivos

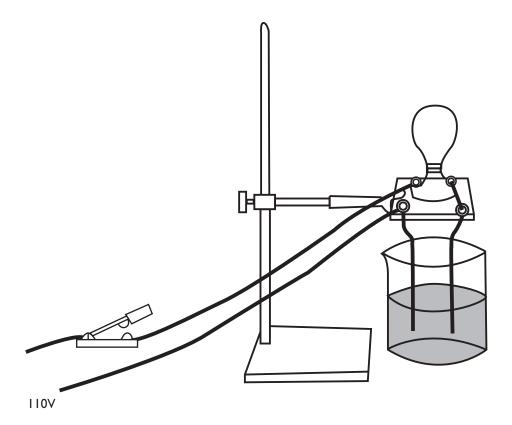
- Vaso de precipitados de 100 ml.
- Vasos de precipitados de 50 ml (4).
- Cables de cobre.
- Pilas (tipo petaca de 4,5 V ó 9 V).
- Lámparas (del tipo intermitentes de automóviles).
- Cinta aislante.
- Sacarosa.
- Urea.
- Ácido sulfúrico.
- Ácido nítrico.
- Hidróxido bárico.
- Hidróxido sódico.

4. Procedimiento experimental

Para este tema, se han preparado dos experiencias que son:

Electrolitos y no electrolitos.

Preparar una instalación como la que indica la figura.



Manuel Fernández González: Introducción a la Química superior. Experiencias y ejercicios, Anaya, Salamanca, 1972.

Raspar los hilos terminales para que haya buen contacto entre las disoluciones y el cobre. La corriente alterna de I I O V puede utilizarse, así como una bombilla de 25 w. (también puede montarse el circuito con una pila de linterna y una bombilla del mismo uso).

Se ponen 40 ml de agua destilada en cada uno de los cuatro vasos de precipitados de 50 ml y se les agrega:

```
al I.º un azucarillo (sacarosa)
```

al 2.° 0.5 ml de ácido nítrico

al 3.° 2 g de urea

al 4.° I g de hidróxido sódico

Una vez disueltos, se comprueba si existe paso de corriente con el dispositivo de la figura. Resulta muy interesante hacer mediciones de intensidad, resistencia y voltaje con un tester. El paso de corriente se comprueba por la luminosidad de la lámpara o con el tester, y podemos comprobar la variación de la intensidad con la concentración cuando al segundo vaso le vamos añadiendo 0.5, I,... ml de ácido nítrico.

Pueden conectarse dos pilas en serie y analizar los resultados.

También puede variarse la distancia de los electrodos en la disolución y discutir los resultados.

Eliminación de los iones en la disolución por formación de un precipitado.

Se preparan 50 ml de disolución 0.4 M de ácido sulfúrico. Se hierven 50 ml de agua destilada, se retiran de la placa y con el agua muy caliente se disuelven 3.15 g de hidróxido de bario octohidratado. Filtrar si es necesario, recoger el filtrado en un vaso de 100 ml y comprobar si conduce corriente. Añadir el sulfúrico preparado poco a poco, hasta que la lámpara se apague. Si seguimos añadiendo sulfúrico, la lámpara volverá a encenderse, cada vez con mayor intensidad.

5. Cuestiones

Anotar las observaciones hechas y explicar los resultados.

Escribir las ecuaciones correspondientes a las reacciones químicas que se producen.

CAPÍTULO 14

ESTUDIO DEL EQUILIBRIO QUÍMICO, DESPLAZAMIENTO DEL MISMO Y SOLUBILIDAD DE UN GAS



BEBIDAS CARBÓNICAS

1. Introducción

Una sencilla botella de agua con gas a la que no se haya añadido colorantes, aromatizantes ni otros aditivos, junto con un indicador ácido-base nos proporciona una demostración visual y muy didáctica acerca de los equilibrios y de la solubilidad de gases en líquidos.

2. Objetivos

Demostrar el efecto de la presión y temperatura sobre la solubilidad de un gas.

Aplicar el principio de Le Chatelier sobre desplazamiento del equilibrio en tres equilibrios químicos.

3. Material y reactivos

- Botella de agua con gas y sifón.
- Papel universal de pH o pHmetro.
- Indicadores: Mixto n.º 5, Rojo de Metilo, 4-Nitrofenol, Azul de Bromotimol.
- Baño de hielo.

- 3 vasos de precipitados de 50 ml.
- I vaso de precipitados de 200 ml.

4. Procedimiento experimental

Enfriamos un sifón y una botella de agua mineral con gas en un baño de hielo y agua. Ponemos sobre los dos primeros vasos de 50 ml unos 35 ml de sifón y sobre el tercero aproximadamente 35 ml de agua con gas. Medimos el pH de cada uno de ellos. Añadimos al primer vaso 3 gotas de Indicador Mixto n.º 5, y sobre los otros dos 3 gotas de Rojo de Metilo. Con ayuda del vaso grande trasvasamos repetidas veces el contenido de cada vaso, con objeto de desgasificar, hasta que vire el indicador. Medimos el pH de los tres vasos. Añadimos al primer vaso 6 gotas de 4-Nitrofenol y otras 6 gotas de Azul de Bromotimol sobre los otros dos vasos. Los llevamos a ebullición sobre una placa y volvemos a medir el pH de cada uno de los vasos.

Nota: anotar tanto los pH como los colores obtenidos en cada paso.

El fundamento teórico de la experiencia es el siguiente:

El anhídrido carbónico ${\it CO}_2$ es soluble en agua como lo demuestran las botellas de gaseosa, sifón, cava..., pero es un hecho menos conocido que su presencia da lugar a una serie de reacciones de equilibrio como:

$$CO_{2}(g) + H_{2}O(l) \Leftrightarrow CO_{2}(aq)(1)$$
 $CO_{2}(aq) + H_{2}O(l) \Leftrightarrow H_{2}CO_{3}(aq)(2)$
 $H_{2}CO_{3}(aq) + H_{2}O(l) \Leftrightarrow H_{3}O^{+} + HCO_{3}^{-}(aq)(3)$

La concentración de equilibrio es la mostrada inicialmente. Cuando el líquido se calienta, la solubilidad del ${\it CO}_2$ decrece.

Cuando por agitación se permite el escape del gas los tres equilibrios acoplados cambian. El desplazamiento hacia la izquierda de las reacciones hace que el pH suba.

Dado que cierta cantidad de ${\it CO}_2$ permanece disuelta a temperatura y presión ambiente, se requiere un calentamiento a altas temperaturas para conducir fuera al gas residual; el pH entonces vuelve a subir.

5. Cuestiones

- I. En la introducción se comenta que para la práctica, el contenido de la botella no debe tener añadidos colorantes, aromatizantes, etc. ¿Por qué?
 - 2. Al abrir una botella de cava o champán siempre se desprenden burbujas. ¿Por qué?

Menor cantidad de burbujas se obtienen cuando la botella está más fría. ¿Por qué?

3. Explicar por qué el pH del agua destilada que se deja destapada es ácido.

CAPÍTULO 15 DESTILACIÓN



GRADO DE ALCOHOL Y VOLÁTILES DE UN VINO

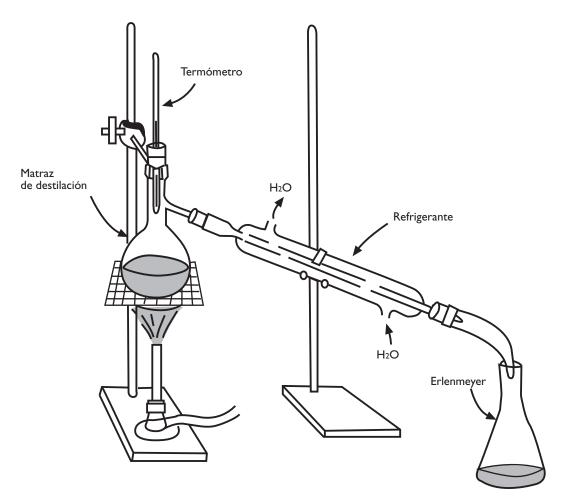
1. Introducción y fundamento

La destilación es la operación que se realiza para separar una mezcla de dos líquidos miscibles, o una disolución de sólido en líquido. Consiste en el calentamiento a ebullición de la mezcla y la posterior condensación de los vapores formados. El líquido que se obtiene en la condensación será más rico en el componente más volátil que el líquido que permanece en el matraz.

Si destilamos un vino se puede observar, como mínimo, la aparición de dos fracciones; alcohólica la primera, ya que el etanol tiene un punto de ebullición de 78°C; acuosa la segunda, que permanece en el matraz. Esta separación no es nunca perfecta, y siempre se obtiene una mezcla de ambas. Se obtienen mejores resultados, realizando el fraccionamiento (separación de sustancias) con la destilación fraccionada o rectificación.

2. Objetivos

Conocer una técnica de separación que se utiliza frecuentemente en los laboratorios de química y en la industria, como en la obtención de agua destilada, de licores destilados (brandy, whisky...) y en la separación de numerosos compuestos orgánicos.



Manuel Fernández González: Introducción a la Química superior. Experiencias y ejercicios, Anaya, Salamanca, 1972.

3. Material y reactivos

- Equipo de destilación.
- Picnómetro.
- Vino, cerveza u otra bebida alcohólica.

4. Procedimiento experimental

A nivel general y en folletos específicos de casas comerciales de laboratorio, el alumno deberá:

- a) Tomar nota de los tipos de matraces, de refrigerantes, tipos de calefactores y de destiladores. Conocer las uniones de las piezas de vidrio, esmeriladas, machihembradas...
 - b) Montar y desmontar diversos aparatos de destilación.
 - c) Realizar esquemas del instrumental de destilación más sencillo.
 - d) Destilación de un vino. Determinación del grado de alcohol.

Esta determinación sirve para cuantificar el grado alcohólico de vinos, cervezas, sidras... sin más que tener en cuenta que para bebidas espumosas como cerveza, cava, etc., debe eliminarse previamente el CO_2 libre, trasegándolas repetidamente entre dos vasos de precipitados.

Transferir 100 ml de la bebida alcohólica al matraz de destilación y diluir a 150 ml con agua destilada. Añadir unas perlas de vidrio o unos trozos de porcelana porosa, para evitar que la ebullición se realice a borbotones.

Montar el equipo de destilación de la figura.

La calefacción debe mantenerse de tal modo que la destilación sea lenta, pero sin interrupciones. Observar a qué temperatura comienza a destilar el alcohol. El destilado lo recogemos en un matraz aforado de 100 ml, hasta las proximidades del cuello, enrasamos con agua destilada y agitamos.

Pesamos el picnómetro vacío y seco.

Llenamos el picnómetro de agua destilada y lo pesamos.

Llenamos el picnómetro con la disolución alcohólica destilada y lo pesamos.

El peso específico del destilado será:

Leemos en la tabla el porcentaje en volumen de alcohol en el destilado correspondiente a su peso específico.

Este es el grado de alcohol de la muestra.

Tabla alcoholimétrica

% C ₂ H ₅ OH en volumen	Peso específico	% C ₂ H ₅ OH en volumen	Peso específico
0	1'0000	13	0'9826
ı	0'9985	14	0'9814
2	0'9970	15	0'9802
3	0'9956	16	0'9790
4	0'9941	17	0'9778
5	0'9927	18	0'9767
6	0'9914	19	0'9756
7	0'9901	20	0'9744
8	0'9888	21	0'9733
9	0'9875	22	0'9721
10	0'9862	23	0'9710
П	0'9850	24	0'9698
12	0'9838	25	0'9686

CAPÍTULO 16 DIVERSAS REACCIONES ORGÁNICAS



REACCIONES ORGÁNICAS

I. Introducción

En cualquier laboratorio, sea industrial o de un centro de enseñanza, pueden realizarse ingentes cantidades de reacciones orgánicas. Nosotros hemos elegido una pequeña muestra de reacciones sencillas.

2. Objetivos

Reacciones de alquenos: adición y oxidación (1 y 2).

Inercia reactiva de los alcanos (1 y 2).

Oxidación de alcoholes (3).

Esterificación (4).

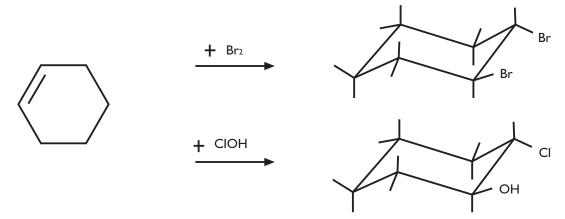
Acidez de fenoles (5).

Formación de iminas a partir de aldehídos y cetonas (6).

Hidrólisis de derivados de ácidos carboxílicos (7).

3. Fundamento teórico

1. Los halógenos cloro y bromo reaccionan suavemente con alquenos para dar trans diahalogenuros vecinales como productos de adición.



Esteban Santiago y Félix M. Goñi: Fundamentos de Química Orgánica, Pamplona, EUNSA, 1973.

Su interés especial es que han contribuido a aclarar en parte la cuestión del ataque del nucleófilo por el lado opuesto al del electrófico. En efecto, la adición del bromo o del CIOH al ciclohexeno dan lugar a las moléculas de trans 1,2-dibromociclohexano y trans 2 clorociclohexanol.

2. Por oxidación moderada con permanganato potásico, las olefinas se transforman en glicoles.

$$\stackrel{|}{C} = \stackrel{|}{C} - \frac{KMnO_4}{0^{\circ}C} - \stackrel{|}{C} - \stackrel{|}{C} - \stackrel{|}{C} - OH OH$$

Si la oxidación es más enérgica, los productos de la oxidación son cetonas y ácidos. En las reacciones I y 2 se aprecia la inercia química de los alcanos.

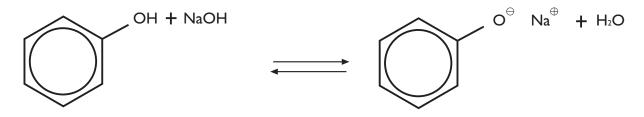
3. Oxidación de alcoholes con dicromato en medio ácido.

$$8H^+ + Cr_2O_7^{2-} + 3C_2H_5OH \rightarrow 2Cr^{3+} + 3C_2H_4O + 7H_2O$$
naranja verde

4. Reacción de esterificación.

Ácido más alcohol da lugar a éster más agua, por formación del enlace éster entre el grupo carboxilo del ácido y el hidroxilo del alcohol.

5. Los fenoles muestran carácter ácido en presencia de bases fuertes.



Fenato sódico (fenóxido)

Esteban Santiago y Félix M. Goñi: Fundamentos de Química Orgánica, Pamplona, EUNSA, 1973.

6. Los aldehídos y cetonas reaccionan con las aminas, para dar iminas, conocidas como bases de Schiff.

El hidrocloruro de metilamina reacciona con hidróxido sódico para formar metilamina ya que este producto es gas a temperatura ambiente y al formarse "in situ" reacciona con la cetona.

La 2,3 butanodiona se encuentra en la mantequilla, la metilamina se encuentra en el cangrejo y otras especies marinas y la 3 metilimino 2 butanona tiene aroma a maíz tostado.

7. Los derivados de ácidos carboxílicos tales como ésteres, amidas, halogenuros de acilo y anhídridos, experimentan una reacción de hidrólisis, dando lugar al ácido correspondiente.

4. Material y reactivos

Dado que vamos a realizar diferentes reacciones químicas, expondremos el material y reactivos para cada una de las experiencias anteriormente citadas.

Experiencias I y 2:

- Tubos de ensayo (4).
- Cuentagotas.
- Hexano (2 ml).
- Ciclohexeno (2 ml).
- Disolución de bromo en tetracloruro de carbono (2 gotas).
- Disolución de permanganato potásico.

Experiencia 3:

- Tubo de ensayo (1).
- Ácido sulfúrico 6 M (10 ml).
- Dicromato potásico 0,1 M (0,8 ml).
- Etanol (I ml).

Experiencia 4:

- Tubos de ensayo (2).
- Etanol (2 ml).

- Acetato de sodio (1 g).
- Ácido sulfúrico concentrado (1 ml).

Experiencia 5:

- Tubo de ensayo (1).
- Cuentagotas.
- Fenol (0,5 g).
- Hidróxido sódico al 5% (1 ml).
- Ácido clorhídrico concentrado (5 gotas).

Experiencia 6:

- Tubo de ensayo con tapón (1).
- 2-3 butanodiona (0,43 g).
- Clorhidrato de metilamina (0,33 g).
- Hidróxido sódico 5 M (I ml).
- Etanol (I ml).

Experiencia 7:

- Tubo de ensayo (1).
- Cloruro de benzoilo (3 gotas).

Deberemos tomar las pipetas adecuadas para cada una de las experiencias.

5. Procedimiento experimental

I. Adición de bromo

La adición del bromo da lugar a la ruptura del doble enlace. En dos tubos de ensayo que contengan respectivamente I ml. de hexano y I ml. de ciclohexeno, se añaden dos gotas de disolución de bromo en tetracloruro de carbono. Con el hexano, el bromo no reacciona y queda de color naranja, mientras que con el ciclohexeno se forma la reacción de adición y el color rojo-naranja del bromo desaparece y queda transparente.

2. Adición de permanganato potásico

En dos tubos de ensayo que contengan, respectivamente I ml. de hexano y I ml. de ciclohexeno, se añade gota a gota disolución de permanganato potásico. El ensayo es positivo cuando desaparece el color violeta intenso del permanganato y aparece un color marrón debido al óxido de manganeso. ¿Qué tipo de reacción ha tenido lugar?

3. Oxidación de alcoholes

A un tubo de ensayo que contenga 10 ml de ácido sulfúrico 6M, se añade 0,8 ml de dicromato potásico 0,1M; a esta solución anaranjada se añade lentamente y sin agitar 1 ml. de alcohol etílico, apareciendo color verdoso en la parte superior.

4. Esterificación

Colocar en un tubo de ensayo I g de acetato de sodio sólido y 2 c.c. de etanol, a continuación agregar I c.c. de ácido sulfúrico concentrado. Observar el característico buen olor de muchos ésteres como el acetato de etilo.

5. Acidez de fenoles

En un tubo de ensayo se mezclan una punta de espátula de fenol y 20 gotas de hidróxido sódico diluido al 5%. El fenol se disuelve formando una sal sódica. A continuación se añaden 5 gotas de ácido clorhídrico concentrado, observándose que aparece un aceite. Explicar este resultado.

6. Formación de iminas a partir de aldehídos y cetonas

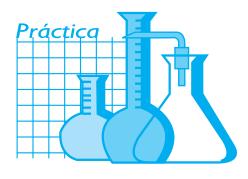
Mezclar 0,43 g (5 mmol) de 2-3 butanodiona y 0,33 g (5 mmol) de clorhidrato de metilamina en un tubo de ensayo con tapón. Añadir lentamente una mezcla de I ml. de hidróxido sódico 5M y I ml. de etanol al 95% y tapar el tubo; se desprende calor y el color cambia. Después de ligera agitación durante I minuto se levanta el tapón y se aprecia el olor a maíz tostado del 3 metilimino 2 butanona.

7. Hidrólisis de derivados del grupo carboxilo

En un tubo de ensayo se mezclan 3 gotas de cloruro de benzoilo (manejar en vitrina o cámara de extracción) con 2 ml de agua, calentando unos minutos. Al enfriar, se cristaliza un sólido blanco. ¿De qué compuesto se trata?

CAPÍTULO 17

CONSERVACIÓN DE LA MATERIA. LEYES FUNDAMENTALES



CONSERVACIÓN DE LA MASA

1. Introducción

La ley de la conservación de la masa es uno de los primeros principios introducidos en cualquier curso de Química. Los estudiantes aprenden que durante una transformación química no se detecta incremento o descenso en la cantidad de masa total en un sistema.

Debido a que la cantidad de materia puede ser determinada fácilmente por medida de su masa, esta ley puede ser demostrada y comprobada siguiendo la masa total de un sistema durante el curso de una reacción química.

2. Objetivos

Comprobación de la ley de conservación de la masa. Cálculo de masas y volúmenes de gases.

3. Material y reactivos

- Balanza.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Globo.

- Carbonato cálcico (6 g).
- Ácido clorhídrico 2 M (150 ml).

4. Fundamento teórico

La única reacción química que tiene lugar es:

$$CaCO_3 + 2HCI \rightarrow CaCl_2 + CO_2 + H_2O$$

5. Procedimiento experimental

Para esta práctica de conservación de masas vamos a presentar tres demostraciones:

Demostración I

Se pesan sobre papel de aluminio 2 g de carbonato cálcico. En un matraz Erlenmeyer de 250 ml (previamente pesado) se colocan 50 ml de HCl 2 M. Se pesa en la balanza el matraz con el ácido. Sobre la balanza, se añade al matraz el carbonato de calcio y se comprueba el descenso de la masa; es posible que haya que retirar el matraz de la balanza para agitarlo suavemente.

En unos dos minutos se comprueba que la reducción de masa es de unos 0,6 g, debido a la pérdida de dióxido de carbono. En este punto, los estudiantes pueden ser invitados a calcular la cantidad teórica de CO_2 que debería producirse durante la reacción (0,88 g) y explicar la variación frente a la pérdida de masa observada, la cual se debe a que el dióxido de carbono es soluble en agua y cierta cantidad de gas permanece en la disolución.

Demostración II

Se pesan 2 g de carbonato cálcico sobre papel de aluminio y se transfiere sin pérdida de masa al interior de un globo. La boca del globo se ajusta cuidadosamente al cuello del matraz, estando seguro de que no cae nada de carbonato en el ácido (50 ml de HCl 2 M) depositado anteriormente. El frasco se coloca en la balanza y se anota su masa. Deberemos levantar el globo para que el carbonato caiga sobre el ácido, pero antes, reflexionamos que:

"Como el dióxido de carbono no tiene escape, no se producirá pérdida de masa, ¿correcto?".

Levantamos el globo cuidadosamente para que todo el carbonato caiga sobre el ácido y comprobamos en la balanza que nuestra suposición no es la correcta, puesto que se produce una pérdida de masa de unos 0,5 g. ¿Dónde está la contradicción?

Medimos la masa de aire desplazada por el globo, para lo que necesitamos la densidad del aire (0,0012 g/ml a 20°C) y el volumen del globo (aproximadamente 400 ml) que podemos sacar con una cinta métrica flexible o sumergiendo el globo en un gran vaso lleno de agua hasta el borde y viendo la cantidad de ésta que se desplaza.

La masa calculada de aire desplazado es igual a la pérdida de masa observada durante la reacción (aproximadamente 0,5 g) La explicación es sencilla recordando el principio de Arquímedes: todo cuerpo sumergido en un fluido experimenta un empuje vertical y hacia arriba igual al peso del volumen de fluido desalojado.

Demostración III

En un matraz Erlenmeyer de 250 ml se colocan 50 ml de HCl I M. Se pesan 0,4 g de carbonato de calcio en un vial de plástico o de vidrio que sea suficientemente pequeño para poder ser introducido por la boca del matraz. El vial se baja cuidadosamente al interior del Erlenmeyer de manera que no

vuelque sobre el ácido; podemos ayudarnos de unas pinzas, de hilos e incluso colocar en su interior una pequeña piedra. Se tapa firmemente el Erlenmeyer con un tapón y el conjunto se pesa en la balanza.

Lo retiramos, agitamos suavemente para que vuelque el vial y el ácido y el carbonato se pongan en contacto. Se vuelve a pesar en la balanza observando si hay pérdida de masa.

Se pone en esta demostración menos cantidad de carbonato que en las anteriores, ya que se genera una sobrepresión en el interior del matraz y habrá que tener cuidado con el tapón, tanto durante la experiencia como al quitarlo después.

6. Cuestiones

Diseñar un esquema que nos permita medidas de temperaturas y/o presiones en el que podamos relacionar todas las variables de la ecuación de los gases (PV = nRT).



DEMOSTRACIÓN DE LA LEY DE CHARLES

Ley de Charles: Si no se modifica la presión, el volumen ocupado por un gas es proporcional a la temperatura absoluta (V = kT).

A una Temperatura T_1 el gas ocupa un volumen V_1 ($V_1 = kT_1$) para otra temperatura ocupará otro volumen ($V_2 = kT_2$), dividiendo las dos ecuaciones,

$$V_1 / V_2 = T_1 / T_2$$

Es obvio que cuando se calienta un gas se expande y cuando se enfría se contrae.

Material y reactivos

- Erlenmeyer de 750 ml.
- Pinzas de crisol.
- Globo.
- Mechero Bunsen.

Procedimiento experimental

Se coloca la boca de un globo taponando la boca del matraz de 750 ml. Se sujeta el cuello del matraz con unas pinzas de crisol, se inclina y se calienta su mitad inferior sobre la llama del mechero Bunsen. Mantener el globo lo más lejos posible del mechero. En poco tiempo el globo se hincha. Cuando ha adquirido un volumen adecuado, se deposita el matraz sobre un paño y al enfriarse el globo se deshinchará. Como cuestión puede pensarse en diseñar dispositivos que nos permitieran hacer medidas de volúmenes, temperaturas, presiones, densidades de gases...

CAPÍTULO 13 REACCIONES EXOTÉRMICAS Y ENDOTÉRMICAS

INTRODUCCIÓN

Las reacciones químicas suponen un proceso en que se produce una reordenación de átomos, con rotura de enlaces y formación de otros nuevos. Este es un aspecto parcial de la reacción, ya que el otro aspecto (tan importante como el anterior) lleva implícito un cambio energético entre los estados inicial y final. Algunas reacciones discurren con desprendimiento de calor del sistema hacia el exterior: son las reacciones exotérmicas; en otras reacciones sucede el proceso inverso: serán las reacciones endotérmicas

Objetivos

Son objetivos de las prácticas recogidas en este apartado: Distinguir entre reacciones exotérmicas y endotérmicas. Comprender y aplicar el concepto de entalpía; aplicar la ley de Hess a diversos procesos. Introducción cualitativa del concepto de entropía. Aplicación de la energía libre a la determinación de la espontaneidad de una reacción. Realizaremos en el cuaderno tres demostraciones: proceso endotérmico, calor de disolución del ácido sulfúrico y calor de neutralización.



REACCIÓN ENDOTÉRMICA

1. Material y reactivos

- Hidróxido bárico octohidratado (16 g).
- Cloruro amónico (5.5 g) ó nitrato amónico (8.5 g).

- Vaso de precipitados de 50 ml.
- Termómetro de -38 a +50°C.
- Pequeño bloque de madera.

2. Procedimiento experimental

Colocar las cantidades pesadas de hidróxido de bario y de cloruro amónico en un Erlenmeyer, agitar suavemente para mezclar los reactivos. En unos 30 segundos el olor a amoniaco puede ser detectado y se forma una apreciable cantidad de líquido. Notaremos que el frasco se enfría y que la humedad ambiental se condensa en su exterior.

La temperatura de la mezcla cae desde la temperatura ambiente (22°C) hasta unos -25 ó -30°C en unos minutos después de la mezcla y permanece por debajo de -20°C durante varios minutos.

El cambio de temperatura debe medirse con el termómetro.

Para dramatizar más el efecto, mojar un trozo de madera con unas gotas de agua y colocar el frasco de reacción sobre él; el agua se hiela y al levantar el frasco se levanta también el bloque de madera.

Nota: Evitar respirar el amoniaco y el contacto con la piel de los reactivos.

3. Fundamento teórico

La reacción que visualiza un proceso endotérmico e ilustra la interacción entre el cambio de entalpía y entropía en reacciones químicas espontáneas es la siguiente:

$$Ba(OH)_2.8H_2O$$
 (s) + $2NH_4CI$ (s) $\rightarrow BaCl_2.2H_2O$ (s) + $2NH_3$ (aq) + $8H_2O$ (l)
 $Ba(OH)2.8H_2O$ (s) + $2NH_4NO_3$ (s) $\rightarrow Ba(NO_3)_2.2H_2O$ + $2NH_3$ (aq) + $10 H_2O$ (l)

Para que un proceso tenga lugar espontáneamente a temperatura y presión constantes, el cambio de energía libre calculado según la reacción Δ G = Δ H – T Δ S debe ser negativo.

Dado que para una reacción endotérmica ΔH es positivo ya que absorbe calor, para que la reacción sea espontánea, el incremento de entropía debe ser suficiente para compensar el término positivo.

En la reacción que nos ocupa, el gran incremento de entropía está relacionado con el incremento en el número de partículas presentes y con sus estados físicos, ya que a partir de dos sólidos se obtiene un sólido más amoniaco acuoso y agua; por consiguiente, aumenta considerablemente la entropía y el desorden.

Tabla de datos termoquímicos

Sustancia	ΔH_{f}° (KJ/mol)	S° ₂₉₈ (J/molK)	C° _{p (298)} (J/molK)	$\Delta G^{\circ}_{\ \mathrm{f}}\ (KJ/mol)$
Ba(OH) ₂ 8H ₂ O(s)	-3342 -22207	427	-	-2793 -20472
Ba(NO ₃) ₂ (s) BaCl ₂ 2H ₂ O (s)	−992'07 −1460'1	214 203	151'4 162'0	–796'72 –1296'5
$NH_4NO_3(s)$	–365'6	151'1	139	-184'0
NH ₄ CI (s)	-314'4	94'6	84'I	–203'0
H ₂ O (I)	-285'83	69'91	75'3	–237'2
NH ₃ (aq)	-80'29	111	_	–26'6

A partir de los datos termoquímicos que vienen en la tabla encontramos que los valores estándar de los cambios de entalpía, entropía y energía libre para la reacción son:

$$\Delta H^{o}_{298} = 63'6 \text{ KJ/mol}$$

 $\Delta S^{o}_{298} = 368 \text{ J/molK}$
 $\Delta G^{o}_{298} = -47'7 \text{ KJ/mol}$

4. Cuestiones

Calcular los cambios de los valores estándar de entalpía, entropía y energía libre para la reacción del hidróxido bárico octohidratado con el nitrato de amonio, según la reacción descrita en el punto del fundamento teórico.



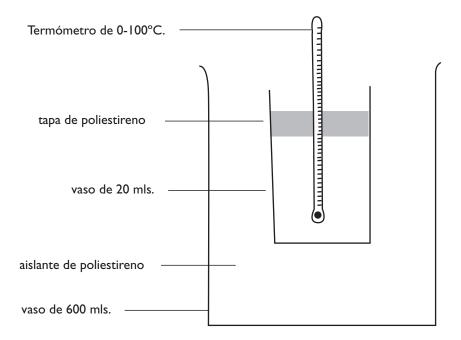
CALOR DE DILUCIÓN DEL ÁCIDO SULFÚRICO

1. Material y reactivos

- Vaso de precipitados de 200 ml.
- Vaso de precipitados de 100 ml.
- Aislante de poliuretano (goma espuma).
- Termómetro de 0 100°C.
- Varilla de vidrio.
- Ácido sulfúrico concentrado.

2. Procedimiento experimental

Montar el dispositivo como viene en la figura. Colocar dentro del vaso 60 ml de agua destilada y medir su temperatura. Añadir cuidadosamente 6 ml. de ácido sulfúrico concentrado (96%), agitar brevemente con una varilla de vidrio y medir la máxima temperatura alcanzada.



3. Fundamento teórico

La dilución del ácido sulfúrico concentrado libera considerable energía. La reacción puede escribirse como:

$$H_2SO_4$$
 (96%) + n $H_2O \rightarrow H_2SO_4$ (dil)

donde n = moles de agua / moles de sulfúrico.

El ácido sulfúrico concentrado contiene aproximadamente el 96% de SO_4H_2 , tiene una densidad de 1,84 g/ml a 25 °C y una capacidad calorífica de 1,4 J/g K.

Cuando 6 ml de ácido sulfúrico 18 M son añadidos a 60 ml de agua, el calor de dilución es -6.63 Kj, conclusión a la que llegamos mediante los siguientes cálculos:

I ml. de ácido sulfúrico concentrado contiene aproximadamente 0,07 g de agua y 1,77 g de ácido, lo que corresponde a una relación de moles n = 0,2. El calor de formación del ácido en 0,2 moles de agua es de -822,6 Kj/mol. Dado que 6 ml de ácido 18 M contienen 0,108 moles y que 60 ml de agua corresponden a 3.33 moles de agua, el valor de n para esta solución diluida es de n = 31 y el calor de formación es de -884,00 Kj/mol.

El calor de dilución será:

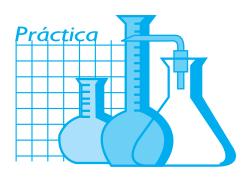
$$\Delta H \text{ dilución/mol} = \Delta H_f^0 H_2 SO_4(aq) \text{ en 3 I } H_2 O - \Delta H_f^0 H_2 SO_4(aq) \text{ en 0,2 } H_2 O$$

$$= -884,00 - (-822,6) = -61,4 \text{ Kj/mol}$$

Dado que son empleados 0,108 moles de ácido, el cambio de entalpía será:

$$\Delta H$$
 disolución = 0,108 moles . (-61,4 Kj/mol) = -6.63 Kj.

Le corresponde por tanto un incremento de temperatura notable.



CALOR DE NEUTRALIZACIÓN

1. Material y reactivos

- El mismo material que para la demostración anterior.
- 2 vasos de precipitados de 50 ml.
- Hidróxido sódico.
- Ácido clorhídrico.

2. Procedimiento experimental

Preparamos 40 ml de disolución de hidróxido sódico 2 M y 40 ml de ácido clorhídrico 2 M. Medimos la temperatura del ácido y de la base y procuramos que sean parecidas a la temperatura ambiental (22°C). Utilizamos el mismo dispositivo de la demostración anterior y sobre el ácido añadimos la base agitando ligeramente y anotamos la máxima temperatura alcanzada.

3. Fundamento teórico

El calor liberado corresponde en su mayoría al calor de reacción, es decir al calor de neutralización; habrá un mínimo porcentaje de calor de dilución.

La reacción de neutralización es:

$$Na^+ + OH^- + Cl^- + H^+ \rightarrow Na^+ + Cl^- + H_2O$$

Resumiendo: H^+ (aq) + OH^- (aq) \rightarrow H_2O (liq)

El cambio de entalpía para esta reacción es de -63,9 Kj/mol.

Existe buena correspondencia con la relación $Q = mc_e \Delta T$. Se hace un cálculo del incremento de temperatura esperado y se compara con el obtenido experimentalmente.

CAPÍTULO 19 REACCIONES DE PRECIPITACIÓN

INTRODUCCIÓN

Las reacciones de precipitación son muy frecuentes en química, así como los procesos que conlleva la separación del precipitado. El anión carbonato forma precipitado con la mayoría de los cationes, precipitados que en muchas ocasiones son molestos como las incrustaciones calcáreas que se forman en calderas, aparatos destiladores de agua, tuberías, planchas, etc.

Objetivos

Son objetivos de las experiencias recogidas en este apartado: estudiar las reacciones de precipitación y los procesos de filtración, lavado del precipitado, secado y manejar el concepto de rendimiento de una operación.



FILTRACIÓN 1

1. Fundamento teórico

Excepto con metales alcalinos, los carbonatos forman precipitado con el resto de metales, por consiguiente si preparamos dos disoluciones:

Ca⁺⁺ + 2 Cl⁻ $CaCl_2$ Disolución I: CaCl, en agua

Disolución 2: Na_2CO_3 en agua Na_2CO_3 \rightarrow 2 $Na^+ + CO_3^-$ Al mezclarlas: $Ca^{++} + 2 Cl^- + 2 Na^+ + CO_3^ \rightarrow$ $CaCO_3 + 2 Cl^- + 2 Na^+$

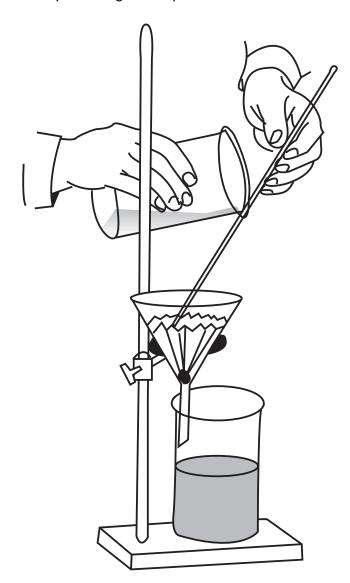
precipitado

2. Material y reactivos

- Mechero con trípode y tela metálica.
- Soporte con aro.
- Vasos de precipitados de 100 ml (2).
- Embudo de vidrio.
- Papel de filtro.
- Cápsula de porcelana.
- Estufa.
- Carbonato sódico.
- Cloruro cálcico.
- Disolución de nitrato de plata 0'05 N.

3. Procedimiento experimental

Pesar 2 g de cloruro de calcio y disolver en 40 ml de agua. Pesar 2,10 g de carbonato de sodio y disolver en 40 ml de agua. Calentar a unos 50°C ambos vasos. Verter uno en el otro. Esperar a que se enfríe y filtrar según el esquema:



Lavar el precipitado con 10 ml de agua destilada varias veces, comprobando que no hay cloruros ni carbonatos después de varios lavados, recogiendo unas gotas de las aguas de lavado filtradas y añadiéndoles dos gotas de solución de nitrato de plata.

El precipitado escurrido, con el papel de filtro incluido, se recoge en una cápsula de porcelana y se pone a secar en la estufa a un temperatura de 100°. Al día siguiente se saca de la estufa, se deja enfriar, se pesa, se le descuenta el papel de filtro y se obtiene el rendimiento de la operación.



FILTRACIÓN 2

1. Fundamento teórico

Muchos cationes metálicos son estables en medio ácido; sin embargo, precipitan sus hidróxidos en cuanto sube el pH. Sucede con hierro, cobalto, níquel...

$$Ni^{++} + 2 NO_3^- + Na^+ + OH^- \rightarrow Ni(OH)_2 + 2 NO_3^- + Na^+$$

disolución I disolución 2 precipitado filtrado

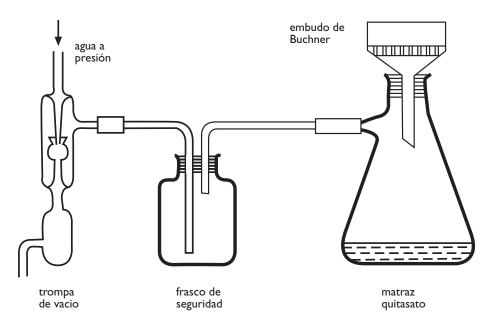
2. Material y reactivos

Igual que en 4.1. y además:

- Embudo Buchner.
- Kitasato.
- Trompa de agua.

3. Procedimiento experimental

Pesar Ig de nitrato de níquel y disolverlo en 40 ml de agua. Pesar 0'7 g de NaOH y disolverlos en 40 ml de agua. Seguir todos los pasos de la experiencia anterior excepto a la hora de filtrar, que en esta experiencia la haremos a vacío, según el esquema:



4. Cuestiones

En ambas experiencias hay un producto que está en exceso; identificar dicho producto y cuantificar el exceso en que se encuentra.

Si sobre los precipitados obtenidos añadimos 40 ml de ácido clorhídrico 4 N, ¿qué sucedería? Formular y ajustar otras reacciones de precipitación.

CAPÍTULO 20 EXTRACCIÓN Y COEFICIENTE DE REPARTO



EXTRACCIÓN Y COEFICIENTE DE REPARTO

1. Introducción

Cuando una sustancia se disuelve en dos disolventes no miscibles entre sí, la relación de las concentraciones de dicha sustancia en cada uno de los disolventes es constante a una temperatura determinada. Esta constante se llama coeficiente de reparto: $k = c_1/c_2$

Si tenemos una sustancia soluble en un disolvente, pero más soluble en un segundo disolvente no miscible con el anterior, puede extraerse del primero, añadiéndole el segundo, agitando la mezcla, y separando las dos fases. A nivel de laboratorio el proceso se desarrolla en un embudo de decantación. Es evidente que la extracción nunca es total, pero se obtiene más eficacia cuando la cantidad del segundo disolvente se divide en varias fracciones y se hacen sucesivas extracciones que cuando se añade todo de vez y se hace una única extracción. El proceso tiene repercusión industrial y se emplea en extracción de aceites, grasas y pigmentos.

2. Objetivos

Observación del equilibrio químico de una sustancia repartida en dos fases y familiarización con técnicas de laboratorio como la extracción.

3. Fundamento teórico

El yodo poco soluble en agua se extrae de la misma con tetracloruro de carbono.

Una vez efectuada la separación de las fases se trata de calcular la concentración del yodo en cada fase, valorándolo con tiosulfato.

Las semireacciones son:

$$I_2 + 2 e^- \rightarrow 2 I^-$$

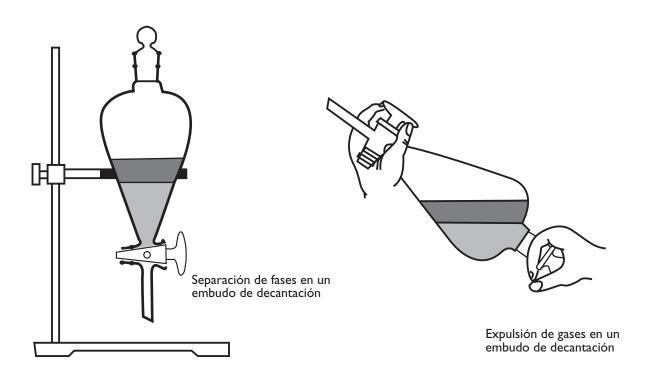
 $2 S_2 O_3^= - 2 e^- \rightarrow S_4 O_6^=$

La reacción total será: $I_2 + 2 S_2 O_3^- \rightarrow 2 I^- + S_4 O_6^-$

Conocidas las concentraciones, se calcula el coeficiente de reparto por cociente.

4. Material y reactivos

- Embudo de decantación.
- Vasos de precipitados de 50 ml (3).
- Erlenmeyer (2).
- Bureta.
- Soporte con aro, pinzas y dobles nueces.
- Varilla.
- Yodo.
- Yoduro potásico.
- Tiosulfato sódico 0'1 N.
- Tetracloruro de carbono.
- Almidón disolución al 1 % se prepara disolviendo el almidón en agua hirviendo.



5. Procedimiento experimental

5.1. Extracción

Se preparan 40 ml de disolución yodo-yodurada (I₂ 2 g + KI 6 g + agua) y se introducen en un embudo de decantación. Se añaden 30 ml de CCI₄, se tapa el embudo y se agita fuertemente, se deja en reposo y se produce la separación de fases, siendo la inferior la fase orgánica; su color violeta es debido a la presencia de yodo. Al cabo de I5 minutos, se quita el tapón del embudo y se recogen en los tres vasos la fase orgánica, la interfase que se desecha y la fase acuosa, respectivamente.

5.2. Determinación del yodo en la fase de CCI₄

Se pipetean 10 ml de la fase de tetracloruro de carbono en un Erlenmeyer, se añaden 4 ml de la disolución de almidón al 1 %, Se valora con el tiosulfato puesto en la bureta. Se agita fuertemente al principio y durante toda la valoración para que el yodo pase a la fase acuosa. El final de la valoración estará marcado por la desaparición del color azul del yodo con el almidón, quedando incolora la disolución. Se anotan los ml de tiosulfato gastados. Se repite la operación y con estos datos se calcula la normalidad del yodo en la fase CCl₄.

5.3. Determinación del yodo en la fase acuosa

Se pipetean 10 ml de la fase acuosa en un Erlenmeyer, se añaden 2 gotas de la disolución de almidón, y se procede a su valoración con tiosulfato. Se repite la operación y se calcula la normalidad del yodo en la fase acuosa.

5.4. Cálculo del coeficiente de reparto

$$k = \frac{c_1}{c_2}$$

c₁ = normalidad del yodo en la fase CCl₄

c₂ = normalidad del yodo en la fase acuosa

6. Cuestiones

- 1. Calcular la normalidad de la disolución de yodo inicial.
- 2. De los 2 g de yodo puestos al principio, ¿qué cantidad y qué porcentaje se han extraído con el tetracloruro de carbono?
- 3. Si hubiéramos puesto 40 ml de tetracloruro de carbono, ¿obtendríamos las mismas normalidades?, ¿la cantidad de yodo extraída sería la misma?
- 4. Si en vez de hacer una única extracción con 30 ml de CCI₄, hubiésemos hecho dos extracciones con 15 ml cada una, calcular las cantidades de yodo extraídas cada vez y comprobar que la extracción en dos etapas tiene más eficacia que en una sola etapa.

BIBLIOGRAFÍA RECOMENDADA

- BASSAM Z. SHAKHASHIRI: Chemical demonstrations, University of Wisconsin Press.
- Brewster, R.Q.; Vander Wer, C.A; y McEwen, W.E.: Curso de Química Orgánica experimental, Alhambra Vertix, Madrid, 1974.
- Curso práctico de química orgánica, Alhambra Vertix, Madrid, 1974.
- CALMET FONTANE, J.; y GARCÍA MONJO, J.: Manual del Laboratorio Químico y Farmaceútico, J. Calmet, Barcelona, 1979.
- CHARLOT: Colorimetric determination of element, G Elsevier Publishing Company, Amterdam-London-New York, 1964.
- DIEM, Konrad (redac.): Tablas científicas. Documenta GEIGY, Geigy S.A., Basilea (Suiza).
- ESTEVE SEVILLA, A.: Curso de química, Ecir, Valencia, 1974.
- FERNÁNDEZ GONZÁLEZ: Introducción a la química superior. Experiencias y ejercicios, Anaya.
- HEIN; BEST; y MINER: Foundations of chemistry in the laboratory, Broock/Coll Publishing Company, Pacific Gove, California.
- HENRY, R.J.; CANNON, D.C.; y WINKELMAN, J.W.: Química Clínica. Bases y Técnicas, Editorial Jims, Barcelona, 1979.
- HUNT; y BLOCK: Laboratory experiments for General Chemistry, Saunder College Publishing.
- Journal of Chemical education. (Revista mensual publicada por la División of Chemical Education of the American Chemical Society).
- LYNCH, M.J.; RAPHAEL, S.S.; MELLOR, L.D.; SPARE, P.D; y INWOOD, M.J.H.: Métodos de Laboratorio, Interamericana, México, 1972.
- MARCUS, SIENKO y PLANE: Experiments general chemistry, McGrawHill.
- ROBERTS, HOLLENBERG y POSTMA: General Chemistry in the laboratory, W.H. Freeman and Company.
- SHMISHIN: Prácticas de química general. Inorgánica, Editorial Mir, Moscú.
- SMITH, I.; y FEINBERS, S.G.: Cromatogafía sobre papel y capa fina. Electroforesis, Exedra Alhambra, Madrid, 1979.
- Standard Methods. For the examination of water and waswater, 15th edition, APHA AWWA WPCF, Washington, 1980.
- SUMMERLIN; y EALY, James L.: Chemical demonstrations, American Chemical Society, Washington D.C., 1988.
- VARIOS AUTORES: Química. Una ciencia experimental. Manual de Laboratorio, Editorial Reverte.
- Weiner, E.: Experiments in general chemistry, University of Denver, Harcourt Brace Jovanovich.
- WENTWORTH: Experiments in general chemistry, Houghton Mifflin Company.