

Prácticas de Química Ambiental

INDICE

INSTRUCCIONES GENERALES	i
PRACTICA 1: DISOLUCIONES Y FILTRACION DE PRECIPITADOS.	1
PRACTICA 2: OPERACIONES FUNDAMENTALES.	5
PRACTICA 3: DESTILACION.	8
PRACTICA 4: COMPORTAMIENTO ACIDO-BASE.	9
PRACTICA 5: OXIDACION-REDUCCION.	14
PRACTICA 6: VALORACIONES REDOX.	18
PRACTICA 7: COMPORTAMIENTO QUIMICO DE ANIONES.	19
PRACTICA 8: SEPARACION ANALITICA DE CATIONES.	22
PRACTICA 9: COMPORTAMIENTO DE GRUPOS FUNCIONALES.	25

INSTRUCCIONES GENERALES

La realización aprovechada de este curso práctico, la conservación del laboratorio y la seguridad en el trabajo experimental, aconsejan tener en cuenta las siguientes instrucciones generales:

- Para asistir al laboratorio cada alumno deberá llevar una bata de laboratorio, unas gafas de protección y un paño de limpieza de su mesa de trabajo.
- Todos los alumnos deberán conocer el nombre de los utensilios de trabajo a manejar, según se expresa en las páginas siguientes.
- Antes de entrar en el laboratorio, cada alumno deberá haber estudiado cuidadosamente la práctica que va a realizar y las instrucciones correspondientes. Cualquier duda deberá resolverla antes de empezar el trabajo. Durante la realización de la práctica deberá anotar en un cuaderno todas las observaciones que realice y los cálculos que desarrolle. Agilizar la capacidad de observación es uno de los primeros objetivos del curso práctico.
- Los residuos inservibles y los productos de deshecho no deben abandonarse sobre la mesa ni deben arrojarse al suelo o a la pila de desagüe sino únicamente a la basura. Si por descuido se vierte cualquier sustancia sobre la mesa, debe ser inmediatamente recogida. La mesa de trabajo debe estar siempre limpia y ordenada. Al final de cada sesión todo el material debe estar adecuadamente recogido.
- Para verter sustancias en la pila de desagüe ha de tomarse la precaución de abrir el grifo previamente para diluirlas, especialmente si se trata de ácidos o de álcalis.
- Nunca debe calentarse en el mechero un líquido que produzca vapores inflamables. Cuando se caliente un tubo de ensayo, debe cuidarse que la boca del tubo no se encuentre dirigida hacia ninguna persona cercana.
- Cualquier accidente, corte o quemadura debe comunicarse inmediatamente al Profesor. Si por descuido se ingiere cualquier reactivo debe enjuagarse rápidamente con agua abundante y consultar al Profesor. Si se vierte un ácidos sobre la piel debe lavarse de inmediato con agua abundante.
- La seguridad en el trabajo experimental sólo se puede conseguir habiéndose leído y siguiendo cuidadosamente las instrucciones correspondientes.

PRACTICAS DE QUIMICA AMBIENTAL

MATERIAL

- Mechero Bunsen
- Soporte
- Trípode o Aro metálico con nuez.
- Rejilla
- Doble nuez
- Pinza para matraces
- Pinza para bureta
- Pinza de madera
- Matraz aforado de 100 ml
- Vidrio de reloj
- Gradilla
- Tubos de ensayo
- Vaso de precipitados de 100 ml
- Vaso de precipitados de 250 ml
- Vaso de precipitados de 600 ml
- Embudo cónico
- Embudo de decantación
- Embudo Büchner
- Bureta de 50 ml
- Erlenmeyer de 250 ml
- Erlenmeyer de 50 ml
- Pipeta de 10 ml

PRACTICA 1: DISOLUCIONES Y FILTRACION DE PRECIPITADOS.

PREPARACION DE DISOLUCIONES.

Instrucciones

Para realizar una reacción química es preciso conocer las proporciones y cantidades de los reactivos y asegurarse que las sustancias utilizadas no se encuentran impurificadas.

1. Contaminación de reactivos

La contaminación de reactivos sólidos y líquidos puede evitarse teniendo en cuenta las siguientes normas:

- La parte interna del cierre de los frascos de los reactivos nunca se pondrá en contacto con la mesa y otras fuentes de contaminación.
- Un reactivo cristalino o en polvo se sacará de un frasco-almacén por medio de una espátula limpia y seca.
- Después de que se saca una muestra de reactivo de un frasco-almacén, no debe volverse al frasco ninguna porción de ella.
- Antes de sacar un reactivo del frasco leer la etiqueta cuidadosamente, para asegurarse de que el reactivo es el necesario para la experiencia.

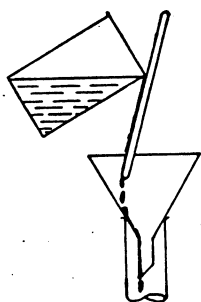
2. Transferencia de sólidos.

Cantidades pequeñas de un reactivo sólido granulado o en polvo se transfieren desde un frasco a un recipiente generalmente con una espátula limpia y seca.

- Para sacar una gran cantidad de un reactivo sólido del frasco-almacén se gira éste lentamente de un lado a otro en posición inclinada.
- Un trozo de papel limpio y blanco ayuda a extraer un reactivo sólido de un frasco-almacén y echarlo en un recipiente que tiene una abertura relativamente pequeña. Si se trata de grandes cantidades se utiliza un trozo de papel enrollado en forma de cono y si son pequeñas cantidades se vierte el sólido en una tira estrecha de papel

previamente doblada. El papel se inserta en la pequeña abertura del recipiente y el reactivo se transfiere fácilmente. Si el sólido se va a disolver, se puede recoger en un embudo previamente dispuesto y añadir el disolvente a través del embudo en fracciones sucesivas para no dejar nada de sólido en el embudo.

3. *Transferencia de líquidos*



Para evitar salpicaduras al verter un líquido de un recipiente a otro se apoya una varilla de vidrio sobre el pico del recipiente de forma que el líquido fluya por la varilla y se recoja en el otro recipiente. Si el recipiente tiene una abertura, debe utilizarse un embudo de vidrio seco y limpio en el que caiga el líquido procedente de la varilla.

4. *Medida de volúmenes*

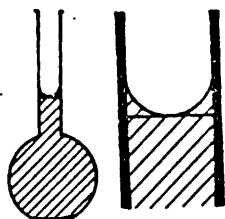
Los líquidos pueden medirse determinando su volumen. Se utilizan cuatro instrumentos para la medida de volúmenes de líquidos: Pipeta, Probeta, Bureta y Matraz Aforado.

Estos instrumentos tienen marcas grabadas en su superficie que indican volúmenes de líquidos. Las pipetas y buretas se utilizan para transferir volúmenes de líquido cuya medida requiere cierta exactitud. Los matraces aforados se emplean para preparar volúmenes determinados de disoluciones de concentración conocida con una cierta exactitud.

Para medir el volumen, el nivel del líquido se compara con las marcas de graduación señaladas sobre la pared del instrumento de medida. Dicho nivel se lee en el fondo del menisco que se forma en el líquido. Se obtienen lecturas exactas situando el ojo a la altura del menisco.

Nunca deben tomarse directamente con la pipeta líquidos corrosivos o venenosos como los ácidos concentrados, disoluciones de cianuros, etc. Las pipetas nunca se deben sacudir y mucho menos soplar para que salgan las últimas porciones de líquido que quedan en su pico: el aforo de la misma está efectuado teniendo en cuenta esta pequeña cantidad de líquido.

La bureta está graduada para medir cantidades variables de líquidos. Las buretas en general tienen las marcas principales señaladas con números que indican mililitros, y subdivisiones no numeradas que indican 0.1 ml. Están provistas de una llave para controlar el flujo de líquido. La bureta se llena hasta el extremo superior por encima de la línea de graduación cero. El líquido sobrante se deja escurrir a través del pico de la bureta para llenar el espacio situado en la parte inferior de la llave y hacer que el nivel del líquido llegue hasta la



línea cero. Se abre la llave y se deja fluir la cantidad deseada de disolución y se anota el nivel del líquido que será el volumen de líquido transferido.

Los matraces aforados llevan una marca en la superficie de su cuello que indica el volumen de líquido contenido. Para realizar una medida, la parte inferior del menisco debe coincidir con la señal.

Experiencia

Preparar:

- 100 ml de una disolución 0.5 M de carbonato sódico a partir de la sal sólida.
- 100 ml de una disolución 0.2 M de cloruro cálcico a partir de una disolución 1 M.

FILTRACION DE PRECIPITADOS

Instrucciones

Para filtrar y recuperar una cantidad grande de sólido se utiliza el embudo Büchner adaptado al Kitasato que se conecta a la trompa de vacío para succionar. En este caso es necesario cortar un papel de filtro circular de tamaño justo para cubrir todos los agujeros del embudo, pero menor que el círculo de la base del embudo, para que no queden bordes por los que podría pasar el sólido. El papel se adhiere al embudo humedeciéndolo y haciendo succión.

Si se trata de filtrar una cantidad pequeña de sólido y no interesa su recuperación, se suele emplear un embudo cónico en el que se pone un papel de filtro en forma de pliegues. El papel de pliegues se prepara con un papel de filtro circular que se dobla del modo siguiente: primero se dobla por el diámetro y luego por el radio perpendicular. Cada uno de los cuadrantes se dobla en dos y cada uno de ellos a su vez en otros dos, de modo que finalmente

se vaya plegando del mismo modo que los dobleces de un acordeón. Una vez abierto se pone en el embudo. El papel de filtro nunca debe alcanzar el borde del embudo.

Si se trata de filtrar una cantidad pequeña de sólido y es necesario recuperar tanto el sólido como la disolución, se utiliza un embudo cónico con un papel de filtro que adecuadamente doblado en forma de cono se adhiera totalmente a las paredes. De este modo, el flujo de líquido a través del papel se acelera por la succión debida a la columna de líquido del vástago del embudo, que debe permanecer lleno a lo largo de toda la operación.

La filtración puede hacerse más rápidamente si la mayor parte del líquido sobrenadante se decanta al papel de filtro. La decantación es un proceso en el que el líquido es cuidadosamente vertido desde el precipitado de forma que se transfiere muy poco sólido al papel de filtro durante la operación. En este paso debe evitarse revolver el precipitado del fondo del vaso. El tiempo requerido para que el líquido pase a través del papel será menor que si se transfiere al papel una porción de sólido.

Para evitar que algún líquido o sólido se introduzca entre el papel de filtro y la pared del embudo, nunca se llenará el filtro más que hasta unos 3 mm del extremo del papel. La eficacia de la filtración se determinará por la completa separación del precipitado del líquido que sobrenade. Puesto que algunas gotas de líquido se adherirán al sólido dentro de la operación de filtración, el precipitado debe lavarse a fondo. Si el sólido que se filtra es algo soluble en el disolvente, no se deben utilizar cantidades excesivas de líquido para lavar. Con frecuencia el sólido se lava con el disolvente frío, ya que la mayor parte de las sustancias son menos solubles en disolventes fríos que en los calientes. Haciendo esto las pérdidas de precipitado serán mínimas.

A veces es necesario filtrar la mezcla de reacción caliente. Existen varias formas adecuadas de sujetar un vaso caliente. La forma más aceptable es utilizar pinzas para vasos. Si no se dispone de ellas, se puede doblar una tira de paño de 5 cm de anchura y colocarla alrededor del vaso. Apretando fuertemente el paño contra el vaso sobre el lado opuesto al pico, el paño sirve de asa.

Experiencia

- Trasvasar 20 ml de la disolución de carbonato sódico a un vaso de precipitados. Añadir 50 ml de la disolución de cloruro cálcico.
- Filtrar y lavar el precipitado.

Cuestiones

- 1.- ¿Qué cantidad de carbonato sódico se debe pesar?
- 2.- Calcular la normalidad y la concentración de las disoluciones de carbonato sódico y cloruro cálcico en g/l.
- 3.- Suponiendo que todo el volumen es de disolvente y la densidad es 1, calcular la fracción molar de ambas disoluciones.
- 4.- ¿Por qué no se utiliza una probeta para preparar cualquiera de las disoluciones?
- 5.- Escribir la reacción que se verifica en la precipitación y calcular la cantidad de carbonato sódico utilizada y la de cada uno de los productos resultantes.
- 6.- Si se ha operado adecuadamente el peso del precipitado obtenido una vez seco debería serg. Calcular la solubilidad de la sustancia precipitada y expresar el resultado en moles/l y g/l.

PRACTICA 2: OPERACIONES FUNDAMENTALES.**EXTRACCION CON DISOLVENTE****Instrucciones**

La extracción de un componente de una mezcla disuelta en un determinado disolvente se puede conseguir añadiendo otro disolvente que cumpla las siguientes condiciones:

- Que no sea miscible con el otro disolvente.
- Que el componente deseado sea más soluble en él que en el disolvente original.
- Que los restantes componentes sean insolubles en el disolvente utilizado.

Para realizar la extracción se agita la disolución con el disolvente, se deja reposar para que se separen las dos capas de disolventes inmiscibles y se separan utilizando un embudo de decantación. esta operación se repite sucesivamente reuniendo todas las fracciones obtenidas. La cantidad extraída en cada operación cumple la ley de distribución:

$$K = \frac{S_1}{S_2} = \frac{C_1}{C_2}$$

Los disolventes orgánicos suelen ser inflamables y volátiles. Por ello hay que evitar que durante la operación haya mecheros encendidos. Después de cada agitación conviene abrir el extremo superior del embudo para evitar que haya sobrepresión en su interior.

Experiencia

Tomar 15 ml de una disolución acuosa de iodo y extraerla con tres fracciones consecutivas de tetracloruro de carbono de 5 ml cada una.

DISOLUCION, EVAPORACION Y CRISTALIZACION

Instrucciones

Un componente de una mezcla sólida se puede recuperar en estado de pureza disolviendo en un disolvente en el que los restantes componentes sean insolubles. La filtración de la disolución permite separar los restantes componentes de la fracción soluble.

Para recuperar el componente de la disolución se procede a concentrarla por evaporación del disolvente. De este modo se puede obtener una disolución saturada a la temperatura de trabajo. La disminución de solubilidad que se produce por enfriamiento, permite obtener una disolución sobresaturada de la que se separa en forma cristalina la fracción de sólido insoluble.

La evaporación se realiza generalmente situando la disolución en una cápsula de porcelana y calentando para separar los materiales volátiles. Un aparato adecuado para realizar una evaporación es un vaso de precipitados con agua hasta la mitad de su volumen y una cápsula encima con el producto a evaporar.

Experiencia

Extraer el ácido benzoico de una mezcla que contiene sílice, disolviéndolo en un vaso en caliente con la mínima cantidad de agua, filtrando en caliente y cristalizando la disolución.

OTROS METODOS DE SEPARACION: ADSORCION

En dos tubos de ensayo se vierte 1 ml de una disolución de azul de metileno y, a uno de ellos, adicionar una pequeña cantidad de carbón activo. Agitar tapando el tubo de ensayo. Filtrar y comparar el color de los dos líquidos.

Efectuar el mismo ensayo sustituyendo el carbón activo por carbonato cálcico en grano fino y en polvo. Comparar el color de estos dos líquidos con el de los anteriores.

Cuestiones

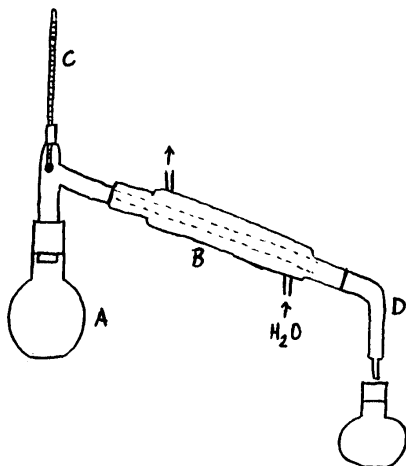
- 1.- La solubilidad del yodo en agua es 0.029g/100ml y en tetracloruro de carbono es 2.91 g/100ml. Calcular la constante de reparto.
- 2.- Los 15 ml de disolución acuosa contieneng de yodo. Calcular la cantidad de yodo extraído en cada una de las tres extracciones y el tanto por ciento del yodo total extraído.
- 3.- Calcular el volumen de tetracloruro de carbono que se hubiera necesitado para extraer la misma cantidad de yodo en una sola operación.
- 4.- ¿Por qué se utiliza tetracloruro de carbono? ¿Qué otros disolventes podrían utilizarse: etanol, acetona, cloroformo y hexano?
- 5.- ¿Qué condiciones tiene que reunir un disolvente para que la recuperación de un componente por cristalización se pueda verificar con el máximo rendimiento y pureza?
- 6.- Si la mezcla pesag y sólo tuviera ácido benzoico, calcular la cantidad de agua necesaria para disolverla a 40°C. (Sol. C_6H_5COOH en H_2O a 40°C 0.37g/100cm³)
- 7.- Midiendo aproximadamente el volumen después de la evaporación, calcular la pérdida de sólido en la cristalización.
- 8.- ¿Se podría utilizar otro método de separación?
- 9.- Describir y explicar los resultados obtenidos en la adsorción.

PRACTICA 3: DESTILACION.

Instrucciones

Se emplea fundamentalmente para la purificación de líquidos y para separar los componentes de una disolución. Si una disolución de un sólido o un líquido no volátiles disueltos en un líquido volátil, la sustancia se puede recuperar evaporando el líquido. Si se quiere recuperar de la disolución el disolvente o si son volátiles el soluto y el disolvente y los dos se han de recuperar, se emplea la destilación.

La destilación es una operación física mediante la cual se puede separar una disolución formada por dos o más líquidos basándose en las diferencias entre sus respectivos puntos de ebullición. Ahora bien, si la disolución es una mezcla de dos líquidos volátiles con puntos de ebullición próximos, no es posible mediante una destilación normal separarlos completamente, obteniéndose una fracción destilada más rica en el líquido de punto de ebullición más bajo (más volátil), impurificada por el líquido de punto de ebullición más alto (menos volátil). Si se quiere obtener un destilado prácticamente puro, es preciso recurrir a la destilación fraccionada.



La base de la destilación fraccionada descansa en el hecho de que cuando una mezcla líquida, distinta de la del punto de ebullición constante, se evapora parcialmente, el vapor que resulta es más rico en el componente más volátil que lo era el líquido primitivo. En la figura se representa un aparato para realizar una destilación sencilla y que consta de las siguientes partes:

Un matraz de destilación (A) provisto de una tubuladura lateral en la que se conecta un refrigerante (B), un termómetro (C) colocado en la boca del matraz y un colector acodado (D), que une el extremo del refrigerante con el recipiente en el que se recoge el destilado (E). El líquido que ha de destilarse se coloca en el matraz y se calienta hasta hacerlo hervir. El vapor desprendido se condensa en el refrigerante que, en el caso más sencillo, consta de un tubo de dobles

paredes a través de las cuales se hace circular agua fría en sentido opuesto al de caída del destilado.

Experiencia

El objeto de esta práctica consiste en la separación de una mezcla de ácido acético y de acetona, cuyos puntos de ebullición son 118.1 y 56.5°C respectivamente, y comprobar mediante ensayos químicos la pureza del líquido destilado.

Procurar que las uniones esmeriladas, antes de empezar a destilar tengan una ligera capa de silicona, para conseguir un cierre hermético. Una vez conectadas todas las piezas, se calienta con una manta calefactora. La columna del termómetro irá subiendo, cuando las primeras gotas de líquido destilan anótese la temperatura del termómetro y obsérvese que coincide con el punto de ebullición de la acetona. Cuando toda la acetona haya destilado obsérvese que la columna del termómetro comienza a subir. En ese instante quítese la fuente de calor dando por terminada la operación.

En el líquido destilado se debe comprobar la presencia de acetona mediante la prueba del hidrógenosulfito sódico y la ausencia de ácido acético mediante la utilización del indicador Rojo Congo.

Cuestiones

- 1.- Escribir la reacción entre la acetona y el hidrógenosulfito sódico y anotar las observaciones.
- 2.- ¿Qué coloración produce la adición de Rojo Congo al destilado? ¿Por qué?
- 3.- Investigar la presencia de acetona y ácido acético en el residuo. ¿Qué coloración se produce al añadir unas gotas de Rojo Congo? ¿Por qué?

PRACTICA 4: COMPORTAMIENTO ACIDO-BASE.

Instrucciones

Con frecuencia se hace necesario en el trabajo experimental la preparación de disoluciones de ácidos o bases a partir de los productos comerciales. Esto hace absolutamente imprescindible el conocimiento y manejo de las diferentes expresiones de concentración.

Esta práctica constará de:

- Medida y cálculo de concentraciones.
- Indicadores.
- Preparación y valoración de HCl 0.1M.

MEDIDA Y CALCULO DE CONCENTRACIONES

Una probeta limpia de 250 ml se llena hasta el enrase de HCl comercial y se introduce en ella un aerómetro de Baumé (graduado de 0 a 70°Be). La lectura se realiza en el aerómetro mirando paralelamente a la superficie del líquido. Debe tenerse en cuenta que el aerómetro ha de estar bien centrado sin tocar las paredes de la probeta.

Tabla 1 Equivalencias entre grados Baumé y g/ml

°Bé	g/ml	Bé	g/ml	Bé	g/ml	Bé	g/ml	Bé	g/ml	Bé	g/ml	Bé	g/ml
0	0,9991	10	1,074	20	1,160	30	1,261	40	1,382	50	1,529	60	1,710
1	1,006	11	1,082	21	1,169	31	1,273	41	1,396	51	1,545	61	1,731
2	1,013	12	1,090	22	1,179	32	1,284	42	1,409	52	1,562	62	1,752
3	1,020	13	1,098	23	1,189	33	1,295	43	1,423	53	1,579	63	1,773
4	1,028	14	1,106	24	1,199	34	1,307	44	1,437	54	1,597	64	1,795
5	1,035	15	1,115	25	1,209	35	1,319	45	1,452	55	1,615	65	1,818
6	1,042	16	1,124	26	1,219	36	1,331	46	1,467	56	1,633	66	1,841
7	1,050	17	1,133	27	1,229	37	1,344	47	1,482	57	1,652		
8	1,058	18	1,142	28	1,240	38	1,356	48	1,497	58	1,671		
9	1,066	19	1,151	29	1,250	39	1,369	49	1,513	59	1,690		

Se repetirá la operación con los ácidos HNO₃, H₂SO₄ y CH₃-COOH, anotando todos los resultados. Se deberá realizar también la medida de la densidad del NH₄OH, utilizando para ello un densímetro (graduado de 0.9 a 1 gcm⁻³).

Es imprescindible lavar perfectamente la probeta para cambiar de reactivo y secar con un trapo limpio el aerómetro o el densímetro antes de volver a utilizarlo. Mientras no utilice el medidor guárdelo en su estuche.

Complete las tablas I, II y III del cuestionario. Recuerde que cuando se hable en términos de densidad hay una relación entre °Be y gcm⁻³.

Líquidos más densos que el agua $\delta = \frac{145}{145 - n}$

Líquidos menos densos que el agua $\delta = \frac{140}{130 + n}$

en donde δ es la densidad relativa de la disolución (gcm^{-3}) respecto al agua y n son los grados Beaumé a la misma temperatura. Utilice la tabla 1.

INDICADORES

Un indicador es un ácido o base débil, cuyas formas disociada y no disociada, tienen distinto color. Se trata por lo general de sustancias que sufren un cambio perceptible de color dentro de un pequeño intervalo de pH.

Tabla 2. Cambios de color de los indicadores

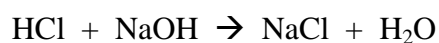
<i>Indicador</i>	<i>Color en medio ácido</i>	<i>Color en medio básico</i>	<i>Margen de pH del cambio de color</i>	<i>pK_a del indicador</i>
Azul de timol	rojo	amarillo	1,2 a 2,8	1,7
Anaranjado de metilo	rojo	amarillo	3,2 a 4,4	3,4
Azul de bromofenol	amarillo	azul	3,0 a 4,6	3,9
Verde de bromocresol	amarillo	azul	4,0 a 5,6	4,7
Rojo de metilo	rojo	amarillo	4,5 a 6,0	5,0
Azul de bromotimol	amarillo	azul	6,0 a 7,6	7,1
Azul de timol	amarillo	azul	8,0 a 9,6	8,9
Fenolftaleína	incolore	rosa	8,3 a 10,0	9,4
Alizarina	rojo	violeta	11,0 a 12,4	11,7

Experiencia

Ponga agua destilada en seis tubos de ensayo hasta la mitad de la altura, añada a tres de ellos 2 gotas de fenolftaleína y a los otros tres 2 gotas de anaranjado de metilo. Observe el color. Añada unas gotas de HCl 2M a uno de los tubos con fenolftaleína y también a uno de los tubos con anaranjado de metilo. A otros dos tubos añada unas gotas de NaOH 2M. Observe el color de cada indicador en medio básico y compare con el medio ácido y neutro.

PREPARACION Y VALORACION DE HCl 0.1M

La reacción entre un ácido y una base, para dar sal más agua, se denomina neutralización. La concentración de una disolución de HCl (preparada aproximadamente 0.1M) puede determinarse midiendo el volumen de una disolución valorada de NaOH necesario para que se efectúe la reacción:



En toda valoración es preciso distinguir entre:

- ☑ **Punto de equivalencia**, que es aquel en el cual se han mezclado las cantidades equivalentes del reactivo valorante y de la sustancia a valorar. En él se cumple:

$$V_p N_p = V_v N_v$$

sustancia a valorar reactivo valorante

- ☑ **Punto final de la valoración**, aquel en el que el indicador sufre un cambio de color perceptible por nuestros sentidos.

Lo ideal sería la coincidencia entre ambos puntos, por ello, la diferencia entre ambos corresponderá al error de valoración. La reacción utilizada para la valoración es adecuada si es cuantitativa, rápida, estequiométrica y pone de relieve fácilmente el punto de equivalencia. Todos los métodos volumétricos se basan en el uso de disoluciones valoradas (disoluciones patrón) y la concentración de las mismas se expresa en Molaridad.

Experiencia

Se toma con una pipeta graduada el volumen de HCl concentrado (comercial) necesario para preparar 100 ml de HCl 0.1M. Se lleva a un matraz aforado de 100 ml, se diluye con agua destilada agitando para homogeneizar la disolución y se enrasa finalmente hasta la señal del matraz aforado. Observe que de esta forma habrá preparado una disolución aproximadamente 0.1M en HCl.

Para la valoración de dicha disolución (es decir, para el cálculo de su concentración exacta) se utilizará como reactivo valorante una disolución de NaOH de molaridad conocida (pida la cantidad necesaria al profesor) y se operará del siguiente modo.

Llenar la bureta con la disolución de NaOH. Tomar 10 ml de la disolución de HCl y llevarlos a un Erlenmeyer lavando las paredes con agua destilada y diluir hasta un volumen aproximado de 50 ml. Añadir tres gotas de fenolftaleína y comenzar la valoración añadiendo lentamente NaOH desde la bureta. (NOTA: tomar la precaución de calcular teóricamente antes de iniciar la valoración, el volumen de NaOH que debe gastar la disolución problema de HCl supuestamente 0.1M). En las proximidades del punto de equivalencia se observará una mayor

persistencia del color rosa del indicador y se tomará como punto final de la valoración el viraje a tinte rosa.

Se verificará la lectura de la bureta y se realizarán los cálculos para hallar la molaridad exacta del HCl preparado. debe repetirse la valoración y los resultados deben ser concordantes, tomando el valor medio de los observados.

Es aconsejable que durante la valoración se laven cuidadosamente las paredes del Erlenmeyer para evitar pérdidas de la disolución patrón que finalmente aumentan el error cometido en la valoración.

Cuestiones

- 1.- Con ayuda de las tablas de equivalencia $^{\circ}\text{Be}$ -densidad %peso, para cada reactivo, complete los siguientes datos:

Tabla I

	HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄	NH ₄ OH	HAc
$^{\circ}\text{Beaumé}$					
$d \text{ (gcm}^{-3}\text{)}$					
$C(\text{gl}^{-1})$					

Tabla II

	HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄	NH ₄ OH	HAc
Normalidad N					
Molaridad M					
Molalidad m					

- 2.- Completar la siguiente tabla para un litro de disolución y las concentraciones indicadas en cada caso, a partir de los reactivos comerciales:

Tabla III

		0.1M	0.1N	12%
HCl	vol. react. vol. agua			
H ₂ SO ₄	vol. react. vol. agua			
HNO ₃	vol. react. vol. agua			
HAc	vol. react. vol. agua			
NH ₄ OH	vol. react. vol. agua			
NaOH	peso. react. peso agua			

- 3.- Explique el comportamiento de los indicadores. ¿El viraje se produce siempre a pH = 7? ¿Por qué?
- 4.- Construya una tabla indicando el color de los indicadores usados en medio ácido, básico y neutro.
- 5.- Detalle todos los cálculos realizados para la preparación de la disolución de HCl aproximadamente 0.1M.
- 6.- ¿Qué es una reacción de neutralización? Justifique el empleo de la fenolftaleína como indicador.
- 7.- Suponga que la disolución de NaOH utilizada se ha valorado a su vez con ácido oxálico (H₂C₂O₄) que es también patrón primario. ¿Qué volumen de NaOH 0.1M deberían gastar 0.75 g de ácido oxálico?

PRACTICA 5: OXIDACION-REDUCCION.

REACCIONES DE METALES CON ACIDOS

Se trata de observar el comportamiento de algunos metales frente a ácido clorhídrico (ácido no oxidante) y frente a ácido nítrico (ácido oxidante), variando su concentración y temperatura.

En todas las reacciones que ensayaremos el ataque al metal se produce con desprendimientos gaseoso. La observación de la velocidad de burbujeo y del color del gas que

se produce nos ayudarán a establecer conclusiones en relación con la ordenación cualitativa de los metales en la tabla de tensiones y por tanto de valores relativos de sus potenciales redox.

Tabla 3. Potenciales normales de electrodo a 25°C (Semirreacción de reducción)

<i>Agente oxidante /especie oxidada)</i>		<i>Agente reductor (especie reducida)</i>	<i>E° , V</i>	
F ₂	+ 2e ⁻ →	2F ⁻	+2,87	Más Oxidantes (SE REDUCEN)
S ₂ O ₈ ²⁻	+ 2e ⁻ →	2SO ₄ ²⁻	+2,05	
Au ⁺	+ e ⁻ →	Au	+1,69	
Pb ⁴⁺	+ 2e ⁻ →	Pb ²⁺	+1,67	
MnO ₄ ⁻ + 8H ⁺	+ 5e ⁻ →	Mn ²⁺ + 4H ₂ O	+1,51	
Cl ₂	+ 2e ⁻ →	2Cl ⁻	+1,36	
Cr ₂ O ₇ ²⁻ + 14H ⁺	+ 6e ⁻ →	2Cr ³⁺ + 7H ₂ O	+1,33	
O ₂ + 4H ⁺	+ 4e ⁻ →	2H ₂ O	+1,23 (+0,81 a pH = 7)	
Br ₂	+ 2e ⁻ →	2Br ⁻	+1,09	
Ag ⁺	+ e ⁻ →	Ag	+0,80	
Fe ³⁺	+ e ⁻ →	Fe ²⁺	+0,77	
I ₂	+ 2e ⁻ →	2I ⁻	+0,54	
O ₂ + 2H ₂ O	+ 4e ⁻ →	4OH ⁻	+0,40 (+0,81 a pH = 7)	
Cu ²⁺	+ 2e ⁻ →	Cu	+0,34	
AgCl	+ e ⁻ →	Ag + Cl ⁻	+0,22	
2H ⁺	+ 2e ⁻ →	H ₂	0 (por definición) (-0,42 a pH = 7)	
Fe ³⁺	+ 3e ⁻ →	Fe	-0,04	
O ₂ + H ₂ O	+ 2e ⁻ →	HO ₂ ⁻ + OH ⁻	-0,08	
Pb ²⁺	+ 2e ⁻ →	Pb	-0,13	
Sn ²⁺	+ 2e ⁻ →	Sn	-0,14	
Ni ²⁺	+ 2e ⁻ →	Ni	-0,25	
Fe ²⁺	+ 2e ⁻ →	Fe	-0,44	
Cr ³⁺	+ 3e ⁻ →	Cr	-0,74	
Zn ²⁺	+ 2e ⁻ →	Zn	-0,76	
2H ₂ O	+ 2e ⁻ →	H ₂ + 2OH ⁻	-0,83 (-0,42 a pH = 7)	
Cr ²⁺	+ 2e ⁻ →	Cr	-0,91	
Mn ²⁺	+ 2e ⁻ →	Mn	-1,18	
Al ³⁺	+ 3e ⁻ →	Al	-1,66	
Mg ²⁺	+ e ⁻ →	Mg	-2,36	
Na ⁺	+ e ⁻ →	Na	-2,71	
Ca ²⁺	+ e ⁻ →	Ca	-2,87	
K ⁺	+ e ⁻ →	K	-2,93	
Li ⁺	+ e ⁻ →	Li	-3,05	Mas Reductores (SE OXIDAN)

Los potenciales redox de algunos semisistemas dependen de la concentración de las especies reaccionantes y del pH del medio. Esta variación podemos observarla enfrentando los semisistemas de los halógenos a disoluciones de KMnO₄ a distintos pH.

Experiencia 1

Se ponen aproximadamente 5 ml de agua destilada en 6 tubos de ensayo y se añade a cada uno un trozo pequeño de uno de los metales siguientes: Na, Al, Cu, Fe, Zn, Sn y Pb. La observación de la reacción con Na se realizará con el Profesor.

Observar en cada caso si hay reacción, anotar el color de la disolución, el gas producido y la velocidad de burbujeo. tener en cuenta que la velocidad de ataque depende de la superficie que presente el fragmento metálico. Se decanta el agua de los tubos de ensayo utilizados anteriormente, cuidando de conservar la viruta metálica.

Se preparan 100 ml de HCl 0.5 M diluyendo debidamente el ácido comercial. Se añaden ahora unos 5 ml de este ácido diluido sobre los tubos de ensayo y se agitan. Anotar los resultados. Posteriormente se introducen los tubos de ensayo en un baño maría y se calientan, sin llegar a hervir, se observan y se anotan los resultados.

Se decanta el ácido de los tubos en los que la reacción no ha sido completa y se añaden 5 ml de HCl comercial, posteriormente se calientan como en el caso anterior llegando incluso a ebullición y anotando las observaciones.

OJO la siguiente experiencia se debe llevar a cabo en una campana. Se decanta de nuevo el ácido en los casos en los que la reacción no se ha completado y se añaden ahora 5 ml de HNO₃ comercial, anotándose los resultados.

Mediante estos tratamientos todos los metales se habrán atacado.

Experiencia 2

Colocar en tres tubos de ensayo un poco de NaCl sólido y añadir unos 5 ml de las siguientes disoluciones:

- disolución de MnO₄⁻/Mn²⁺, [MnO₄⁻]/[Mn²⁺]=1, pH = 0.
- ídem pH = 3
- ídem pH = 6

La observación se realizará colocando en la boca del tubo de ensayo un trozo de papel impregnado de disolución de yoduro de almidón. Si hay reacción, el papel adquiere una coloración violeta. Cuando no hay reacción a temperatura ambiente, calentar el tubo de ensayo al baño maría.

- Repetir las mismas reacciones con NaBr sólido.
- Repetir con NaI sólido, pero en este caso colocar un papel de filtro impregnado sólo con almidón.

Cuestiones

- 1.- Anote en la siguiente tabla todas sus observaciones (si se disuelve o no y la velocidad de reacción, lenta o rápida)

		Al	Cu	Fe	Zn	Sn	Pb	Na
Agua								
HCl diluido	frío							
	caliente							
HCl concn.	frío							
	caliente							
HNO ₃ conc.	frío							

- 2.- En todas las reacciones el metal se oxida para pasar a la forma iónica. ¿Quién es el oxidante en cada caso? Escribir y ajustar las reacciones.
- 3.- Ordene, de acuerdo con los resultados obtenidos, todos los semisistemas utilizados según su potencial redox.
- 4.- Algunos de los metales situados por encima del hidrógeno en la serie de tensiones no se disuelven en agua. ¿Por qué?.
- 5.- ¿Por qué los metales que están por debajo del hidrógeno se disuelven en HNO₃ y no en HCl ni en H₂SO₄ diluidos?.
- 6.- ¿Cómo varía el poder oxidante de un ácido con su concentración? ¿Por qué?.
- 7.- Completar con los datos experimentales la siguiente tabla indicando si ha habido o

no reacción:
$$\frac{[MnO_4^-]}{[Mn^{2+}]} = 1$$

pH	NaCl	NaBr	NaI
0			
3			
6			

- 8.- Escribir y ajustar las reacciones que tienen lugar.
- 9.- Calcular teóricamente los potenciales para las disoluciones de KMnO_4 a diferentes pH. Comparar con los potenciales de los semisistemas de los halógenos para saber si debe producirse reacción. Discutir los resultados a la vista de las experiencias realizadas.

PRACTICA 6: VALORACIONES REDOX.

Instrucciones

Este tipo de reacciones no son más que un caso particular de las valoraciones vistas en la práctica 4, por lo tanto, siguen siendo válidos todos los requisitos y propiedades que las caracteriza. Nos encontramos, no obstante, ante una valoración un poco singular pues no precisa el uso de indicadores para poder observar su punto final.

Una práctica frecuente es la valoración de una disolución de permanganato potásico utilizando una disolución patrón de oxalato sódico (o potásico). La reacción terminará cuando exactamente se hayan consumido igual número de equivalentes de permanganato que los utilizados de oxalato.

Experiencia

En un vaso de precipitados de 100 ml se echan 10 ml de disolución de oxalato sódico ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 0.05 M y otros 10 ml de H_2SO_4 1 M. Se añaden unos 10 ml de agua destilada y se calienta la disolución hasta 70°C aproximadamente (salida de los primeros vapores de agua). Se retira entonces el vaso de precipitados del fuego. Previamente se habrá llenado la bureta con la disolución de permanganato potásico que queremos valorar.

Se deja gotear la disolución de permanganato potásico sobre el vaso que contiene la disolución de oxalato, agitando simultáneamente. Se debe esperar unos segundos hasta la desaparición del color rosado para continuar el goteo. Se repite la operación de agitación y goteo hasta la persistencia del color rosado. Las últimas adiciones se deben hacer gota a gota.

El punto final se podrá observar cuando la disolución ya no pierda el color rosado adquirido tras la adición de una gota de KMnO_4 .

Repita la valoración dos o más veces hasta obtener resultados concordantes.

Cuestiones

- 1.- Escriba las reacciones que se verifican. ¿A qué tipo pertenecen? ¿Qué semisistemas intervienen? ¿Cuál es el oxidante y cuál el reductor? ¿Por qué?. Ordene estos semisistemas en una tabla de tensiones.
- 2.- ¿Qué misión tiene la adición de H_2SO_4 ? ¿Qué pasaría si no lo añadiéramos? Razone todas sus respuestas.
- 3.- Número de equivalentes de oxalato gastados.
- 4.- Volumen de disolución de permanganato potásico gastado en la valoración.
- 5.- Molaridad de la disolución de permanganato.
- 6.- ¿Cuántos ml de permanganato habríamos gastado si la molaridad de la disolución de oxalato hubiera sido la mitad?
- 7.- ¿Qué molaridad tendría la disolución de permanganato si hubiéramos gastado 20 ml de disolución en la valoración?

PRACTICA 7: COMPORTAMIENTO QUIMICO DE ANIONES.

Instrucciones

El objetivo de esta práctica es comprobar cómo el diferente comportamiento químico de algunos aniones inorgánicos permite su identificación. Utilizaremos para ello el procedimiento más generalizado para el reconocimiento de aniones que se basa en la distinta solubilidad de sus sales de plata y bario. Este distinto comportamiento permite clasificar los aniones en tres grupos. Dentro de cada grupo se reconoce cada uno por ensayos especiales posteriores.

Los grupos son:

Grupo I

Incluye los aniones que precipitan con Ba^{2+} o con una mezcla de Ba^{2+} y Ca^{2+} en medio neutro o amoniacal. Incluye los iones: sulfato SO_4^{2-} , carbonato CO_3^{2-} , sulfito SO_3^{2-} ,

tiosulfato $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, silicato SiO_4^{4-} , cromato CrO_4^{2-} , fosfato PO_4^{3-} , arseniato AsO_4^{3-} , borato BO_2^- , fluoruro F^- , oxalato $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ y tartrato $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$.

Grupo II

Incluye aquellos aniones que precipitan con Ag^+ en disolución nítrica. Son los iones: cloruro Cl^- , ferrocianuro $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ y ferricianuro $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$.

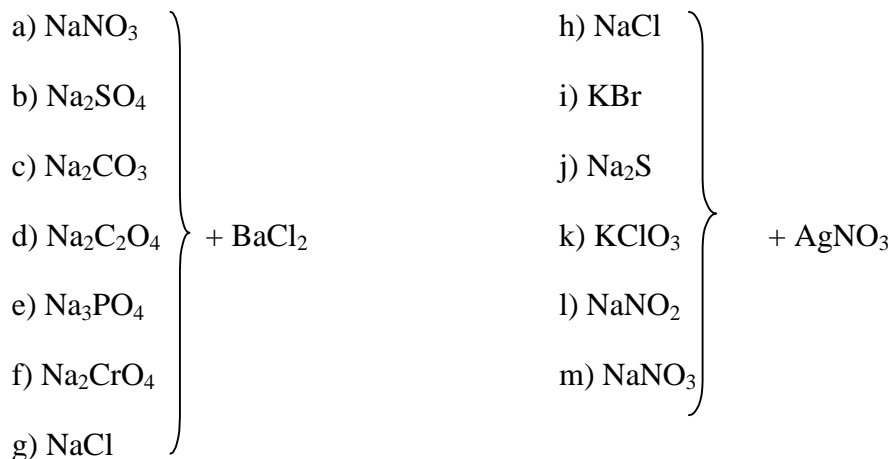
Grupo III

Incluye aquéllos aniones que no precipitan con BaCl_2 , CaCl_2 o AgNO_3 . Estos son los iones: nitrato NO_3^- , nitrito NO_2^- , clorato ClO_3^- y acetato $\text{CH}_3\text{-COO}^-$.

Experiencia 1

NOTA: Leer atentamente las cuestiones de la práctica antes de comenzar el desarrollo práctico.

Los ensayos que se indican a continuación se realizarán en tubo de ensayo, añadiendo en cada caso 4 gotas del reactivo que figura en segundo lugar sobre 1 ml de la disolución de la sustancia que figura en primer lugar.



En los ensayos h-m añadir una gota de ácido nítrico diluido.

Experiencia 2

1.- Lave tres tubos de ensayo con agua destilada y coloque separadamente en cada uno 1 ml de disolución de NaCl , KBr y KI respectivamente. Añada a cada tubo 1 ml de disolución de AgNO_3 y anote los resultados.

- 2.- Caliente los precipitados formados.
- 3.- Deje enfriar los precipitados en la gradilla y una vez fríos, trátelos con 1 ml de disolución de NH_4OH . Anote los resultados.

Experiencia 3

- 1.- En un tubo de ensayo mezcle 1 ml de disolución de Na_2SO_4 con otro de disolución de KI. Añada 1 ml de disolución de BaCl_2 . Anote los resultados.
- 2.- Decante el precipitado formado y añada una gota de HNO_3 y 1 ml de disolución de AgNO_3 al líquido que sobrenada.
- 3.- Utilizando un nuevo filtro, separe este segundo precipitado de su líquido sobrenadante y recoja éste en un tubo de ensayo. Lave el precipitado (sobre el mismo filtro) con 3 ml de disolución de NH_4OH , recogiendo sobre otro tubo de ensayo la disolución amoniacal que fluye.
- 4.- Añada al líquido sobrenadante de la filtración 1 ml de disolución de AgNO_3 y después de un par de minutos, 3 ml de disolución de NH_4OH .

Anote las observaciones.

Cuestiones

- 1.- Formule la reacción que ha tenido lugar en cada ensayo del primer apartado indicando:
 - a) Si hay precipitación, diga cuál es su coloración e identifique la sustancia que precipita. Si no hay precipitación indique a qué se debe.
 - b) Clasifique los aniones ensayados indicando a que grupo pertenecen.
- 2.-
 - a) Formule las reacciones que han tenido lugar en los ensayos del segundo apartado.
 - b) ¿Se disuelven los precipitados al calentarlos?
 - c) Formule las reacciones que justifiquen las observaciones después de añadir NH_4OH .
- 3.-
 - a) ¿Qué reacciones justifican los resultados de los ensayos de la experiencia 3-1? ¿De qué color y que sustancia es el precipitado? ¿Qué sustancias quedan en disolución antes de añadir AgNO_3 ?

- b) Formule la reacción que tiene lugar en el ensayo 3-2 indicando color y composición del nuevo precipitado.
- c) ¿Qué le ocurre al precipitado al lavarlo con NH_4OH ? ¿Por qué?
- d) Justifique todas las observaciones del apartado 3-4 y formule las reacciones.

PRACTICA 8: SEPARACION ANALITICA DE CATIONES.

Introducción

La Química Analítica es una ciencia cuya principal finalidad es la determinación de la composición química de una muestra. La Química Analítica se divide en cualitativa y cuantitativa. La primera tiene por objeto el reconocimiento o identificación de los elementos o de los grupos químicos presente en una muestra. La segunda, la determinación de las cantidades de los mismos. En nuestra experiencia trataremos simplemente el aspecto cualitativo.

Con esta experiencia vamos a intentar determinar los cationes que contiene una disolución problema.

Se ha comprobado experimentalmente que ciertos iones se comportan de un modo similar cuando se tratan con un reactivo determinado. Por ejemplo, si a una disolución acuosa, que contiene todos los cationes metálicos más corrientes, se le añade ácido clorhídrico, se produce un precipitado formado por los cloruros de Pb(II) , Ag(I) y Hg(I) , lo que permite separar estos elementos de los demás presentes en la disolución. A este tipo de reactivos se les denomina reactivos selectivos y a los cationes que se pueden separar con cada uno de estos reactivos se les reúne en un grupo. Esto ha permitido clasificar a los cationes más corrientes en cinco grupos.

Grupo I

Cationes que precipitan con HCl : Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} .

Grupo II

Cationes que precipitan con H_2S , en medio ácido: Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , Bi^{3+} , As^{3+} , Sn^{2+} .

Grupo III

Cationes que precipitan en medio $\text{NH}_4\text{Cl}/\text{NH}_4\text{OH}$. Este grupo se divide en dos:

Grupo 3(A): Cationes que precipitan con NH_4OH : Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} .

Grupo 3(B): Cationes que precipitan con H_2S : Co^{2+} , Ni^{2+} , Mn^{2+} , Sn^{2+} .

Grupo IV

Cationes que precipitan con CO_3^{2-} o SO_4^{2-} : Ba^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} .

Grupo V

Cationes que se reconocen con reactivos específicos.

Experiencia

En esta primera parte se reconocerán los cationes Ag^+ , Pb^{2+} , Fe^{3+} y Cr^{3+} según la marcha analítica que a continuación se expone.

Se toman 4 ml de la disolución que contiene dichos cationes y se añaden 2 gotas de HCl 2 M y se agita. Si se forma precipitado se adicionan 10 gotas más de HCl 2 M. Se agita, se calienta suavemente, se deja enfriar por completo y se filtra.

El líquido filtrado contendrá los cationes Fe^{3+} y Cr^{3+} . Se le etiqueta como "Grupo III", ya que ambos cationes pertenecen a este grupo y se guarda para posterior investigación. Para comprobar si la precipitación fue completa se pueden adicionar unas gotas más de HCl 2 M al líquido del filtrado. El precipitado que contiene los cloruros de plata y plomo se lava con 1 ml de agua fría a la que se han añadido dos gotas de HCl 2 M (las aguas de lavado se desprecian).

Se calientan a ebullición 2 ml de agua destilada y se añaden en caliente al precipitado. El filtrado se calienta de nuevo y se repite la operación. En la disolución tendremos Pb^{2+} y en el precipitado AgCl .

La disolución la dividimos en dos partes; en una añadimos dos gotas de ácido acético y dos de cromato potásico, la existencia de un precipitado amarillo nos indica la presencia de

plomo. En la otra parte añadimos 4 gotas de KI, un precipitado amarillo que se disuelve al hervir y precipita al enfriar nos indica la presencia de plomo.

Al precipitado que contiene AgCl, sin quitarle del filtro, le añadimos 2 ml de NH_4OH 2 M, pasando el filtrado dos o tres veces. El filtrado se divide en dos partes, a una de ellas se le añaden gotas de HNO_3 , se forma un precipitado blanco que indica plata. A la otra parte se le añade KI, se formará un precipitado amarillo que indica plata.

Con esto tenemos identificados plata y plomo; ahora seguiremos trabajando con la disolución que dejamos guardada para investigar hierro y cromo.

Se añaden a la disolución dos gotas de HNO_3 concentrado y se hierve a ebullición, se añaden a continuación 0.5 g de NH_4Cl , se calienta y se añade NH_4OH gota a gota hasta total precipitación. Se filtra y en el precipitado estarán Fe^{3+} y Cr^{3+} en forma de hidróxidos.

En un tubo de ensayo ponemos 4 gotas de ferrocianuro potásico, doce de HCl 2 M y un poco del precipitado anterior. Un precipitado azul intenso, indica hierro. En otro tubo de ensayo ponemos cuatro gotas de sulfocianuro potásico, doce de HCl 2 M y un poco del precipitado de hidróxidos. Un color rojo oscuro indica la presencia de hierro.

El precipitado obtenido al añadir NH_4OH se pasa con una espátula a un tubo de ensayo y se trata con una disolución de NaOH (obtenida *in situ*, disolviendo una lenteja de NaOH en 1 ml de agua) y 4 ml de H_2O_2 . Se agita y se calienta suavemente al principio y después a ebullición hasta que cese la efervescencia, se diluye con unas gotas de agua y se filtra. En el precipitado quedará $\text{Fe}(\text{OH})_3$ y en la disolución estará el cromo en estado de cromato (CrO_4^{2-}).

Se prepara una disolución con 0.5 ml de H_2SO_4 diluido, 3 gotas de H_2O_2 y 10 gotas de éter etílico. A esta disolución se añaden unas gotas de la que contiene cromato. Coloración azul o violeta, extraíble por el éter, confirma la existencia de cromo.

En la segunda parte de la práctica se intentará identificar los cationes contenidos en una muestra problema, siguiendo la marcha analítica anteriormente expuesta.

Cuestiones

- 1.- ¿Qué ocurre cuando el precipitado que contiene los cloruros de Ag^+ y Pb^{2+} , se trata con agua a ebullición? ¿Por qué?.
- 2.- Escribir los compuestos que se forman en las dos reacciones de identificación del plomo.
- 3.- ¿Qué reacciones tienen lugar en la identificación de la plata?
- 4.- ¿Por qué ha pasado el Cr^{3+} a CrO_4^{2-} ? Escribir la reacción que tiene lugar.
- 5.- Los cationes encontrados en la muestra problema N° son:

PRACTICA 9: COMPORTAMIENTO DE GRUPOS FUNCIONALES.

Como es sabido, la presencia de un grupo funcional en una molécula orgánica proporciona un comportamiento químico que procede de la naturaleza y características de los enlaces presentes en el grupo funcional. Por tanto, el análisis funcional no permite establecer la composición de la molécula orgánica, pero garantiza la presencia o ausencia de los diversos grupos funcionales en moléculas orgánicas.

En esta práctica se pretende dar una orientación del comportamiento de algunos grupos funcionales más comunes.

I) ENSAYO DE ACIDEZ

En general, la acidez se determina midiendo el pH de una disolución acuosa, pero debido a que los compuestos orgánicos son débilmente ácidos, un ensayo más seguro consiste en disolver en agua una pequeña cantidad de problema y añadirle una disolución saturada de NaHCO_3 o KHCO_3 , observando si hay desprendimiento de CO_2 . En caso positivo el compuesto es ácido.

II) ENSAYO DE FENOLES

Se va a realizar un ensayo de coloración con FeCl_3 acuoso. Para ello, en un tubo de ensayo se pone una cantidad muy pequeña de una sustancia problema líquida o de una disolución de un problema sólido (5 mg) en dos gotas de etanol. A continuación se añade 1 ml de una disolución diluida de FeCl_3 . Agitar la mezcla. La mayor parte de los fenoles dan

disoluciones vivamente coloreadas (azul, verde, violeta, etc.). Si el color es amarillo débil, el mismo que el de FeCl_3 , la reacción es considerada negativa.

III) ENSAYO DE ALDEHIDOS Y CETONAS

La experiencia se lleva a cabo con el reactivo de Brady (disolución alcohólica de sulfato de 2,4-dinitrofenil-hidracina). En un tubo de ensayo se toman unas gotas de problema, o unos mg si éste fuese sólido, disuelto en la misma cantidad de etanol. A continuación se agregan 3 ml de reactivo. Si no se produjese reacción inmediatamente, se hierve durante 2 o 3 minutos, se deja enfriar y se rasca el tubo hasta conseguir la precipitación del producto. Caso de no conseguir un precipitado de 2,4-dinitrofenilhidrazona se deja el tubo en reposo durante 30 minutos.

La mayoría de los aldehidos y muchas cetonas dan precipitados naranjas o rojos al cabo de 10 minutos a temperatura ambiente. Aldehidos menos reactivos y la mayoría de las cetonas reaccionan tras calentamiento; con frecuencia el derivado permanece disuelto, pero cristaliza tras el enfriamiento y frotación.

IV) ENSAYO DE DIFERENCIACION DE ALDEHIDOS Y CETONAS

Se va a realizar un ensayo con el reactivo TOLLENS. Este ensayo está basado en el carácter reductor de los aldehídos. El reactivo TOLLENS es una disolución amoniacal de AgOH que se prepara en el momento de su utilización. Para ello, se mezclan 2 ml de AgNO_3 acuoso al 5% con una gota de sosa y se añade amoníaco al 2% hasta que se disuelva el precipitado pardo oscuro de óxido de plata inicialmente formado, interesa no agregar exceso de amoníaco. A continuación se añaden 5 mg de problema sólido o la menor cantidad posible de problema líquido y se agita. Si no hay reacción se calienta a $50-60^\circ\text{C}$ sin que llegue a hervir en un baño de agua. Si hay aldehído aparecerá un espejo de plata en el fondo del tubo de ensayo. Las cetonas no dan esta reacción, excepto algunas que tienen carácter reductor. Exceso de calentamiento, amoníaco o de problema y suciedad en el tubo de ensayo, originan malos resultados.

Terminado el ensayo, arrastrar la mezcla reaccionante con agua, ya que con el tiempo o al secarse, se pueden formar explosivos. El espejo de plata puede eliminarse con ácido nítrico caliente.

V) ENSAYO DE ALCOHOLES

En general los ensayos de alcoholes están basados en la reactividad del hidrógeno hidroxílico del alcohol. Es importante anotar que tanto si el problema es líquido o sólido, ha de estar bien seco para que no interfiera con el agua. Se van a realizar dos ensayos para el reconocimiento de alcoholes.

A) Ensayo del cloruro de acetilo.

Este ensayo es particularmente útil para confirmar alcoholes alifáticos inferiores. En un tubo de ensayo se ponen 3 gotas de cloruro de acetilo bien seco. Se deja que se disipen los humos resultantes de la reacción entre el cloruro de acetilo con la humedad atmosférica y se añaden, una a una, 3 gotas del sospechado alcohol.

Una indicación positiva viene dada por:

- 1.- Reacción vigorosa, la mezcla hierve espontáneamente.
- 2.- Calor de reacción, la mezcla se templata o se calienta (se toca el fondo del tubo con el dorso de la mano).
- 3.- Desprendimiento de HCl gaseoso, que se detecta manteniendo cerca de la boca del tubo una varilla humedecida con amoníaco concentrado, con lo que resultarán densos humos blancos de cloruro amónico.

B) Ensayo del Reactivo de Lucas.

Este reactivo consiste en una disolución de $ZnCl_2$ en HCl concentrado, por lo que este ensayo sólo puede aplicarse a los alcoholes solubles en el reactivo (los seis primeros términos de la serie homóloga) y los polialcoholes.

En un tubo de ensayo se pone 1 ml del problema y a continuación se añaden 10 ml de reactivo de Lucas a 26°C, se tapa el tubo, se agita y luego se deja en reposo, observándose el tiempo que tarda en formarse el derivado halogenado que se separa bajo la forma de emulsión o de capa aceitosa. Este ensayo lo dan muy bien los alcoholes terciarios, pudiendo observarse en muchos casos la formación del derivado halogenado simultáneamente con la adición de la sustancia. los alcoholes secundarios tardan unos 5 minutos y los primarios reaccionan peor.

Cuestiones

- 1.- ¿Por qué se produce desprendimiento de CO₂ al añadir el NaHCO₃?
- 2.- ¿Qué reacción tiene lugar al añadir el reactivo Brady a un aldehído o cetona?
- 3.- ¿Por qué los aldehídos reaccionan con el reactivo Tollens y las cetonas no?
- 4.- ¿Qué reacción tiene lugar entre un alcohol y el cloruro de acetilo?
- 5.- Escribir la reacción que tiene lugar cuando se añade el reactivo Lucas a un alcohol.