

# Prácticas de Química Básica

# ÍNDICE

	<b>Página</b>
NORMAS GENERALES	<i>i</i>
EQUIPO INDIVIDUAL	<i>ii</i>
MATERIAL COMPLEMENTARIO	<i>iii</i>
TÉCNICAS DE QUÍMICA EXPERIMENTAL	<i>iv</i>
1 Preparación de disoluciones y filtración de precipitados	1
2 Purificación de sustancias	2
3 Reacciones ácido–base	4
4 Reacciones rédox	8
5 Valoraciones redox	11
6 Síntesis de la aspirina	12

## NORMAS GENERALES

### antes de empezar

- *Antes de empezar la primera práctica*, el profesor comprobará que el alumno ha leído estas normas, aprendido el nombre del material de laboratorio, estudiado el capítulo *Técnicas de química experimental* y contestado a las preguntas que ahí se formulan sobre seguridad.
- *Antes de empezar cada práctica*, el profesor comprobará que el alumno ha leído el guión correspondiente, repasado los conceptos teóricos que en ella se estudian y contestado a todas las cuestiones previas.
- *Al empezar cada práctica*, el profesor encargado hará las indicaciones convenientes para el buen desarrollo de la misma y esquematizará, si fuera necesario, algunos conceptos generales importantes.

### durante las sesiones

- Las prácticas son *individuales*, salvo cuando se indique lo contrario.
- Sea *puntual* y *no se ausente* nunca sin permiso del profesor.
- Deberá elaborar un *cuaderno de prácticas* que el profesor podrá solicitar en cualquier momento para su evaluación.
- Cada alumno es *responsable* de las consecuencias derivadas del incumplimiento de las *normas de seguridad* contenidas en este guión.
- Cada alumno tendrá asignada una mesa y taquilla con el *equipo individual*. En algunas prácticas se le entregará *material complementario*.
- Trabaje *siempre* en su mesa, salvo si debe usar campana de gases.
- Mantenga *limpia* su mesa de trabajo en todo momento.
- Los reactivos están en las mesas, balanzas o campanas de gases y no deben nunca moverse a otra mesa, balanza o campana.

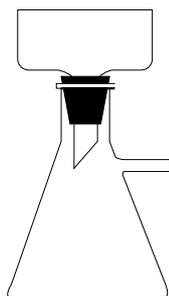
### al acabar

- *Limpie* perfectamente la mesa y todo el material.
- *Guarde* el equipo individual en la taquilla y el material complementario donde lo cogió (nunca dentro de la taquilla).
- *Avise* al profesor antes de abandonar el laboratorio.

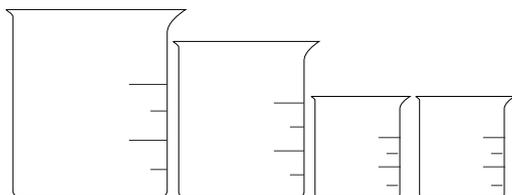
### evaluación

- Al finalizar las sesiones programadas, todos los alumnos recibirán una evaluación global del curso práctico cuya no superación supondrá una calificación de *suspenso* en dicho curso.
- Se evaluarán *el cumplimiento de obligaciones* (asistencia, puntualidad...), *el trabajo experimental* (resultados obtenidos en las síntesis y análisis, uso correcto del material, limpieza, cumplimiento de las normas de seguridad...), *el cuaderno de prácticas* (claridad y exactitud de las anotaciones y observaciones, corrección en la interpretación de resultados...) y *las respuestas a las cuestiones*.

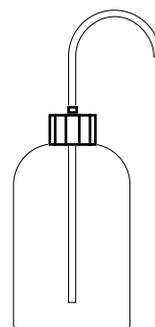
## EQUIPO INDIVIDUAL



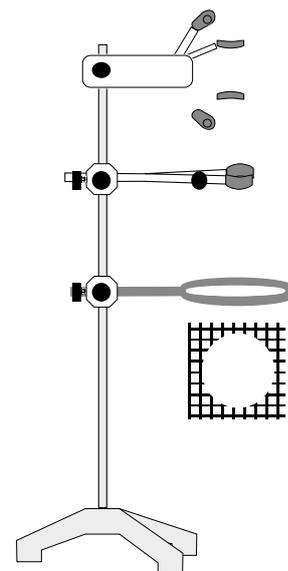
1 Matraz kitasato de 250 ml  
1 Embudo Buchner  
1 Arandela cónica de goma para kitasato



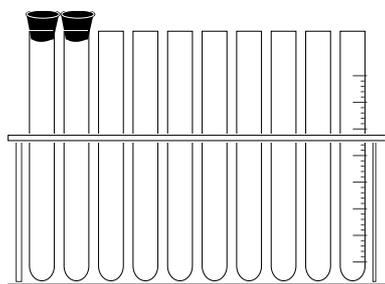
1 Vaso de precipitados de 500 ml  
1 Vaso de precipitados de 250 ml  
2 Vasos de precipitados de 100 ml



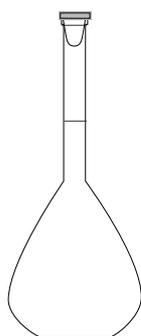
1 Frasco lavador de 500 ml



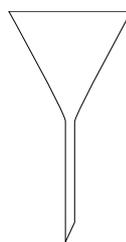
1 Trípode  
2 Pinzas metálicas con nuez  
1 Aro con nuez o 1 trípode  
1 Pinza para buretas  
1 Rejilla metálica



1 Gradilla para tubos de ensayo  
9 Tubos de ensayo  
1 Tubo de ensayo graduado  
2 Tapones para tubo de ensayo



1 Matraz aforado de 100 ml con tapón



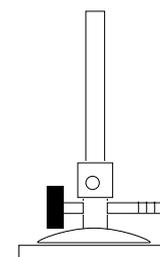
1 Embudo cónico



1 Pipeta Pasteur con tetina



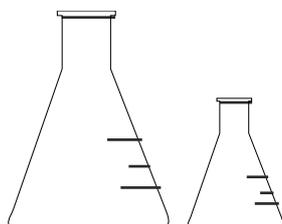
1 Pipeta Graduada de 10 ml con émbolo



1 Mechero Bunsen



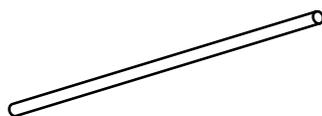
1 Vidrio de reloj



1 Erlenmeyer de 250 ml  
1 Erlenmeyer de 100 ml



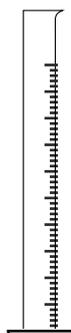
1 Pinza de madera para tubo de ensayo



1 Varilla de vidrio maciza



1 Cápsula de porcelana



1 Probeta de 50 ml

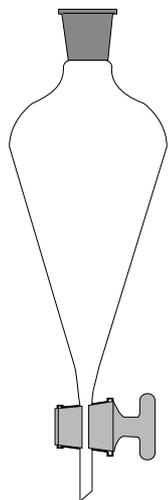
### ÚTILES A TRAER POR EL ALUMNO/A

- Bata
- Guantes
- Gafas de seguridad
- Trapo y bayeta de limpieza
- Espátula
- Cuaderno de laboratorio
- Cerillas o mechero (recomendado)
- Tijeras (recomendado)

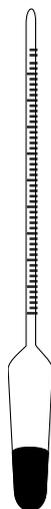
## MATERIAL COMPLEMENTARIO



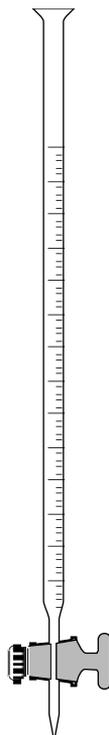
Papel de filtro



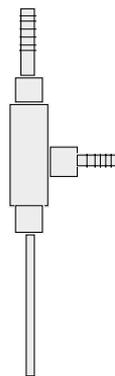
Embudo de decantación



Densímetro-aerómetro



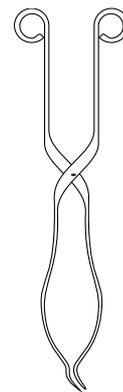
Bureta



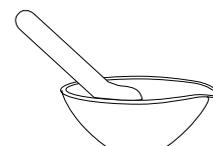
Trompa de agua



Tapones



Pinza de crisol



Mortero

### A. seguridad

El laboratorio de química no es realmente un lugar peligroso, pero requiere una razonable prudencia y unos conocimientos básicos por parte del experimentador para mantener su seguridad. ***Por ello, es obligatorio el conocimiento de las normas de Seguridad en los Laboratorios de Prácticas que rigen en la Universidad de Alcalá.*** Al final de estas líneas se recogen unas cuestiones previas sobre Seguridad e Higiene en el Laboratorio que deberán ser contestadas para poder acceder al curso práctico.

Los consejos más importantes para estas prácticas se resumen a continuación:

- 1 Lea atentamente el guión de cada práctica antes de realizarla. No olvide leer siempre la etiqueta de cualquier reactivo antes de usarlo. Compruebe que se trata realmente del reactivo indicado y observe los símbolos y frases de seguridad que señalan los riesgos más importantes derivados de su uso y las precauciones que hay que adoptar para su utilización.
- 2 Protéjase los ojos. ***Es obligatorio el uso permanente de gafas de seguridad en el Laboratorio.*** En caso de daño en el ojo, lávelo inmediatamente con grandes cantidades de agua, y continúe así, por lo menos, durante 10 minutos. Acuda inmediatamente al médico.
- 3 ***Es obligatorio el uso de bata en el laboratorio.*** Es recomendable usar guantes, sobre todo cuando se utilizan disoluciones corrosivas como ácidos y bases fuertes.
- 4 Siga cuidadosamente todos los consejos, y, en particular, tenga cuidado de no crear peligro a su vecino. Por ejemplo, cuando caliente un tubo de ensayo no apunte con la boca hacia nadie y agítelo constantemente.
- 5 La mayoría de accidentes en nuestro laboratorio son cortes y quemaduras. No fuerce nunca los tubos de vidrio. Deje el vidrio caliente apartado encima de una plancha o similar hasta que haya tenido tiempo suficiente de enfriarse. No use nunca un equipo de vidrio que esté agrietado o roto. ***Deposite el vidrio roto en un contenedor para vidrio, no en una papelera.***
- 6 Muchos de los productos con los que va a trabajar, son venenosos en algún grado. Es obvio que no debe nunca saborear un producto. Trabaje en una campana de gases siempre que así esté indicado. Un posible peligro de envenenamiento, frecuentemente olvidado, es la contaminación a través de la piel. Lávese las manos a menudo y siempre inmediatamente después de exponerse a un reactivo peligroso y antes de dejar el laboratorio.

- 7 Cierre siempre el mechero Bunsen cuando no lo utilice, mediante la llave incorporada en el mechero y la de salida de la mesa. No acerque ningún producto químico a la llama del mechero. Especialmente, aleje las botellas de reactivos de lugares donde les puede incidir el calor de la llama.
  - 8 No deben transportarse innecesariamente los reactivos de un sitio a otro del laboratorio. Si tuviese que transportarlos, tenga cuidado con las botellas que deben ser siempre transportadas cogiéndolas por el fondo nunca por la boca. No desordene los reactivos.
  - 9 Recuerde que el orden es muy importante para evitar accidentes. Trabaje sin prisas, pensando en cada momento lo que está haciendo y con el material y reactivos ordenados. Mantenga las mesas y campanas de gases siempre limpias. ***Recoja inmediatamente cualquier derrame que se produzca.***
  - 10 No elimine residuos peligrosos por la piletta ni los deposite en la basura. Hágalo siempre en los recipientes preparados para ello.
  - 11 Recuerde que está expresamente prohibido:
    - Hacer experimentos no autorizados sin consultar primero a su profesor.
    - Fumar, comer o beber en el laboratorio.
    - La entrada en el laboratorio de prácticas de personas ajenas a éstas.Un comportamiento irresponsable podrá acarrear la inmediata expulsión del laboratorio como primera medida.
  - 12 Avise inmediatamente de cualquier accidente a su profesor.
- Aprender a trabajar con orden y seguridad es un aspecto más de las prácticas, por lo que se tendrá en cuenta a la hora de valorar los resultados del aprendizaje.

## **B. cuaderno de laboratorio**

Los investigadores consideran el cuaderno de laboratorio como una de sus más valiosas posesiones. El cuaderno de laboratorio resume el trabajo que han hecho y los resultados obtenidos. Nuestro deseo es enseñarle a llevar un cuaderno de laboratorio que le sirva de experiencia para un futuro y como forma de aprovechar mejor su trabajo. He aquí algunos consejos sobre cómo llevarlo:

- 1 El cuaderno de laboratorio sirve para tomar nota *inmediata* de todas las observaciones experimentales, de forma *breve* pero *concisa* y *clara*. *No deben* emplearse hojas sueltas que puedan perderse, sino un cuaderno. Las anotaciones se deben hacer directamente en el cuaderno, no en sucio para pasarlas luego a limpio. No se deben omitir ni los datos cuantitativos ni los cualitativos.
- 2 Al comienzo de cada reacción, apunte las cantidades usadas de cada reactivo (masa o volumen), su equivalencia en moles y, en su caso, las

- densidades y concentraciones. Anote también todos los cálculos realizados.
- 3 Esquematice los procesos químicos que llevan a la preparación de la sustancia final.
  - 4 Anote las características de todo el material utilizado en el transcurso de la práctica, y dibuje el material especial utilizado (montajes, etc.).
  - 5 Escriba su versión del procedimiento operativo, señalando todas aquellas observaciones que hayan merecido su interés. Intente interpretar todas sus observaciones (no apunte sólo “aparece un precipitado amarillo” sino que añada “presumiblemente de  $\text{BaCrO}_4$ ”) indicando si sus interpretaciones son de origen teórico (“las sales alcalinotérreas con anión como  $\text{CrO}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ , son insolubles”) o práctico (“he mezclado disoluciones de  $\text{BaCl}_2$  y  $\text{NaCrO}_4$  y me ha aparecido un precipitado amarillo que sólo puede ser debido al  $\text{BaCrO}_4$  ya que el  $\text{NaCl}$  es blanco y soluble”), etc...
  - 6 Apunte siempre el color, rendimiento y otras características de los productos sintetizados.
  - 7 Escriba las contestaciones a las cuestiones planteadas en el guión, tanto las previas como las posteriores a la práctica. Tome también nota de las explicaciones dadas por el profesor y, sobre todo, de aquellas advertencias relacionadas con la seguridad.

### **C. operaciones básicas**

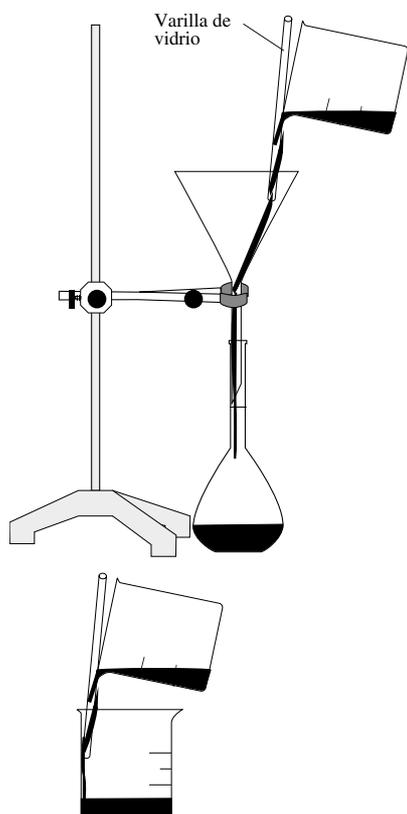
**Toma de reactivos.** Al tomar un reactivo sólido o líquido de un frasco debe evitarse su contaminación teniendo en cuenta las siguientes normas:

- 1 La parte interna del cierre de los frascos de los reactivos nunca se pone en contacto con la mesa u otras fuentes de contaminación.
- 2 Un reactivo cristalino o en polvo se saca del frasco por medio de una espátula limpia y seca.
- 3 Después de sacada del frasco, no se debe devolver ninguna porción de una muestra de reactivo.
- 4 Antes de sacar un reactivo del frasco, leer la etiqueta cuidadosamente, asegurándose de que se trata del reactivo necesario para la experiencia.

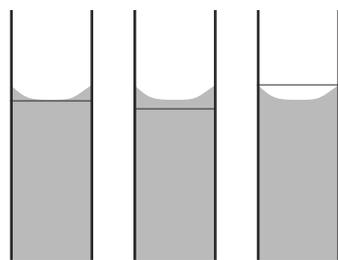
**Transferencia de sólidos.** Las cantidades pequeñas de un reactivo sólido granulado o en polvo se transfieren desde un frasco a un recipiente con una espátula limpia y seca.

Para introducir un sólido en un recipiente de boca estrecha se puede utilizar un embudo limpio y seco. Si el sólido se va a disolver, se puede pasar el disolvente a través del embudo en pequeñas fracciones para arrastrar todo el sólido.

**Pesadas.** Para pesar sustancias, utilizaremos balanzas digitales de 0,1 g de precisión. Al realizar una pesada, tenga en cuenta:



**Figura 1**



Enrase correcto    Enrases incorrectos

**Figura 2**

- 1 No pese nunca directamente sobre el platillo, sino sobre un vidrio de reloj o sobre algún recipiente de vidrio limpio y seco. **No pese nunca directamente sobre un papel.**
- 2 Si ha adicionado más producto del necesario, no lo quite encima de la balanza pues puede dañarla. Saque el vidrio de la balanza, retire un poco de producto y vuelva a pesar. Si todavía hay producto en exceso vuelva a sacar el vidrio de la balanza y retire más. Finalmente, si falta producto, adiciónelo con cuidado con el vidrio sobre la balanza.
- 3 Antes de realizar una pesada, compruebe el cero de la balanza. Compruebe igualmente que ésta está nivelada.
- 4 Después de usar la balanza, déjela completamente limpia.

**Trasvase 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 en forma que el líquido fluya por la varilla y se recoja en el otro recipiente. Si el recipiente tiene una boca pequeña, se debe utilizar un embudo de vidrio seco y limpio en el que caiga el líquido procedente de la varilla (figura 1).

### **Medición de líquidos.**

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. Para medir el volumen, el nivel del líquido se compara con las marcas de graduación señaladas sobre la pared del instrumento de medida (figura 2). 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.

**Bureta:** Se emplea exclusivamente para medir volúmenes con exactitud en valoraciones. 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.

El uso de la bureta será más eficiente si se maneja la llave o la pinza con la mano izquierda y con la derecha se agita el matraz reaccionante.

Es un instrumento muy preciso por lo que es necesario tomar algunas precauciones en su uso:

- 1 Nunca adicione líquidos calientes.
- 2 Después de limpiar la bureta, en las paredes interiores permanece adherida una cierta cantidad de agua que diluirá el líquido que se adicione, cambiando su concentración. Antes de rellenar la bureta, enjuague tres veces las paredes con una pequeña cantidad de la

disolución. La bureta se inclina y se gira de tal forma que toda la superficie interior esté en contacto con la disolución utilizada para enjuagar.

- 3 La zona que hay entre la llave y la boca de salida debe quedar completamente llena de líquido. Para ello, se llena la bureta por encima del cero y se abre la llave completamente hasta que se llene dicho espacio con el líquido.
- 4 Siempre se empieza a valorar con la bureta llena hasta el cero.
- 5 El enrase se hace tomando como indicador la parte baja del menisco.
- 6 El líquido debe caer lentamente para que no quede parte pegado a las paredes. Si quedan gotas en las paredes, significa que la bureta no está limpia.

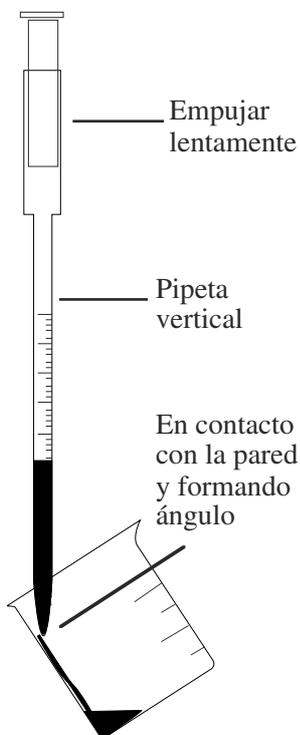
**Matraz aforado:** Mide volúmenes con gran precisión. Sólo mide un volumen dado por un aforo. Al ser un instrumento muy preciso, debe de tenerse en cuenta:

- 1 No se puede calentar ni adicionar en él líquidos calientes.
- 2 El enrase debe hacerse con sumo cuidado procurando que sea la parte baja del menisco la que quede a ras de la señal de aforo (figura 4).
- 3 Prepare las disoluciones en un vaso de precipitados y, esperando un rato si el proceso de disolución produce un cambio apreciable de temperatura, transfírala al matraz, lave tres veces el vaso adicionando las aguas de lavado también al matraz, y enráselo.

**Pipetas:** Las pipetas se utilizan para transferir volúmenes de líquido cuya medida requiere cierta exactitud. Hay de varias clases. Nosotros utilizaremos pipetas graduadas provistas de un émbolo. Succione la disolución con el émbolo hasta el enrase deseado. Déjela caer lentamente sobre la pared del recipiente al que se quiere transferir manteniéndola vertical y deje pasar unos 10 segundos una vez que se ha vaciado para que la pipeta se vacie totalmente. Nunca introduzca una pipeta o similar en una botella de reactivo pues puede impurificarlo. Trásvase la cantidad aproximadamente necesaria a un vaso de precipitados o similar y tome de éste la disolución.

Es un instrumento muy preciso por lo que es necesario tomar algunas precauciones en su uso:

- 1 Nunca trásvase líquidos calientes.
- 2 Antes de utilizar la pipeta, enjuague tres veces sus paredes con una pequeña cantidad de la disolución.
- 3 El enrase se hace tomando como indicador la parte baja del menisco. Al enrasar, la pipeta debe mantenerse vertical, de manera que el enrase quede en línea horizontal con el ojo del operador.
- 4 El líquido se debe verter lentamente con la pipeta en posición vertical y su extremo tocando la pared interior del recipiente al que se vierte, de



**Figura 3**

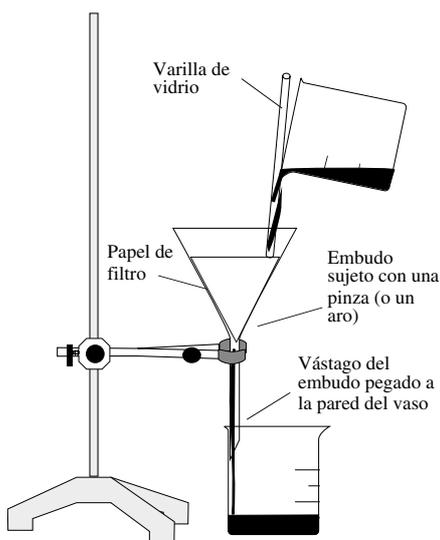
manera que forme ángulo con ella (figura 3). Si quedan gotas en las paredes, significa que la pipeta no está limpia.

**Probeta:** Los volúmenes transferidos con una probeta son menos exactos que los transferidos con una pipeta. Se añade líquido hasta que el menisco coincide con un cierto nivel, el número de la correspondiente línea indica el volumen de líquido que contiene la probeta. La precisión de las medidas obtenidas con las probetas disminuye a medida que aumenta su capacidad.

Úsela sólo para medir. No prepare nunca en ella disoluciones ni mezclas.

Recuerde que la bureta se emplea para verter disoluciones en valoraciones, el matraz aforado para preparar disoluciones de volumen exacto, y la pipeta para trasvasar disoluciones. Esta última función la pueden suplir en la mayoría de los casos otros instrumentos como las probetas (que tienen precisión aceptable pero menor que la de las pipetas) y los vasos de precipitados, Erlenmeyers, etc. (volúmenes muy aproximados). No emplee las pipetas más que para transferir volúmenes muy exactos. Recuerde que la diferencia entre un instrumento y otro no es el volumen que miden (hay probetas de 10 ml., pipetas de 100 ml y buretas de 1 ml) sino la precisión y la finalidad.

Al utilizar un instrumento de los señalados apunte en el cuaderno de laboratorio la capacidad, la precisión y la temperatura de calibrado que vienen grabados en ellos.

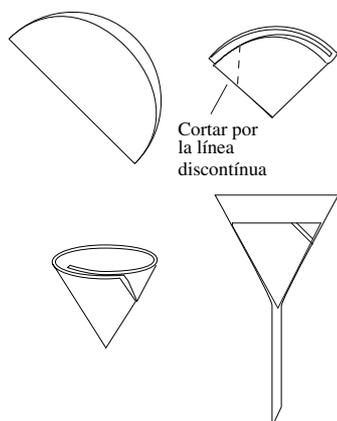


**Figura 4**

**Filtración.** Un problema normal en el laboratorio es separar un líquido de un sólido. Como quiera que en la filtración se pretende el paso de un líquido a través de un material poroso que retenga las partículas sólidas, son factores importantes la diferencia de presiones existente entre ambas caras del material filtrante y el tamaño del poro de éste. La filtración puede ser:

- a) A presión normal o por gravedad.
- b) A vacío.

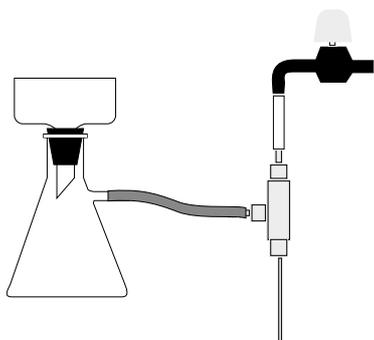
Para filtrar a presión normal, se opera tal como se muestra en la figura 4. El embudo debe tener un ángulo aproximado de  $60^\circ$  y vástago largo, con lo que el líquido al llenarlo hará disminuir ligeramente la presión en la cara inferior del papel de filtro, favoreciéndose así la velocidad de filtración. El papel de filtro se escogerá de tal forma que su porosidad se halle en consonancia con el tamaño de la partícula del precipitado. Se colocará de la forma que se muestra en la figura 5. Una vez colocado en el interior del embudo, se humedecerá el papel con el líquido de lavado, con el fin de que la superficie externa del papel se adhiera perfectamente con la pared interna del embudo.



**Figura 5**

El embudo con el papel de filtro se situará sobre un soporte, de forma que el vástago se halle en contacto con la pared del recipiente de recogida del líquido de filtrado, y a continuación se irá vertiendo el líquido hasta el embudo, deslizándolo por la varilla. Una vez que haya pasado todo el líquido, el sólido que pueda permanecer en el recipiente inicial se arrastra al filtro con la ayuda de la varilla y, finalmente con pequeñas porciones de disolvente que al mismo tiempo actuará como líquido de lavado. Debe cuidarse mucho que en las adiciones de producto al filtro, la disolución no rebase nunca el borde del papel pues en ese caso pasaría líquido sin atravesar el papel de filtro y arrastraría, al filtrado, partículas de precipitado.

Para filtrar a vacío con Buchner, se tomará un círculo de papel de filtro de igual diámetro que el interior del embudo Buchner y se situará sobre la placa interior de éste, humedeciéndolo luego con líquido de lavado para que la adherencia sea total. El embudo se adosa a un kitasato (figura 6) y se conecta la tubuladura lateral con el aparato productor de vacío (generalmente una trompa de agua). Las restantes operaciones son similares a las descritas en la filtración a presión normal. Debe procurarse desconectar el kitasato del generador de vacío antes de cerrar éste, sobre todo cuando se trata de una trompa de agua, pues la diferencia de presiones, en caso contrario, hará que el agua pase al kitasato impurificando o en el mejor de los casos diluyendo el líquido filtrado.



**Figura 6**

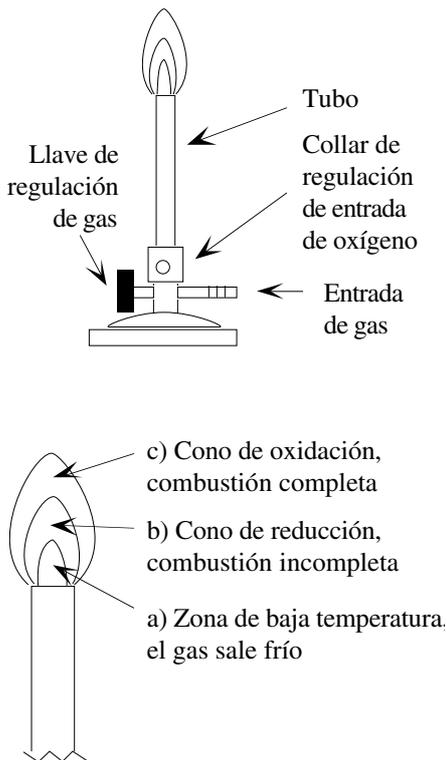
Generalmente, la primera forma de filtrar, al ser mas lenta, dificulta más el paso de pequeñas partículas de sólido a través de filtro. Por ello suele usarse en aquellos casos en que el precipitado es casi coloidal y pasa fácilmente los filtros, o cuando nos interesa eliminar una pequeña impureza insoluble garantizando que la disolución pasa completamente transparente. *Es este último caso es corriente utilizar un papel plegado en pliegues en lugar de en forma cónica.* La segunda forma es mucho más rápida y se utiliza normalmente para separar los productos finales de las disoluciones que los contienen (aguas madres), dejándolos un rato con paso de aire a través del embudo para que se sequen.

**Estufas.** Para secar de forma eficaz los compuestos sintetizados, éstos se introducen en una estufa. Tome las siguientes precauciones:

- 1 No cambie la temperatura de la estufa. Algunos compuestos descomponen, funden o subliman a temperaturas no muy altas, y el profesor habrá regulado la temperatura de la estufa de acuerdo a estas propiedades.
- 2 Introduzca los productos sobre un vidrio de reloj, nunca directamente sobre un papel.
- 3 Marque el vidrio de reloj con su nombre y taquilla, por ejemplo escritor

en un pequeño papel colocado encima.

- 4 Tome precauciones a la hora de sacar el vidrio para evitar quemaduras. Utilice pinzas largas si fuera necesario.



**Figura 7**

**Utilización del mechero Bunsen.** Se debe conocer el funcionamiento del mechero Bunsen, sus distintas partes y la mejor utilización en relación a la capacidad calorífica de las distintas partes de la llama.

El gas entra por un orificio en la base del mechero (figura 7). Con la entrada del aire se produce la mezcla que arde en el tubo. La proporción de aire en la mezcla se puede regular mediante un collar situado en la base del tubo que permite aumentar o disminuir el orificio de entrada de aire. En otros modelos de mechero Bunsen, el collar es sustituido por una rueda que regula la separación entre el tubo y la base del mechero.

La combustión del gas butano tiene una alta barrera de activación por lo que se utiliza una cerilla para proporcionar el calor necesario. Una vez iniciada la combustión, el propio calor generado permite que ésta continúe. Si el gas sale a demasiada velocidad, el mechero se apaga pues el gas no tiene tiempo para calentarse y entrar en combustión. Si la combustión se hace en exceso de oxígeno, ésta es completa y se tiene una llama incolora (se verá azulada) de alto poder calorífico; pero si falta oxígeno, la llama es anaranjada y de poco poder calorífico.

Para encender el mechero Bunsen correctamente, siga las siguientes instrucciones:

- 1 Abra la salida de gas de la mesa (llave amarilla, en sentido contrario a las agujas del reloj).
- 2 Abra la llave de gas situada en el mechero. Esta llave se ha de abrir lo necesario para una correcta salida de gas, pero sin que se apague la llama por una velocidad excesiva.
- 3 Aproximar la cerilla a la salida superior del tubo y regular la entrada de aire con el collar o la rueda.
- 4 El mechero está bien encendido si tenemos una llama azulada.

Para apagar el mechero Bunsen se cierra en primer lugar la llave amarilla de la mesa de trabajo y después la llave de paso de gas en el mechero. *Hay que asegurarse de que ambas llaves estén cerradas cuando no se utiliza el mechero.*

## cuestiones previas

### Seguridad

- 1 El uso de gafas de seguridad en el Laboratorio ¿es aconsejable o obligado?
- 2 El uso de bata en el Laboratorio ¿es aconsejable o obligado?
- 3 ¿Dónde se puede encontrar información inmediata sobre la peligrosidad de un reactivo?
- 4 ¿De qué tejido será preferentemente la bata?
- 5 ¿Qué cosas están expresamente prohibidas en el Laboratorio?
- 6 ¿Qué hacer con un reactivo que ha perdido su etiqueta?
- 7 Si un vaso de precipitados presenta una pequeña rotura, ¿se puede seguir usando?
- 8 ¿Por qué motivos puede ser un reactivo peligroso?
- 9 ¿Qué hacer si se forman humos en el laboratorio?
- 10 ¿Cuándo debe usarse una campana de gases?
- 11 ¿Qué es lo primero que hay que hacer en caso de accidente?
- 12 ¿Qué tienes que hacer si te salpica un reactivo al ojo?
- 13 ¿Cómo hay que transportar las botellas de reactivos?
- 14 ¿Se puede pipetear agua destilada con la boca?
- 15 Un tóxico, ¿puede penetrar a través de la piel?
- 16 ¿Dónde se deposita el vidrio roto?
- 17 ¿Cómo puede apagarse un pequeño fuego en el laboratorio?
- 18 ¿Qué hay que hacer si se produce un fuego grande?
- 19 ¿Se puede usar un extintor si a alguien se le incendia la ropa?
- 20 Si alguien ha ingerido un ácido corrosivo, ¿se le debe provocar el vómito?
- 21 Dibuja los símbolos que representan una sustancia explosiva, una comburente y una inflamable. ¿Qué diferencia hay entre ellas?
- 22 Dibuja los símbolos que representan una sustancia tóxica, una nociva, una corrosiva y una irritante. ¿Qué diferencia hay entre ellas?

---

# 1 Preparación de disoluciones y filtración de precipitados

---

## Instrucciones

En esta práctica, prepararemos dos disoluciones de sales, las cuales utilizaremos en una reacción de precipitación. Para preparar estas disoluciones, siga las instrucciones dadas en el epígrafe “Operaciones básicas” del capítulo “Técnicas de química experimental” referentes a la pesada y transferencia de sólidos, a la preparación de disoluciones en un matraz aforado y a la filtración.

## Cuestiones previas

- 1.1 Calcula la cantidad de carbonato de sodio que es necesario utilizar para preparar 100 ml de una disolución 0,5 M.
- 1.2 Calcula la cantidad de cloruro de calcio que es necesario utilizar para preparar 100 ml de una disolución 1,0 M.
- 1.3 Calcula el volumen de una disolución 1,0 M de cloruro de calcio que hay que tomar para preparar 100 ml de una disolución 0,2 M.
- 1.4 Calcula la cantidad de carbonato de calcio que se puede obtener a partir de 15 ml de una disolución 0,5 M de carbonato de sodio, al mezclarla con la cantidad apropiada de una disolución de cloruro de calcio.

## Experiencias

**Nota:** Las disoluciones de carbonato de sodio 0,5 M y cloruro de calcio 1,0 M se prepararán en grupos de 4 alumnos.

- 1.1 Prepara 100 ml de una disolución 0,5 M de carbonato de sodio a partir de la sal sólida.
- 1.2 Prepara 100 ml de una disolución 0,2 M de cloruro de calcio a partir de otra 1,0 M previamente preparada.

**Nota:** Algunas sales pueden presentarse hidratadas. Lee la composición de la sal en la etiqueta para tener en cuenta esto a la hora de calcular la cantidad a pesar.

- 1.3 Trasvasa 15 ml de la disolución de carbonato de sodio a un vaso de precipitados. Pon la disolución de cloruro de calcio en la bureta y adiciónala gota a gota sobre la disolución de carbonato de sodio hasta que una nueva gota no produzca precipitado.
- 1.4 Filtra, lava y seca en la estufa (80–90 °C) el precipitado obtenido.
- 1.5 Añade unos mililitros de la disolución filtrada a dos tubos de ensayo. Adiciona a uno de ellos unas gotas de la disolución de carbonato de sodio y al otro unas gotas de la disolución de cloruro de calcio. Observa si se forma precipitado.

## Cuestiones

- 1.1 Calcula la concentración másica (en g/l) de las disoluciones de carbonato de sodio y de cloruro de calcio.
- 1.2 Suponiendo que todo el volumen es de disolvente y la densidad es 1 g/ml, calcula la fracción molar de ambas disoluciones.
- 1.3 ¿Por qué no se utiliza una probeta para preparar estas disoluciones?
- 1.4 Escribe la reacción que se verifica en la precipitación. Calcula la cantidad de carbonato de sodio utilizada y la que se debe obtener de cada uno de los productos resultantes.
- 1.5 Si se ha operado adecuadamente el peso del precipitado obtenido una vez seco tendría que ser ..... g. Calcula la solubilidad de la sustancia precipitada, expresando el resultado en moles/l y en g/l.
- 1.6 Según los resultados obtenidos en la experiencia 1.5, razona si en la reacción de precipitación adicionaste alguno de los reactivos en exceso.

---

## 2 Purificación de sustancias

---

### A) Extracción 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:

- a) que sea no miscible con el otro disolvente.
- b) que el componente deseado sea más soluble en él que en el disolvente original.
- c) 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 separación. Esta operación se repite sucesivamente, reuniendo todas las fracciones obtenidas. La cantidad extraída en cada operación cumple la ley de distribución:

$$K = \frac{S_1}{S_2} = \frac{c_1}{c_2}$$

#### Precauciones importantes:

- El tetracloruro de carbono es tóxico. Utilizarlo únicamente dentro de la vitrina de gases.
- Los disolventes orgánicos suelen ser inflamables y volátiles. 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.

#### Cuestiones previas

- 2.1 La solubilidad del yodo en agua es 0,029 g/100 ml y en tetracloruro de carbono es 2,9 g/100 ml. Calcula la constante de reparto.
- 2.2 ¿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?

#### Experiencia

- 2.1 Toma con un tubo de ensayo graduado 15 ml de una disolución acuosa de yodo y extráela con tres fracciones consecutivas de tetracloruro de carbono de 5 ml cada una.

### B) Disolución, evaporación y cristalización

#### Instrucciones

Un componente de una mezcla sólida se puede recuperar puro por recristalización. Se disuelve en un disolvente en el que otros componentes sean insolubles. La filtración de la disolución permite separar los restantes componentes de la fracción solubles.

El componente se puede recristalizar de varias formas, entre ellas:

- a) Si el componente es mucho más soluble en caliente que en frío, se puede disolver la mezcla en la mínima cantidad de disolvente en caliente. Se filtra en caliente y se deja enfriar, con lo que precipita el producto.
- b) Alternativamente, se puede disolver y filtrar en frío. En dicho caso, es necesario concentrar la disolución por evaporación del disolvente en caliente. De este modo se puede obtener una disolución saturada en caliente. Al enfriar, la solubilidad disminuye por lo que precipita el componente deseado que se separa por filtración de la disolución sobresaturada. Para obtener un producto de alta pureza, es conveniente no evaporar excesivamente el disolvente, ya que podrían precipitar también

impurezas que quedan en la disolución.

La evaporación se realiza generalmente situando la disolución en una cápsula de porcelana y calentando para separar los materiales volátiles.

En la experiencia propuesta, se empleará el método (a), ya que el ácido benzoico es muy soluble en caliente, pero no en frío. Es importante realizar la filtración en caliente de la forma adecuada, pues si la disolución se enfría en el embudo de filtración, el ácido benzoico cristalizará antes de llegar al vaso de precipitados en el que se recoge. Por ello, hay que calentar previamente todo el embudo de filtración pasando agua hirviendo que se desechará. Inmediatamente se efectuará la filtración sin dejar tiempo a que se enfríen ni la propia mezcla ni el embudo de filtración.

### Experiencia

- 2.2 Pesa 2 g de una mezcla que contiene ácido benzoico y sílice, y extrae el ácido disolviéndolo en un vaso en caliente con la mínima cantidad de agua, filtrando en caliente y cristalizando la disolución.

### C) Adsorción

#### Instrucciones

Otro método de purificar un producto es adicionar una sustancia que adsorba las impurezas.

#### Experiencias

- 2.3 Vierte 5 gotas de disolución de azul de metileno en 4 ml de agua en dos tubos de ensayo. A uno de ellos, adiciona una pequeña cantidad de carbón activo. Tapa y agita el tubo de ensayo. Filtra y compara el color de los dos líquidos.
- 2.4 Efectúa otros dos ensayos sustituyendo el carbón activo por carbonato de calcio en grano fino y en polvo, respectivamente. Compara el color de estos dos líquidos con el de los anteriores.

#### Cuestiones

- 2.1 Calcula la cantidad de yodo que contienen los 15 ml de la disolución acuosa. Calcula la cantidad de yodo extraído en cada extracción y el porcentaje total.
- 2.2 Calcula el volumen de tetracloruro de carbono que se hubiera necesitado para extraer la misma cantidad de yodo en una sola operación.
- 2.3 ¿Por qué se utiliza tetracloruro de carbono? ¿Qué otros disolventes podrían utilizarse: etanol, acetona, cloroformo o tolueno?
- 2.4 Si la mezcla de 2 g de ácido benzoico y sílice sólo tuviera ácido benzoico, calcula la cantidad de agua necesaria para disolverla a 40 °C. La solubilidad del ácido benzoico es de 0,37 g/100 ml a 40 °C y de 0,27 g/100 ml a 18 °C.
- 2.5 Midiendo aproximadamente el volumen después de la evaporación, calcula la pérdida de sólido en la cristalización.
- 2.6 Describe y explica los resultados obtenidos en la adsorción.

# 3 Reacciones ácido–base

## A) Determinación de concentraciones de disoluciones comerciales de ácidos y bases

### Instrucciones

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

#### Precauciones importantes:

- HCl y HAc son corrosivos y volátiles. Usar las disoluciones concentradas dentro de la vitrina de gases.
- Las disoluciones concentradas de HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y NaOH son corrosivas.

### Experiencia

- 3.1 Llena hasta el enrase una probeta limpia de 250 ml con disolución acuosa de HCl comercial. Introduce en ella un densímetro de la escala adecuada. La lectura se realiza en el densímetro mirando paralelamente a la superficie del líquido y bien centrado sin tocar las paredes de la probeta. Anota el resultado.
- 3.2 Repite la experiencia 3.1 con disoluciones de los ácidos nítrico (HNO<sub>3</sub>), sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y acético (HAc).
- 3.3 Mide la densidad de la disolución acuosa de amoníaco (NH<sub>3</sub>) comercial.

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

En algunos casos, la densidad vendrá especificada en una escala “especial” (grados Beaumé: 0 °Bé equivale a la densidad del agua destilada y 10 °Bé a la de una disolución de NaCl al 10%). La tabla 3.1 recoge la equivalencia entre g/ml y ° Bé. Completa los recuadros de las cuestiones 3.1–3.2, usando las tablas que aparecen en el “Handbook of Physics and Chemistry”.

**Tabla 3.1** Equivalencias entre grados Beaumé 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		

## B) Indicadores ácido–base

### Instrucciones

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 3.2). En esta práctica se trata de observar si un indicador dado vira a pH ácidos o básicos.

### Experiencia

- 3.4 Llena 6 tubos de ensayo con agua destilada hasta la mitad de su altura. Añade a tres de ellos 2 gotas de fenolftaleína y a los otros tres 2 gotas de anaranjado metilo. Observa el color. Adiciona unas gotas de HCl 0,1 M a uno de los dos tubos con fenolftaleína, y unas gotas de NaOH 0,1 M al otro. Repite la

operación con dos tubos con anaranjado de metilo. Compara el color de cada indicador en medio básico, neutro y ácido y deduce qué indicador vira en medio ácido y cuál en medio básico.

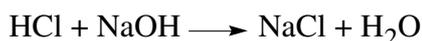
Tabla 3.2. Cambios de color de los indicadores

Indicador	Color en medio ácido	Color en medio básico	Margen de pH del cambio de color	$pK_a$ del indicador
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	incoloro	rosa	8,3 a 10,0	9,4
Alizarina	rojo	violeta	11,0 a 12,4	11,7

### C) Preparación y valoración ácido-base de una disolución 0,10 M de HCl

#### Instrucciones

La reacción entre un ácido y una base se denomina **neutralización**. La concentración de una disolución de HCl (preparada aproximadamente 0,1 N) se puede determinar midiendo el volumen de una disolución valorada de NaOH necesario para que se complete la reacción:



En toda valoración es preciso distinguir entre el punto de equivalencia, que es aquel en el cual se han mezclado cantidades equivalentes del reactivo valorante y de la sustancia a valorar y donde se cumple

$$V_p N_p = V_v N_v \text{ (sustancias a valorar y valorante, respectivamente)}$$

y el punto final de la valoración, aquel en el que el indicador sufre un cambio de color perceptible. Lo ideal sería la coincidencia entre ambos puntos, pues su diferencia introduce un error en la valoración.

Una reacción de valoración es adecuada si es cuantitativa, rápida, estequiométrica y se observa 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 generalmente en normalidad.

#### Experiencia

3.5 Se toma con una pipeta graduada el volumen de HCl concentrado (comercial) necesario para preparar 100 ml de HCl 0,1 N y se lleva a un matraz aforado de 100 ml donde se diluye con agua destilada agitando para homogeneizar la disolución y se enrasa finalmente hasta la señal. Observe, que de esta forma habrá preparado una disolución aproximadamente 0,1 N en HCl.

3.6 Para la valoración de dicha disolución (es decir, para el cálculo de su concentración exacta) se utilizará como reactivo valorante una disolución de NaOH 0,05 M.

Toma 10 ml de la disolución de HCl y llévalos a un Erlenmeyer, lavando las paredes con agua destilada y diluyendo hasta un volumen aproximado de 100 ml. Añade tres gotas de fenolftaleína y comienza la valoración añadiendo lentamente desde la bureta NaOH manteniendo rigurosamente la misma velocidad de caída de la disolución valorada para reducir al mínimo los errores (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 0,1 N). 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. En las proximidades del punto de equivalencia se observará una mayor persistencia del color rosa del indicador y se tomara como punto final de la valoración el viraje a tinte rosa.

## 6 | Prácticas de Química Básica

Anota el volumen adicionado desde la bureta y calcula la normalidad exacta del HCl preparado.

- 3.7 Repite la valoración al menos una vez o hasta que los resultados sean concordantes, y toma el valor medio de éstos.

### D) Electrolitos fuertes y débiles

#### Instrucciones

Los ácidos y las bases pueden dividirse entre aquellas que se consideran totalmente disociadas (electrolitos fuertes) y las que solo se disocian parcialmente (débiles). Su carácter fuerte o débil puede determinarse mediante medidas de pH.

#### Experiencia

- 3.8 Prepara 100 ml de disolución 0,1 M de HNO<sub>3</sub>, HAc, NaOH y NH<sub>3</sub> (Estas disoluciones se preparan cada 4 alumnos). Toma 5 ml de cada una y ponlos en cuatro tubos de ensayo. Mide el pH con papel indicador y anota los resultados. El pH se medirá primero de forma aproximada con papel indicador universal y luego de forma más exacta con papel indicador LYPHAN, cuya forma de utilización será explicada por el Profesor.
- 3.9 Separa 4 ml de las disoluciones 0,1 M con la pipeta y añade al mililitro restante 9 ml de agua destilada. Agita las disoluciones y mide el pH. Anota los resultados. Evidentemente, este método no nos permite realizar medidas muy exactas, pero sí logramos una aproximación suficiente para distinguir entre los electrolitos fuertes y débiles.

### E) Hidrólisis de sales

Las sales se consideran totalmente disociadas en disolución. El anión y catión pueden sufrir reacciones ácido-base con el agua (reacciones de hidrólisis) modificando el pH de la disolución.

#### Experiencia

- 3.10 En un tubo de ensayo, disuelve una muestra de NaCl en 5 ml de H<sub>2</sub>O destilada. Mide el pH y anota el resultado. Comprueba el pH del agua destilada utilizada en los ensayos, ya que frecuentemente no tiene pH=7. Tenlo en cuenta en tus conclusiones.
- 3.11 Repite la misma experiencia con NH<sub>4</sub>Cl, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

#### Cuestiones

- 3.1 Completa la siguiente tabla para las disoluciones comerciales consideradas:

	HCl	HNO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	HAc
densidad (° Beaumé)					
densidad (g/ml)					
concentración (g/l)					
molaridad (N)					
normalidad (N)					
molalidad (m)					

3.2 Anota en la siguiente tabla el volumen de disolución comercial o masa de reactivo que es necesario tomar para preparar un litro de disolución de las concentraciones indicadas en cada caso:

	HCl	HNO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	HAc	NaOH
0,1 M						
0,1 N						
12% en peso						

3.3 Explica el comportamiento de los indicadores. ¿El viraje se produce siempre a pH=7? ¿Por qué?

3.4 Construye una tabla indicando el color de los indicadores usados en medio ácido, básico y neutro.

3.5 Detalla todos los cálculos realizados para la preparación de la disolución de HCl aproximadamente 0,1 N.

3.6 ¿Qué es una reacción de neutralización? Justifique el empleo de la fenolftaleína como indicador.

3.7 Calcula el volumen teórico de hidróxido de sodio 0,05 M que se debe de emplear en la valoración del ácido clorhídrico 0,1 N.

3.8 Suponiendo que la disolución de NaOH utilizado se ha valorado a su vez con H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> que es un patrón primario. ¿Qué volumen de NaOH 0,1 N deberían gastar 0,75 g de ácido oxálico?

3.9 ¿Cuál es la concentración de la segunda disolución diluida que se utiliza en la experiencia 3.9?

3.10 Completa la siguiente tabla para las disoluciones de ácidos y bases a las concentraciones medidas.

	HNO <sub>3</sub>	HAc	NaOH	NH <sub>3</sub>
0,1 M pH teórico*				
0,1 pH experimental				
? M pH teórico*				
? M (N)				

(\*) Suponiendo que estuvieran totalmente ionizados

A la vista de los resultados obtenidos, ¿cuáles están totalmente ionizados y cuáles no? ¿Por qué?

3.11 ¿Qué es la constante de ionización? ¿Cuál es su expresión matemática y su relación con el grado de ionización?

3.12 Con los valores de pH medidos en las disoluciones de HAc y NH<sub>3</sub> calcula el grado de ionización en cada caso y comenta los resultados.

	HAc	NH <sub>3</sub>
0,1 M grado de ionización		
? M grado de ionización		

3.13 ¿Cómo varía el grado de ionización con la concentración? ¿Por qué?

3.14 ¿Cuál es el pH de las disoluciones de las sales usadas? ¿Qué clase de sales se hidrolizan y por qué? Escribe los equilibrios de hidrólisis correspondientes.

3.15 ¿Qué tipo de pH tendrán las disoluciones acuosas de las siguientes sales: KHSO<sub>4</sub>, LiHCO<sub>3</sub>, ZnSO<sub>4</sub>, KHS. Escribe en cada caso el equilibrio de hidrólisis.

# 4 Reacciones rédox

## A) Reacciones de metales con ácidos

### Instrucciones

En esta parte de la práctica estudiaremos las reacciones de metales frente a ácidos no oxidantes como HCl y frente a ácidos oxidantes como HNO<sub>3</sub>. Observaremos el efecto de variar su concentración y la temperatura.

En todas las reacciones que ensayaremos el ataque al metal se produce con desprendimiento 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 serie electroquímica y por tanto de los valores relativos de sus potenciales redox. Utiliza la tabla 4.1. Los potenciales redox dependen de la concentración de las especies intervinientes. Cuando los protones intervienen en el proceso, el potencial depende del pH del medio.

**Tabla 4.1. Potenciales normales de electrodo a 25°C (Semirreacción de reducción)**

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

## Experiencia

- 4.1 Pon unos 5 ml de agua destilada en 6 tubos de ensayo y añade a cada uno de ellos un trozo pequeño de uno de los siguientes metales: Na, Al, Cu, Fe, Zn, Sn y Pb.

**Precaución:** La reacción con Na la realizará el Profesor.

Anota para cada caso si hay reacción y la velocidad de ésta (rápida o lenta), el color de la disolución y el del gas producido. Ten en cuenta que la velocidad de ataque depende de la superficie que presente el fragmento metálico.

- 4.2 En los tubos de ensayo en los que no hayas observado reacción, decanta el agua cuidando de conservar el metal. Prepara en un vaso de precipitados 30 ml de una disolución de HCl aproximadamente 0,5 M diluyendo debidamente el ácido comercial. Añaden unos 5 ml de este ácido diluido sobre los tubos de ensayo y agita con cuidado. Anota los resultados.

**Las siguientes experiencias se realizarán en campana de gases.**

Caliente los tubos de ensayo en un baño maría, sin llegar a hervir. Observa y se anota los resultados.

- 4.3 En los tubos de ensayo en los que no hayas observado reacción, repite la experiencia 4.2 usando directamente HCl comercial (concentrado), primero en frío y luego en caliente.
- 4.4 En los tubos de ensayo en los que no hayas observado reacción, repite la experiencia 4.2 usando directamente HNO<sub>3</sub> comercial (concentrado), primero en frío y luego en caliente.

Mediante estos tratamientos todos los metales se habrán atacado.

## B) Montaje de una pila electrolítica

### Instrucciones

El objetivo de esta segunda parte es comparar dos semisistemas estudiados en la primera parte, Zn<sup>2+</sup>/Zn y Cu<sup>2+</sup>/Cu, aprovechándolos para montar una pila electrolítica.

En toda reacción de oxidación-reducción hay transferencia de electrones de la sustancia oxidada a la reducida. Así cuando enfrentamos dos semisistemas como Zn<sup>2+</sup>/Zn y Cu<sup>2+</sup>/Cu se produce transferencia de electrones de Zn a Cu. En una pila electrolítica se verifican reacciones de oxidación y reducción de dos semisistemas, en forma tal que la transferencia de electrones puede ser aprovechada en forma de corriente eléctrica: se produce electricidad por medio químico.

El voltaje de una pila se llama fuerza electromotriz y expresa cuantitativamente la tendencia a que se efectúe una reacción química. El voltaje depende de la fuerza oxidante y reductora de los agentes empleados, siendo la suma algebraica de los potenciales de las semipilas.

### Experiencia

- 4.5 Prepara en sendos vasos de precipitados de 100 ml, 40 ml de disoluciones aproximadamente 0,5 M de CuSO<sub>4</sub> y de Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, respectivamente (cuida de que los niveles sean iguales en los dos casos). Construye un puente salino llenando un tubo de vidrio doblado en U con una disolución al 10% de NaCl y tapando los extremos con un poco de algodón. Conecta a continuación los dos vasos mediante el puente salino, evitando la formación de burbujas de aire en el mismo. Conecta dos electrodos, uno de Zn y otro de Cu, cada uno a un alambre delgado de Cu e introdúcelos en la disolución respectiva.

a) Mide la diferencia de potencial entre los dos electrodos.

b) Ata ambos alambres a cada uno de los extremos de una tira de papel pH. Coloca la tira sobre un vidrio de reloj y humedécela con unas gotas de la disolución de NaCl al 10%. Observa los cambios de color en ambos extremos del papel indicador.

### Cuestiones

- 4.1 Anota en la siguiente tabla tus observaciones (si se disuelve o no, si la reacción es lenta o rápida, etc).

## 10 | Prácticas de Química Básica

	Al	Cu	Fe	Zn	Sn	Pb	Na
Agua							
HCl diluído, frío							
HCl diluído, caliente							
HCl conc., frío							
HCl conc., caliente							
HNO <sub>3</sub> conc., frío							
HNO <sub>3</sub> conc., caliente							

- 4.2 En todas las reacciones el metal se oxida. ¿Quién es el oxidante en cada caso? Escribe y ajusta las reacciones.
- 4.3 De acuerdo con los resultados obtenidos, ordena los semisistemas utilizados por su potencial de reducción.
- 4.4 ¿Por qué hay metales que se disuelven en HNO<sub>3</sub> y no en HCl?
- 4.5 Algunos de los metales con potencial de reducción negativo no se disuelven en agua. ¿Por qué?
- 4.6 ¿Cómo varía el poder oxidante de un ácido como el clorhídrico con su concentración? ¿Por qué?
- 4.7 ¿Por qué es importante la temperatura en la oxidación de los metales?
- 4.8 Fundamento de la pila electrolítica. ¿Funcionaría una pila en que los dos electrodos fueran Zn con disolución de CuSO<sub>4</sub> en ambos vasos? Razone todas sus respuestas.
- 4.9 Indica las cantidades de cloruro de sodio, sulfato de cobre y nitrato de cinc que se necesitan para preparar las correspondientes disoluciones.
- 4.10 ¿Para qué sirve el un puente salino?
- 4.11 ¿Observas algún cambio en los electrodos? ¿A qué se debe?

---

# 5 Valoraciones rédox

---

## Instrucciones

Este tipo de reacciones no es más que un caso particular de las valoraciones vistas en la práctica 3. Por lo tanto, siguen siendo válidos todos lo señalado allí. Nos encontramos, no obstante, ante una valoración un poco singular pues el indicador es uno de los reactivos usados. Se trata de la valoración de una disolución de permanganato de potasio utilizando una "disolución patrón" de oxalato de sodio. La reacción termina cuando se hayan consumido igual número de equivalentes de permanganato que los utilizados de oxalato.

**Nota:** Las disoluciones de oxalato de sodio 0,1 N y de ácido sulfúrico 1,0 M se prepararán en grupos de 2 alumnos.

## Experiencia

5.1 Llena una bureta con la disolución de permanganato de potasio a valorar. En matraz erlenmeyer de 100 ml, adiciona 10 ml de disolución de oxalato de sodio ( $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) 0,10 N y otros 10 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1,0 M, que has preparado previamente. Añade unos 10 ml de agua destilada y calienta hasta  $70^\circ$  aproximadamente (salida de los primeros vapores de agua). Retira el vaso del fuego.

Añade gota a gota la disolución de permanganato sobre el erlenmeyer que contiene la disolución de oxalato, agitando simultáneamente. Espera unos segundos hasta la desaparición del color rosado antes de añadir otra gota. Repite la operación de agitación y goteo hasta la persistencia del color rosado. Las últimas adiciones deben hacerse gota a gota. Si te "pasas", anota el volumen de permanganato gastado hasta ese momento y repite la valoración desde el principio teniendo más cuidado al llegar al punto de equivalencia. Al llegar a ese punto anota el volumen de permanganato gastado.

5.2 Repite la valoración dos veces o hasta obtener resultados concordantes.

## Cuestiones

5.1 Escribe las reacciones que se verifican. ¿A qué tipo pertenecen? ¿Qué semisistemas intervienen? ¿Cuál es el oxidante y cuál el reductor? ¿Por qué?

5.2 ¿Qué misión tiene la adición de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ? ¿Qué pasaría si no la añadiéramos? Razona todas tus respuestas.

5.3 Ordena estos semisistemas por su potencial de reducción.

5.4 Cita semisistemas capaces de dar el mismo tipo de reacción con permanganato. ¿Qué condición deben cumplir?

5.5 Número de equivalentes de oxalato gastados.

5.6 Indica las cantidades de oxalato de sodio y ácido sulfúrico comercial que se emplean para preparar las correspondientes disoluciones.

5.7 Volumen de disolución de permanganato gastado en la valoración

5.8 Normalidad de la disolución de permanganato.

5.9 ¿Qué volumen de disolución de permanganato habríamos gastado si la normalidad de la disolución de oxalato hubiera sido la mitad?

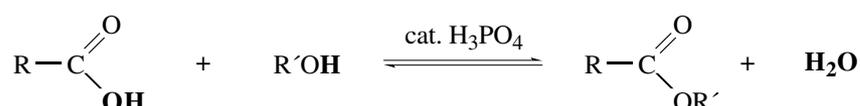
5.10 ¿Qué normalidad tendría la disolución de permanganato si hubiéramos gastado 20 ml de disolución en la valoración?

5.11 Cita alguna otra valoración redox que no necesite indicador diciendo qué semisistemas intervienen, cuál es el oxidante y cuál el reductor.

# 6 Síntesis de la aspirina

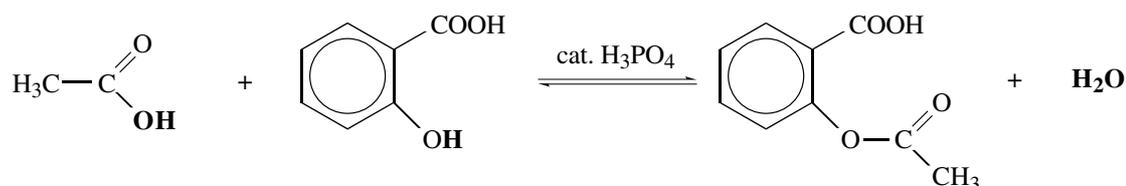
## Instrucciones

La síntesis que se realiza en esta práctica se basa en uno de los procesos más importantes en Química Orgánica, como es la esterificación de Fisher. Cuando se calienta una mezcla formada por un alcohol y un ácido carboxílico en presencia de un catalizador ácido (ácido ortofosfórico, ácido sulfúrico, etc.) se produce una reacción de equilibrio en la que el hidroxilo del grupo  $-\text{COOH}$  se pierde con el hidrógeno del grupo  $\text{OH}$  del alcohol, en forma de una molécula de agua. La ecuación del proceso se puede escribir

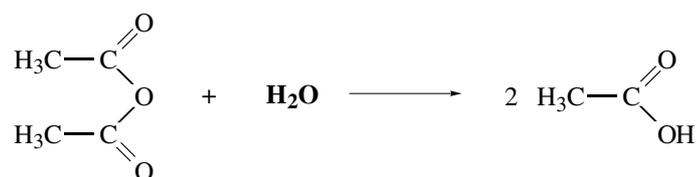


El equilibrio se puede desplazar hacia la derecha eliminando agua a medida que se va formando, de forma que disminuya su concentración.

Un ejemplo de este proceso es la obtención del éster acetilsalicílico (producto comercialmente conocido con el nombre de aspirina). La reacción tiene lugar entre el ácido salicílico (ácido *orto*-hidroxibenzoico) y el ácido acético siendo el primero el que actúa como alcohol a través de su grupo  $\text{OH}$  en posición *orto* con respecto al grupo ácido.



Para desplazar el equilibrio hacia la derecha se sustituye el ácido acético por su anhídrido. El agua generada en la esterificación reacciona con el anhídrido acético para producir el ácido acético necesario para el proceso.



## Experiencia

6.1 En un vaso de precipitados de 100 ml se introducen 2 g de ácido salicílico, 5 ml de anhídrido acético y 5 gotas de ácido ortofosfórico del 85%. El medio de reacción se mantiene a 70 °C durante unos diez minutos, introduciendo para ello el matraz en un baño de agua caliente. Una vez pasados los diez minutos, se añaden unos 2 ml de agua para hidrolizar todo el anhídrido acético que pudiese haber quedado sin reaccionar. Se continúa el calentamiento hasta que se deje de observar desprendimiento de vapores de ácido acético.

Una vez retirado el matraz del baño se añaden unos 20 ml de agua y se deja enfriar. Si no aparecen cristales espontáneamente se frota el interior del matraz con una varilla enfriando el interior con un baño de hielo. El producto obtenido se filtra en un embudo buchner y los cristales obtenidos se lavan con 5 ml de agua a 0 °C. El producto se seca y se pesa.

## Cuestiones

- 6.1 Escribe la reacción que tiene lugar y calcula el rendimiento experimental de la misma.
- 6.2 ¿Quién es el catalizador de esta reacción? ¿Cómo actúa dicho catalizador?



