



GUÍA DE LABORATORIO

QUIMICA GENERAL E INORGÁNICA



~2025~

Índice

Tema	Página
Introducción al laboratorio	5
Nociones de seguridad y comportamiento en el laboratorio	5
Pictogramas de seguridad	7
Normas generales para el trabajo en el laboratorio	10
Materiales de laboratorio	11
Informe de laboratorio	11
Mediciones en el laboratorio	20
Cifras significativas e informe de resultados	21
Pesada	23
Uso de pipetas – Enrase de material volumétrico	23
Apreciación de un instrumento	26
Limpieza del material de vidrio	27
Fraccionamiento de reactivos	27
Preparación de soluciones	29
A partir de un reactivo sólido	29
Preparación de soluciones por dilución	35
Número de diluciones	35
Diluciones seriadas	36
Ejercitación propuesta previa al laboratorio	39
Trabajo de laboratorio	40
Ambientación en el laboratorio – Uso de materiales del laboratorio: pipetas	40
Preparación de soluciones a partir de droga sólida	41

Preparación de soluciones a partir de droga líquida	43
Preparación de una dilución por técnica volumétrica	43
Preparación de diluciones seriadas por técnica no volumétrica	44
Preparación de una solución saturada de NaCl	45
Técnicas de separación	47
Filtraciones a presión normal y reducida	47
Decantación	55
Centrifugación	61
Destilación	63
Evaporación	65
Tratamiento de precipitados	65
Trabajo de laboratorio	69
Gases	71
Aplicación de las leyes de los gases: empleo de una cuba neumática	71
Difusión de gases: ley de Graham	75
Disolución de gases	76
Dependencia del volumen de un gas con la presión	77
Trabajo de laboratorio	
Gravimetría	78
Química redox	84
Pila de Daniell	84
La electrólisis del agua	85
Reacciones redox	86
Titulación ácido base	89

Introducción	89
Reacciones de titulación	90
Elección de titulante	90
Curvas de titulación	90
Indicadores	96
Reacciones de neutralización	97
Elección del indicador	99
Metodología	103
Trabajo de laboratorio	106
Titulación de especies fuertes y débiles	106
Estimación de pH. Indicadores ácido / base	107
Buffer	107
Química de coordinación, equilibrio y reconocimiento de iones	109
Compuestos de coordinación	109
Equilibrio químico	111
Reacciones de reconocimiento	113
Ensayo de iones a la llama	115

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO Y PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

Se inicia ahora el trabajo experimental de la asignatura Química General e Inorgánica. Para desenvolverse en el laboratorio debe conocer las normas de seguridad, como también algunas técnicas básicas de operación de materiales y equipos comunes de este laboratorio.

Los experimentos que realice le permiten observar los cambios producidos en el sistema en estudio. Luego, junto con los conocimientos teóricos adecuados, interpretará los resultados, afianzando así los temas desarrollados en las clases teórico-prácticas.

NOCIONES DE SEGURIDAD Y COMPORTAMIENTO EN EL LABORATORIO

Para resguardarse de los riesgos en el laboratorio debe estar equipado con lo siguiente:

- ✓ Guardapolvo o bata de laboratorio: Sirve para proteger la indumentaria personal, como así resguarda la piel de los brazos en temporada estival. Esta vestimenta debe ser amplia, para permitir los movimientos, cubrir bien las mangas y las piernas, y permanecer correctamente abrochada.
- ✓ Guantes de goma látex o plástico (pvc): Necesarios para proteger la piel de las manos durante la manipulación de sustancias tóxicas o altamente corrosivas. Cuando se trabaja con guantes no se debe tocar el rostro o alguna parte descubierta del cuerpo, dado que al emplear este tipo de vestimenta perdemos parte de la sensibilidad de nuestro tacto y corremos el riesgo de que los guantes estén sucios con material o soluciones irritantes a la piel. Dado que el material de látex suele ser muy delgado, es muy factible que corra riesgos de rotura. Se recomienda tener más de un par de guantes de repuesto disponible por cada sesión práctica de laboratorio.
- ✓ Gafas o lentes de seguridad: Se utilizan para evitar que posibles proyecciones de líquidos o partículas, afecten a la vista. Deben ser de uso individual.

- ✓ Vestir calzado cerrado: Necesario para proteger los pies de la caída de sustancias irritantes, tóxicas o altamente corrosivas.
- ✓ Vestir pantalón largo.
- ✓ Utilizar barbijo: para el caso en que tenga que manipular reactivos pulverizados de baja densidad que provocan irritación a las mucosas.
- ✓ Llevar el cabello recogido si el largo de los mismos sobrepasa la altura de los hombros, al igual que el flequillo, que no debe caer sobre los ojos.

Sirve para:

- Facilitar la visión de lo que se está realizando
 - Evitar el riesgo: de enredar los mismos con los recipientes que contienen los reactivos, que se quemen cuando se trabaja con mecheros o con reacciones altamente exotérmicas (con elevada liberación de energía) que provocan la ignición del producto generado
 - Evitar en todo momento, tocar el cabello con las manos con guantes.
- ✓ En caso de que acontezca alguno de los imprevistos detallados a continuación es importante mantener la calma y cuidar por que se cumplan los pasos especificados a fin de minimizar las consecuencias de este.

● Incendios

- ✓ Provocados por metales altamente reactivos (sodio, potasio, magnesio, aluminio en polvo, etc.). No apagar empleando agua, ni extintores caratulados como ABC puesto que se favorece el desarrollo del mismo. Se deben emplear los baldes con arena y las mantas de amianto. Usar únicamente los extintores Clase D que son especiales para estos casos. Si el siniestro involucra a una persona, la misma debe ser inmediatamente cubierta con la manta de amianto. Luego de apagado el fuego, mojar usando la ducha de seguridad (recordar que las mismas se hallan instaladas en los extremos del laboratorio), llevar a un lugar convenientemente aireado. Trasladar al centro asistencial más próximo.
- ✓ Producidos por ignición de encendedores, fósforos y mecheros con materiales combustibles como ropa, papeles, solventes orgánicos, etc. Se

pueden emplear todos los dispositivos contra incendio. Si una persona fuese alcanzada por las llamas, extinguir el fuego, luego recurrir a las duchas de seguridad, y llevar inmediatamente al centro asistencial más próximo.

- ✓ Cortocircuito: cortar el paso de la corriente eléctrica a través de los interruptores situados en cada laboratorio y si no se obtiene la respuesta esperada, apagar como última medida los interruptores generales.

- **Vapores nocivos**

- ✓ Ventilar rápidamente el ambiente mediante el empleo de ventiladores, extractores (incluidos de campanas), y apertura de todas las aberturas existentes en el lugar.
- ✓ No encender ningún artefacto eléctrico para evitar chispazos en los encendidos. No generar ignición hasta que el problema se solucione, por ejemplo, no encender fósforos ni encendedores.
- ✓ Si una persona resulta afectada llevarla con urgencia al centro asistencial más próximo.

- **Intoxicación por inhalación o ingesta**

- ✓ En caso de que se produzca un accidente por intoxicación por contacto, ingestión o inhalación de sustancias tóxicas recurra como primera medida al docente y posteriormente al servicio asistencial más próximo. Todo laboratorio dispone de información con los símbolos de toxicidad de cada uno de los reactivos normalmente utilizados en el curso y formas de procedimiento a ejecutar ante una emergencia.

PICTOGRAMAS DE SEGURIDAD

Los pictogramas de seguridad son símbolos de riesgo químico que se encuentran estampados en las etiquetas de los productos químicos y que sirven para dar una percepción instantánea del tipo de peligro que entraña el uso, manipulación, transporte

y almacenamiento de éstos. Es decir, muestran gráficamente el nivel de peligrosidad de la sustancia etiquetada.

Tabla 1.1: Antiguo sistema de pictogramas empleados en los envases de reactivos químicos.

Pictograma	Peligro	Precaución
	Irritante Xi: Producen irritación sobre la piel, los ojos y el sistema respiratorio	No inhalar los vapores y evitar el contacto con la piel, los ojos y la ropa
	Nocivo Xn: Producen efectos nocivos de poca trascendencia	Evitar el contacto y la inhalación de los vapores
	Peligroso para el medio ambiente: Sustancias que afectan de manera irreversible al medio ambiente	Evitar su eliminación de forma incontrolada
	Tóxico T; Muy tóxico T+: Sustancias que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden entrañar riesgos para la salud	Evitar cualquier tipo de contacto con el cuerpo humano
	Corrosivo: Por contacto con estas sustancias se destruye tejido vivo y otros materiales	No inhalar los vapores y evitar el contacto con la piel, ojos y ropa
	Comburente: Compuestos que pueden inflamar sustancias combustibles o favorecer la amplitud de incendios ya declarados, dificultando su extinción.	Evitar el contacto con sustancias combustibles
	Inflamable F: Sustancias inflamables o volátiles	Aislar de fuentes de calor, llamas o chispas
	Extremadamente inflamable F+: Sustancias extremadamente inflamables, ya sea en forma espontánea o en contacto con el aire o el agua	
	Explosivo: Sustancias que pueden explotar bajo determinadas condiciones	Evitar choques, fricción, percusión, chispas y calor.

Tabla 1.3: Sistema de clasificación de peligros según la norma NFPA 704 establecida por la National Fire Protection Association.

PICTOGRAMAS Y TIPO DE RIESGO SGA		
 Explosivo Autorreactivo Peróxido Orgánico	 Inflamable Autorreactivo Pirofórico Experimenta calentamiento espontáneo Emite gases inflamables Peróxido orgánico	 Comburente
 Gas a presión	 Corrosivo para los metales Corrosivo cutáneo Lesiones oculares graves	 Toxicidad aguda
 Toxicidad aguda Irritación cutánea / Ocular Sensibilidad cutánea Toxicidad específica de órganos Diana (exposición reiterada) Peligros para la capa de ozono	 Carcinógeno Sensibilización respiratoria Toxicidad para la reproducción Toxicidad específica de órganos Diana (exposición reiterada) Mutagenicidad en células germinales Peligro por aspiración	 Toxicidad acuática aguda Toxicidad acuática crónica

Tabla 1.3: Sistema de clasificación de peligros según la norma NFPA 704 establecida por la National Fire Protection Association.



NORMAS GENERALES PARA EL TRABAJO EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA GENERAL E INORGÁNICA

- ✓ Orden y limpieza de los materiales y de la mesada de trabajo.
- ✓ Seguir correctamente las indicaciones de los docentes al efectuar los experimentos.
- ✓ Sólo utilizar reactivos de los reactiveros perteneciente a la mesada asignada.
- ✓ Usar las cantidades de reactivos indicadas. No utilizar cantidades mayores sin haberlo consultado previamente con el docente.
- ✓ Si por error retira un exceso de reactivo del envase, dicho exceso no debe devolverse al envase original. Avise al docente quién lo orientará en la forma de proceder.
- ✓ Tapar el envase de reactivo inmediatamente después de utilizarlo, cuidando especialmente que sea con el mismo tapón. Seguidamente colocarlo en el reactivero.
- ✓ En el caso de observar deterioro en los rótulos de los reactivos deberá informarle al auxiliar de la comisión para que proceda a reacondicionarlo. Nunca emplee un reactivo si su rótulo no es perfectamente legible.
- ✓ Los sólidos deben desecharse en los recipientes de residuos comunes o los que han sido habilitados para tal fin.
- ✓ Al desechar sustancias líquidas a la pileta, si es permitido hacerlo, deberá dejar correr abundante agua.
- ✓ Comunicar toda duda y/o anomalía que aparezca en el desarrollo de los experimentos a cualquiera de los docentes a cargo de la comisión.
- ✓ Debe mantenerse el silencio.
- ✓ Nunca se debe ingerir alimentos, por razones de seguridad personal.
- ✓ Al finalizar el trabajo práctico, lavar y ordenar todo el material utilizado.
- ✓ Las puertas deben permanecer abiertas durante las actividades en el laboratorio.
- ✓ Siempre que ingrese a un laboratorio, debe fijarse dónde se encuentran ubicados los elementos de seguridad para combatir un posible incendio: mangueras de incendio, baldes con arena, mantas de amianto, extintores de incendio (observar

en qué casos puede emplearlos), salidas de emergencia, duchas de seguridad y lavaojos.

MATERIALES DE LABORATORIO

Los clasificaremos según: la naturaleza del material y su uso (sólo se verán los usos más frecuentes).

Según la naturaleza del material:

Vidrio	• Tubos de: ensayo, centrífuga, Khan y hemolisis • Pipetas: graduadas, aforadas y Pasteur • Matraces aforados • Buretas • Vasos de precipitado • Erlenmeyers, kitasatos • Balones, Ampollas de decantación, refrigerantes • Gasogenos y cubas neumáticas	• Probetas • Embudos • Cristalizadores • Frascos lavadores • Varillas • Morteros y pilones • Vidrios de reloj • Desecadores
Metal	• Pinzas, Pinzas Fischer, pinzas de Mohr • Nueces y abrazaderas • Soportes universales • Mecheros: Buncen, Teclú, Mecker • Cepillos limpiatubos o escobillas	• Trípodes • Anillas • Espátulas • Gradillas
Porcelana	• Morteros y pilones • Embudos y embudos Buchner • Navecillas	• Crisoles • Cápsulas • Gradillas
Plástico	• Embudos y embudos Buchner • Vasos de precipitado	• Probetas • Pissetas
Madera	• Pinzas para tubos de ensayo • Gradillas	
Acrílico	• Gafas de protección • Desecadores	• Gradillas
Goma	• Guantes • Propipetas	• Tapones • Peras de goma

	• Gomas para distintas conexiones
Materiales Especiales	• Amianto: mantas y telas de amianto • Ladrillos refractarios: triángulo de pipa, crisoles • Ágata: morteros y pilones • Recubiertos con resina epoxi: gradillas, pinzas Fischer • Papel: papel de filtro • Diversos polímeros resistentes a temperatura: vasos de precipitado, probetas, tubos de centrifuga

Según su uso:

Emisión	• Pipetas: aforadas, graduadas, Pasteur	• Buretas
Contención	• Tubos de: ensayo, centrífuga, Khan y hemolisis • Vasos de precipitado • Matraces aforados	• Erlenmeyers, kitasatos • Balones, • Probetas
Soporte	• Pinzas, Pinzas Fischer, pinzas de Mohr • Nueces y abrazaderas	• Soportes universales • Trípodes • Anillas

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS MATERIALES DE USO COMÚN EN EL LABORATORIO

MATERIAL DE VIDRIO

Algunos de los materiales contruidos en vidrio pueden calentarse debido a que el vidrio que se emplea está constituido por borosilicatos de calcio y sodio que le confieren resistencia térmica al material.

Los materiales de vidrio con esta característica pueden calentarse siempre y cuando no se trate de material volumétrico calibrado. El coeficiente de dilatación del material no es

el mismo que el de contracción y en consecuencia, una vez sometido a temperaturas el estado final del material es diferente del inicial.

Tubos: Se emplean para hacer reacciones químicas, pudiendo observarse los cambios producidos.

Se clasifican según su capacidad:

- Tubo de ensayo: de aproximadamente 20 mL
- Tubo de Khan: de aproximadamente 5 mL
- Tubo de hemólisis: son semejantes a los de Khan, pero más delgados y más altos, con una capacidad aproximada de 7 mL.
- Tubo de centrífuga: de base cónica, con capacidad aproximada de 10 mL y diámetro en la boca similar al de un tubo de ensayo (aunque los hay mayores y también de plástico), se emplean cuando se debe separar una fase sólida de una líquida por medio de centrifugación.

Estos tubos pueden tener o no tapa, debiendo ser colocados en gradillas para su soporte. Tubos con tubuladura lateral, tubos de desprendimiento o gasógenos: Se los usa para recoger el gas desprendido en una reacción que se está produciendo en el seno del tubo. El gasógeno debe tener su boca tapada (tapón de goma, que impide pérdidas de gas por allí). En la tubuladura lateral se conecta un conducto flexible, un tubo de goma látex, que termina en una conexión de vidrio (recta o acodada) en el medio donde se desea retener el gas desprendido.

Cubas neumáticas: Son tubos de vidrio transparente, graduados y con uno de sus extremos cerrados. Se emplean para la medición de volúmenes de gases en el método volumétrico.

Erlenmeyers: Son recipientes de vidrio transparente, cónicos, graduados o no. Poseen base ancha y plana, y la parte superior se angosta terminando con un vástago poco pronunciado. Podemos encontrarlos de distintas capacidades.

Se emplean para:

- Técnicas de titulación,

- Calentar líquidos minimizando las pérdidas por evaporación,
- Disolver sólidos en líquidos.

Kitasatos: Son similares a los erlenmeyers en cuanto a su forma cónica, pero están constituidos de paredes de vidrio mucho más gruesas, debido a que generalmente se los emplea en técnicas de filtración al vacío y por lo tanto deberán tener paredes más resistentes debido a la presión que deben soportar. Otra diferencia es que poseen una salida lateral, necesaria para conectar a un sistema de vacío. Recomendación: siempre emplear un intermediario entre el kitasato y la fuente de vacío.

Vasos de precipitado: Son recipientes cilíndricos transparentes, graduados o no, de boca ancha con pico vertedor, para permitir un mejor escurrimiento del líquido, de base plana. Pueden calentarse a la llama sobre tela de amianto. Se los emplea para:

- Sedimentar un precipitado: es decir separar sólidos y líquidos por decantación,
- Preparar un baño en un amplio rango de temperatura,
- Evaporar (si no se cuenta con un cristizador, material específico para dicha técnica), ya que poseen buena superficie para dicha operación.

Pipetas: Son tubos cilíndricos de vidrio transparente y para su manipulación generalmente se requiere de una propipeta. Se las emplea para medir volúmenes emitidos.

Las podemos encontrar de distintas clases:

- ✓ Graduadas: son aquellas que presentan el vástago graduado con varias graduaciones y con las cuales se puede emitir distintas cantidades de líquido. Volúmenes más comunes: 1, 2, 5, 10 mL con diferentes apreciaciones.
- ✓ Aforadas o bol pipetas: son aquellas que tienen una o dos marcas (simple y doble aforo respectivamente) y emiten un volumen definido. Volúmenes más comunes: 1, 2, 5, 10 mL.
- ✓ Pipetas Pasteur. están construidas con un tubo de vidrio que es afinado en la punta hasta lograr un capilar. No son graduadas, generalmente son descartables y se emplean para trasvasar líquidos.

Buretas: Son tubos largos cilíndricos de vidrio transparente, de diámetro uniforme en la porción graduada, y cuyo extremo inferior se cierra con una llave de vidrio o teflón (denominada robinete). Se emplean para emitir cantidades variables de líquido. Generalmente las empleamos para las titulaciones. Podemos encontrarlas de los siguientes volúmenes: 10, 25 y 50 mL.

Probetas: Son recipientes cilíndricos, graduados, de base plana. Miden volúmenes contenidos y se emplean cuando sólo se necesita medir un volumen aproximado, ya que su diámetro no permite una medida muy precisa. Podemos encontrarlas de diversos volúmenes, entre 10 y 2000 mL. También las hay de plástico.

Matraces aforados: Son recipientes de vidrio transparente, de fondo plano con forma de pera, que poseen un cuello largo y delgado, con aforo que indica el volumen de líquido que es el contenido a una determinada temperatura. El cuello del matraz se construye relativamente delgado, de modo que un pequeño cambio de volumen de líquido provoque una considerable diferencia en la altura del menisco, a fin de minimizar el error al enrasar. Se los utiliza para preparar soluciones de concentración conocida. Podemos encontrarlos de distintas capacidades, entre 5 y 5000 mL.

Ampollas de decantación: Son recipientes de vidrio que tienen forma de ampolla redonda o cónica, con una boca relativamente amplia, un tapón de material inerte y un vástago muñado de un robinete.

Se usan para:

- Separar líquidos inmiscibles (es decir que no se mezclan) aprovechando la diferencia de densidades,
- Hacer extracciones con distintos solventes de una sustancia en particular por mezcla de dos solventes inmiscibles.

Balones de destilación: Son recipientes esféricos, transparentes, con cuello. A veces con boca esmerilada. Algunos poseen tubuladura lateral y otros poseen más de una boca, las cuales pueden estar dispuestas en ángulo o bien en forma paralela. Se utilizan para las técnicas de destilación y reflujo. También pueden emplearse como recipientes de reacción bajo determinadas condiciones, por ejemplo, bajo atmósfera inerte.

Refrigerantes: Sirven para condensar los vapores de un líquido, en los equipos de destilación o de reflujo. Constan de una tubuladura de vidrio central recubierta por una camisa de vidrio. La tubuladura puede adquirir diferentes formas y de acuerdo a ella los clasificamos en:

- ✓ Refrigerante del tipo Liebig, cuya tubuladura central es recta.
- ✓ Refrigerante a bolas, donde la tubuladura central consta de esferas comunicadas entre sí.
- ✓ Refrigerante serpentina, donde la tubuladura central se halla enrollada sobre su eje, produciendo un aumento de la superficie de refrigeración del vapor.

Entre la tubuladura y la camisa circula el líquido refrigerante (usualmente agua), permitiendo así disminuir la temperatura del medio y facilitando la condensación de los vapores.

Embudos: Pueden ser de vidrio, plástico o porcelana.

- ✓ Comunes: son de forma cónica y terminan en un vástago. La parte cónica en su cara interna puede presentar estrías para facilitar el desplazamiento del aire cuando fluye un determinado líquido. Se emplean generalmente en la técnica de filtración a presión atmosférica o simplemente para trasvasar líquidos.
- ✓ Buchner: también tienen forma cónica pero antes de continuarse con el vástago presentan una placa con pequeños orificios. Se emplean en la filtración aplicando vacío.
- ✓ Con placa de vidrio fritado: por su forma son similares a los embudos Buchner. Constan de una parte superior que permitirá contener el líquido que se desea filtrar y previo al comienzo del vástago presentan una placa de vidrio porosa que se logra con vidrio fritado, se clasifican según el tamaño del poro. Se emplean cuando se trabaja con compuestos muy finamente divididos, que se descomponen en contacto con el aire en forma rápida, cuando el contacto con el papel de filtro que normalmente usaríamos en una filtración común o empleando un embudo Buchner cataliza la descomposición del compuesto, por ejemplo, en la preparación de las soluciones de permanganato de potasio. Es necesario siempre

emplear un adaptador para que ajuste al kitasato y aplicar vacío para lograr la filtración.

Cristalizadores: Son recipientes de vidrio transparente, sin graduar, de gran superficie y poca altura, lo cual permite emplearlos para la evaporación de líquidos. Podemos encontrarlos de diferentes capacidades.

Varillas de vidrio: Son cilindros delgados y macizos. Generalmente se emplean para agitar los medios de disolución de drogas sólidas y como guía de la solución en la técnica de filtración. Se los conoce en algunos casos como policías.

Vidrio de reloj: Son materiales de forma cóncava, se usan para tapar recipientes y evitar una elevada evaporación de líquidos, o para secar cristales y/o sólidos.

MATERIAL DE METAL

Generalmente son elementos que se emplean como soporte de otro material.

Anillas: Son aros de hierro o de un metal resistente a altas temperaturas que se utilizan para apoyar las telas de amianto, sostener materiales como ampollas de decantación, embudos, etc.

Abrazaderas: Son pinzas ajustables por medio de un resorte ubicado sobre un eje y una mariposa. Existen de tamaños y formas variadas según sea el material que se quiere sostener.

Soportes universales: Constan de una base y una varilla central de hierro u otro material resistente. Sirven para sostener cualquiera de los materiales del laboratorio mediante el empleo de anillas, abrazaderas y nueces.

Pinzas: Sirven para manipular materiales, retirar materiales que se encuentran sometidos a temperaturas extremas, manipular cristales o ajustar conexiones de goma.

Trípodes: Son soportes que constan de un aro soldado sobre tres patas, cumplen la función de sostén, generalmente de telas de amianto o triángulos de pipa.

Gradillas: Pueden estar construidas de varios materiales, su función principal es la de sostener tubos (de ensayo, de centrífuga, etc.).

MATERIAL DE PORCELANA

Crisoles: Son recipientes resistentes al calentamiento elevado. En general, se emplean para calcinar o para reacciones que requieren una muy elevada temperatura.

Cápsulas: Son recipientes semiesféricos, con una amplia superficie de evaporación. Se las puede exponer a altas temperaturas.

Morteros: Podemos encontrarlos contruidos tanto, de porcelana, vidrio o ágata, su empleo depende del material que queramos pulverizar. Son de paredes gruesas y como accesorio tienen un pilón, mediante el cual, por aplicación de fuerza, en general, ejerciendo presión sobre el fondo del mortero con movimientos concéntricos se logra la pulverización de la muestra en forma homogénea.

MATERIALES DE PLÁSTICO

Pisetas: Son frascos de plástico que sirven para dispensar cantidades variables de líquido, emitiendo un chorro fino. Útiles para el lavado de material de laboratorio.

OTROS MATERIALES

Triángulos de pipa: Se emplean para sostener principalmente crisoles y cápsulas de porcelana, en el calentamiento directo a la llama. Constan de un alambre enlazado a manera de triángulo en cuya parte central se haya ubicado un recubrimiento de material refractario, dejando un espacio central para poder acomodar el material a exponer al fuego.

Telas de amianto: Se las emplea cada vez que se quiere calentar algún recipiente que no deba ser expuesto a la llama directamente. Su función es la de disipar el calor de la llama, de manera tal de lograr un calentamiento uniforme en la superficie de contacto.

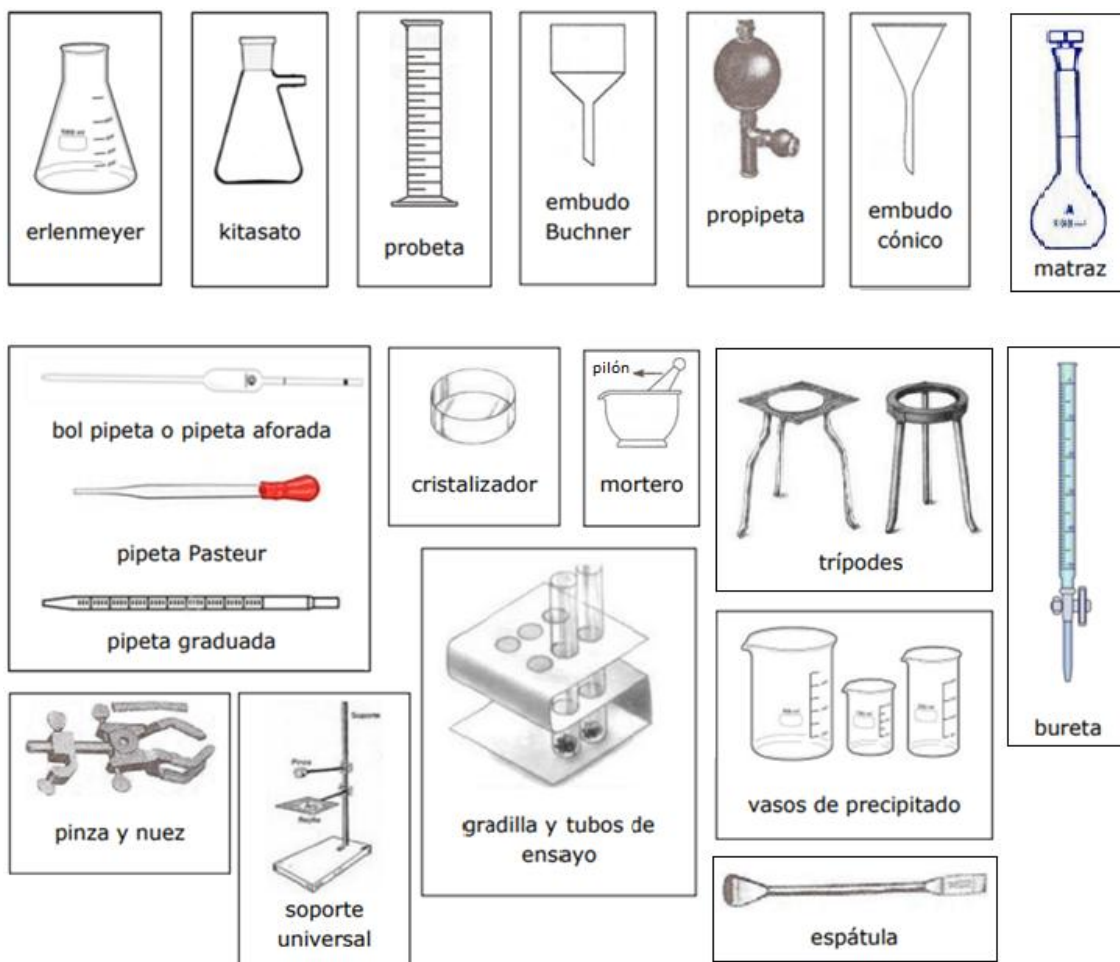
Cepillos limpiatubos o escobillas: Son accesorios con un eje de alambre rodeado en uno de sus extremos por cerdas naturales o sintéticas y sirven para lavar el material de laboratorio. Son de tamaño variable dependiendo del material que se va a limpiar.

Propipetas y peras de goma: Son accesorios que se emplean adaptados a pipetas, como norma de bioseguridad para evitar el contacto de los labios con la boquilla de las pipetas.

Espátulas: Son de acero inoxidable para evitar que sean atacadas por los reactivos químicos. Son útiles para el trasvasado de sólidos, se debe tener especial cuidado de su limpieza.

Mecheros: Constan de una base, en la cual se encuentra la entrada de gas, que es mezclado con aire antes de la combustión. Del centro de la base emerge un tubo o vástago de aluminio, bronce o acero, en cuya parte inferior se encuentra la entrada de aire. Mediante la correcta regulación de la misma se pueden alcanzar distintas temperaturas.

RESUMEN DE LOS MATERIALES COMUNES DE LABORATORIO



INFORME DE LABORATORIO

El informe del trabajo práctico debe contener:

- ✓ Las observaciones recogidas en los experimentos realizados,
- ✓ Las conclusiones y/o justificaciones a las que pudo arribar en base a las observaciones y a sus conocimientos teóricos previos,
- ✓ Todas las ecuaciones químicas, balanceadas por el método que corresponda, indicando en cada caso los estados de agregación tanto de los reactivos como de los productos, Informar aparición, desaparición o cambio de color producidos en el sistema bajo estudio. Es conveniente clasificar las reacciones para asociar los hechos experimentales con los conceptos teóricos,
- ✓ Diagramas, esquemas o cualquier otro requerimiento del docente.

MEDICIONES EN EL LABORATORIO

En el laboratorio de química se suelen hacer diversos tipos de experimentos. En algunos se trata de generar algún tipo de sustancia a partir de otras (síntesis), en otros se trata de determinar qué especies químicas hay en determinada muestra, sin importar mucho su cantidad (análisis cualitativo) y, en muchos casos, el experimento tiene por objeto obtener una magnitud, un número que representa alguna propiedad del sistema en estudio. Por ejemplo: la densidad del agua, la velocidad de oxidación de un clavo, el contenido de calcio de una piedra, la temperatura de ebullición del alcohol, etc. Acá entra en juego un concepto que hay que tener siempre en cuenta: el error.

¿Se puede reducir el error?

Durante cualquier medición siempre aparecen una serie de errores procedentes de distintas fuentes: el objeto o variable a medir, el instrumento de medida, las condiciones ambientales, el operador, etc., los cuales se clasifican en sistemáticos y aleatorios. Los primeros pueden cancelarse o corregirse, si se conocen sus causas, mientras que los

errores aleatorios son más difíciles de eliminar dada su naturaleza. Ambos errores contribuyen a las incertezas en las mediciones.

El error aleatorio no puede eliminarse por completo, pero se puede estimar mediante cálculos estadísticos. Los materiales e instrumentos de laboratorio de calidad suelen ser bastante repetibles en sus medidas, su error aleatorio suele ser bajo. Los seres humanos usamos solamente dos tipos de instrumentos: analógicos y digitales. Los instrumentos digitales tienen una cantidad determinada de cifras. Los multímetros, por ejemplo, tienen 4 o 5 cifras. Normalmente se considera que el error mínimo (de los mejores instrumentos) corresponde a ± 1 de esa última cifra. Cada instrumento suele traer una indicación de su error aleatorio en alguna etiqueta o en el manual. Es importante notar que, en un instrumento digital, el resultado de la medición se lee desde el visor del instrumento, lo cual independiza a la medición del ojo del operador, pero no de su accionar en la medición, es decir de los errores sistemáticos y aleatorios que el operador pueda cometer (calibración del instrumento, correcta manipulación y criterio sobre la elección del mismo, etc). Los instrumentos analógicos son esencialmente diferentes. En realidad, lo único que se mide es siempre una dimensión (longitud o ángulo). La longitud en una regla, en la columna de mercurio de un termómetro, la longitud (altura) de líquido en una probeta, etc. En este caso, la forma de mirar del operador es importante, ya que, al mirar de costado, o de lejos, o sin cuidado, se puede cometer un error que es mucho mayor que las divisiones de la escala.

Tanto para los instrumentos digitales como analógicos, existe una forma de reducir el error aleatorio, y es fácil. Se trata de medir muchas veces. Existen técnicas estadísticas que permiten reducir el error realmente aleatorio, aunque si el analista, por ejemplo, utiliza una pipeta que siempre emite 0,1 mL de más, todas sus mediciones estarán afectadas por el mismo error sistemático, aunque mida muchas veces.

Cifras significativas e informe de resultados

Al informar un resultado de lo que midió, la forma adecuada de hacerlo es indicar el resultado con su incertidumbre, por ejemplo:

$$\text{Densidad de la solución} = (0,985 \pm 0,003) \text{ g/cm}^3$$

Esto significa que la densidad puede estar entre 0,982 g/cm³ y 0,988 g/cm³ . Se usaron tres cifras significativas para expresar el resultado, no tiene sentido considerar (0,9852 ± 0,0030) g/cm³ ya que si ese 5 puede ser incorrecto y con más razón el 2 que le sigue.

A veces no se especifica la incertidumbre en la medición, en estos casos se considera que el error es ± una unidad en la última cifra significativa escrita, esto es:

Concentración = 0,166 M equivale a concentración = (0,166 ± 0,001) M

Ejemplos de cifras significativas:

12,4 kg	3 cifras significativas
16,88 10 ⁻⁴ m	4 cifras significativas
0,1120 M	4 cifras significativas

Cuando se están calculando resultados intermedios no conviene eliminar decimales, ya que las cuentas pierden precisión, pero al informar, las cifras significativas de más no se deben poner. El error conviene escribirlo siempre como una o a lo sumo dos cifras significativas. La magnitud que se informa se escribe con la misma notación decimal que el error, por ejemplo:

(127 ± 8) g/mol está bien

(127 ± 0,6) g/mol está mal, lo correcto es (127,0 ± 0,6) g/mol

Precisión y exactitud. La exactitud se refiere a la diferencia entre el valor medido y el valor real de una cantidad que va a medirse. La precisión se refiere a la variabilidad entre mediciones repetidas de la misma cantidad.

PESADA

Uso de la balanza digital

1. Enchufar la balanza.
2. Verificar que esté equilibrada usando el nivel interno al frente de la misma.
3. Asegurarse que en el visor de la pantalla se visualice el cero.
4. Colocar en el medio de la platina, el recipiente en que se pesará.
5. Tarar la balanza.
6. Colocar el material a pesar dentro del contenedor, hasta llegar al pesado deseado. Si la masa colocada es mayor o menor a la requerida, retirar o agregar soluto, según corresponda, usando una espátula. Este paso se puede repetir las veces que sea necesario hasta lograr un peso, lo más cercano posible a la masa deseada.
7. Retirar de la platina y tarar nuevamente la balanza.
8. Limpiar la balanza si se hubiese caído soluto y apagarla.

*En caso de utilizar una balanza analítica tomar la precaución de mantener las ventanas laterales y superior cerradas al inicio de la pesada, durante el tarado y luego de llegar al peso requerido del material.

USO DE PIPETAS – ENRASE DE MATERIAL VOLUMÉTRICO

Uso de pipetas Las pipetas se usan principalmente para verter alícuotas de líquidos. Mediante el uso de propipetas, que ajustan en la parte superior de la pipeta, se llenan por succión y su vaciado se regula por admisión de aire en el extremo superior de la pipeta (**Figura 1.1**).

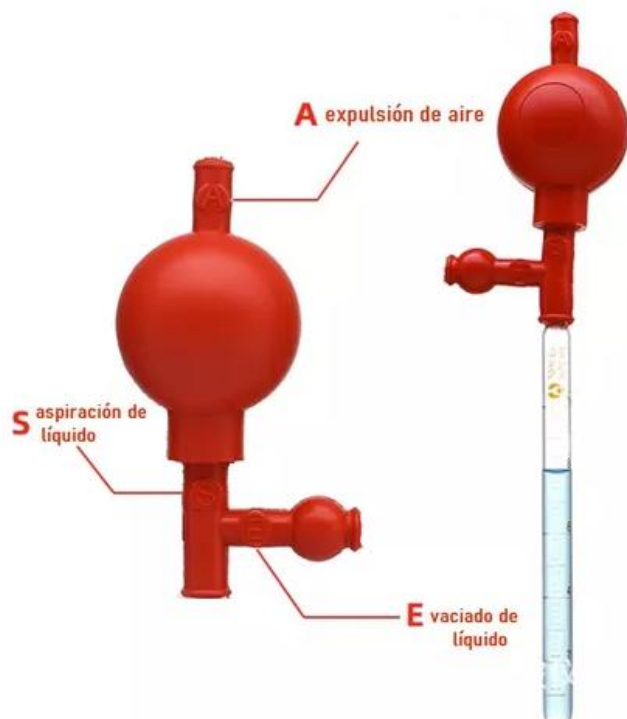


Figura 1.1: Propipeta, permite emplear la pipeta de forma segura y controlada.

La propipeta consta de 3 válvulas, que al presionarlas se abren y al soltar se cierran. La válvula A permite expulsar el aire, la válvula S permite aspirar el líquido y la válvula E permite emitir el líquido.

La pipeta debe lavarse siempre con dos o tres pequeñas porciones de la solución de la muestra, las que deben desecharse. Luego, al llenar una pipeta con la solución contenida en el frasco de reactivo, se debe sostener verticalmente, succionar el líquido hasta unos 2 cm por encima de la marca. Antes de succionar, asegurarse que la punta de la pipeta esté completamente sumergida en el líquido. Si llegara a quedar la punta afuera mientras se realiza esta operación, el líquido llegará hasta la propipeta. Secar la parte externa de la pipeta con un pedazo de papel de filtro o cualquier papel absorbente que no deje restos de fibras sobre las superficies, limpio y seco, sostener la pipeta verticalmente sobre el frasco con la punta apoyada en la boca del frasco y dejar escurrir el líquido lentamente hasta que el menisco enrase exactamente con la marca del calibrado (cero).

Menisco: superficie libre, cóncava o convexa (según el líquido moje o no las paredes del recipiente), de un líquido en un tubo estrecho.

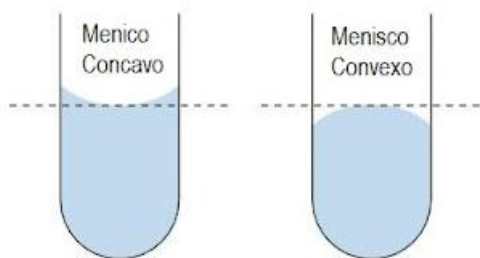


Figura 1.2: Conformación del menisco según cual sea la interacción del líquido con las paredes del tubo contenedor.

Una vez que se ha enrasado y manteniendo siempre vertical la pipeta, se apoya su extremo inferior en la pared interna del recipiente en que se recibirá el líquido. Se mantiene algo inclinado el recipiente, de modo que sea mínimo el contacto entre el extremo de la pipeta y la superficie de vidrio del recipiente. Se deja escurrir lentamente el líquido hasta la graduación deseada, variando la presión de la propipeta. La velocidad de escurrimiento en un material volumétrico para emitir volúmenes debe ser tal que permita el escurrimiento de la película de líquido adherida a las paredes.

La porción de líquido que queda en la punta de la pipeta, una vez descargada, está contemplada en la calibración de la misma.

Cuando se lee el menisco, el observador debe mantener su ojo en posición paralela con el menisco, evitando así los errores de paralaje (**Figura 1.3**).

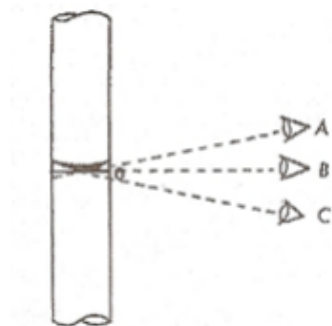


Figura 1.3: Posición correcta del ojo respecto al aforo (B).

Si el líquido que se está manipulando es transparente (incoloro o débilmente coloreado), al enrasar en cualquier graduación, se debe hacer coincidir la parte inferior del menisco con la graduación del instrumento (**Figura 1.4 A**). Si no se puede observar la parte inferior del menisco por tratarse de un líquido no transparente (intensamente coloreado), para

enrasarlo se debe hacer coincidir la parte superior del menisco con la marca de la pipeta (Figura 1.4 B).

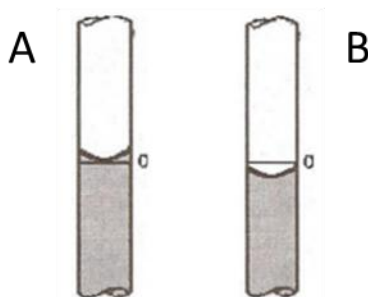


Figura 1.4: Forma correcta de enrasar según sea el líquido transparente (A) u opaco (B).

Luego de realizar una medición, la pipeta no debe ser apoyada en la mesada. No debe usarse la misma pipeta para medir dos líquidos diferentes, para evitar la contaminación e impurificación de los mismos, excepto que entre una y otra medición se lave la pipeta y luego se la enjuague repetidas veces con pequeños volúmenes del próximo líquido a medir.

Tipos de pipeta

La pipeta graduada es recta, de diámetro uniforme y está graduada en su mayor parte. Se usa para medir volúmenes de líquidos emitidos variables. La pipeta aforada o bol pipeta consiste en un tubo largo para verter el líquido que posee una zona ensanchada de la capacidad deseada en el centro. Pueden ser de simple o doble aforo (marca de calibrado).

Apreciación de un instrumento

Mínima división marcada en un instrumento calibrado de medición, que representa la mínima medida que puede dar dicho instrumento con exactitud. ¿Como se calcula? Se elige un volumen del material y se cuentan cuantas divisiones hay en ese volumen, luego se divide el volumen en el número de divisiones. Por ejemplo, si el volumen es 1 mL y hay 10 divisiones (sin contar la primera división del volumen), entonces la apreciación es $1 \text{ mL} / 10 \text{ divisiones} = 0,1 \text{ mL}$. Quiere decir que “cada” línea equivale a 0,1 mL.

LIMPIEZA DEL MATERIAL DE VIDRIO

El material que se utiliza diariamente, una vez finalizado el trabajo del día y antes de guardarse, debe lavarse de la siguiente manera:

1. Lavar con una solución de detergente diluida, usando un cepillo
2. Realizar varios enjuagues con agua corriente
3. Por último, enjuagar con agua destilada.

En general, estos pasos son suficientes si el material de trabajo se vacía y limpia inmediatamente luego de usarse.

Si después de este lavado aún persiste suciedad en el material de laboratorio se procede a lavarlos con soluciones preparadas especialmente, que generarán una reacción química (oxidación, reducción, complejación, neutralización, etc.). Estas soluciones pueden ser las denominadas como:

- Potasa (solución de hidróxido de potasio 20 % P/V, en etanol al 96 %)
- Mezcla Sulfocrómica (solución de dicromato de potasio, preparada en ácido sulfúrico concentrado 98 % P/P)

En algunos experimentos, para lavar el material se requiere de un tratamiento previo al lavado descrito. Por ejemplo: si se emplearon soluciones de permanganato de potasio, el material se enjuaga con soluciones de agua oxigenada en medio ácido. Posteriormente, se continúa con los pasos habituales de lavado.

FRACCIONAMIENTO DE REACTIVOS

Para fraccionar un reactivo en un recipiente adecuado se debe tener en cuenta que:

- Los vidrios son atacados por sustancias alcalinas (hidróxidos del grupo I y II; amoníaco (ac), oxalatos, fosfatos, etc.) y ácido fluorhídrico, por lo tanto estos reactivos no deben envasarse en frascos de vidrio.
- Existen reactivos que sufren cambios, son inestables, cuando no se protegen del medio ambiente, por ejemplo:

- Absorción de CO₂ por sustancias básicas (ejemplo: soluciones de NaOH, OH).
 - Oxidación por el oxígeno del aire (I⁻, Fe²⁺, Na, etc.)
 - Acción de la luz (descomposición de las sales de permanganato en solución que son reducidas a MnO₂ o H₂O₂ porque se acelera su descomposición)
 - Catálisis producida por el pH del medio, por ejemplo, para envasar las soluciones de tiosulfato de sodio se debe tener en cuenta que éste se descompone rápidamente en medio ácido liberando azufre. Si la solución se envasa en frascos de vidrio se produce la descomposición de la sal por la composición química misma del vidrio, por lo tanto, se debe colocar en recipientes plásticos con un leve agregado de carbonato de sodio para garantizar la estabilidad de la solución preparada (0,01 %).
- Existen drogas que se descomponen espontáneamente, por ejemplo:
- El persulfato de amonio y de sodio
 - El peróxido de hidrógeno (30 % P/P)

La acción bacteriana también es un factor a tener en cuenta: esto es fundamental cuando se quiere envasar soluciones, dado que muchas de ellas constituyen excelentes caldos de cultivo. Es normal observar esto con las soluciones alcalinas débiles, por ejemplo, soluciones de carbonatos y acetatos las cuales no deben mantenerse guardadas por mucho tiempo.

PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

PREPARACIÓN DE SOLUCIONES A PARTIR DE UN REACTIVO SÓLIDO

Objetivos generales:

- ✓ Comprender el proceso de disolución de un soluto en un solvente, reconociendo los procesos energéticos involucrados.
- ✓ Incrementar la destreza del trabajo con materiales de laboratorio que le permitan preparar soluciones de concentración aproximada, empleando reactivos de partida en estado sólido y en estado líquido.
- ✓ Saber diferenciar cuando se prepara una solución y cuando una dilución.

¿Qué es una solución o disolución?

Es una *mezcla homogénea* a nivel molecular o iónico de dos o más sustancias, *que no reaccionan entre sí*, cuyos componentes se encuentran en proporción que varía entre ciertos límites. Básicamente, se puede definir como un *sistema homogéneo formado por dos o más componentes, soluto y solvente*. El término disolución también es usado para hacer referencia al proceso de disolver un sólido en un líquido.

Características generales

- ✓ Los componentes de la disolución no se pueden separar por centrifugación ni filtración.
- ✓ Al disolver una sustancia, el volumen final es diferente al volumen inicial del solvente. La masa de la solución es la suma de las masas de los componentes.
- ✓ Generalmente el solvente se encuentra en mayor proporción que el soluto. La proporción en que tengamos el soluto en el seno del disolvente depende del tipo de interacción que se produzca entre ellos, la que está relacionada con la solubilidad del soluto en el disolvente.
- ✓ Las propiedades físicas de la solución son diferentes a las del solvente puro: la adición de un soluto a un solvente aumenta su punto de ebullición y disminuye su

punto de congelación; la adición de un soluto a un solvente disminuye la presión de vapor de éste.

- ✓ Las propiedades físicas dependen de su concentración.
- ✓ Las propiedades químicas de los componentes de una disolución no se alteran.
- ✓ Sus componentes se obtienen por métodos de fraccionamiento, como destilación o cristalización.

DISOLVENTE, SOLVENTE, DISPERSANTE O MEDIO DE DISPERSIÓN

- ✓ Componente que tiene el mismo estado de agregación que la disolución.
- ✓ Si todos los componentes tienen el mismo estado interviene en mayor proporción de masa, aunque muchas veces se considera disolvente al que es más frecuentemente usado como tal (por ejemplo, una disolución conteniendo 50% de etanol y 50% de agua, es denominada solución acuosa de etanol).

SOLUTO

- ✓ Componente que puede o no tener el mismo estado de agregación que la disolución.
- ✓ Si todos los componentes tienen el mismo estado interviene en menor proporción de masa.

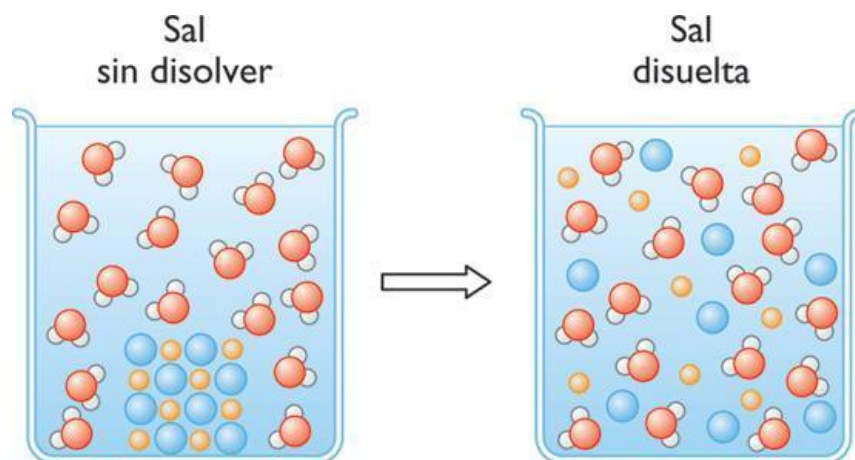


Figura 1.5: Disolución de la sal.

Se pueden distinguir tres tipos de mezclas según el tamaño de las partículas de soluto en la disolución

- ✓ *Dispersiones, suspensiones o falsas disoluciones:* cuando el diámetro de las partículas de soluto excede de $0,1\ \mu\text{m}$.
- ✓ *Dispersoides, coloides o disoluciones coloidales:* el tamaño está entre $0,001\ \mu\text{m}$ y $0,1\ \mu\text{m}$.
- ✓ *Dispérsidos o disoluciones verdaderas:* el tamaño es menor a $0,001\ \mu\text{m}$.

Clasificación empírica o cualitativa de las soluciones

Esta clasificación no considera la cantidad numérica de soluto y disolvente presentes. Dependiendo de la proporción entre ellos se clasifican de la siguiente manera (**Figura 1.6**):

- ✓ *Diluida:* la cantidad de soluto está en mínima proporción en un volumen determinado.
- ✓ *Concentrada:* tiene una cantidad considerable de soluto en un volumen determinado.
- ✓ *No saturada:* no tiene la cantidad máxima posible de soluto que puede disolverse para una temperatura y presión dadas.
- ✓ *Saturada:* tienen la mayor cantidad posible de soluto disuelto para una temperatura y presión dadas. En ellas existe un equilibrio entre el soluto y el disolvente.
- ✓ *Sobresaturada:* contiene más soluto disuelto del que puede existir en equilibrio a una temperatura y presión dadas.

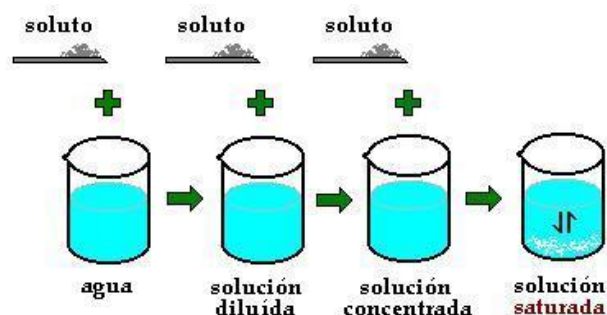


Figura 1.6: Tipos de solución en función de la cantidad de soluto presente.

SOLUBILIDAD

Solubilidad es la cualidad de soluble (que se puede disolver). Se trata de una medida de la capacidad de una cierta sustancia para disolverse en otra.

La solubilidad puede ser expresada en porcentaje de soluto o en unidades como gramos por litro (de uso frecuente en el comercio) o gramos/moles de soluto cada 100 g de solvente (agua) o cada 100 g de solución saturada, por ejemplo. Es importante destacar que no todas las sustancias se disuelven en los mismos solventes. El agua es solvente de la sal de mesa pero no del aceite, por ejemplo.

La polaridad de las sustancias tiene una gran influencia sobre su capacidad de solubilidad. Hay que tener en cuenta que la solubilidad depende tanto de las características del soluto y del solvente como de la presión ambiental y de la temperatura. Por otro lado, y sabiendo que el equilibrio químico es el estado de un proceso en el cual las actividades o las concentraciones de reactivos y productos (proceso químico) o entre estados de la materia (proceso físico), no cambian en un período de tiempo, podemos plantear un equilibrio en el proceso de disolución. Cualquier relación que se establezca entre los estados disuelto y sólido de un compuesto se conoce como *equilibrio de solubilidad*, y se utiliza para anticipar la solubilidad de una sustancia en condiciones determinadas.

Factores que afectan la solubilidad

La solubilidad de una sustancia en otra está determinada por el equilibrio de fuerzas intermoleculares entre el disolvente y el soluto, y la variación de entropía que acompaña a la solvatación. Factores como la temperatura y la presión influyen en este equilibrio, cambiando así la solubilidad.

La solubilidad también depende en gran medida de la presencia de otras sustancias disueltas en el disolvente, como por ejemplo, la existencia de complejos metálicos en los líquidos. La solubilidad dependerá también del exceso o defecto de algún ion común, con el soluto, en la solución; tal fenómeno es conocido como el efecto del ion común. En menor medida, la solubilidad dependerá de la fuerza iónica de las soluciones. Los dos últimos efectos mencionados pueden cuantificarse utilizando la ecuación de equilibrio de solubilidad.

Temperatura

La solubilidad de un soluto en un determinado disolvente principalmente depende de la temperatura. Para muchos sólidos disueltos en el agua líquida, la solubilidad aumenta con la temperatura hasta 100 C, aunque existen casos que presentan un comportamiento inverso. En el agua líquida a altas temperaturas la solubilidad de los solutos iónicos tiende a disminuir debido al cambio de las propiedades y la estructura del agua líquida.

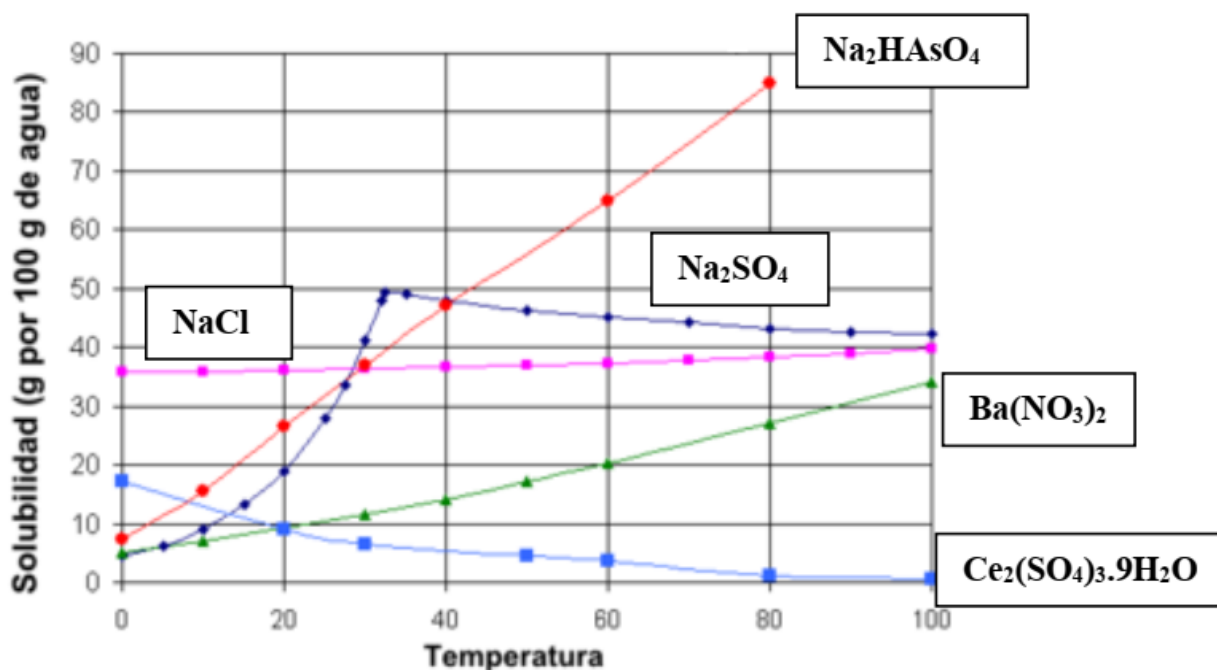


Figura 1.7: Solubilidad de diferentes compuestos iónicos en agua, en función de la temperatura.

La **Figura 1.7** muestra las curvas de solubilidad de algunas sales sólidas inorgánicas típicas. Muchas sales se comportan como el nitrato de bario y el arseniato ácido disódico, y muestran un gran aumento de la solubilidad con la temperatura. Algunos solutos (por

ejemplo, cloruro de sodio (NaCl) en agua) exhiben una solubilidad bastante independiente de la temperatura. Unos pocos, como el sulfato de cerio(III) y el carbonato de litio, se vuelven menos solubles en agua a medida que aumenta la temperatura. Esta dependencia de la temperatura se refiere a veces como «retrógrada» o «solubilidad inversa». En ocasiones, se observa un patrón más complejo, como con sulfato de sodio, donde el cristal decahidrato menos soluble pierde agua de cristalización a 32 °C para formar una fase anhidra menos soluble. Esto es debido a que la entropía aumentada rompe los enlaces moleculares que mantiene unida a la materia sólida, ocasionando que se disuelvan dentro de una solución. Esta es la razón por la cual es más fácil disolver una taza de azúcar en agua caliente que en agua fría.

Los solutos gaseosos muestran un comportamiento más complejo con la temperatura. Al elevarse la temperatura, los gases generalmente se vuelven menos solubles en agua (**Figura 1.8**), pero más solubles en disolventes orgánicos.

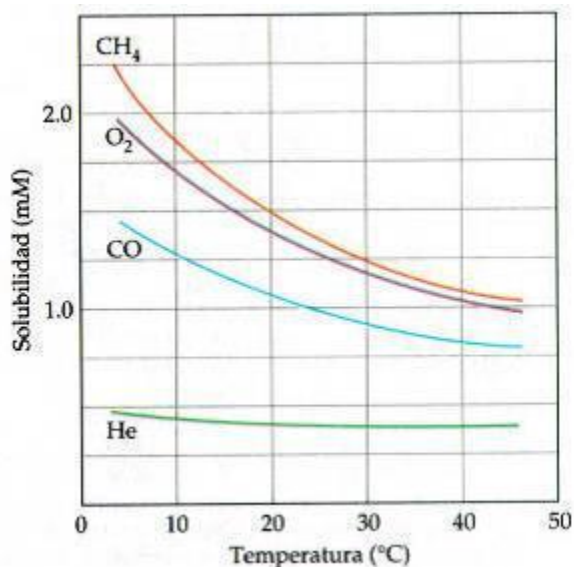


Figura 1.8: Solubilidad de distintos gases en agua, en función de la temperatura.

La solubilidad de los compuestos orgánicos casi siempre aumenta con la temperatura. La técnica de la recrystalización, utilizada para la purificación de sólidos, depende de un soluto de diferentes solubilidades en un disolvente caliente y fría. Existen algunas excepciones, tales como determinadas ciclodextrinas.

Presión

La solubilidad de los gases varía no sólo con la temperatura sino además con la presión ejercida sobre el mismo. De esta manera, la cantidad de un soluto gaseoso que puede disolverse en un determinado solvente aumenta al someterse a una presión parcial mayor (véase Ley de Henry). A nivel industrial, esto se puede observar en el envasado de bebidas gaseosas por ejemplo, donde se aumenta la solubilidad del dióxido de carbono ejerciendo una presión de alrededor de 4 atm.

PREPARACIÓN DE SOLUCIONES POR DILUCIÓN

Es conveniente resaltar que no deben confundirse los conceptos de disolución y dilución. El primero se refiere al proceso físico o químico que ocurre cuando se mezclan en proporciones adecuadas un soluto puro y un solvente para que se forme una disolución. Se dice entonces que el soluto se disuelve en el disolvente. Mientras que la dilución consiste en disminuir la concentración de una disolución dada por agregado de disolvente puro. Es decir que la dilución se prepara a partir de una solución más concentrada (que llamaremos solución madre), en la cual el soluto de partida ya se encuentra solubilizado en un solvente dado y la única modificación introducida es el agregado de mayor cantidad de solvente).

*Es importante destacar que en el proceso de dilución la cantidad de soluto disuelto **no varía**, pero sí cambia la concentración porque varía la relación soluto-solvente.*

Número de diluciones

El número de diluciones (n) es un número adimensional que resulta del cociente entre la concentración inicial de la solución madre y la concentración final que resulta después de la dilución. Evidentemente es **siempre** un número mayor que 1.

$$n = \frac{C_i}{C_f}$$

donde C_i y C_f son las concentraciones inicial y final respectivamente.

Como al diluir una solución, la masa del soluto no cambia, siempre que ambas concentraciones se expresen en la misma unidad se cumple que:

$$C_i \times V_i = C_f \times V_f$$

donde V_i y V_f son los volúmenes inicial y final respectivamente.

Por lo tanto, también es posible calcular el número de diluciones con la siguiente expresión:

$$n = \frac{V_f}{V_i}$$

Por ello, cuando decimos dilución al cuarto ($1/4$) o dilución $1:4$, estamos expresando que diluímos 4 veces la solución de partida ($n=4$). Esto implica que la nueva solución tendrá 1 parte de disolución + 3 partes de disolvente. Ver representación esquemática en **Figura 2.1**.



Figura 2.1: Representación esquemática de una dilución.

DILUCIONES SERIADAS

Se emplea este término cuando se procede a realizar diluciones sucesivas partiendo de una solución madre y a partir de ella se genera un conjunto de diluciones.

Esto ocurre generalmente cuando tenemos que preparar soluciones de concentración muy baja partiendo, por ejemplo, de una solución concentrada comercial, o bien cuando

la alícuota de partida está en el orden de los μL y no se dispone de material volumétrico adecuado. Estas diluciones pueden prepararse de dos maneras:

- a) *Diluciones volumétricas*: Utilizando material perfectamente graduado y calibrado, en cuyo caso la clasificaremos dentro de las técnicas volumétricas, generalmente utilizadas en análisis químicos cuantitativos.
- b) *Diluciones no volumétricas*: Empleando material de graduación aproximada (tubos de ensayos y agregado de la alícuota de solución madre y de disolvente con pipetas graduadas, probetas, etc.). Generalmente utilizadas en análisis químicos cualitativos.

Ejemplos:

- Para preparar 10 mL de $\text{HCl } 1 \cdot 10^{-4} \text{ M}$ a partir de $\text{HCl } 36\% \text{ P/P}$ y $\delta = 1,18 \text{ g/mL}$, encontraríamos que se necesitan $1 \cdot 10^{-6}$ moles de HCl para preparar la dilución, por lo cual la alícuota inicial que se debería tomar del ácido concentrado sería $8,6 \cdot 10^{-5} \text{ mL}$. Como esto es imposible, se debe partir de una solución más diluida, por ejemplo, una solución $0,1\text{M}$ y de allí practicar otra vez una dilución al milésimo ($1/1000$).
- Si partimos de una solución madre de $\text{KMnO}_4 \text{ } 0,45\text{M}$ y tomamos una alícuota de 1 mL y le agregamos 2 mL de disolvente agua, habremos generado una dilución al tercio ($1/3$), a esta solución la llamaremos solución 1. De la solución 1, tomamos una alícuota de 1 mL y le agregamos 2 mL de agua, a esta nueva solución la llamaremos solución 2. La solución 2 es tres veces más diluida que la solución 1 y 9 veces más diluida que la solución madre.

Visualmente, si partimos de soluciones coloreadas como las de KMnO_4 , a medida que aumentamos el número de diluciones, las mismas cada vez resultan más claras, hasta el punto en que la dilución tenga tan poca cantidad de soluto que se perciba incolora.

Esquemáticamente:

Sln Madre (SM)	Sln 1 (SM)/3	Sln 2 (Sln 1)/3	Sln 3 (Sln 2)/4
0,45M	M?	M?	M?

Si conocemos la concentración de la solución madre (SM) se pueden calcular las concentraciones de todas las diluciones:

Sln	Dilución				Concentración de la dilución
1	1/3	→	0,45 M/3	→	0,15 M
2	1/3	→	0,15 M/3	→	0,05 M
3	1/4	→	0,05 M/4	→	1,25. 10 ⁻² M

Si se multiplican todas las fracciones $(1/3) \times (1/3) \times (1/4) = 1/36$, esto nos indica que la solución madre se diluyó 36 veces. Es decir que se puede calcular directamente la concentración de la solución más diluida $0,45 \text{ M}/36 = 0,0125 \text{ M}$.

EJERCITACIÓN PROPUESTA PREVIA AL LABORATORIO

Ejercicio 1: Represente esquemáticamente una dilución

- a) Al medio
- b) Al quinto
- c) Al vigésimo

Si la concentración de la solución madre era 0,824 M ¿Cuáles serán las nuevas concentraciones para cada una de las soluciones a, b y c?

Ejercicio 2: La etiqueta de una bebida cola tiene las siguientes indicaciones: “preparado a base de extracto de cola para obtener bebida dietética sin alcohol lista para consumir por dilución. Contenido neto: 500 cc. Rinde 5 litros. Diluir 1+9”. Explicar cómo debería preparar 1 L de dicha bebida respetando la recomendación de la etiqueta.

Ejercicio 3: En el laboratorio se deben preparar 20 mL de solución de LiF 0,1 M. Dispone de:

- ✓ Anilla
- ✓ Balanza analítica y granataria
- ✓ Embudo vástago corto y largo
- ✓ LiF sólido
- ✓ Matraces de 5, 10, 25, 100 y 1000 ml
- ✓ Pipetas aforadas de 1, 2, 5 y 10 ml
- ✓ Pipetas graduadas de 1, 2, 5 y 10 ml
- ✓ Piseta
- ✓ Probeta de 10, 25, 50 y 100 ml
- ✓ Soporte universal
- ✓ Varilla de vidrio
- ✓ Vaso de precipitado de 5, 10, 50 y 100 ml

Indique cómo procedería para preparar la solución y qué material utilizaría.

Fundamente con cálculos. (Sugerencia: en caso de encontrar alguna limitación para prepararla en forma directa utilice sus conocimientos de preparación de diluciones).

TRABAJO DE LABORATORIO

Ambientación en el laboratorio –Uso de materiales del laboratorio: pipetas.

Objetivos

- ✓ Familiarizarse con el ambiente físico del laboratorio de química y con las normas de seguridad para trabajar en el mismo.
- ✓ Adquirir destreza en las técnicas de pipeteo.

Actividades

I) Reconocer y ubicar en el laboratorio, los siguientes elementos:

- | | |
|-----------------------------|-----------------------------|
| ✓ Baldes de arena | ✓ Extintidores |
| ✓ Bidones de agua destilada | ✓ Extractores |
| ✓ Botiquín | ✓ Mesadas |
| ✓ Cajoneras | ✓ Reactiveros |
| ✓ Campanas | ✓ Recipientes para residuos |
| ✓ Duchas de seguridad | ✓ Salidas de emergencia |

II) Reconocer y nombrar los materiales de laboratorio que contiene la cajonera.

III) Emitir los siguientes volúmenes de agua destilada. Completar el siguiente esquema:

Volumen a emitir	Pipeta	Apreciación (Unidades)
10,00 ml		
3,6 ml		
1,25 ml		

Preparación de soluciones a partir de droga sólida

Objetivos particulares:

- ✓ Adquirir destreza en el uso de la balanza analítica y granataria
- ✓ Adquirir destreza en el manejo de tablas de solubilidad y la preparación de disoluciones saturadas y no saturadas.
- ✓ Comprobar los efectos de los cambios de temperatura sobre la solubilidad de un soluto.
- ✓ Preparar soluciones de concentración aproximada empleando reactivos de partida en estado sólido.

Actividades:

1. Pesar un objeto pequeño en la balanza analítica y granataria: Pesar un objeto pequeño dentro de un recipiente (cristalizador, vaso de precipitado pequeño), utilizando la función Tara de la balanza.
2. Preparar, en forma individual, 50 o 25 mL de una solución de NaCl 0,5 M a partir del siguiente sólido: NaCl puro.
3. Preparar, en forma individual, 50 o 25 mL de una solución de CuSO₄ 0,1 M a partir del siguiente sólido: CuSO₄·5H₂O.
4. Evaluación del efecto de la temperatura sobre la solubilidad. Esto por lado de mesada, poner un tubo con KNO₃ en H₂O
5. Identificar y discutir los posibles errores que se pueden cometer en la preparación de una solución a partir de droga sólida.

Materiales

- | | | |
|-----------|-----------|---------------------|
| ✓ Balanza | ✓ Embudo | ✓ Piseta |
| ✓ Matraz | ✓ Pipetas | ✓ Anilla |
| ✓ Nueces | ✓ Probeta | ✓ Mortero con pilón |

- | | | |
|-------------------|---------------------|----------------------------|
| ✓ Espátula | ✓ Varilla de vidrio | ✓ Tela de amianto |
| ✓ Termómetro | ✓ Soporte universal | ✓ Vaso de precipitado |
| ✓ Papel de filtro | ✓ Cristalizador | ✓ Platina de calentamiento |

Protocolo para la preparación de una solución a partir de droga sólida:

- 1) Calcular la masa necesaria para la disolución, en función de la concentración y volumen deseados, teniendo en cuenta si la droga de partida es pura, impura o hidratada.
- 2) Verificar la solubilidad de la droga a la temperatura de trabajo.
- 3) Morterear la droga sólida.
- 4) Pesar la cantidad calculada, en un recipiente adecuado. Usar, preferentemente, aquel dónde comenzará la disolución.
- 5) En caso de pesar en un recipiente diferente, transferir al recipiente apropiado (vaso de precipitado).
- 6) Agregar al vaso de precipitado un volumen de solvente (agua destilada) no mayor al 50 % del volumen total a preparar.
- 7) Agitar con varilla de vidrio, sin retirar la misma del vaso de precipitado ni salpicar.
- 8) En caso de no solubilizarse completamente, calentar en platina. Luego de solubilizar la droga, retirar el vaso de la platina y dejar enfriar hasta temperatura ambiente, sobre una tela de amianto.
- 9) Colocar el embudo en un soporte apropiado (anilla con soporte universal).
- 10) Colocar bajo el embudo, el matraz del volumen seleccionado, cuidando que el vástago del embudo quede por debajo del aforo.
- 11) Si es necesario filtrar (presencia de impurezas visibles, no solubles), colocar el papel de filtro en el embudo.
- 12) Transferir al matraz utilizando la varilla de vidrio como guía.
- 13) Agregar más solvente, realizando varios lavados con poco volumen, sobre la varilla y el vaso de precipitado.
- 14) Agregar solvente hasta completar 50 – 60 % del volumen del matraz.
- 15) Agitar por rotación, sin retirar el embudo.

- 16) Completar con solvente hasta alcanzar aproximadamente 1 cm del aforo en el cuello del matraz.
- 17) Retirar el embudo sin mojar las paredes del cuello del matraz.
- 18) Enrasar con pipeta apropiada.
- 19) Tapar el matraz y mezclar por inversión.
- 20) Elegir un frasco apropiado, limpio y seco, para guardar la disolución.
- 21) Lavar con una alícuota de la disolución preparada y descartar la misma.
- 22) Trasvasar la solución y rotular el frasco.

¿Qué errores puedo cometer al preparar una solución a partir de droga sólida?

Se pueden distinguir dos tipos de errores:

- ❖ **Por exceso:** *hay exceso de soluto o solvente.*
- ❖ **Por defecto:** *hay menos soluto o solvente.*

Siempre se debe indicar de qué es el exceso o defecto y sobre qué afecta la solución y su concentración.

Si hay exceso de solvente o falta de soluto, se produce un defecto en la concentración y a la inversa, cuando hay menos solvente o exceso de soluto, se produce un exceso de concentración.

- | | |
|--|--------------------------|
| ✓ Pesada | ✓ Disolución |
| ✓ Sacar la varilla durante el mezclado | ✓ Trasvasado |
| ✓ Lavado | ✓ No agitar por rotación |
| ✓ Al retirar el embudo | |

Preparación de soluciones a partir de droga líquida

Objetivo: Adquirir destreza en la preparación de diluciones. Aplicar el conocimiento al cálculo y preparación de diluciones seriadas.

Preparación de una dilución por técnica volumétrica

- ✓ Preparar en un matraz de 100 mL una dilución de HCl 0,05 M, a partir de la

solución madre de HCl 0,5 M.

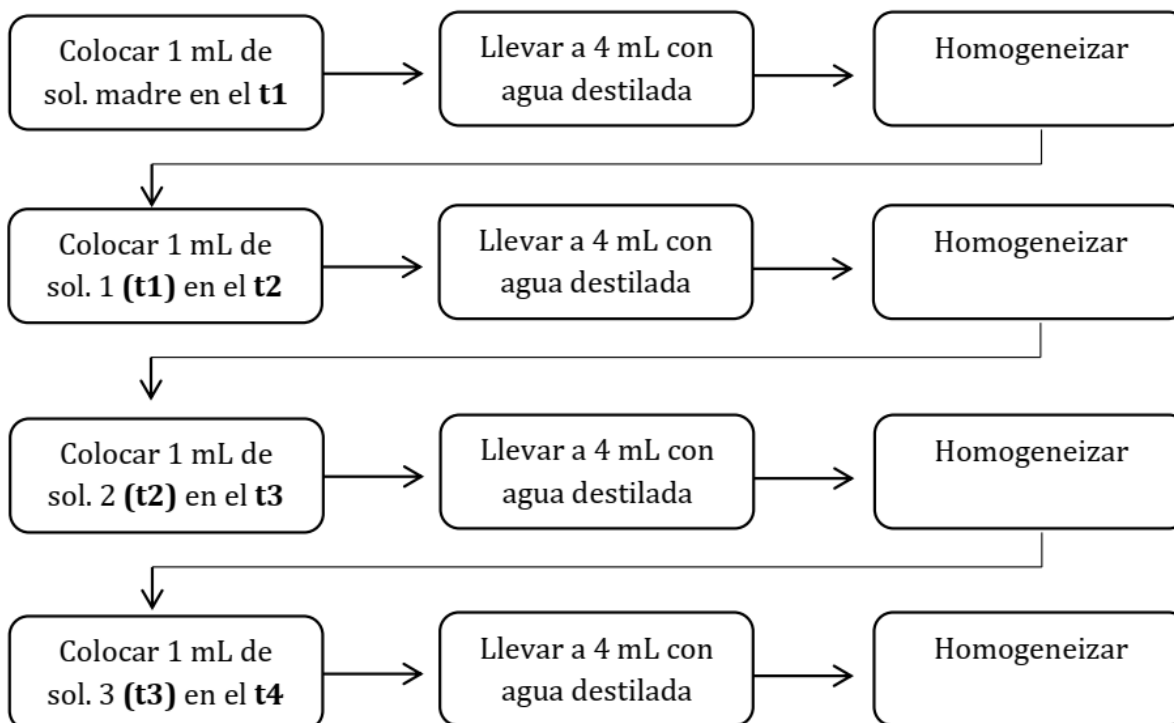
- ✓ Informar las concentraciones en %P/V y g/L.
- ✓ Realizar una lista de materiales utilizados.
- ✓ Mencionar causas de errores en la preparación de las diluciones. Para cada error indicar si la disolución resultante será más o menos concentrada de lo esperado.

Pasos a seguir

1. Realizar los cálculos.
2. Colocar el embudo de vástago largo en el matraz, tomar la precaución de que el extremo inferior del vástago pase del aforo. Sostener con anilla y soporte universal el embudo y agregar un volumen de agua destilada (colchón de agua).
3. Tomar con pipeta apropiada, el volumen de solución madre calculado y colocarlo en el matraz.
4. Agregar agua destilada, arrastrando la mayor cantidad de solución madre y seguir agitando por rotación, sin retirar el embudo.
5. Ajustando la altura del embudo cada vez que sea necesario, agregar agua destilada hasta aproximadamente 1 cm **por debajo** del aforo. Tener la precaución de que el vástago del embudo no tome contacto con la dilución.
6. Retirar el embudo, cuidando de no mojar las paredes del cuello del matraz.
7. Enrasar con pipeta, evitando el error de paralaje.
8. Tapar y mezclar por inversión.
9. Almacenar en recipiente apropiado, debidamente rotulado.

Preparación de diluciones seriadas por técnica no volumétrica

- ✓ Colocar en una gradilla 4 tubos de ensayos rotulados como t1, t2, t3 y t4. Como solución madre utilice CuSO₄ 0,5 M. Seguir el siguiente esquema de trabajo.



- ✓ Calcule para cada tubo la concentración molar.
- ✓ Calcule la dilución que realizó en cada uno de los tubos en relación a la inmediata anterior
- ✓ Indique qué tipo de dilución realizó respecto de la solución madre en cada uno de los tubos
- ✓ Al finalizar la preparación, las disoluciones preparadas serán guardadas en bidones (o botellas) rotuladas como “reciclado”.
- ✓ Elabore el correspondiente informe.

Preparación de una solución saturada de NaCl

- ✓ Preparar por lado de mesada, 50 mL de solución saturada de NaCl a partir del siguiente sólido: NaCl puro.

Protocolo para la preparación de una solución saturada:

1. Calcular la masa necesaria para la disolución, en función de la concentración y volumen deseados, teniendo en cuenta si la droga de partida es pura, impura o hidratada.

2. Verificar la solubilidad de la droga a la temperatura de preparación y la de guardado (80 °C y 20 °C, respectivamente en este caso).
3. Morterear la droga sólida.
4. Pesar la cantidad calculada, en un vaso de precipitado de volumen adecuado.
5. Medir con probeta el volumen de solvente (agua destilada) a preparar de solución saturada.
6. Verter el solvente sobre la masa de sólido.
7. Colocar en baño de agua sobre la platina de calentamiento, controlando la temperatura de trabajo.
8. Una vez alcanzada la temperatura elegida (80 °C) retirar de la platina y colocar en una tela de amianto.
9. Una vez alcanzada la temperatura de guardado (20 °C), filtrar a presión normal.
10. Elegir un frasco apropiado, limpio y seco, para guardar la disolución.
11. Lavar con una alícuota de la disolución preparada y descartar la misma.
12. Trasvasar la solución y rotular el frasco.

TÉCNICAS DE SEPARACIÓN

FILTRACIONES A PRESIÓN NORMAL Y REDUCIDA

Introducción teórica

La filtración sirve para separar sistemas heterogéneos empleando un medio físico, tal como papel, placa de vidrio fritada o porosa, etc., empleando la acción de la gravedad. Dependiendo de las características del sistema, se pueden emplear los sistemas a presión normal o a presión reducida (aplicando vacío por acción de bombas mecánicas o trampas de agua). Se fundamenta en que alguno de los componentes de la mezcla no es soluble en el otro.

Consideraciones generales para la separación sólido-líquido

En un sistema conformado por las fases sólido-líquido, es posible trabajar luego de la separación con una fase u otra; o bien emplear ambas para analizarlas por separado. La fase líquida puede estar formada por una o más sustancias solubles en un determinado solvente a una dada temperatura; por su parte la fase sólida también puede estar integrada por más de una sustancia. La característica de esta fase es que sus componentes son muy poco solubles en ese solvente a esa temperatura, de manera tal que se hace despreciable su solubilidad.

Tipo de filtraciones a aplicar en sistemas sólido-líquido:

1A) Presión atmosférica.

1B) Presión reducida (aplicando vacío).

Selección de los materiales según los casos:

1. Embudo: los embudos deben seleccionarse cuidadosamente previendo si se aplica la filtración **1A)** o **1B)**. Los comunes tienen un cono de 60°. El vástago no debe ser muy ancho y debe estar ligeramente ahusado en la base. Se sostienen con anillas cuyo diámetro será determinado por el tamaño del embudo, ajustadas sobre un soporte universal. Se eligen embudo Büchner o un crisol filtrante para recoger sales luego de la

recristalización. Si se desea calentar el embudo, se usa un baño María especial o un espiral de plomo por la que pasa vapor.

2. Papel de filtro: el papel de filtro (fibras de celulosa) para uso cuantitativo debe estar libre de cenizas. Un papel de filtro cuantitativo de 11 cm de diámetro da, por calcinación, aproximadamente 0.0001 g de cenizas. El papel de filtro se fabrica de varias calidades. La elección de la calidad particular del papel que debe usarse, en lo que a su retención se refiere, está determinada por el tamaño de las partículas del precipitado que se va a filtrar. Cuanto más denso sea el papel (poros más finos), más lenta será la filtración. Si el líquido es muy ácido, muy básico o ataca el papel, conviene usar filtros de vidrio sinterizado (fritado), de cuarzo, alúmina, níquel o porcelana porosa. Se construyen placas con estos materiales para embudos Büchner o en la forma de discos ajustados a embudos.

3. Crisoles filtrantes o embudos con placas de vidrio fritado: para la recolección cuantitativa de precipitados que se van a pesar después de calentar, se emplean varias clases de crisoles con bases porosas. Todos ellos se usan con succión. Ej.: Crisoles de Gooch, Placas de vidrio y sílice, Crisoles de Munroe y Crisoles filtrantes de vidrio fritado.

Descripción de la técnica de filtración

Antes de comenzar una filtración con papel, debe decidirse qué medida y qué tamaño del poro del papel es más adecuado para la filtración en cuestión.

La medida está determinada por la cantidad de precipitado más que por la cantidad de líquido a filtrar. El precipitado no llenará en lo posible más de un tercio del filtro y nunca más de la mitad de este.

Para preparar el papel de filtro, se dobla exactamente por la mitad y luego nuevamente por su centro de manera que las dos mitades no coincidan exactamente. Cuando se abre la mitad mayor de un papel así doblado, el ángulo apical del cono será ligeramente mayor que 60° (**Figura 3.1**)

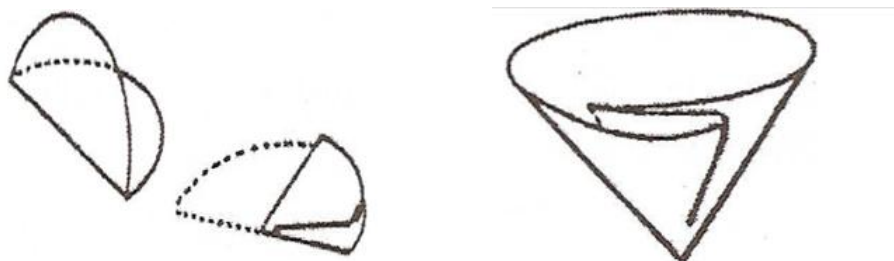


Figura 3.1: Esquema del doblado del papel de filtro.

Dicho papel aplicado en un embudo de 60° no ajustará exactamente contra las paredes de este en la parte inferior, pero sí lo hará en la parte superior. Así filtrará más rápidamente que uno que se adhiera al embudo en toda su superficie, ya que el líquido que se agregue podrá circular sin impedimentos a través del espacio entre el papel y el vidrio y, al mismo tiempo, la parte superior del papel ajustará contra el embudo de forma de no permitir la entrada de aire entre ambos. Deberá cortarse la esquina del doblez exterior para que el papel quede ajustado al embudo cuando se humedezca.

Se coloca el papel en un embudo, se humedece con agua de una piseta y se presiona su tercio superior con los dedos. Cuando se vierte agua en el filtro, debe llenarse el vástago del embudo. De no ser así (en el caso de que el vástago sea demasiado ancho o el vidrio esté engrasado), el extremo del vástago del embudo debe taparse con el dedo, y dejar que se llene hasta que el agua alcance el vértice y más arriba. El aire atrapado, entre el vidrio y el papel, se deja escapar tirando suavemente hacia un lado en un punto del papel. De nuevo se ajusta cuidadosamente el papel sobre el vidrio, todo alrededor, y se quita el dedo: el vástago debe quedar lleno de líquido. El vidrio que está arriba del papel no debe humedecerse. Es muy importante que haya en el vástago una columna de líquido ininterrumpida, porque el peso de dicha columna produce una succión que acelera el proceso de filtración.

Cuando el papel se ajustó al embudo éste se coloca en un soporte y se pone abajo un vaso de precipitado. El vástago debe tocar la pared del vaso para prevenir salpicaduras, y debe estar bien lejos del fondo del mismo. El vaso que contiene el material a filtrar se toma con la mano derecha, se mantiene apenas sobre el embudo a su derecha. La varilla se retira del vaso, cuidando de no perder gotas de líquido y se mantiene vertical sobre el embudo. El borde del vaso se apoya contra la varilla, y el recipiente se inclina lentamente

haciendo que el líquido fluya por la varilla hacia el papel. Nunca debe llenarse el filtro hasta el borde: el nivel del líquido no debe sobrepasar un espacio de 2 a 3 mm desde el borde superior del papel. Al transferir el líquido al filtro, no revolver el precipitado que está en el fondo del vaso. Mientras el líquido fluye libremente a través del filtro, el vaso se mantiene inclinado, y se vierte un chorro lento en el embudo. Cuando se ha vertido la mayor parte del líquido sobrenadante, vendrán las partículas del precipitado, y disminuirá gradualmente la velocidad de la filtración debido a que se obturan los poros del papel con el precipitado. Esperar a que se desocupe el filtro.

Mantenerlo siempre lleno de líquido para impedir que se vacíe el vástago. Examinar el filtrado en busca de partículas de precipitado que puedan haber atravesado el papel. Si se encuentran, pasar a través del filtro el líquido del vaso receptor, recibiendo el filtrado en otro vaso.

Cuando se ha vertido todo el líquido sobrenadante posible, comienza el lavado por decantación. Se dirige contra las paredes del vaso un chorro del líquido lavador de la piseta para empujar hacia abajo las partículas adheridas, se agita el precipitado y luego se deja sedimentar. La cantidad de líquido lavador depende de la cantidad de precipitado, sus características, etc. Cuando el líquido sobrenadante es límpido, se vierte en el filtro, dejando en el todo el precipitado que sea posible. Se agrega al vaso otra porción de líquido de lavado, y se repite el procedimiento. Después de cada adición se deja que el filtro se agote completamente. La operación se repite tantas veces como se estime oportuno.

La parte principal del precipitado se transfiere al filtro mezclándola con la solución de lavado y vertiendo la suspensión; el procedimiento se repite hasta que la mayor parte del sólido esté sobre el papel. El precipitado adherido a los lados y al fondo del vaso se transfiere tomando el vaso con la mano izquierda, la varilla se pone atravesada sobre la parte superior y se mantiene en posición con el dedo índice izquierdo. La varilla se apoya contra el borde del vaso y debe sobresalir 2 o 3 cm del mismo. Se inclina el vaso sobre el embudo de modo que el líquido pueda correr fuera de él, por la varilla hacia el papel. Con la piseta, dirigir un chorro de solución de lavado contra el interior del vaso de modo que las partículas del precipitado se arrastren hacia el filtro. Las partículas adheridas se arrastran humedeciendo las paredes y frotando suavemente con una varilla.

Lavar el interior del vaso y la superficie de la varilla. Lavar el precipitado en el filtro. La clase de solución que se use para lavar depende del precipitado. Si el precipitado es apreciablemente soluble en agua no puede lavarse con ella.

Ejemplo de aplicación: Podemos emplear la filtración a presión atmosférica si queremos eliminar impurezas insolubles de un reactivo determinado como ser en el NaCl (primera etapa de purificación), el cual es extraído directamente de las salinas. Este material seguramente estará acompañado de arena y otras impurezas sólidas no solubles en agua. Para esta separación podemos aprovechar la elevada solubilidad del NaCl en agua. Como sabemos la arena es insoluble en agua como así también las partículas metálicas que puedan encontrarse en la mezcla de partida. Ahora bien, si agregamos agua a la mezcla, nos encontraremos ante un sistema heterogéneo formado por:

- a) *una fase líquida*, en la cual se habrán solubilizado tanto el NaCl, que es el compuesto que nos interesa, como otras sales solubles que lo acompañen, como ser carbonatos, nitratos, fosfatos y sulfatos alcalinos.
- b) *una fase sólida*, formada por todas aquellas sustancias insolubles, como por ejemplo arena, partículas metálicas, y otras sales como ser, carbonatos, fosfatos y sulfatos alcalinos térreos no solubles en agua.

Filtración a presión atmosférica

Materiales necesarios:

- ✓ 1 embudo (puede ser de vidrio o de plástico).
- ✓ 1 anilla con nuez, para sostener el embudo.
- ✓ 1 soporte universal, para sostener la anilla con el embudo.
- ✓ 1 vaso de precipitado de volumen adecuado para preparar el sistema a separar.
- ✓ 1 varilla de vidrio que nos permitirá agitar el sistema.
- ✓ Papel de filtro, cortado adecuadamente y dispuesto en el embudo (que nos servirá para retener la fase sólida, cuando al sistema lo hagamos escurrir

por el embudo).

- ✓ 1 recipiente colector para el líquido filtrado, el mismo puede ser un erlenmeyer u otro vaso de precipitado de dimensiones adecuadas.
- ✓ 1 piseta con agua destilada.

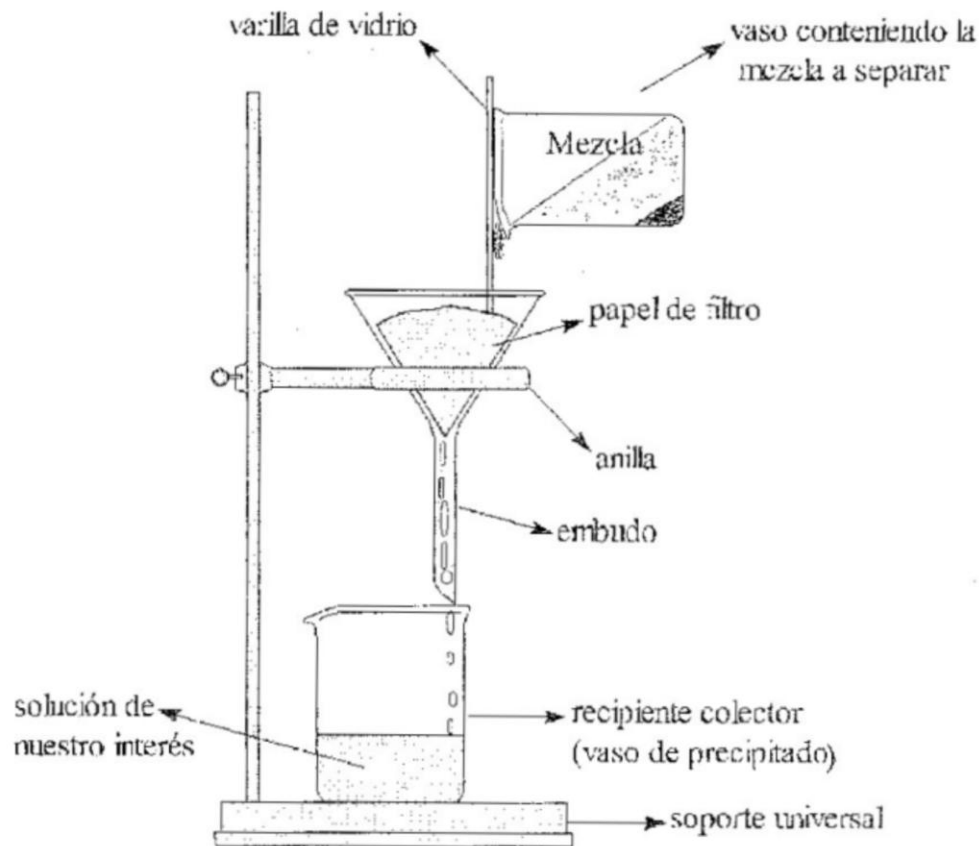


Figura 3.2: Equipo básico para filtración presión normal.

Procedimiento (pasos resumidos):

- I. Colocar la mezcla sólida en un vaso de precipitado de volumen adecuado.
- II. Agregar agua y agitar con una varilla de vidrio.
- III. Seleccionar el tamaño y material del embudo.
- IV. Seleccionar el grado de porosidad del material filtrante.
- V. Dejar reposar unos minutos (proceso de decantación) para que precipiten los sólidos más densos que la solución (pueden existir sólidos menos densos que la

solución por lo cual los mismos quedarán en la parte superior de la misma, denominándose sólido sobrenadante).

- VI. Acompañar con la varilla de vidrio (policía), colocando un extremo en el pico vertedor del vaso de precipitado, y el otro apoyado sobre la pared más gruesa del papel de filtro (el cual deberá estar doblado en cuatro, y colocado dentro del embudo). Ver **Figuras 3.1 y 3.2**.
- VII. Verter la solución lentamente, trasvasar todo el líquido.
- VIII. Lavar el precipitado que queda en el vaso de precipitado, empleando la piseta con agua destilada, de manera tal de arrastrar todo el sólido remanente hacia el interior del papel de filtro, ayudándose con un extremo de la varilla de vidrio recubierta con un pequeño trozo de goma.
- IX. Una vez que se ha transferido todo el sólido al papel de filtro, se deberá lavar el precipitado mediante el uso de piseta, con movimiento circular, de manera tal de arrastrar las sales solubles que pudieran haber quedado atrapadas en el precipitado.
- X. Posteriormente al lavado, la solución filtrada remanente en el recipiente colector puede trasvasarse a una botella perfectamente limpia y rotulada, o bien llevarse a evaporación en una cápsula de porcelana para recuperar las sales solubles en estado sólido.

Filtración a presión reducida o aplicando vacío

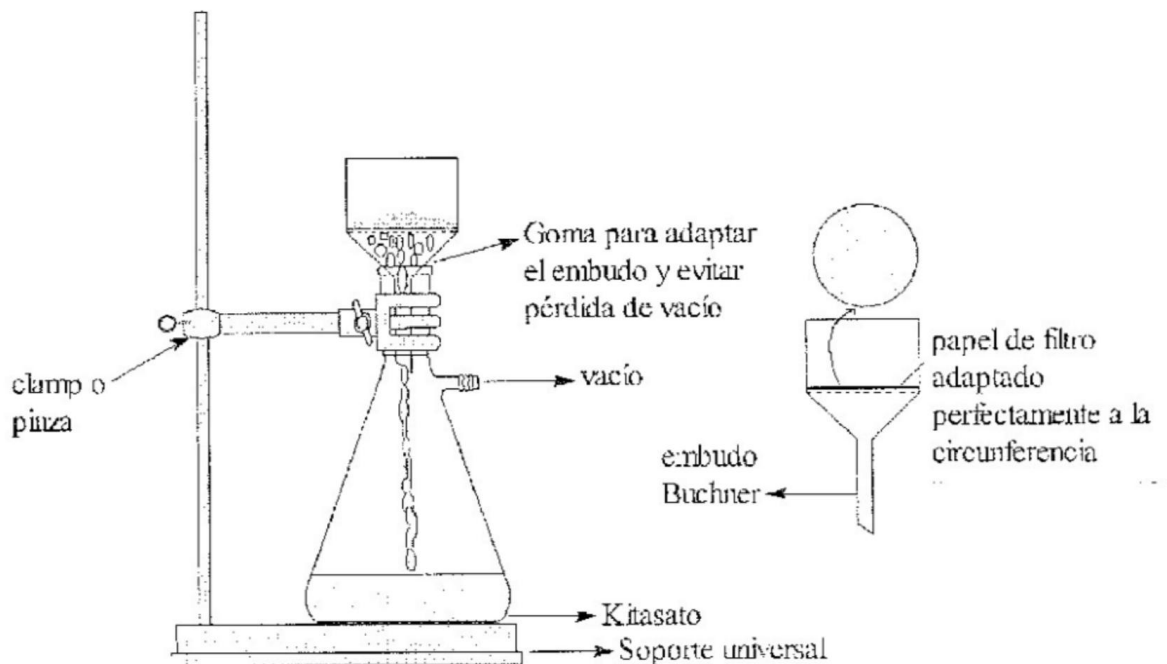


Figura 3.3: Equipo básico para filtración presión reducida.

Materiales necesarios:

- ✓ 1 embudo Büchner
- ✓ 1 Kitasato
- ✓ Abrazadera con nuez
- ✓ soporte universal
- ✓ Bomba de vacío o trompa de agua
- ✓ Vaso de precipitado
- ✓ Varilla de vidrio
- ✓ Tapón de goma perforado o trozo de caucho perforado
- ✓ Goma látex gruesa para vacío

Procedimiento

No difiere en demasía con la filtración a presión atmosférica. En un vaso de precipitado se debe encontrar el sistema heterogéneo a separar. Los puntos I, II y III de la técnica

anterior se repiten. La diferencia radica en el armado del equipo, puesto que el embudo Büchner debe ser colocado en un Kitasato que estará conectado a la bomba de vacío. El papel de filtro deberá colocarse en la base de embudo Büchner, cortado en forma circular, sin doblar, de manera tal que su diámetro sea 1 mm inferior al del embudo, cubriendo de esta manera la totalidad de los orificios del mismo. El contenido del vaso de precipitado se verterá en el embudo, guiado siempre con la varilla de vidrio que deberá colocarse sobre el papel de filtro en su parte central.

El contenido se irá vertiendo de forma lenta, de manera de dar tiempo a la succión de la fase líquida.

Lavar el precipitado con solvente adecuado.

En esta filtración, el líquido del filtrado se recoge dentro del Kitasato y posteriormente deberá ser trasvasado a un recipiente adecuado de acuerdo al destino que se le vaya a dar.

DECANTACIÓN

Utilidad

Sirve para la separación de un sistema heterogéneo en función del tiempo y la densidad relativa de las fases.

Tipos de separaciones

- **Sólidos de líquidos:** Este proceso lo hemos visto previamente cuando en una disolución queda un sólido insoluble. En el caso que este sólido sea más denso que la solución el mismo quedará depositado en el fondo del recipiente entonces sólo bastará dejar reposar el sistema heterogéneo. Una vez que se nota claramente la división de las fases se procede a trasvasar el líquido de manera tal de no remover el sólido o bien se puede emplear succión del líquido usando una pipeta Pasteur conectada a una trompa de agua, teniendo cuidado de no arrastrar el sólido. Cabe destacar que en este proceso la parte que nos interesa para proseguir el trabajo es el sólido y no el líquido.
- **Separación de líquidos inmiscibles:** Dos o más líquidos inmiscibles se pueden separar en orden a sus diferentes densidades. El más denso ocupará el fondo del

recipiente, mientras que el más ligero ocupará la zona superior. Esta separación se realiza con los llamados embudos de separación (o ampolla de decantación).

- **Extracción con solventes:** Esta técnica se emplea cuando se desea llevar a cabo la separación de una sustancia que tiene la capacidad de disolverse con distinto grado de solubilidad en dos disolventes inmiscibles o parcialmente miscibles (como el agua y el éter etílico.)

Extracción con Solventes

La técnica de extracción con disolventes encuentra gran aplicación en la química. Una sustancia se distribuye entre dos líquidos inmiscibles en contacto, con relación a su solubilidad en cada uno de ellos, siempre que no reaccione con ninguno y que exista bajo la misma forma en ambos. Si una vez alcanzado el equilibrio de reparto entre ambos solventes, su concentración es mucho mayor en una fase que en la otra, puede hacerse uso analítico de este comportamiento para concentrar la sustancia en un pequeño volumen de líquido y para separarla de sustancias que no se distribuyen análogamente.

Ejemplos de aplicación en química inorgánica.

- **Sistemas que tienen una única especie inorgánica**, tanto en la fase acuosa como en la orgánica. I_2 , $AsCl_3$, Hg , son ejemplos de este tipo. Estas sustancias son más o menos volátiles y no polares. El solvente orgánico es usualmente inerte, en el sentido que sólo disuelve la sustancia que se particiona y no reacciona con ella químicamente. Sin embargo, pueden presentarse interacciones como con I_2 y benceno.

Para la extracción de esas sustancias se prefieren los solventes no oxigenados como por ejemplo, tetracloruro de carbono (CCl_4), cloroformo (Cl_3CH), porque tienen menor tendencia que los solventes oxigenados a extraer otras sustancias presentes en solución.

- **Sistemas en los cuales se extraen complejos quelatos sin carga de metales, con reactivos orgánicos.** El catión de dichos complejos está más o menos rodeado de radicales orgánicos hidrófobos y, a veces, el complejo sin carga es sólo levemente soluble en agua y mucho más soluble en solventes orgánicos. En las extracciones de

quelatos, se prefieren generalmente los solventes no oxigenados por ser menos afectos a extraer otras sustancias.

- **Sistemas en los cuales se forman compuestos de asociación iónica no solvatados.** Los cationes y aniones grandes están poco solvatados y las sales (compuestos de asociación iónica) que ellos forman, tienen baja solubilidad en agua, pero si contienen un componente orgánico, frecuentemente son más o menos solubles en solventes orgánicos. La extractibilidad de estos compuestos varía de un solvente a otro, a menudo es adecuado el cloroformo.
- **Sistemas en los cuales se forman complejos de coordinación de especies inorgánicas con moléculas de solventes orgánicos.** Las moléculas de un solvente adecuado se pueden coordinar, por ejemplo, al ion hidrógeno de un ácido de complejo metálico o al catión de una sal.

Tratamiento racional de las separaciones por extracción con solventes inmiscibles

A) Método de extracciones simples

Son los que pueden efectuarse en un pequeño número de etapas con aparatos simples. Las ampollas de decantar sirven muy bien para mezclar y separar las fases. La gran mayoría de las separaciones por extracción en análisis inorgánico se hacen mediante métodos simples.

Considerando la separación de dos elementos A y B en solución por extracción con un solvente inmiscible y con un reactivo dado, siendo A más extraíble que B, el problema es fijar el número máximo de extracciones. A medida que se incrementa el número de extracciones, aumenta la cantidad extraída tanto de A como de B.

B) Extracción continua

Cuando el coeficiente de extracción K (razón entre la concentración orgánica y la concentración acuosa de A) de la sustancia deseada es bajo, puede ser necesario el uso de algún tipo de sistema de extracción continua. Un volumen limitado del solvente orgánico extractante pasa continuamente gota a gota a través de la solución acuosa, manteniendo el ciclo por vaporización y condensación del solvente. Existen en uso diferentes estilos de aparatos.

C) Extracción en contracorriente

Cuando dos sustancias tienen coeficientes de extracción que difieren en un factor pequeño, se requieren fraccionamientos sistemáticos e intensivos. Los métodos de extracción en contracorriente producen dicho fraccionamiento. El método más simple necesita una serie de ampollas de decantación o una serie de tubos en un aparato automático, que transfiere una de las fases del solvente de tubo a tubo, después que las fases inmiscibles se han equilibrado. Cada tubo contiene un volumen fijo de solvente orgánico. La solución acuosa que contiene las sustancias A y B, que se tratan de separar, se agrega al primer tubo y los líquidos se agitan conjuntamente. Después que las fases se han separado, se transfiere la fase acuosa del primer tubo al segundo y se agrega al primero un volumen igual de solución acuosa que no contiene ni A ni B.

Se mezcla el contenido de ambos tubos y la fase acuosa del segundo tubo se transfiere al tercero, la del primero al segundo y se agrega solución nueva al primer tubo; se repite una y otra vez. Al final del proceso completo, la fase acuosa habrá alcanzado el último tubo de la serie. Si el número de tubos y transferencias es suficientemente grande, la distribución del soluto entre los tubos será aproximadamente gaussiana. Este método es más útil en separaciones bioquímicas.

Procedimiento para trabajar con ampollas de decantación

Previo a la utilización de la ampolla

- Verificar que el tapón y el robinete (llave), estén bien ajustados. En caso de tratarse de material esmerilado, se lubrican con grasa siliconada preferentemente o vaselina sólida antes de cada uso.
- Disponer un lugar adecuado bajo campana.
- Disponer de un soporte universal al cual se le sujeta una anilla con nuez regulada a la altura del operador. El aro de la anilla debe estar preferentemente recubierto. De ser posible, el recubrimiento debe ser de tipo acolchonado, para que en el caso de manipulación violenta brinde protección al material de vidrio minimizando los riesgos de

roturas. El tamaño del aro de la anilla deberá ser elegido de modo tal que la parte más ancha de la ampolla no pase por la anilla, pero permita la manipulación cómoda del material.

Pasos sugeridos (Figura 3.4)

- 1) Colocar la ampolla con el robinete cerrado en la anilla y un recipiente contenedor debajo de la misma.
- 2) Agregar por la parte superior la solución con el analito a extraer, usando un embudo para evitar salpicaduras.
- 3) Agregar el solvente de extracción que formará el sistema heterogéneo.
- 4) Tapar la ampolla.
- 5) Retirar de la anilla.
- 6) Invertir la ampolla y con el vástago de la misma apuntando hacia arriba y hacia el fondo de la campana, agitar vigorosamente su contenido líquido durante unos segundos.

La ampolla de decantación debe manejarse con ambas manos; con una se sujeta el tapón asegurándolo con el dedo índice o con la palma de la mano y con la otra se manipula el robinete.

- Eliminar la presión generada en el interior de la ampolla, debida a los gases que se puedan formar por las interacciones soluto solvente y la agitación mecánica, abriendo el robinete siempre apuntando con el vástago de la ampolla hacia arriba.
- Cerrar el robinete y agitar nuevamente.
- Repetir la operación varias veces hasta que al abrir el robinete se note que interiormente la presión ha disminuido considerablemente.
- Apoyar normalmente la ampolla en la anilla y destapar.
- Esperar la separación neta de ambas fases.

¿Cómo se termina el procedimiento?

Si la fase que nos interesa separar es la **superior**, entonces se abre la llave y se deja caer toda la fase inferior y parte de la superior. Se desecha lo recogido y a continuación el líquido restante se retira de la ampolla por la parte superior transvasándolo a un recipiente adecuado. Si aún se debe continuar con el proceso de extracción, en esta

etapa no se retira el líquido, sino que se vuelve a adicionar el solvente de lavado o de extracción según corresponda.

Si la fase que nos interesa es la ***inferior***, entonces se abre la llave y se cierra bastante antes de que empiece a caer la fase superior. De esta forma se evitan contaminaciones entre ambas fases. Por la parte superior se descarta el líquido remanente. Se recarga la ampolla y se retoma nuevamente el proceso tantas veces como requiera la técnica de extracción.

Materiales necesarios

- ✓ 1 soporte universal
- ✓ 1 anilla con nuez
- ✓ 1 ampolla de decantación
- ✓ 1 recipiente colector (puede ser un Erlenmeyer)

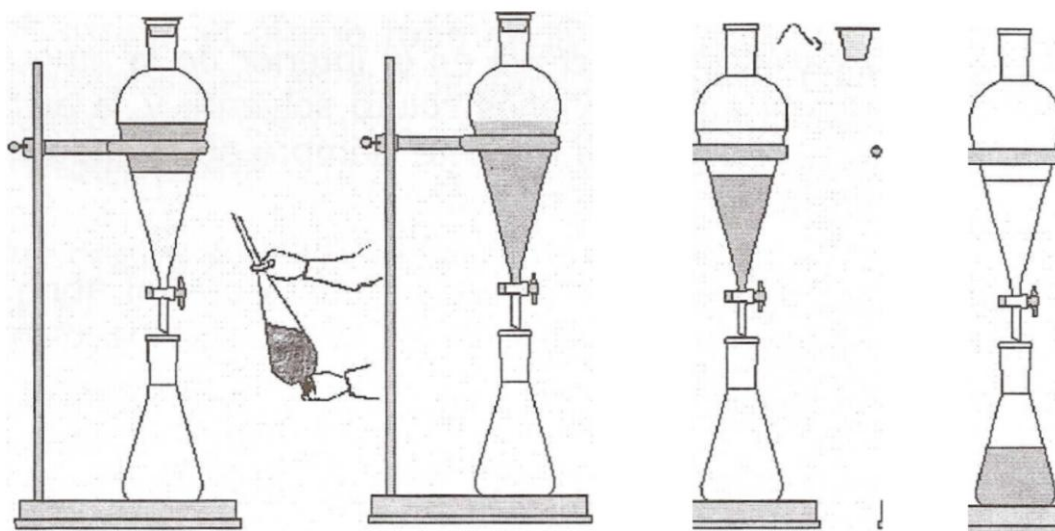


Figura 3.4: Procedimiento para extracción con ampolla de decantación.

CENTRIFUGACIÓN

Utilidad

Esta técnica también permite separar sólidos de líquidos. Se emplea generalmente cuando el tamaño de partícula es muy pequeño y por lo tanto los materiales porosos que se emplean para la filtración resultan grandes, tal es el caso que ocurre cuando tenemos precipitados coloidales y las partículas permanecen en suspensión. Ante la presencia de este tipo de sólidos en solución es necesario aplicar sobre los mismos la acción de fuerza centrífuga para obligar a la aglutinación de las partículas y de este modo poder separarlas de la fase líquida. Algunos ejemplos de estos sólidos coloidales están representados por:

- AgCl (s)
- Fe(OH)₃ · xH₂O recién precipitado
- Carbón activado utilizado para decolorar muestras líquidas
- Sistemas con proteínas presentes

La centrifugación también se usa para separar sales recristalizadas de su líquido madre, para recoger precipitados difícilmente filtrables y para trabajos cuantitativos aproximados por medición del volumen de precipitado centrifugado.

Existe una amplia y creciente variedad de centrífugas de laboratorio. Se las puede clasificar por su fuerza centrífuga relativa, FCR, o sea respecto a la gravedad.

$$FCR = 1,12 \cdot 10^{-5} v^2 R$$

R: distancia al eje de giro

v: velocidad en r.p.m.

La principal variable es el número de revoluciones por unidad de tiempo, que va de 2000 r.p.m. en una centrífuga manual, 18000 r.p.m. con FCR de 25000 de acuerdo al tipo de cabezal en las centrífugas eléctricas, a 80000 r.p.m. con FCR de 250000 en la ultracentrífuga que opera en vacío. La facilidad de separación depende de la diferencia de densidad entre las fases líquida y sólida y de la FCR.

Procedimiento

La muestra a separar debe colocarse en un tubo de centrífuga. Siempre deben colocarse pares de tubos de centrífuga, que posean el mismo peso y ubicados en forma opuesta dentro de la centrífuga. Por lo tanto, cada vez que opere con este tipo de tubos que luego

serán llevados a la centrífuga, deberá colocar 2 tubos y controlar su peso en la balanza destinada para tal fin. (Esta balanza se denomina balanza pesa tubos y es muy sencilla de manipular). El contenido de ambos tubos puede ser: de la muestra a centrifugar o bien tener un tubo con muestra y el otro sólo con agua destilada, para compensar el peso. Este requisito es simplemente para no descentrar el eje de la centrífuga. Por ello una vez controlado el peso de los tubos, éstos deben ser numerados o correctamente identificados y colocados en las partes contrapuestas del soporte para tubos dentro de la centrífuga.

Luego de esta operación:

- Controlar que los tubos han quedado enfrentados de a pares.
- Tapar y asegurarse que la tapa de la centrífuga ha quedado bien cerrada.
- Seleccionar el controlador de r.p.m. y el tiempo.
- Esperar que transcurra el tiempo y se detenga la centrífuga (*No detenga la centrífuga de forma manual*).
- Proceder a la separación.

¿Cómo proceder a la separación?

La separación se hará según nos interese el sólido o el líquido. Generalmente, si la combinación de los factores tiempo y r.p.m. ha sido correctamente seleccionada obtendremos un sólido compacto en la cavidad cónica del tubo. Por lo tanto, el líquido simplemente se podrá separar volcándolo con un movimiento rápido, en un recipiente adecuado (generalmente, por los volúmenes que manejamos ese recipiente será un tubo de ensayo).

El líquido también puede separarse con la utilización de una pipeta Pasteur a la cual le hemos adaptado una perita de goma, esto debe realizarse cuidadosamente de manera tal que la punta de la pipeta no sea insertada en el sólido pues esto provocaría la resuspensión del sólido que permanece en el fondo. Para esto conviene inclinar el tubo de centrífuga (aproximadamente a 45°) y comenzar con la succión del líquido.

Otra alternativa es emplear pipetas Pasteur pero esta vez adaptadas a una trampa de agua para realizar vacío. Esto sólo lo utilizamos cuando el líquido sobrenadante no tiene ningún interés para nuestros análisis. En este caso como el arrastre del líquido será

hecho en forma violenta deberemos tener extremo cuidado cuando nos acerquemos al sólido. También para proceder de esta manera conviene tener el tubo inclinado por lo menos a 45°.

Si queremos lavar el sólido solamente será necesario **resuspender** el mismo en el líquido de lavado: El proceso de la centrifugación se repite cuantas veces sea necesario hasta obtener en el líquido de lavado ensayos negativos para las especies químicas que necesitamos que estén ausentes.

Materiales necesarios

- ✓ Tubos de centrífuga
- ✓ Balanza pesa-tubos
- ✓ Centrífuga
- ✓ Varilla de vidrio
- ✓ Piseta
- ✓ Pipetas Pasteur
- ✓ Peras de goma

DESTILACIÓN

La destilación es el procedimiento más utilizado para la separación y purificación de líquidos, y es el que se utiliza siempre que se pretende separar un líquido de sus impurezas no volátiles.

La destilación, como proceso, consta de dos fases: en la primera, el líquido pasa a vapor y en la segunda el vapor se condensa, pasando de nuevo a líquido en un balón (o recipiente contenedor adecuado) distinto al de la destilación.

A) Destilación simple

Para un líquido, o una solución de un soluto no volátil en un líquido, se puede aplicar una destilación simple, empleando un aparato sencillo (**Figura 3.5**). Al comenzar el calentamiento, aumentará la presión de vapor del líquido a destilar, hasta que alcance la presión atmosférica y entre en ebullición. Entonces, comenzará a fluir suficiente vapor caliente como para lograr un nuevo equilibrio liquido-vapor en el bulbo del termómetro y

se podrá leer dicha temperatura de ebullición, simultáneamente con la recolección del destilado.

Hay aparatos en los que se puede eliminar el aire, para manejar sustancias gaseosas a temperatura ambiente.

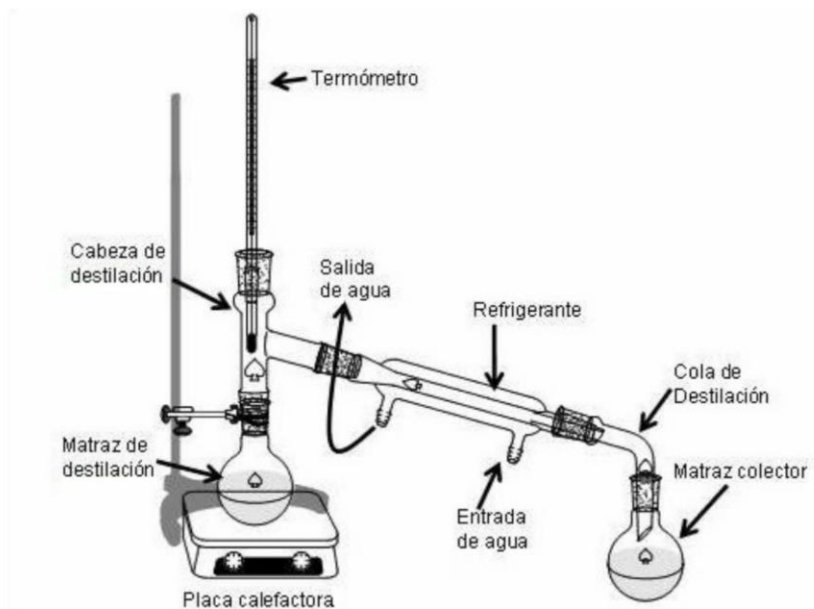


Figura 3.5: Equipo de destilación simple.

B) Destilación fraccionada

Se usa para separar líquidos cuyos puntos de ebullición están próximos entre sí. Una mezcla líquida en ebullición está en equilibrio con su vapor, cuya composición es más rica en el componente más volátil. La condensación del vapor y su reevaporación parcial, da lugar a un nuevo enriquecimiento. Para una mezcla dada, se requiere un número determinado de estas etapas para conseguir un vapor que contenga una determinada composición, más rica que el líquido original, en el componente más volátil. Esto puede conseguirse en columnas de fraccionamiento provistas de platos horizontales, ordenados de modo que el condensado, a través del cual burbujea el vapor que asciende, condense sobre cada plato y refluya al plato inferior. Existen varios tipos de columnas de fraccionamiento. Cualquiera de ellas puede servir para armar un aparato de destilación fraccionada (**Figura 3.6**).

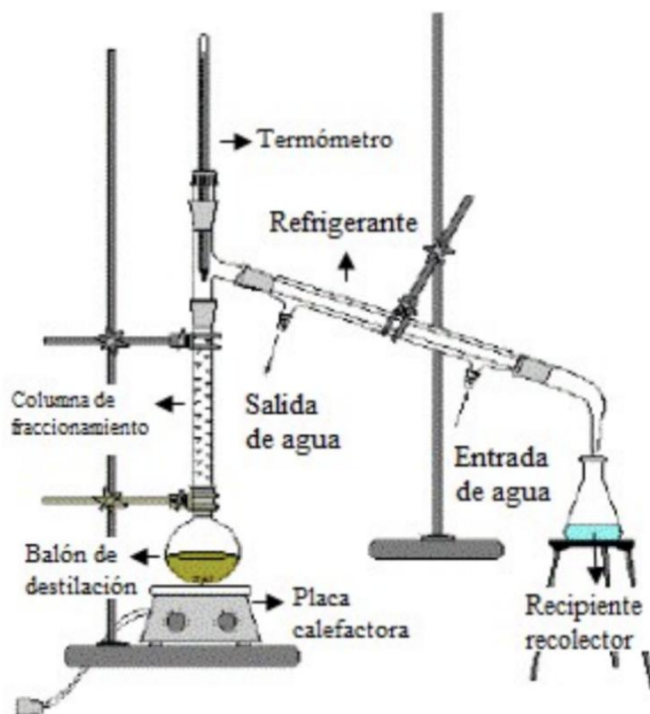


Figura 3.6: Equipo de destilación fraccionada.

C) Rotavapor

Es un equipo diseñado para permitir la rápida eliminación de un disolvente. Se asemeja en su funcionamiento a un destilador simple al vacío. Se usa para concentrar soluciones de solutos que se descomponen con la temperatura (**Figura 3.7**).

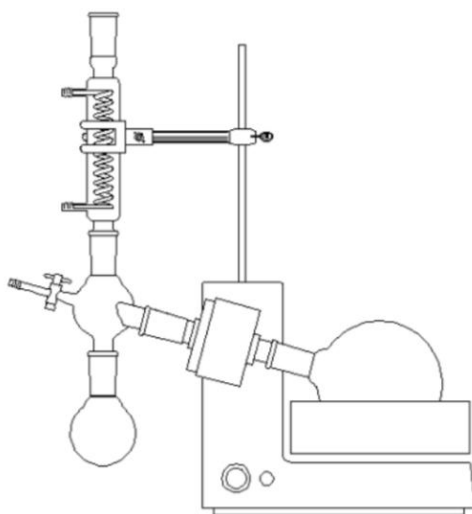


Figura 3.7: Rotavapor.

EVAPORACIÓN

Consiste en calentar la mezcla hasta el punto de ebullición de uno de los componentes, y dejarlo hervir hasta que se evapore totalmente. Este método se emplea si no tenemos interés en utilizar el componente evaporado. Los otros componentes quedan en el recipiente (normalmente un cristizador o un vaso de precipitado). Un ejemplo de esto en la naturaleza se encuentra en las salinas. Allí se llenan enormes embalses con agua de mar, y los dejan por meses, hasta que se evapora el agua, quedando así un material sólido que contiene numerosas sales tales como cloruro de sodio, cloruro de potasio, etc.

TRATAMIENTO DE PRECIPITADOS

El valor de la máxima solubilidad de una sustancia en un determinado disolvente recibe el nombre de concentración de saturación y tiene un valor límite en unas condiciones de temperatura y presión dadas. Por tanto, siempre que estemos en condiciones de equilibrio, un exceso de concentración por encima de la concentración de saturación provocará la aparición del exceso de sólido.

Si el sólido se forma de un modo rápido, desordenado, en muchos puntos simultáneamente (núcleos de cristalización), y las partículas son, en consecuencia, de tamaño muy pequeño, hablaremos de un **proceso de precipitación**.

La precipitación se limita a la formación en medio acuoso de sólidos iónicos (electrolitos) poco solubles mediante alguna reacción química.

Este método es utilizado en química como técnica de purificación de sólidos, necesitando de técnicas de separación de la fase líquida (aguas madres) tales como la decantación, filtración o centrifugación.

Una reacción de precipitación es aquella en la cual se produce la formación de una fase sólida en el seno de una disolución, de un modo normalmente tan rápido que no puedan formarse cristales únicos. Las reacciones de precipitación se utilizan a menudo con alguno de los siguientes fines:

- Separación
- Identificación (análisis cualitativo)
- Determinación (análisis cuantitativo)

Las sales (sulfuros, haluros, carbonatos, sulfatos, etc.) y los hidróxidos metálicos son los tipos de compuestos inorgánicos entre los que se encuentra un mayor tipo de sustancias poco solubles. En general podemos decir que cuando las interacciones soluto-disolvente son mayores y del mismo tipo que las soluto-soluto, la solubilidad se ve favorecida.

El tamaño y la forma de las partículas de un precipitado dependen de las condiciones en las que se formó el precipitado, de las características individuales de la sustancia particular y de su tratamiento (envejecimiento) después de la precipitación.

Tipos de tratamientos

Digestión de precipitados

Consiste en calentar la disolución durante un tiempo largo, una vez que se ha formado el precipitado (facilita la eliminación del agua enlazada).

Envejecimiento (maduración) de precipitados

Consiste en dejar reposar la disolución durante un tiempo (facilita la destrucción de las fases coloidales). Las partículas más pequeñas son más solubles, por lo que las grandes crecen a expensas de las pequeñas. Esto condiciona que el precipitado tenga diferente solubilidad dependiendo del tiempo transcurrido desde su formación.

Lavado de precipitados

Cuando se ha filtrado prácticamente todo el líquido sobrenadante, y solo queda un pequeño volumen del mismo junto con el precipitado se comienza a lavar por decantación. Se lavan las paredes del vaso, con un chorro de piseta para despegar las partículas adheridas, se agita el precipitado y se lo deja decantar.

Conviene lavar el precipitado muchas veces con pequeñas porciones de líquido de lavado, en lugar de emplear pocas porciones grandes.

En la mayoría de los casos conviene que el solvente de lavado coincida con el solvente en el cual se ha preparado la muestra. Si la solubilidad lo permite, se suele lavar con agua los sólidos obtenidos en solución acuosa. La eficacia del lavado depende del grado de eliminación del líquido madre. La elección de la temperatura del líquido de lavado

dependerá de la solubilidad del precipitado a alta temperatura. Si es posible, deben utilizarse líquidos de lavado calientes, porque la velocidad de filtración es mayor debido a la disminución de la viscosidad de los líquidos con el aumento de temperatura.

Secado y calcinación de precipitados

Secado

Los sólidos separados por filtración deben ser secados como primer paso del análisis cualitativo o cuantitativo. Para el estudio cualitativo basta lavar muy bien el sólido con múltiples agregados de alícuotas del solvente elegido de lavado y como lavado final se le agrega un segundo líquido de lavado que tenga un bajo punto de ebullición como ser hexano, éter o acetona, y luego se deja secar la muestra al aire (siempre y cuando las características del sólido lo permitan) o se coloca en un desecador el cual deberá tener en el fondo un agente desecante el cual absorberá el remanente del solvente (especialmente si es agua) secando totalmente de esta manera el sólido. Si se necesita un procedimiento más rápido de secado, se puede emplear un desecador con salida para vacío.

Calcinación

Para el tratamiento cuantitativo la muestra debe calcinarse, para lo cual el filtro se saca cuidadosamente el embudo, los bordes del papel se doblen hacia abajo y sobre el precipitado de modo de encerrarlo completamente. El papel con el precipitado se coloca sobre un crisol previamente pesado, con el lado que tiene las tres capas de papel hacia abajo. Cuando se terminó la calcinación, mientras aún está caliente, se coloca el crisol en el desecador. Después que el crisol alcanzó la temperatura ambiente, se pesa y se calcina de nuevo entre 10 a 15 minutos. Se repite eso último hasta peso constante, que se pone de manifiesto con dos pesadas consecutivas que no difieran en más de 0.2 mg en el caso más común.

TRABAJO DE LABORATORIO

Objetivo:

- ✓ Separación de componentes de mezclas homogéneas y heterogéneas.
- ✓ Adquirir destreza en los distintos tratamientos de la muestra y en las distintas técnicas de separación.

Procedimiento:

Por lado de mesada: Armar una batería de tubos compuesta por tres tubos de ensayo y un tubo de centrífuga (plástico). En cada uno de ellos, se agregarán 2 mL de una mezcla de sales de los cationes Al^{3+} y Fe^{3+} y se añadirá gota a gota solución de NaOH 8M (aproximadamente 20 gotas), **hasta precipitación completa**.

Cada lado de mesada realizará uno de los siguientes tratamientos a los cuatro tubos de reacción, aplicando posteriormente los siguientes métodos de separación: *filtración a presión normal, filtración a presión reducida, centrifugación y decantación*.

- ✓ Tratamiento 1: inmediatamente después de finalizada la mezcla reacción.
- ✓ Tratamiento 2: luego de incubar la mezcla de reacción 15 minutos a temperatura ambiente (Maduración)
- ✓ Tratamiento 3: luego de digerir la mezcla 15 minutos a Baño María (Digestión)
- ✓ Tratamiento 4: luego de incubar la mezcla 15 minutos a temperatura ambiente + 15 minutos a Baño María (Maduración y digestión).

Al finalizar, comparar los filtrados y sobrenadantes obtenidos y evaluar la eficacia de las distintas técnicas aplicadas.

Tratamiento del sólido y sobrenadante separado:

Sólido: Colocar una punta de espátula del sólido obtenido en un tubo de Kahn y agregar gotas de HCl 1 M hasta disolución total. Observar e interpretar.

Sobrenadante: En un tubo de Kahn agregar 0,5 mL de líquido sobrenadante y agregar gota a gota HCl 1 M. Observar e interpretar. Repetir el procedimiento, agregando gota a

gota y lentamente HAc 1 M. Observar e interpretar.

Reconocimiento de ión Fe^{3+}

Control positivo: En un tubo de Kahn agregar 0,5 mL de una solución de cationes $\text{Al}^{3+}/\text{Fe}^{3+}$ y agregar unas gotas de KSCN. Observar la formación de complejo rojo sangre de $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{-3}$.

Control negativo: En un tubo de Kahn agregar 0,5 mL de agua destilada y agregar unas gotas de KSCN. Observar e interpretar.

Ensayo en sobrenadante: En un tubo de Kahn agregar 0,5 mL del sobrenadante y agregar unas gotas de KSCN. Observar e interpretar y concluir.

Mostración

Se mostrará y explicará el funcionamiento de:

- ✓ Un equipo de destilación
- ✓ Ampolla de decantación

GASES

APLICACIÓN DE LAS LEYES DE LOS GASES: empleo de una cuba neumática

Objetivos

- ✓ Adquirir destreza en la metodología y medida del volumen de gas en las condiciones experimentales.
- ✓ Calcular la pureza del Zn.

Consideraciones generales

- Esta técnica involucra reacciones en las cuales se pueden producir uno o más productos gaseosos. Por ende, es muy importante tener un sistema de trabajo hermético.
- Siempre que trabaje con un material graduado debe familiarizarse con la apreciación del mismo. Tomarse unos minutos antes de empezar para ver cuál es la apreciación de la cuba.

Materiales:

- ✓ Acodadura de vidrio
- ✓ Cristalizador
- ✓ Cuba neumática
- ✓ Gasógeno
- ✓ Goma látex flexible
- ✓ Jeringa y aguja
- ✓ Pinzas (abrazaderas) con nuez
- ✓ Soportes universales
- ✓ Tapón de goma

Reactivos:

- ✓ Zn en polvo
- ✓ Ácido clorhídrico 5 M

Descripción de la técnica:

La cuba debe llenarse totalmente con el líquido confinante. Para la elección del líquido confinante, el mismo:

- No debe solubilizar el gas generado en la reacción.
- No debe reaccionar químicamente con el gas.
- Debe poseer baja presión de vapor y ser conocida.
- Es deseable que no sea tóxico y económico.

Una vez llena, la cuba debe invertirse sobre un cristalizador que contenga líquido confinante (en esta operación se debe tener la precaución de que no entren burbujas de aire, para lo cual resulta útil colocar un papel en el extremo abierto). Cuando se ha logrado colocar en la posición correcta, la cuba debe ser sostenida mediante una abrazadera con nuez adosada a un soporte universal. (Ver **Figura 4.1**). Este procedimiento lo mostrará y supervisará el auxiliar, uno por mesada. Pesar el metal, y agregarlo al gasógeno taparlo con el tapón. Conectarlo a la cuba ya preparada. Mediante una reacción química se procederá a generar el gas en el gasógeno, y dicho gas desalojará al líquido confinante de la cuba en el cristalizador. Una vez terminada la reacción se procede a leer el volumen de líquido desplazado, que será igual al del gas generado en las condiciones de trabajo.

Procedimiento

Cada dos alumnos, armar el equipo de cuba neumática. En este caso se utilizará como líquido confinante agua corriente. Luego se agregará en el gasógeno la cantidad pesada de Zn en polvo (aproximadamente 200 mg pesados en la balanza analítica), se tapará, y

con ayuda de una jeringa se inyectarán 3 mL de HCl 5M (este volumen debe ser descontado del volumen final leído en la cuba neumática ya que el HCl al ser inyectado produce un desplazamiento de aire). Como productos de la reacción se obtienen cloruro de zinc e hidrógeno gaseoso. El volumen de gas debe estar comprendido entre 1/3 y 2/3 del volumen total de la cuba (a discutir en el laboratorio).

Reacción de estudio

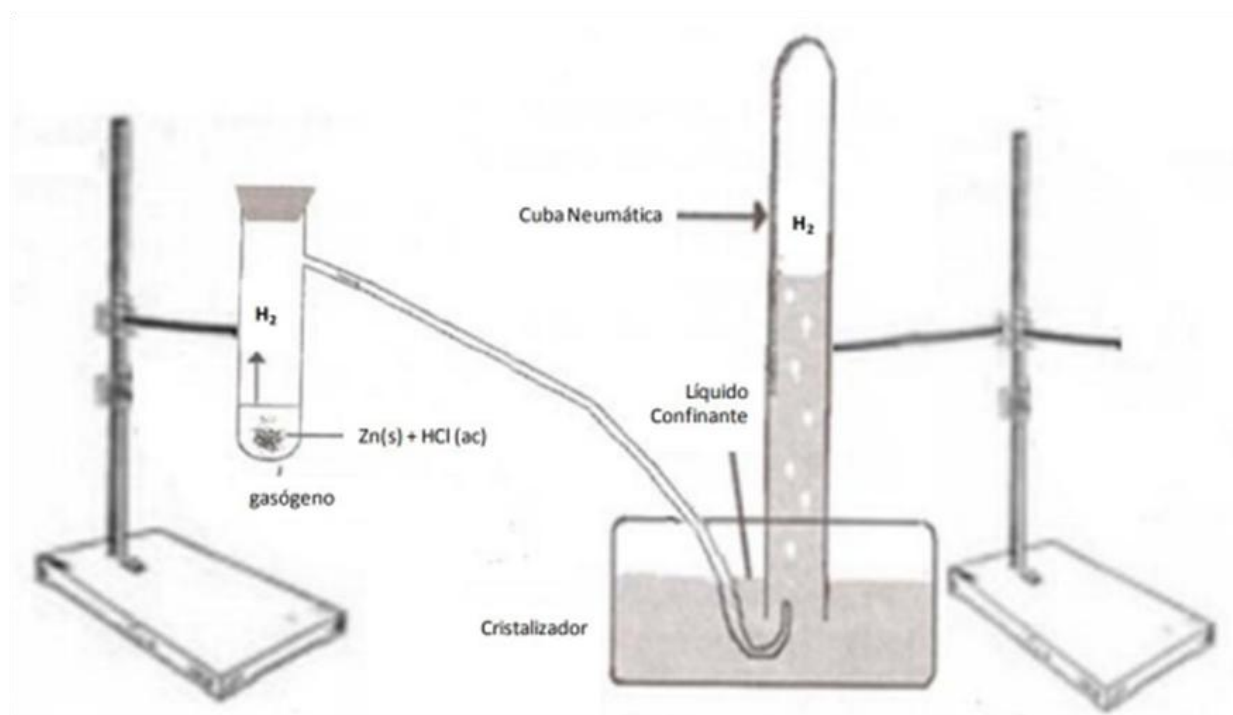


Figura 4.1: Detalle del equipamiento empleado para un método gasométrico.

Datos a tomar de la experiencia

- ✓ Volumen de gas desprendido en la cuba (directamente de cuba)
- ✓ Volumen de gas desprendido en la cuba (directamente de cuba)
- ✓ Temperatura de trabajo (medida con termómetro)
- ✓ Altura de la columna del líquido confinante (medida con regla)
- ✓ Presión atmosférica (medido con barómetro)

- ✓ Masa del Zn en polvo pesada
- ✓ La Pv del agua a la temperatura de trabajo se obtiene de tablas anexa a este instructivo.

Cálculos

Teniendo en cuenta la estequiometría de la reacción, masa del metal y las condiciones de trabajo, calcular la pureza del metal utilizado. Realizar las cuentas en el laboratorio para poder discutir los resultados y analizar posibles fuentes de error.

Cuestionario para traer resuelto

- 1) ¿Por qué se debe seguir un cierto orden en el agregado de los reactivos en la determinación del volumen de un gas?
- 2) Balancear la ecuación química. ¿Qué reactivo conviene que sea el limitante?
- 3) Realizar los cálculos que demuestren el reactivo en exceso.
- 4) Calcular el volumen esperado de gas generado en CNTP en el caso de utilizar una masa de 150 y 300 mg de Zn con 100% de pureza.
- 5) Conociendo la pureza del Zn, para que otra determinación se puede emplear este diseño experimental.

DIFUSIÓN DE GASES: Ley de Graham

Objetivo

- ✓ Comprobar la ley de difusión de gases de Graham y su relación con la masa molar.

Materiales:

- | | |
|---------------------|---------------------|
| ✓ Agujas y jeringas | ✓ Soporte universal |
| ✓ Algodón | ✓ Tapones de goma |
| ✓ Pinza con nuez | ✓ Tubo de vidrio |

Reactivos:

- ✓ Amoníaco concentrado (NH_3 28% P/V)
- ✓ Ácido clorhídrico concentrado (HCl 36% P/P)

Procedimiento

Mostración en campana. Se tiene un tubo de vidrio sujeto a un soporte universal.

En un extremo del tubo se coloca algodón, a este se inyecta amoníaco concentrado, y en el otro extremo un algodón al cual se le inyecta ácido clorhídrico concentrado simultáneamente. Ver **Figura 4.2**. Esperar hasta observar la aparición de un producto. Plantear la reacción que ocurre. Medir la distancia desde los algodones hasta el halo. ¿Qué se puede decir de la velocidad de difusión de ambos gases?

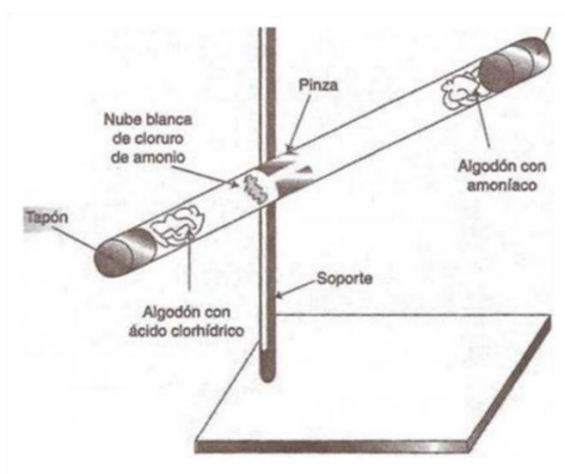


Figura 4.2: Detalle del equipamiento empleado para la difusión de gases.

DISOLUCIÓN DE GASES

Objetivo

- ✓ Comprobar la disolución de gases en agua mediante el viraje de indicador.
- ✓ Evaluar la solubilidad de gases con la variación de la temperatura.

Materiales y reactivos:

- ✓ Azul de bromotimol (indicador ácido-base, a discutir en el laboratorio)
- ✓ Platina
- ✓ Sorbetes
- ✓ Vaso de precipitado

Procedimiento

Por lado de mesada, colocar aproximadamente 20 mL de agua de la canilla en un vaso de precipitado. Agregar 2 gotas de azul de bromotimol. Observar el color y anotar. Introducir un sorbete en el seno de la solución y soplar. Observar el color. Colocar el frasco sobre una platina, calentar y observar. Luego se puede dejar enfriar sobre en una tela de amianto y observar qué sucede cuando se vuelve a temperatura ambiente. Discutir cuáles son los equilibrios involucrados y escribir las ecuaciones.

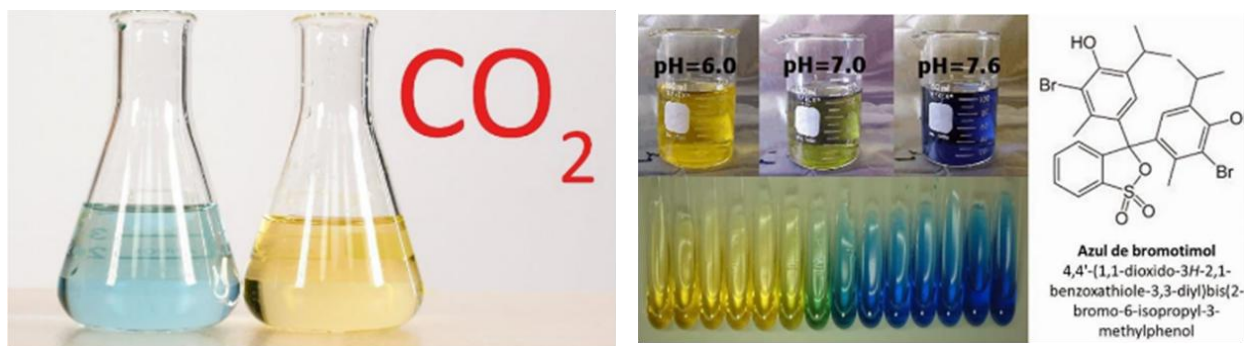


Figura 4.3: Colores del indicador azul de bromotimol a distintos valores de pH.

DEPENDENCIA DEL VOLUMEN DE UN GAS CON LA PRESIÓN

Objetivo

- ✓ Comprobar la ley de Boyle

Procedimiento

Mostración. Colocar un globo inflado moderadamente en un desecador y hacer vacío con las trampas de agua. Observar el aumento de volumen. Finalmente, dejar entrar aire en el desecador y observar la reducción del volumen. Discutir sobre el uso del desecador.

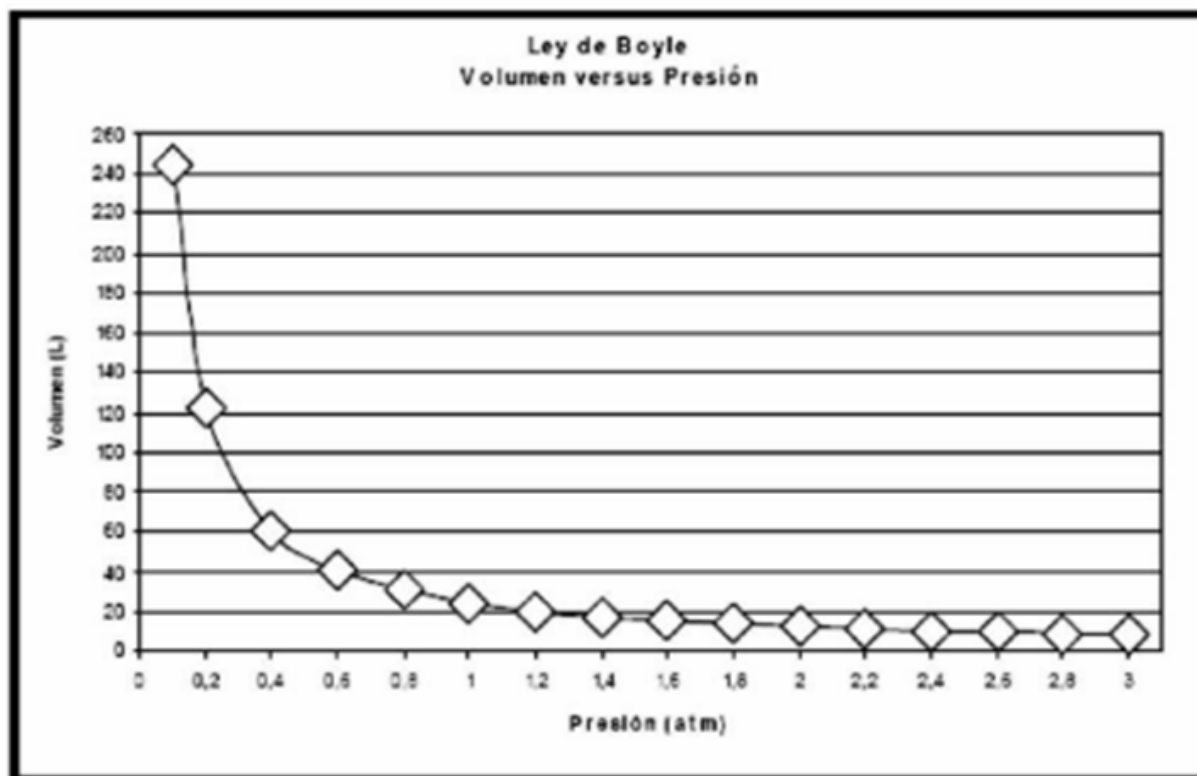


Figura 4.4: Dependencia del volumen de un gas con la presión. Ley de Boyle.

Gravimetría

DETERMINACIÓN DEL TÍTULO DE KMnO_4 POR MÉTODO GRAVIMÉTRICO

Introducción teórica

El análisis gravimétrico se basa en la medición de variaciones de masas, que se utilizan para calcular la cantidad de una sustancia a analizar. El análisis gravimétrico por método de precipitación consta de las siguientes etapas:

1. Pesada de una cierta cantidad del material por analizar.
2. Disolución de la muestra pesada.
3. Adición de un reactivo apropiado para formar un compuesto poco soluble con la sustancia que se analiza.
4. Separación del precipitado formado.
5. Purificación del precipitado.
6. Pesada del precipitado después de secarlo (o pesada de un compuesto formado por el precipitado después de una transformación apropiada).

A partir del peso final obtenido, se calcula la cantidad de sustancia analizada o bien, utilizando este valor se puede calcular el contenido de la sustancia analizada en la muestra original.

Objetivos

- ✓ Determinar el título del KMnO_4 sólido por método gravimétrico.

Materiales y Equipos

- | | |
|---------------------|----------------------------|
| ✓ Balanza analítica | ✓ Piseta |
| ✓ Embudo buchner | ✓ Platina de calentamiento |
| ✓ Estufa o mufla | ✓ Probeta |
| ✓ Kitasato | ✓ Soporte universal |

- ✓ Vaso de precipitado 50 mL
- ✓ Papel de filtro
- ✓ Pinzas
- ✓ Pipetas

- ✓ Trampas de agua
- ✓ Varilla de vidrio
- ✓ Vidrio de reloj

Reactivos

- ✓ KMnO₄ aprox. 0,05 M
- ✓ Solución Sörensen (en goteros)
- ✓ Na₂SO₃ 0,5 M
- ✓ Acetona (en goteros)

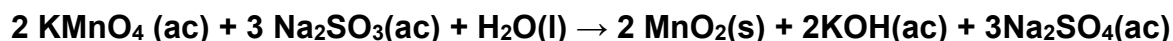
Preparación de soluciones

- KMnO₄ aprox. 0,05 M: Preparada por disolución de 8,00 g de material de KMnO₄ (s) de pureza desconocida en 1 L de agua destilada. La solución preparada se hierve durante 1 hora para acelerar la reacción del permanganato con las impurezas orgánicas que pudiera contener el agua destilada y se filtra a través de un filtro de vidrio sinterizado. Conservar en frasco de color caramelo.
- Solución Sörensen: Solución saturada de NaOH, preparada por disolución de 100 g de NaOH (s) en 100 mL agua destilada. El carbonato de sodio, formado por reacción con el CO₂ disuelto en el agua, queda en suspensión y se sedimenta muy lentamente. Se deja reposar durante, por lo menos, una semana. Utilizar el sobrenadante, libre de carbonato. Conservar en frasco de polietileno.

Resumen de la experiencia y consideraciones

En este caso se partirá de una solución acuosa de KMnO₄ previamente preparada.

Una alícuota de volumen perfectamente conocido de esta solución será tratada con un exceso de solución de Na₂SO₃ en medio básico.



Se realiza una digestión y maduración del precipitado de MnO_2 obtenido. Posteriormente se realiza una filtración a presión reducida empleando un papel de filtro previamente pesado.

Para purificar el precipitado se lo lava con agua. Debido a su extremadamente baja solubilidad en este medio, el agua constituye un buen solvente de lavado, que permite eliminar las especies solubles resultantes de la reacción (KOH y Na_2SO_4)

Se realizan lavados con acetona con el fin de facilitar la evaporación del agua. Se deja evaporar la misma antes de calentar (inflamable).

Se coloca el papel de filtro con el precipitado en un recipiente adecuado y se lleva a estufa o mufla a 110-130 °C para su secado. No superar esta temperatura porque el MnO_2 se descompone (535°C).

Una vez seco se pesa hasta llegar a pesada constante, o sea se vuelve a secar y pesar hasta obtener una diferencia entre pesadas menor a 10 mg. Es importante realizar todas las pesadas en la misma balanza y que esta sea la adecuada (balanza analítica), recordar que es una técnica cuantitativa. Se realizan los cálculos estequiométricos correspondientes para obtener la concentración de la solución de KMnO_4 utilizada y la pureza / título del sólido empleado para prepararla.

Procedimiento

La actividad se realiza por lado de mesada

Paso 1:

En un vaso de precipitados de 50 mL se colocan 5 mL de solución de KMnO_4 0,05M, medidos con pipeta aforada y se agrega 1 mL (20 gotas) de solución Sörensen. Agitar. Luego se adicionan lentamente y con agitación constante 25 mL de una solución de Na_2SO_3 0,5 M. Se sugiere que toda la reacción y los agregados se realicen en un vaso de precipitado de 50 mL.

Paso 2:

Calentar la mezcla de reacción hasta ebullición. Una vez lograda la ebullición, mantener el calentamiento suave para lograr una ebullición moderada para evitar proyecciones. En estas condiciones, dejar la mezcla durante unos 10 minutos (digestión del precipitado).

Luego retirar del medio de calentamiento y dejar que la mezcla llegue a temperatura ambiente. Dejar reposar el sistema 5 minutos más a temperatura ambiente (maduración o envejecimiento del precipitado).

Paso 3:

Filtrar a presión reducida empleando un papel de filtro que previamente ha sido pesado en balanza analítica. Utilizar una varilla guía para filtrar gota a gota en el centro del papel para que este no se desborde. Verificar que en todo momento el sistema esté bajo la acción del vacío y extremar los cuidados para evitar pérdidas de sólido.

Paso 4:

Lavar al menos 5 veces el precipitado con agua destilada. Entre cada lavado verificar que el sistema esté bajo la acción del vacío en forma apropiada.

Una vez finalizado el último lavado, descartar todo el líquido que contiene el kitasato en el descarte adecuado (descarte de soluciones que contienen Mn).

Paso 5:

Lavar el precipitado con acetona, agregando lentamente el solvente. Repetir este procedimiento 4 veces. Una vez que finalizan los lavados con acetona dejar todo el sistema conectado al vacío durante 2 minutos como mínimo, esto permitirá retirar gran parte de la acetona que queda retenida en el papel y en el sólido.

Descartar el líquido contenido en el Kitasato en el descarte adecuado (descarte de solventes no halogenados).

Paso 6:

Verificado que no haya restos de acetona en el sistema, retirar el papel de filtro que contiene al sólido del embudo Büchner en forma cuidadosa con el auxilio de unas pinzas. Colocarlo en un vidrio de reloj rotulado (utilizar fibrón indeleble, las cintas pierden adhesividad al someterse al calor).

Paso 7:

Colocar el vidrio de reloj que contiene al papel de filtro junto con el sólido en una estufa que está regulada entre 110 y 130 °C para lograr el correcto secado del sólido. Esta etapa de secado en la estufa debe durar 30 minutos, para lograr la mayor evaporación

de agua. Es aconsejable que el secado no se realice en forma brusca, a fin de evitar proyecciones, y por ende pérdida del sólido.

Manejar el material caliente con pinzas y guantes apropiados para evitar quemaduras. Utilizar este tiempo para comenzar a realizar el informe, a fin de optimizar los tiempos de laboratorio.

Paso 8:

Una vez seco, retirar el vidrio de reloj y colocarlo en un desecador hasta que llegue a temperatura ambiente. Pesar el papel de filtro con el sólido en la balanza analítica.

Paso 9:

Repetir los pasos 7 y 8 hasta que se llegue a pesada constante.

El tiempo de secado en estos casos será de 10 minutos.

Paso 10:

Proceder al lavado del material y puesta en orden del mismo.

Una vez finalizadas las pesadas y constatada la pesada constante descartar los papeles de filtro con sólido en el cesto para residuos con bolsa amarilla.

El material sucio o en contacto con KMnO_4 se debe enjuagar primero con una solución de H_2O_2 acidulada. Descartar en el recipiente adecuado y luego proceder al lavado habitual.

Paso 11:

Una vez que se llega a pesada constante calcular la cantidad de masa de MnO_2 por diferencia entre la masa obtenida por pesada constante y la masa del papel de filtro.

Obtenida la masa de MnO_2 realizar todos los cálculos estequiométricos necesarios para obtener la concentración de la solución KMnO_4 y el título de KMnO_4 (s) utilizado para prepararlo.

Cuestionario

- 1) Balancear la ecuación de reacción por el método apropiado.
- 2) Demostrar que en las condiciones de trabajo el sulfito de sodio está en exceso.
- 3) Características que debe presentar el líquido de lavado.

- 4) ¿Por qué se emplea acetona como último líquido de lavado? ¿Por qué se debe tener la precaución de evaporar la acetona residual antes de secar el precipitado en estufa?
- 5) ¿Por qué no se emplean temperaturas mayores a 130°C para el secado del precipitado?
- 6) Plantear la reacción que se produce cuando se lava el material sucio con permanganato de potasio con peróxido de hidrógeno en medio ácido.

Para repaso de las técnicas a emplear en este trabajo práctico consultar el instructivo de Técnicas de separación:

- Tratamiento de precipitados
- Filtración a presión reducida
- Lavado de precipitados
- Secado de precipitados

QUÍMICA REDOX

Objetivos

- ✓ Reconocer la diferencia entre una reacción espontánea (pila) y una no espontánea (electrólisis)
- ✓ Visualizar las distintas partes constitutivas tanto de una celda electrolítica como de una galvánica.
- ✓ Identificar los agentes oxidantes más usuales y comprobar su poder oxidante en medio ácido y básico.

PILA DE DANIELL

Materiales

- ✓ Cables con conectores
- ✓ Dos vasos de precipitado
- ✓ Electrodo de Cu (s)
- ✓ Electrodo de Zn (s)
- ✓ Puente salino conteniendo KCl en agar-agar
- ✓ Voltímetro

Reactivos

- ✓ CuSO_4 1M
- ✓ ZnSO_4 1M
- ✓ Soluciones de concentración desconocida de CuSO_4 y ZnSO_4

Procedimiento (MOSTRACIÓN)

En un vaso de precipitado se coloca el electrodo de Zn en contacto con la solución de ZnSO_4 1M, y en el otro un electrodo de Cu en contacto con la solución de CuSO_4 1M.

Colocar el puente salino como se indica en la **Figura 6.1** y, usando los cables conectores, cerrar el circuito hacia el voltímetro.

Medir la diferencia de potencial entre las celdas, sin el puente salino. Repetir la medición

luego de la introducción del puente salino.

Reemplazar una de las soluciones por otra que contiene una solución diluida de la misma sal, pero de concentración desconocida. Medir la diferencia de potencial. Calcular la concentración de la solución de sal diluida.

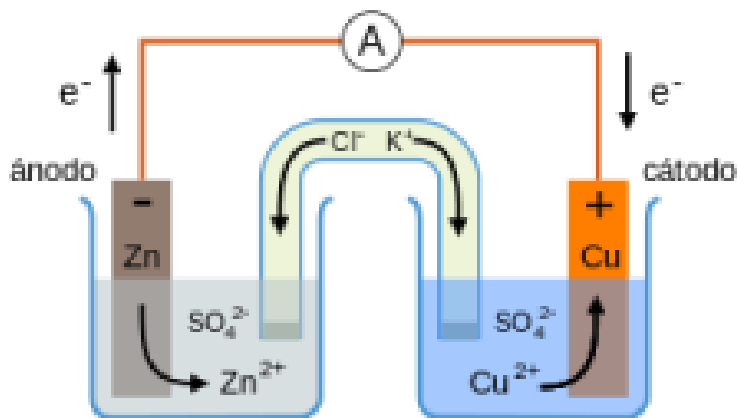


Figura 6.1: Representación esquemática de la Pila de Daniell

ELECTRÓLISIS DE AGUA

(POR LADO DE MESADA)

Materiales

- ✓ Batería de 9 V
- ✓ Cables con conectores
- ✓ Cuba electrolítica (recipiente con 2 electrodos de grafito)
- ✓ Dos tubos de ensayo
- ✓ Soporte universal con anilla

Reactivos

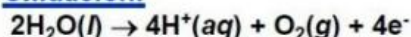
- ✓ H_2SO_4 4 M
- ✓ NaOH 5 M

Procedimiento

- 1) Colocar la cuba electrolítica sobre la anilla a modo de soporte.
- 2) Verter 100 mL aprox. de agua destilada sobre la cuba electrolítica.
- 3) Llenar los tubos con agua y colocarlos de manera tal que contengan a los electrodos en su interior (igual procedimiento que en llenado de cuba neumática).
- 4) Utilizando los cables conectores cerrar el circuito con la batería de 9 V. Observar qué sucede.
- 5) Colocar 20 gotas de una solución de H_2SO_4 4 M o NaOH 5 M y homogeneizar levantando los tubos suavemente. Observar qué sucede.
- 6) Colectar los gases hasta que desplacen en su totalidad el líquido en los tubos graduados. Realizar con ayuda del personal docente las pruebas de identificación de los compuestos gaseosos obtenidos.

La electrólisis del agua

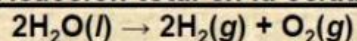
Oxidación:



Reducción:



Reacción total en la celda



Nota: Obsérvese la diferencia entre los volúmenes de H_2 y O_2 .

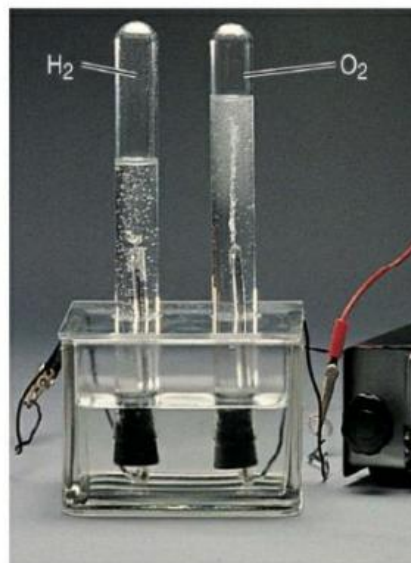


Figura 6.2: Equipo de electrólisis y ecuaciones de óxido-reducción del agua

REACCIONES REDOX

Reacción 1: Mostración en **campana**

- 10 gotas KMnO_4 0,05 M + 10 gotas HCl 5 M.
- Calentar en baño de agua hasta que se produzca la decoloración de la solución.

El Cl_2 se reconoce colocando en la boca del tubo un papel de fluoresceína humedecido con NaBr 0,1M (papel de fluoresceína bromurado).

Reacción 2: Mostración en **campana**

- 10 gotas $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,005M + 2 gotas H_2SO_4 1M + 1 punta de espátula de KBr .
- Calentar en baño de agua hasta ebullición. El Br_2 se reconoce colocando en la boca del tubo un papel de fluoresceína humedecido con agua.

Reacción 3: Por lado de mesada

- 10 gotas $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,005M + gotas H_2SO_4 1M + 10 gotas H_2O_2 10 V (agregar de a gotas).

Reacción 4: Mostración en **campana**

- 10 gotas H_2O_2 10 V + 3 gotas H_2SO_4 1M + 20 gotas KI 0,1 M.
- Se reconoce el I_2 desprendido con papel de almidón humedecido con agua.

Reacción 5: Por lado de mesada

- 5 gotas KMnO_4 0,05 M + 5 gotas H_2SO_4 1M + 5 gotas H_2O_2 10 V.

Reacción 6: Mostración

- 1 pizca Zn (s) + 20 gotas HNO_3 1 M.
- Colocar el sobrenadante (sin restos de Zn (s)) en otro tubo, añadir 5 gotas de NaOH 1M y 1 gota de Reactivo de Nessler.

Reacción 7: Mostración en **campana**

- Cu (alambre) + 20 gotas HNO_3 1 M.
- Calentar en baño de agua.

Reacción 8: Mostración en **campana**

- Cu (alambre) + 20 gotas HNO_3 65% P/P.

¡IMPORTANTE!

El contenido de los tubos no debe ser descartado en la pileta. Descartes disponibles:

✓ Descarte Mn (reacciones 1 y 5)

✓ Descarte Nessler (reacción 6)

✓ Descarte Cr (reacciones 2 y 3)

✓ Descarte Cobre (reacciones 7 y 8)

✓ Descarte Yodo (reacción 4)

Cuestionario

Pila de Daniell

- Identificar cada uno de los componentes de la pila de Daniell.
- Escribir la pila en forma convencional.
- Escribir las reacciones que ocurren en cada hemicelda y la reacción global.
- Esquematizar la pila e indicar en qué sentido circulan los electrones.
- Calcular el ΔE° de la pila de Daniell.

Electrólisis

- Realizar un esquema de la electrólisis del agua.
- Escribir las reacciones que ocurren en el cátodo y en el ánodo para ambas electrólisis (agua acidulada y agua alcalinizada) .
- ¿Cuál será la relación de volúmenes de los gases recogidos? ¿Qué gas se descarga en cada electrodo?
- Buscar la solubilidad de los gases descargados suponiendo que la temperatura de trabajo es 20°C.

Reacciones Redox

- ¿Qué determina la espontaneidad de una reacción de óxido-reducción?
- Plantear y balancear cada una de las reacciones por el método del ion-electrón.
- Calcular el potencial de las reacciones considerando condiciones normales e indicar cuales serán espontáneas en estas condiciones.
- Fundamento del reconocimiento de los halógenos: Br₂, Cl₂ y I₂

TITULACIÓN ÁCIDO BASE

Introducción

Análisis volumétrico – Titulación – Indicadores ácido / base

La titulación (también conocida como valoración) es un método de análisis químico cuantitativo, que se utiliza en el laboratorio, para determinar la concentración exacta de un reactivo cuya concentración se sabe sólo en forma aproximada. Debido a que las medidas de volumen juegan un papel fundamental en las titulaciones, es que se le conoce también como análisis volumétrico.

Básicamente, el proceso implica el agregado desde una bureta, de titulante (solución de concentración o título, perfectamente conocida), sobre un volumen exactamente medido de la solución incógnita, cuya concentración se desea determinar, hasta que, idealmente, toda la sustancia haya reaccionado (se han agregado la misma cantidad de moles de reactivo titulante que los moles de incógnita presentes, o sea, cantidades equivalentes de ambos reactivos).

Este punto de la titulación se denomina **punto de equivalencia**. Es el punto en el cual la cantidad de titulante agregada es estequiométricamente equivalente a la cantidad presente del analito o sustancia cuya concentración se desea determinar.

Sin embargo, en las titulaciones ácido base que realizaremos en el laboratorio no puede determinarse en forma exacta, debido a cuestiones inherentes a la técnica. En su lugar, se utiliza lo que se conoce como **punto final**, que es el momento en el cuál, un indicador adecuado manifiesta un cambio visible o mensurable (ver más adelante).

En el laboratorio, en las titulaciones ácido / base, lo podemos determinar como el volumen de titulante que produce un cambio de color en el indicador ácido base debido a un salto de pH en la solución. La diferencia entre el volumen gastado hasta el punto final y el que correspondería al punto de equivalencia se denomina error de titulación o del indicador, y puede determinarse en forma experimental.

Reacciones de titulación

No todas las reacciones pueden servir como base para una titulación directa. Para que una reacción química pueda emplearse en volumetría, debe reunir las siguientes condiciones:

- Debe ser una reacción simple, libre de reacciones secundarias, que se pueda representar por una ecuación química;
- la sustancia que se determina debe reaccionar cuantitativamente con el reactivo en relación estequiométrica o de equivalencia química.
- La reacción debe ser completa, o sea irreversible, con alto valores de constante de equilibrio.
- La reacción debe ser prácticamente instantánea, es decir, de muy alta velocidad. La mayoría de las reacciones inter iónicas cumplen con esta condición. En algunos casos puntuales, mediante el agregado de un catalizador se aumenta la velocidad de la reacción.
- Debe poderse establecer el punto final de la titulación muy próximo al punto de equivalencia, por algún cambio nítido de alguna propiedad física o química.
- Toda otra sustancia presente en el medio de reacción no debe participar en la reacción de titulación, ni interaccionar con el titulante o el indicador.

Elección de titulante

Como se indicara anteriormente, el titulante debe ser una especie que reaccione en forma selectiva, rápida y completa con el analito. Para el caso más simple, las titulaciones ácido/base (que son las que desarrollaremos en este curso), para satisfacer la primera condición, selectividad, bastará con usar especies ácidas como titulantes de las bases y viceversa. Dadas las características de las reacciones de neutralización, también estaremos cumpliendo con la segunda condición, rapidez.

Para asegurar la última condición, reacción completa, será necesario utilizar especies químicamente clasificadas como fuertes, o sea aquellas con valores de K_{eq} muy altas, como el HCl y los hidróxidos de grupo I, (Na, K, etc). Además, y como se trata de una

técnica de precisión, pediremos que su concentración sea conocida con la mayor precisión y exactitud posible. Esto se logra utilizando soluciones cuya concentración se conoce por titulación con patrón primario (una especie sólida, de alta masa molar, alta estabilidad y pureza). De esta forma, la concentración de estas soluciones se conoce con cuatro cifras decimales (el patrón primario se pesa en balanza analítica).

Por último, la concentración del titulante debe ser del mismo orden que la concentración teórica del analito. ¿Por qué? Si se usa un titulante de concentración mucho mayor (ej: 1,0021 M el titulante y 0,1 M el analito), es muy probable que se emita un volumen muy pequeño de titulante desde la bureta. Como cada gota de titulante posee gran cantidad de moles del reactivo, con pocas gotas llegaremos rápidamente al punto de equivalencia y al punto final. Esto introduce un mayor error en la titulación.

A la inversa, si el titulante es muy diluido respecto del analito (ej: 0,0106 M el titulante y 0,1 M el analito), podría ocurrir que el volumen de la bureta no sea el adecuado, y que se consumiera todo el titulante antes de concluir la titulación. La bureta, idealmente, debe cargarse una sola vez, ya que cada recarga implica un nuevo error de paralaje al enrasar.

Curvas de titulación

Las titulaciones se representan mediante curvas de titulación, en las que suele representarse como variable independiente el volumen añadido de disolución estándar, titulante o patrón, mientras la variable dependiente es la concentración del analito en la etapa correspondiente de valoración (por ejemplo: en una valoración ácido-base es generalmente el pH de la mezcla de reacción). Estas curvas son importantes porque:

- a) Proporcionan información en cuanto a la factibilidad y posible exactitud de una valoración.
- b) Son muy útiles para elegir el indicador de punto final a usarse, especialmente en las titulaciones ácido-base.

Las curvas pueden construirse en forma teórica, en función del valor de concentración del titulante y el analito, o en forma experimental, tomando los valores de pH con el instrumental apropiado.

En el punto inicial, cuando aún no hemos agregado titulante, el pH está dado exclusivamente por el analito. Para las especies fuertes, que se disocian completamente, bastará con calcularlo usando la concentración de la misma. A partir de aquí, comienza el agregado de titulante y, por ende, la neutralización del analito.

Entre este punto y el punto de equivalencia, el pH estará dado por la mezcla resultante de ambos. Para el caso de un analito fuerte, el titulante se consumirá completamente y el pH seguirá siendo el resultado de la concentración de analito, ahora modificada por el consumo (neutralización) y el cambio de volumen por el agregado de titulante (al principio este efecto no es muy significativo, pero eventualmente, se vuelve importante).

En las titulaciones ácido / base se produce una sal y agua. El pH final es el resultado de la mezcla de las especies producto de la reacción. El agua, se autoioniza en cantidades equivalentes de protones y oxhidrilos, mientras que la sal se disocia en sus iones componentes, pero ¿qué efecto tienen estos sobre el agua? Si ambos son especies espectadoras, sin efecto hidrolizante sobre la molécula de agua, el pH está dado exclusivamente, por la autoionización del agua, y vale 7.

Luego del punto de equivalencia, el pH estará dado por el exceso de titulante. Como siempre es una especie fuerte, la curva dará un salto abrupto a valores elevados de pH, generando una amplia zona recta, paralela al eje de pH, dentro de la cual se encuentra el punto de equivalencia y se puede representar el punto final del indicador elegido (ver más adelante).

Esta zona muestra que pequeños agregados de titulante (incluso una sola gota) pueden producir grandes cambios en el valor de pH. Esto se puede entender al revisar los valores de pH antes, en y después del punto de equivalencia, dados por las especies predominantes en cada momento.

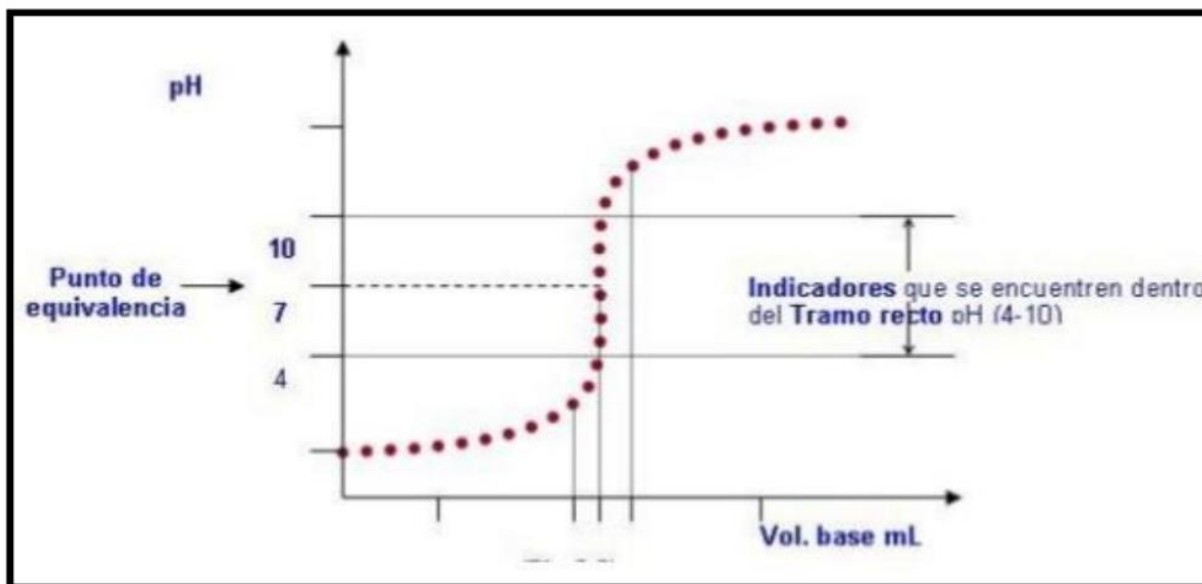


Figura 7.1: Curva de titulación de un ácido fuerte (analito) con una base fuerte (titulante), construida en forma experimental.

Para el caso de una titulación de analito base fuerte con un titulante ácido fuerte, el proceso es el mismo, solo que se partirá de un valor de pH elevado, dado por la concentración de oxhidrilos, y se llegará a un valor de pH muy bajo, dado por el exceso de titulante, un ácido fuerte. El valor de pH en el punto de equivalencia será nuevamente 7, ya que las especies producto de la reacción siempre son agua y una sal neutra para las titulaciones fuerte – fuerte. La curva será igual, pero invertida sobre el eje de pH 7.

Para el caso de un analito ácido débil, el pH inicial también será dado por esta especie, pero esta vez debemos tener en cuenta el equilibrio de disociación de la misma. Como es de esperar, el valor de pH inicial es un poco mayor que para un ácido fuerte. Al comenzar el agregado de titulante y la neutralización del analito, y hasta el punto de equivalencia, el pH dependerá de las especies presentes, teniendo en cuenta que ahora hay especies débiles en el medio de reacción y deben ser consideradas en los cálculos de equilibrio.

Eventualmente, habrá suficiente base conjugada como para que la relación ácido débil/base débil permita la formación de un buffer (1/10). El buffer se romperá cuando la cantidad de base débil supere la de ácido débil (10/1). Mientras persista el sistema buffer, los agregados de titulante no producirán grandes cambios de pH, lo que se verá reflejado

en la formación de una meseta y un aplastamiento de la curva de titulación.

En el punto de equivalencia, nuevamente se produce una sal y agua; y considerando que el pH final es el resultado de la mezcla de las especies producto de la reacción, debemos evaluar de nuevo, todas las reacciones posibles en este punto. Al igual que en el caso anterior, el agua se autoioniza en cantidades equivalentes de protones y oxhidrilos, mientras que la sal se disocia en sus iones componentes. Pero ahora, ante la pregunta ¿qué efecto tienen estos sobre el agua?, respondemos que no son todas especies espectadoras, sino que pueden hidrolizar el agua. En este caso, el pH no está dado por la autoionización del agua, sino por el equilibrio ácido / bases conjugadas.

Luego del punto de equivalencia, como en todos los casos, el pH estará dado por el exceso de titulante, ya que es una especie fuerte. La curva dará un salto abrupto a valores elevados de pH, y se aplican los mismos conceptos que para la titulación de una especie fuerte.

A continuación, se muestran dos ejemplos de curvas de titulación de especies débiles, graficadas en forma experimental, con los valores de pH y volumen de titulante de cada agregado.

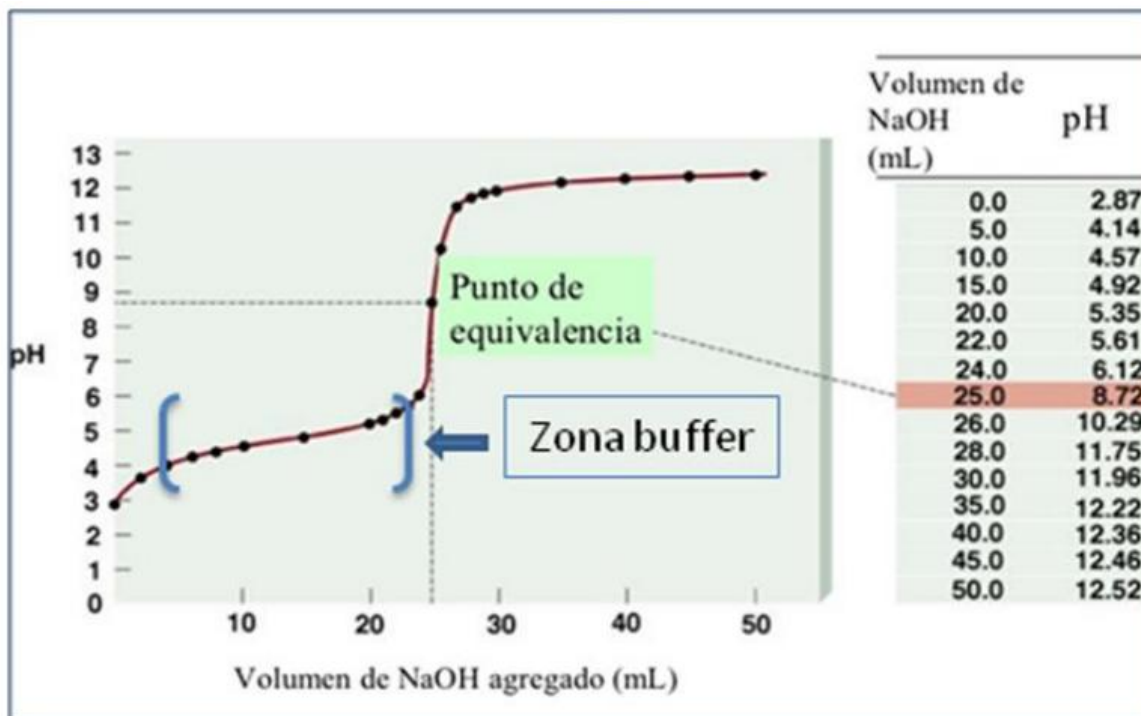


Figura 7.2: Curva de titulación de un ácido débil (analito) con una base fuerte (titulante), construida en forma experimental.

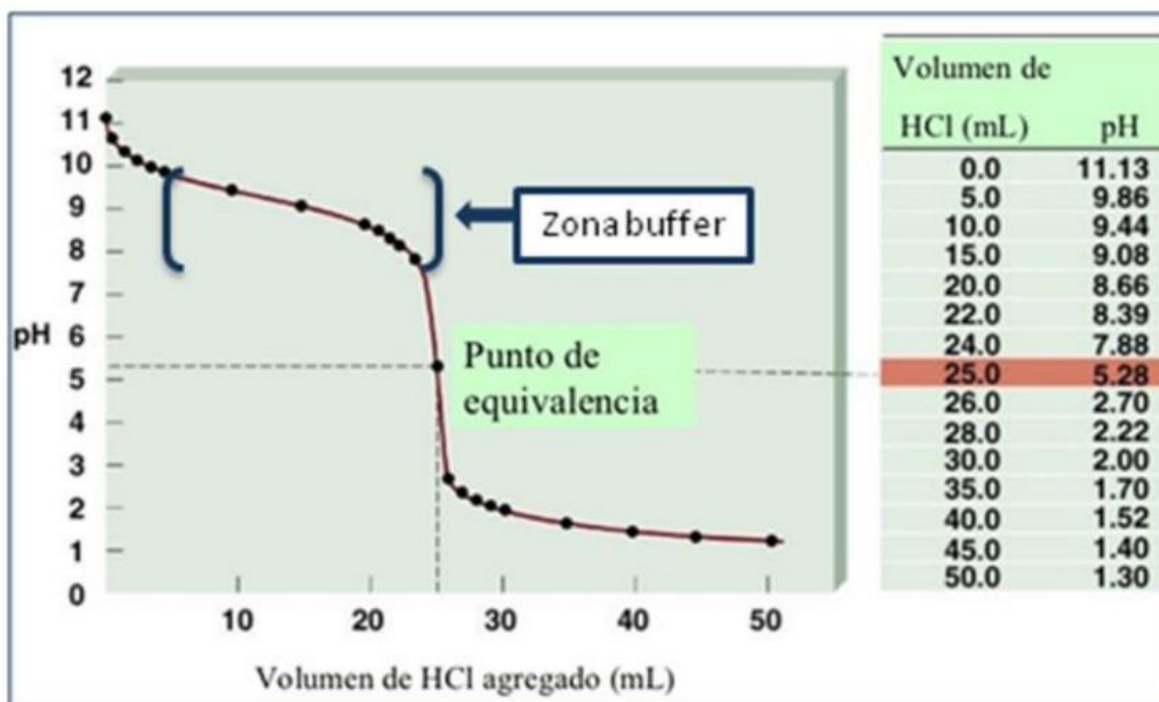


Figura 7.3: Curva de titulación de una base débil (analito) con un ácido fuerte (titulante), construida en forma experimental.

Indicadores

Los indicadores se dividen entre los que pueden observarse a simple vista (visuales), y los que miden una propiedad física o química, mediante un instrumental apropiado. Según esto, se clasifican como:

A) Indicadores químicos o visuales: en el caso de los indicadores químicos, la propiedad que normalmente experimenta un cambio es la coloración, detectándose el punto final por el cambio de color de la disolución que se produce cuando varía el pH, potencial, etc. Son los que usaremos en el laboratorio.

B) Indicadores fluorescentes.

C) Indicadores de adsorción.

D) Indicadores fisicoquímicos.

El uso de indicadores puede introducir en la titulación un error. La diferencia existente entre la concentración real del analito en la solución y la hallada experimentalmente constituye el *error de titulación*. Este error se puede descomponer en:

- Error químico: debido a la diferencia entre el punto final y de equivalencia.
- Error visual: debido a la limitada capacidad ocular para comparar colores.
- Error de indicador: debido al consumo de solución valorante por el propio indicador para que se transforme y de lugar al cambio observable.

Usualmente los dos últimos errores son pequeños comparados con el primero, que es el que realmente prevalece. El error químico nace de la diferencia existente entre el punto de equivalencia y el punto final, divergencia que dependerá del sistema indicador utilizado y es inherente al método.

El error de titulación se puede calcular teóricamente y siempre es posible determinarlo experimentalmente. Generalmente es aditivo, es decir, se suma al volumen teórico de solución consumido en la valoración, independientemente de que la cantidad de sustancia a valorar sea grande o pequeña. Con frecuencia se suele compensar el error de titulación realizando una determinación en blanco, es decir, con todos los componentes menos el analito, y restar el volumen consumido al obtenido en la

determinación volumétrica del analito.

Reacciones de neutralización.

Indicadores ácido/base

Para las reacciones de neutralización, las sustancias indicadoras son generalmente compuestos orgánicos que se comportan como ácidos o bases débiles, participando, por lo tanto, en reacciones de equilibrio en las que interviene el ión H^+ , presentando un color en la forma disociada diferente al de la forma molecular o no disociada.

Las reacciones de disociación de estos compuestos van acompañadas de reordenamientos estructurales internos que dan como resultado modificaciones de color.

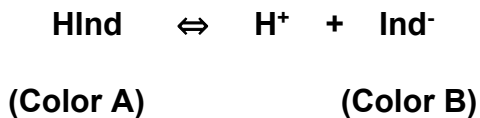
TIPOS QUÍMICOS	NOMBRE	INTER. DE VIRAJE pH	VIRAJE COLOR ÁCIDO BÁSICO
G. DE FTALEÍNAS	Fenolftaleína	8,2 - 9,6	Incoloro - rojo -fucsia
	Timolftaleína	9,3 - 10,5	Incoloro - azul
G. SULFOF Taleínas	Azul de timol	1,2 - 2,8	Rojo - azul
	Verde de bromocresol	3,8 - 5,4	Amarillo - azul
	Rojo de clorofenol	4,8 - 6,4	Amarillo - rojo
	Azul de bromo timol	6,0 - 7,6	Amarillo - azul
	Rojo de fenol	6,4 - 8,0	Amarillo - rojo
	Púrpura de cresol	7,4 - 9,0	Amarillo - púrpura
G. AZOICOS	Amarillo de metilo	2,9 - 4,0	Rojo - amarillo
	Heliantina	3,1 - 4,4	Rojo - amarillo
	Rojo de metilo	4,2 - 6,3	Rojo - amarillo
	Amarillo de Alizania	10,1 - 12	Incoloro - violeta

Tabla 7.1: Indicadores ácido/base; intervalos y colores de viraje.

El indicador se agrega directamente al analito, antes de iniciar la titulación. De esta forma, entra en competencia con éste para reaccionar con el titulante. Como el indicador es un ácido ó base débil, y está en muy baja proporción respecto del analito, no reacciona con el titulante hasta que el analito ha sido consumido totalmente. Entonces, una gota o fracción de gota del titulante, representa un exceso sobre la cantidad necesaria para la neutralización, dando lugar a la reacción de neutralización del indicador, y por ende, a un cambio de color del mismo al pasar de forma molecular a disociada (o viceversa, según se trate de un analito ácido o básico).

El cambio de color o viraje no es instantáneo, sino que se produce en una zona de 1 ó 2 unidades de pH. ¿A qué se debe esto? Se puede representar el equilibrio entre las

moléculas del indicador y sus iones:



Cuando el pH de la mezcla es muy ácido (por ejemplo antes del punto de equivalencia en una titulación de ácido, donde solo está presente el analito), el indicador estará presente solo en la forma protonada, y veremos el color A. En la misma titulación, cuando el pH de la mezcla es muy alcalino (luego del punto de equivalencia, donde hay exceso de base titulante), el indicador estará presente solo en la forma disociada; veremos ahora el color B.

En los alrededores del punto de equivalencia (el rango depende del sistema analito – titulante – indicador en particular), el indicador se encontrará presente en ambas formas, protonada y disociada, resultando en una mezcla de ambos colores. Solamente cuando la relación especie protonada/especie disociada sea la apropiada, veremos un tercer color, resultante de la mezcla de A y B. Hay que considerar que el ojo humano tiene la capacidad de apreciar la presencia del color A del indicador cuando está presente en la proporción de 1 parte a 10 partes de color B y viceversa. Esta mínima proporción entre las especies protonada y disociada del indicador, se ven reflejadas en un intervalo de pH, dentro del cual se produce el viraje de color. Este intervalo se puede definir teniendo en cuenta el siguiente esquema, en el que se deducen las relaciones químicas y matemáticas necesarias:

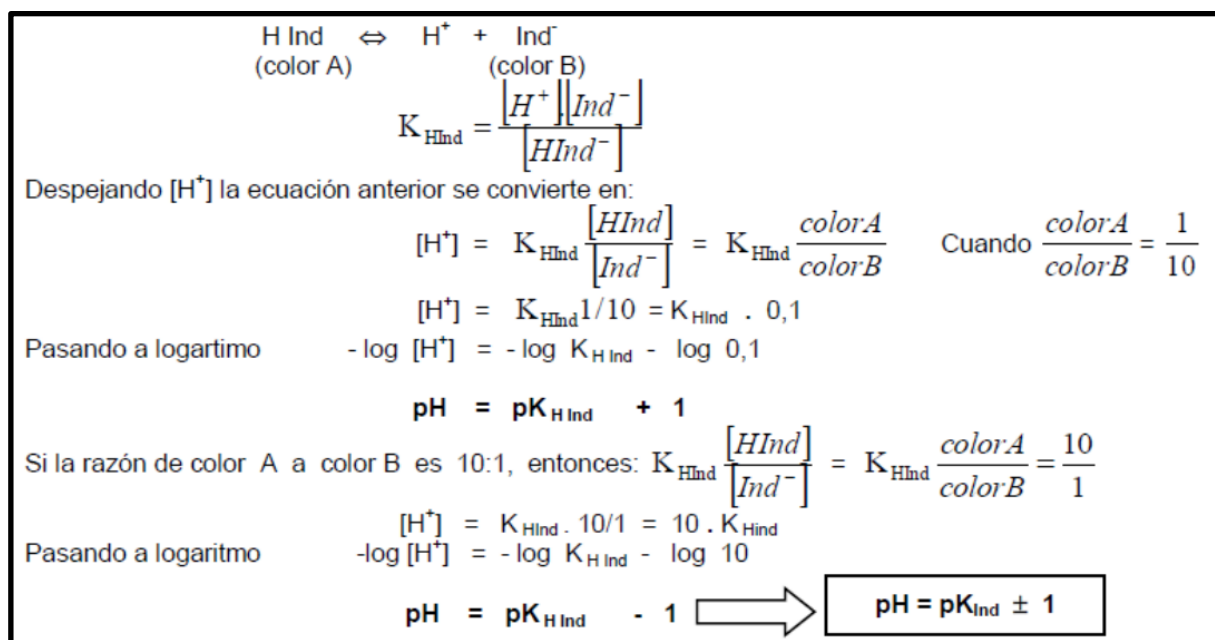


Figura 7.4: Esquema de reacciones químicas y matemáticas necesarias para definir el intervalo de pH, dentro del cual se produce el viraje de color del indicador.

Entonces, podemos decir que el intervalo de pH en el cual se produce el viraje del indicador es ± 1 unidad de pH. Este intervalo resulta 1 unidad a cada lado del valor del $\text{p}K_{\text{Ind}}$. Cuando la relación entre ambas especies del indicador supera estos valores (o sus respectivos pH), la intensidad de color de la especie en menor proporción no es suficiente para poder ser apreciada; tenemos colores intermedios y a menudo indistinguibles.

Es importante tener en cuenta que el intervalo de pH en el que el indicador ácido/base exhibe un cambio de color depende de factores como, la temperatura, la fuerza iónica del medio y la presencia de solventes orgánicos y de partículas coloidales. Algunos de estos factores, en particular los dos últimos, pueden ocasionar que el intervalo de viraje se desplace una o dos unidades de pH.

Elección del indicador

Entonces, para la elección de un indicador ácido/base, deben considerarse los siguientes puntos:

- Debe ser una especie ácido/base débil (K_{eq} muy pequeña), que presente color en al menos una de sus formas (protonada y disociada).

- Poseer carácter (ácido/base) más débil que el analito, para que al competir por el titulante reaccione después de este.
- Tener un rango de viraje cercano al punto de equivalencia (teórico) del sistema titulante-analito. O sea, que su pK_a sea cercano al pH esperado en el punto de equivalencia. Idealmente, el pH del punto de equivalencia debería estar contenido en el rango de viraje del indicador.
- Producir cambios perceptibles y nítidos de color en el punto final. Esto se interpreta como “la mejor combinación de colores a diferenciar”. Elegimos siempre aquel cuyo viraje va del color claro al color oscuro, ya que es más fácil de visualizar que en el sentido inverso.

Metodológicamente, usaremos poco indicador. Apenas unas gotas. Las suficientes para que el color y el viraje sean perceptibles al ojo humano. Demasiado indicador podría introducir mucha especie compitiendo por el titulante, introduciendo un error en la titulación, por el volumen gastado para neutralizarlo.

Como indicamos antes, para el caso de una titulación ácido/base, se debería elegir el indicador de modo que el pH del punto de equivalencia se encuentre en el intervalo del cambio de color. Esto muy raramente ocurre. Sin embargo, podemos utilizar otros indicadores que respeten las condiciones solicitadas, siempre que su rango de viraje esté cercano al punto de equivalencia.

Esto es fácil de explicar (y elegir) si observamos la curva de titulación esperada para el sistema en estudio. La siguiente gráfica muestra la curva de titulación esperada para un ácido fuerte, HCl, en distintas concentraciones iniciales. El titulante elegido es NaOH (en las concentraciones apropiadas para cada caso).

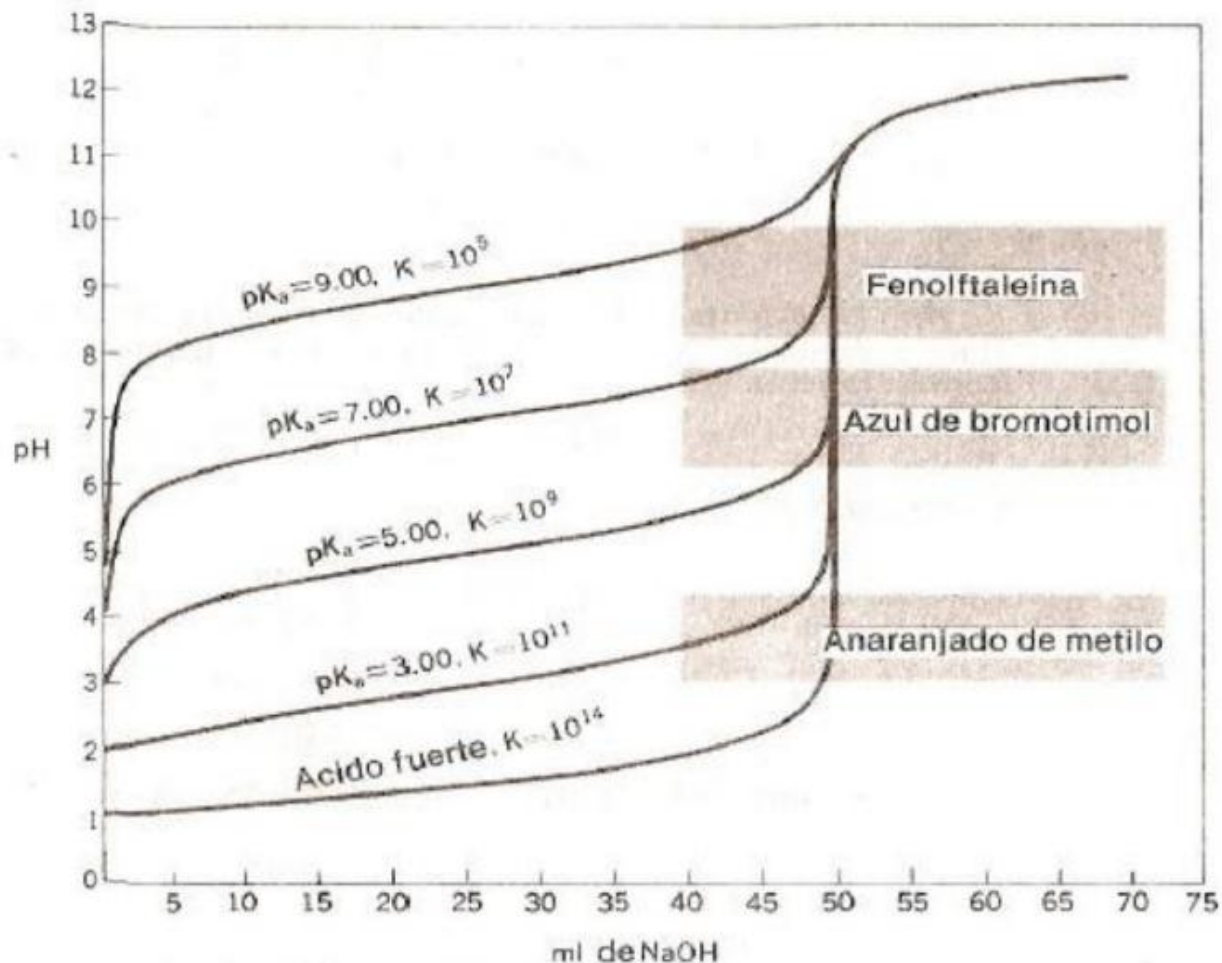


Figura 7.5: Curvas de titulación ácido- base típicas: 50 mL de HCl 0,1M titulados con NaOH 0,1M. Los valores de pK_a para cada ácido se muestran en las curvas. "Química Analítica Cuantitativa". Day, Underwood.

En la **Figura 7.5**, las áreas sombreadas son los rangos de los indicadores anaranjado de metilo (3,1 a 4,4), azul de bromotimol (6,0 a 7,6) y fenolftaleína (8,0 a 9,6).

A continuación encontramos el análisis y las conclusiones para cada caso particular de neutralización (considerar que una titulación de base con ácido como titulante produce una curva similar a la mostrada, pero invertida, que inicia en pH alcalino y finaliza a pH ácido. Ver curvas anteriores):

- Ácido fuerte y base fuerte. Para soluciones 0,1 M o más concentradas, el cambio de pH en el punto de equivalencia es muy amplio, ya que el salto comprende casi 9 unidades de pH (2,0 a 11,0), por lo cual abarca los rangos de los tres indicadores. Por ello, cualquiera de estos tres indicadores cambiará de color con

una o dos gotas cerca del punto de equivalencia, como cambiaría de color cualquier otro indicador entre valores de pH de 4,5 a 9,5. Para soluciones 0,01 M el intervalo de pH es algo menor (5,5 a 8,5). En este caso, no sería conveniente utilizar anaranjado de metilo.

- Base fuerte con ácido fuerte. El comportamiento es muy similar al caso anterior, pero en sentido inverso. Para soluciones 0,1 M o más concentradas, el cambio de pH en el punto de equivalencia es muy amplio, ya que el salto comprende casi 9 unidades de pH (2,0 a 11,0), por lo cual abarca los rangos de los tres indicadores. Por ello, cualquiera de estos tres indicadores cambiará de color con una o dos gotas cerca del punto de equivalencia. Para soluciones 0,01 M el intervalo de pH es algo menor (8,5 a 5,5). En este caso, si fuese conveniente utilizar anaranjado de metilo y no fenolftaleína.
- Ácido débil y base fuerte. El indicador a emplear, cuando $K_a > 10^{-5}$ debe virar entre pH 7 y 10,5. En este caso el ideal es fenolftaleína. Para ácidos más débiles, por ejemplo, cuando el $K_a > 10^{-6}$, el intervalo de pH se reduce.
- Base débil y ácido fuerte. El indicador a emplear cuando $K_b > 10^{-5}$, debe virar entre pH 3 y 7. En este caso, si fuese conveniente utilizar anaranjado de metilo. Para bases más débiles, por ejemplo, cuando $K_b > 10^{-6}$, entre 3 y 5.

Errores debidos al indicador

Como se mencionó anteriormente, existen por lo menos dos fuentes de error al determinar el punto final de una titulación utilizando indicadores visuales. Uno de ellos ocurre cuando el indicador que se utiliza no cambia de color en el pH adecuado. Este es un error determinado que se puede corregir por medio de la determinación del indicador en blanco. Esto último es sencillamente el volumen de ácido o de base que se necesita para cambiar del pH del punto de equivalencia al pH en el cual el indicador cambia de color. La determinación del indicador en blanco casi siempre se hace en forma experimental.

En el caso de los ácidos débiles (o bases débiles) ocurre un segundo error; aquí la pendiente de la curva de titulación no es grande y por lo tanto el cambio de color en el

punto final no es agudo. Aun cuando se utiliza el indicador adecuado, ocurre un error indeterminado que se refleja en la falta de precisión para decidir exactamente cuándo sucede el cambio de color. La utilización de un solvente no acuoso puede mejorar la agudeza del punto final en estos casos.

Metodología

Algunas cuestiones importantes:

- Previo a la titulación, la bureta debe estar limpia y seca. De no ser así, se lavará con abundante agua de la canilla y luego se enjuagará con agua destilada.
- Utilizar un embudo cuyo vástago alcance el cero de la bureta y no sobrepase más de 2 cm.
- Enjuague con el titulante. Este paso tiene por objetivo, eliminar el agua de lavado, para que el titulante no se diluya. Colocar la bureta en un soporte Fisher (ubicado en un soporte universal), con el vástago hacia abajo y el robinete cerrado. Agregar una pequeña alícuota de titulante, utilizando un embudo apropiado. Retirar el embudo y sacar la bureta del soporte. Hacerla rotar de forma tal que el líquido moje todas las paredes. Abrir el robinete y eliminar el titulante de lavado en un recipiente debidamente rotulado (para no confundirlo con el recipiente de titulante a utilizar).
- El robinete debe utilizarse con la mano menos hábil, como le indicará el docente, y el erlenmeyer con la mano hábil.
- Verificar que la bureta no pierda antes de llenarla.
- El vertido de titulante debe ser a velocidad constante y lento, para facilitar el vaciado de la bureta y una lectura correcta del enrase.

Llenado de la bureta

1. Colocar la bureta en un soporte Fisher, con el vástago hacia abajo y el robinete cerrado. La graduación debe quedar hacia el operador, para poder leer los enrases.
2. Colocar un embudo apropiado.
3. Agregar una pequeña alícuota de titulante, que no sobrepase la mitad de su

volumen.

4. Abrir rápidamente el robinete, permitiendo que el líquido pase por el vástago y lo llene. Controlar que no queden burbujas.
5. Cerrar el robinete y completar el volumen restante con titulante, llenando la bureta por sobre el aforo de cero.
6. Retirar el embudo y secar la bureta por fuera.
7. Enrasar abriendo el robinete suavemente.

Preparación de la solución a titular:

- A. En un erlenmeyer colocar el volumen apropiado de solución analito, de acuerdo con la bureta que utilizará (si usamos una bureta de 25 mL, el volumen será 10,0 mL).
- B. Colocar 1-2 gotas de indicador.
- C. Agregar una pequeña cantidad de agua, para facilitar la visualización del viraje del indicador.

Titulación:

- A. Colocar el erlenmeyer con el analito bajo el vástago de la bureta.
- B. Colocar un papel o fondo blanco bajo la muestra. Con la mano hábil, rotar constantemente el erlenmeyer mientras con la otra procede a abrir el robinete, dejando caer el titulante muy lentamente. Durante este proceso, la vista estará en el erlenmeyer, atento color del indicador.
- C. Cuando se observe la aparición del color buscado en el seno de la solución, enlentecer el goteo de titulante.
- D. Cuando el color permanece en toda la solución analito, cerrar el robinete y anotar el volumen gastado. El color debe permanecer por lo menos, 10 segundos.
- E. Si se presenta duda sobre el punto final, luego de anotar el volumen, agregar una gota más de indicador y anotar el nuevo volumen. Si el color ante este nuevo agregado es el esperado, este volumen será el que debe considerarse para los cálculos. Si, por el contrario, ante este agregado, el color cambia mucho (consideramos que se pasó largamente el punto final) este volumen se descarta y se utiliza el anterior.

- F. Descartar el contenido del analito.
- G. Repetir la titulación hasta obtener dos valores de volumen que no difieran en más de 0,2 mL (para una bureta de 20, 25 o 50 mL). Descartar el resto de los volúmenes.
- H. Cada vez que se repite la titulación, debe rellenarse la bureta. Esta vez, sin descartar el titulante, se coloca el embudo y se llena nuevamente sobre el aforo. Luego se retira el embudo y se enrasa.

Cálculos finales

Conociendo los valores de: volumen de titulante gastado, concentración del titulante y volumen de analito; la concentración de analito se puede calcular por cálculos estequiométricos (regla de tres).

Ejemplo:

- Analito: **Na(OH)**
- Titulante: **HCl 0,0972 M**
- Indicador: **Heliantina**
- Reacción de titulación: **$\text{NaOH}_{(\text{ac})} + \text{HCl}_{(\text{ac})} \rightarrow \text{NaCl}_{(\text{ac})} + \text{H}_2\text{O}_{(\text{l})}$**
- Volumen analito: **10,00 mL**
- Volumen titulante: **9,25 mL** (promedio de dos titulaciones)

1. Calcular los moles de titulante presente en el volumen gastado

1000 mL de solución ----- 0,0972 moles de HCl (Concentración conocida)

9,25 mL de solución ----- $x = 8,991 \times 10^{-4}$ moles de HCl

2. Calcular los moles de analito presente en el volumen evaluado de analito

Teniendo en cuenta la relación estequiométrica en la reacción de titulación

1 mol de HCl ----- 1 mol de Na(OH)

$8,991 \times 10^{-4}$ moles de HCl ----- $x = 8,991 \times 10^{-4}$ moles de Na(OH)

3. Calcular la concentración de analito (Molaridad)

10,00 mL ----- $8,991 \times 10^{-4}$ moles de Na(OH)

1000,00 mL ----- $x = 0,8991$ moles de $\text{Na}(\text{OH}) \rightarrow [\text{NaOH}] = 0,8991 \text{ M}$

TRABAJO DE LABORATORIO

Tareas que los alumnos deben traer a cada sesión de laboratorio:

- a) Traer planteado el equilibrio que se establece en el Erlenmeyer antes del agregado de titulante cuando sólo se encuentra la especie a titular. A partir del equilibrio calcular el pH inicial esperado considerando una concentración de 0,1 M en todos los casos.
- b) Determinar el volumen de solución a titular considerando que se disponen buretas de 25 y 10 mL, y pipetas aforadas de 5 y 10 mL. Las concentraciones de las soluciones a titular son de $\approx 0,1 \text{ M}$ y la de los titulantes se informará.
- c) Traer planteadas las especies predominantes y los equilibrios responsables del pH en el punto de equivalencia y el punto final de cada especie a titular en todos los casos. Justificar mediante reacciones el pH esperado en el punto de equivalencia.

Análisis volumétrico – Titulación

Objetivos

- ✓ Adquirir práctica en la determinación de la concentración exacta de una solución mediante la aplicación de una técnica volumétrica, titulación.
- ✓ Elegir titulante e indicador apropiado para cada solución a titular.
- ✓ Predecir el valor de pH en el punto de equivalencia mediante los cálculos y reacciones químicas apropiadas.

Titulación de especies fuertes y especies débiles:

Actividades para resolver en el laboratorio.

- 1) Indique cuál será el pH esperado en el punto de equivalencia (con los cálculos y ecuaciones que considere necesarios).
- 2)

- 3) Indique cómo espera que sea la curva de titulación para cada uno.
- 4) Considerando los titulantes disponibles en el laboratorio (indicados por el docente), elija el más apropiado para cada solución, justificando su elección.
- 5) Considerando los indicadores disponibles en el laboratorio (indicados por el docente), elija el más apropiado para cada solución, justificando su elección.

Estimación de pH. Indicadores ácido / base

Objetivos

- ✓ Adquirir práctica en acotar los rangos de pH de distintas soluciones mediante el uso de indicadores de pH comerciales.
- ✓ Lograr diferenciar los términos medir, estimar y calcular el pH de una solución.

Reactivos

- HCl 0,1 M
- NH_3 0,1 M
- NaOH 0,1 M
- HAc 0,1 M
- H_2O

Procedimiento

- a. Calcular el pH teórico de las mismas.
- b. Colocar en tubo pequeño (Kahn o hemólisis) una pequeña alícuota (0,5 mL) de la solución a la que se desea estimar el pH. Prepara tantos tubos como indicadores espera usar.
- c. A cada alícuota agregar 2 o 3 gotas de indicador.

Buffer

Mezcla de soluciones de pares conjugados

Por comisión, en un tubo de ensayo se colocan 10mL de NH_3 0,1 M y 10mL de una solución de NH_4Cl aproximadamente 0,1 M (homogeneizar correctamente).

¿Se forma un buffer? Si la respuesta es afirmativa diga si el buffer formado se encuentra en capacidad reguladora útil o máxima. Justifique. Estimar el valor del pH

inicial.

Luego, se toman 4 tubos de urea y se colocan 4 mL de solución reguladora en cada uno. A un quinto tubo, se le agregan 2 mL (control sin agregado). A todos los tubos, se les agrega 3 gotas de azul de timol. Luego, se adicionan a cada tubo (excepto al control):

- **Tubo a)** 10 gotas HCl 0,1 M.
- **Tubo b)** 10 gotas NaOH 0,1 M.
- **Tubo c)** 10 gotas HCl 1 M.
- **Tubo d)** 10 gotas NaOH 1 M.

Efecto de la dilución de la solución reguladora

Tomar los 2 mL de la solución reguladora sobrante y agregar 18 mL de agua destilada. Colocar 4 mL en 4 tubos de urea y repetir de acuerdo con el protocolo anterior.

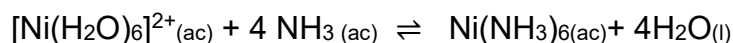
¿Qué tipo de dilución se realiza a la solución reguladora formada en el apartado anterior?
¿Se verá afectada la capacidad reguladora o la eficiencia de la solución reguladora de pH? ¿Qué ocurre con el pH con respecto a la solución madre? La eficiencia está relacionada con el número de moles de cada reserva presentes en un determinado volumen, mientras que, la capacidad reguladora se relaciona con la relación de las concentraciones de los pares conjugados.

QUÍMICA DE COORDINACIÓN, EQUILIBRIO y RECONOCIMIENTO DE IONES

Compuestos de coordinación

I) Efecto del ligando (Por lado de mesada)

a) En un tubo de hemólisis o Khan agregar 0,5 mL de Ni^{2+} 0,1 M + 2 gotas de NH_3 28% P/P (bajo campana).



Verde

Azul

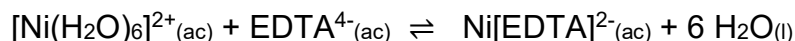
Inmediatamente después del agregado de NH_3 , puede observarse la formación de un sólido: $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ($K_{\text{ps}} = 2,0 \cdot 10^{-15}$), según la reacción:



Verde

Blanco

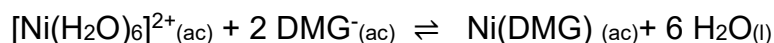
b) En un tubo de hemólisis o Khan agregar 0,5mL Ni^{2+} 0,1 M + 10 gotas EDTA^{4-} 0,5 M + calor (hasta cambio de color)



Verde

Celeste

c) En un tubo de hemólisis o Khan agregar 0,5mL Ni^{2+} 0,1 M + 4 gotas de dimetilglioxima (DMG)



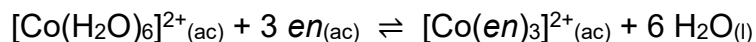
Verde

Rosa

II) Efecto del estado de oxidación del metal central (Por lado de mesada)

A 2 tubos de ensayo agregar en cada uno 0,5 mL de Co^{2+} 0,02M.

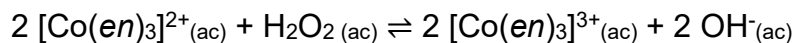
Tubos 1 y 2: Adicionar 5 gotas de etilendiamina (*en*) (bajo campana).



Rosado

Naranja

Solo al Tubo 2: Adicionar 5 gotas de H_2O_2 6,33% P/V



Naranja

Rojo oscuro

Cuestionario

1. Clasificar a los siguientes ligandos según su capacidad de coordinación:

a) NH_3 b) EDTA c) SCN^- d) *en* e) H_2O

2. ¿Qué tipo de ligandos pueden formar quelatos? ¿Cuál/les de los empleados en el práctico reúnen esas características? Escriba su fórmula.

3. Dado el complejo $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4(\text{Cl})_2]\text{Br}$ que se disuelve en agua. Determinar el estado de oxidación del metal central y la carga del ion complejo.

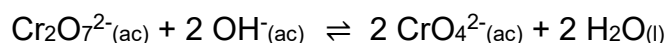
- Identifique en dicho complejo:
- El/los ácidos de Lewis.
- La/las bases de Lewis.
- Esfera de coordinación primaria.
- Esfera de coordinación secundaria.

Equilibrio químico

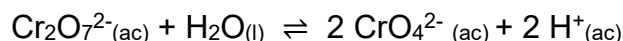
Un equilibrio químico es un equilibrio dinámico: los reactivos reaccionan con la misma

velocidad con que los productos se descomponen. De esta forma las concentraciones tanto de los reactivos como de los productos se mantienen constantes. De todas formas, un equilibrio puede ser perturbado. El Principio de Le Châtelier establece que si un sistema en equilibrio se somete a un cambio de condiciones – temperatura, presión o concentración – el sistema se desplazará hacia reactivos o productos de manera de contrarrestar el efecto que lo perturbó y restablecer el equilibrio.

I) Equilibrio de dimerización catalizado por ácidos o bases (Por lado de mesada).



También puede escribirse como:



Naranja

Amarillo

En tres tubos de hemólisis colocar 10 gotas de dicromato de potasio 0,05 M.

Tubo 1: Agregar 3 gotas de agua (**Testigo**).

Tubo 2: Agregar 3 gotas de NaOH 1M.

Tubo 3: Agregar 3 gotas de H₂SO₄ 1M.

Una vez anotadas las observaciones de lo efectuado, realice la siguiente experiencia sobre los tubos 2 y 3.

tubo 2: agregar gotas de H₂SO₄ 1 M hasta observar cambio.

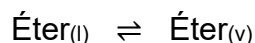
tubo 3: agregar gotas de NaOH 1 M hasta observar cambio.

Anote las observaciones y concluya. En medio ácido el Cr(VI) se encuentra predominantemente como

En medio básico el Cr(VI) se encuentra predominantemente como.....

II) Equilibrio de fases (equilibrio físico) (MOSTRACIÓN)

Nota: Trabajar bajo campana y alejado de toda fuente de fuego, compuesto altamente inflamable



Medir un volumen pequeño (0,2-0,4 mL) de éter líquido con una jeringa de 10 mL e introducirlo en un tubo de Kahn a través de un tapón de goma que cierre el tubo. Dejar equilibrar unos 2 minutos. Una vez logrado el sistema en equilibrio proceder a retirar el émbolo hacia atrás (disminución de la presión sobre el sistema). Anotar sus observaciones.

Luego presionar el émbolo hacia adelante (aumento de presión sobre el sistema) hasta llegar a volumen cero en la jeringa. Anotar sus observaciones. Explicar los fenómenos observados.

III) Equilibrio termocrómico (Por lado de mesada)

En el siguiente equilibrio se produce un cambio del número de coordinación del ion metálico.



Rosado

Azul

Ion hexaacuocobalto(II)

Ion tetraclorocobaltato(II)

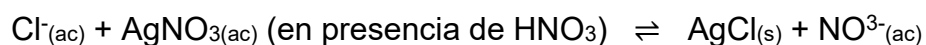
1. En un tubo de hemólisis agregar 1 mL de solución del ion hexaacuocobalto(II) 0,5M y llevar el mismo a un baño con agua caliente (baño María) hasta que tome suficiente temperatura.
2. Agregar 2 puntas de espátula de cloruro de sodio (s). Agitar y observar el cambio de color debido a la reacción de sustitución de ligando.
3. Colocar el tubo en un baño con agua fría hasta que alcance el color inicial. Interpretar

los cambios producidos por el sistema.

En todos los casos explicar los desplazamientos de equilibrio a través de la constante de equilibrio y aplicando el Principio de Le Châtelier.

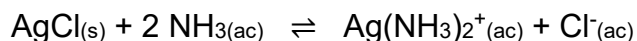
Reacciones de reconocimiento

I) Reconocimiento de Cloruro (Por lado de mesada)



ppdo. blanco

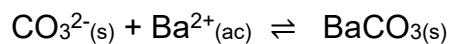
Agregar $\text{NH}_{3(\text{ac})}$



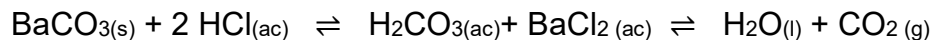
Se agregarán 10 gotas de la solución con el ion a reconocer + 2 gotas del reactivo para dar el medio. Luego agregar solución del reactivo de reconocimiento, gota a gota hasta observar los cambios.

II) Reconocimiento de Carbonato y Sulfato (Por lado de mesada)

1) Carbonato

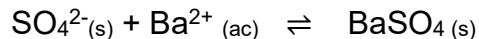


ppdo. blanco

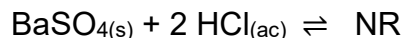


ppdo. blanco

2) Sulfato



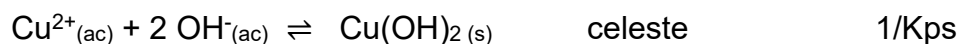
ppdo. blanco



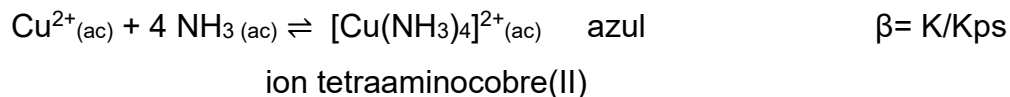
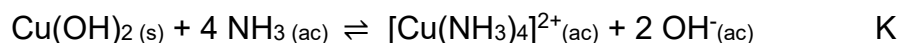
Procedimiento

Se agregarán 10 gotas de la solución con el ion a reconocer y luego la solución de bario hasta observar los cambios. Luego agregar 5 gotas de solución ácido nítrico.

III) Reconocimiento de Cobre (Equilibrios competitivos: equilibrios en fase homogénea y heterogénea por formación de compuestos poco solubles) (Discusión/Mostración)

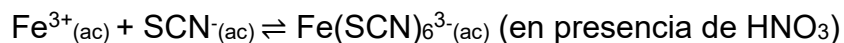


+



Agregar 1,5 mL de solución de sulfato cúprico en tubo de hemólisis, seguidamente agregar gotas de solución de amoníaco lentamente por las paredes (así se pueden observar tanto la formación del precipitado como del ion complejo). Observar e identificar las diferentes especies de Cu(II) presentes en el sistema.

IV) Reconocimiento de Fe^{3+}



Ensayo de iones a la llama

Mecheros:

Constan de una base, en la cual se encuentra la entrada de gas, que es mezclado con aire antes de la combustión. Del centro de la base emerge un tubo o vástago de aluminio, bronce o acero, en cuya parte inferior se encuentra la entrada de aire. Mediante la correcta regulación de esta se pueden alcanzar distintas temperaturas.

Tipos de llama:

La llama luminosa se debe a la presencia de hidrocarburos insaturados (etileno, propileno, acetileno, etc.). Por el calor, estos hidrocarburos se descomponen dando el producto saturado de número de carbono inferior y carbono, siendo este último el que produce la luminosidad de la llama. Los restantes combustibles del gas arden con llama no luminosa.

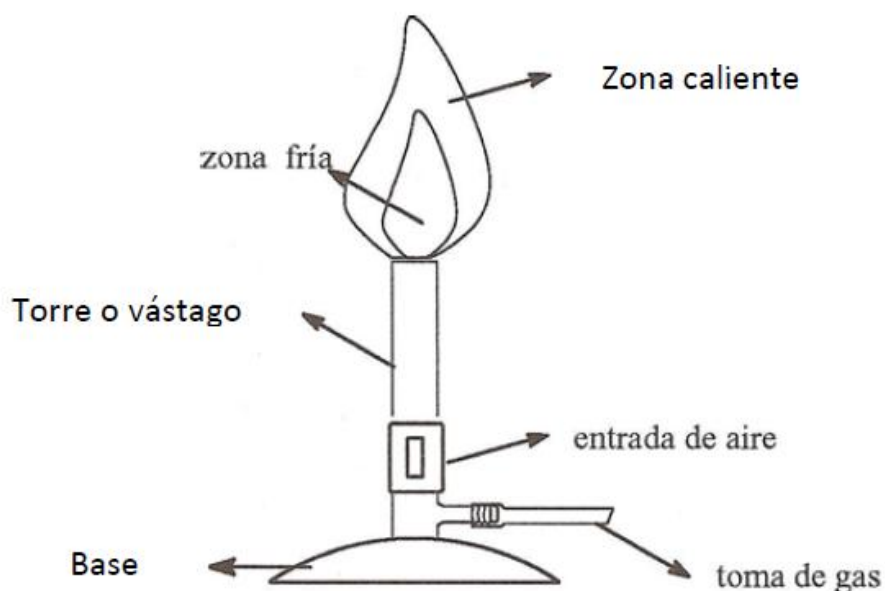


Figura 9.1: Esquema de un mechero Bunsen

Los mecheros Bunsen alcanzan temperaturas no muy elevadas. El gas entra por un fino orificio en un tubo más ancho en el cual, mediante un orificio grande variable, se deja entrar la cantidad de aire adecuada (**Figura 9.1**). En estos mecheros se puede observar lo siguiente:

1) Cono interior de la llama, donde no hay combustión porque la temperatura es

demasiado baja. Esta parte contiene gas sin arder con un 62% de aire. Lo observaremos como un cono color azul intenso y es la parte no oxidante de la llama. Dentro de ella se reconoce además la **zona reductora**, que es la punta luminosa del cono oscuro interior y se produce disminuyendo gradualmente el acceso de aire. No contiene oxígeno libre, es rica en carbono libre incandescente y por ello su acción reductora.

2) Cono exterior, sí existe combustión, su coloración será mucho más clara que la anterior. En el ensayo de iones a la llama, la llama tiene la función de vaporizar la muestra, disociar las sales, convertir parte de los iones en átomos y, eventualmente, excitar a las especies presentes si la energía necesaria para esta excitación es comparable a la energía térmica disponible en la llama.

Procedimiento (Mostración).

Se trabajará con las siguientes sales: CuCl_2 , LiCl , KCl , SrCl_2 , CaCl_2 , NaCl y NiCl_2 . Colocar una espátula de cada sal en un vidrio de reloj. Embeber con la piseta que contiene metanol. Prender con el soplete (no echar metanol sobre la llama encendida). Observar.

ELEMENTO	COLOR
Litio	Rojo Carmín
Sodio	Amarillo
Calcio	Naranja
Estroncio	Rojo escarlata
Bario	Verde manzana
Cobre	Verde musgo
Potasio	Lila

Cuestionario

- 1) ¿A qué fenómeno se debe el color producido en la llama por las soluciones a utilizar en la práctica?
- 2) ¿Qué otro/s método/s conoce para excitar los elementos además de una llama? ¿Qué ventajas podrían presentar?