



Manual de Laboratorio de Principios de Química

Revisión 4.
Septiembre de 2016
PARA PUBLICACIÓN

Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García E.

ESCUELA DE QUÍMICA
FACULTAD DE CIENCIAS
UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

TABLA DE CONTENIDO

PREFACIO	ix
NOTA AL ESTUDIANTE	xi
I. SEGURIDAD Y REGLAS DEL LABORATORIO	1
A. Seguridad personal y autoprotección	1
B. Accidentes en el laboratorio	2
C. Normas del laboratorio	2
II. DOCUMENTACIÓN Y TOMA DE DATOS	3
A. Preparación de la práctica: documentación preliminar	3
B. Registro de datos y observaciones	4
C. Cuaderno de notas o diario de laboratorio	4
III. ANÁLISIS DE DATOS	9
A. Precisión y exactitud	9
B. Media aritmética y desviación estándar	10
C. Errores sistemáticos y errores aleatorios	12
D. Cifras significativas	13
E. Reglas básicas para efectuar cálculos con cifras significativas	14
F. Reglas para el redondeo de números	15
G. Propagación de errores	16
H. Gráficos	20
BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	21
IV. MATERIALES Y TÉCNICAS DE LABORATORIO	23
TÉCNICA 1 MATERIAL DE VIDRIO DE PROPÓSITO GENERAL	24
A- Tubos de ensayo	24
B. Vidrio de reloj	25
C. Vasos de precipitados o beakers	25
D. Erlenmeyer o fiolas	25
E. Kitasatos	25
TÉCNICA 2 MANEJO DE REACTIVOS Y SOLVENTES	26
A. Seguridad	26
B. Transferencia y disposición de reactivos	26
TÉCNICA 3 MEDICIONES DE MASA	28
A. Técnicas de pesada	28
B. Manejo de las balanzas granatarias de tres brazos	28
C. Manejo de las balanzas granatarias de dial y vernier	30
D. Manejo de las balanzas electrónicas	31
TÉCNICA 4 SEPARACIÓN DE SÓLIDOS Y LÍQUIDOS	32
A. Filtración por gravedad con doblado simple del papel	32
B. Filtración por gravedad con papel plegado	33
C. Filtración por succión	34
TÉCNICA 5 LIMPIEZA DE MATERIAL DE VIDRIO	35

TÉCNICA 6 LECTURA DEL MENISCO Y APRECIACIÓN SOBRE UNA ESCALA	36
TÉCNICA 7 MEDICIONES DE VOLUMEN	37
A. Cilindro graduado	37
B. Pipetas volumétricas	38
TÉCNICA 8 PREPARACIÓN DE SOLUCIONES	40
TÉCNICA 9 USO DE BURETAS Y TITULACIONES	42
TÉCNICA 10 EL MECHERO BUNSEN-TIRRIL	44
TÉCNICA 11 MEDICIONES DE TEMPERATURA	46
BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	48
PRÁCTICA 1. EL MECHERO Y ENSAYOS A LA LLAMA	49
OBJETIVOS	49
INTRODUCCIÓN	49
PARTE EXPERIMENTAL	50
EXPERIENCIA 1: Combustión completa y parcial en la llama del mechero	51
EXPERIENCIA 2: Observación de la coloración a la llama de compuestos con iones comunes	51
EXPERIENCIA 3: Ensayos a la llama de varios compuestos	52
EXPERIENCIA 4: Identificación de una muestra problema	52
BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	53
TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES	54
CUESTIONARIO PRELABORATORIO	55
ACTIVIDADES POSTLABORATORIO	56
PRÁCTICA 2. INDICIOS DE REACCIONES QUÍMICAS	57
OBJETIVOS	57
INTRODUCCIÓN	57
PARTE EXPERIMENTAL	58
EXPERIENCIA 1: Reacción entre el anión permanganato y el anión oxalato	59
EXPERIENCIA 2: Formación de un complejo coloreado de Fe(III)	59
EXPERIENCIA 3: Reacción entre Ba(II) y el anión sulfato	60
EXPERIENCIA 4: Reacción entre el catión Ag(I) y el anión cloruro	60
EXPERIENCIA 5: Reacción entre Fe(III) e hidróxido de amonio	61
EXPERIENCIA 6: Reacciones en las que se generan gases	61
EXPERIENCIA 7: Reacciones en las que se genera o absorbe calor	61
BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	62
TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES	63
CUESTIONARIO PRELABORATORIO	65
ACTIVIDADES POSTLABORATORIO	66
PRÁCTICA 3. MEDICIONES Y ERRORES	67
OBJETIVOS	67
INTRODUCCIÓN	67
PARTE EXPERIMENTAL	68
EXPERIENCIA 1: Uso de las balanzas granatarias	68
EXPERIENCIA 2: Calibración de un cilindro graduado de 10 mL	68
EXPERIENCIA 3: Calibración de un balón volumétrico	69
EXPERIENCIA 4: Determinación de la densidad de una solución	69
EXPERIENCIA 5: Determinación de la densidad de un sólido irregular	70

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	70
TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES	71
CUESTIONARIO PRELABORATORIO	73
ACTIVIDADES POSTLABORATORIO	75
PRÁCTICA 4. SOLUCIONES Y SOLUBILIDAD	77
OBJETIVOS	77
INTRODUCCIÓN	77
PARTE EXPERIMENTAL	81
EXPERIENCIA 1: Solubilidad de varios compuestos en solventes de diferente polaridad	81
EXPERIENCIA 2: Preparación de soluciones no saturada, saturada y sobresaturada	82
EXPERIENCIA 3: Deshidratación de una disolución de sulfato cúprico	83
EXPERIENCIA 4: Solución sobresaturada	83
BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	84
TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES	85
CUESTIONARIO PRELABORATORIO	86
ACTIVIDADES POSTLABORATORIO	87
PRÁCTICA 5. SEPARACIÓN DE MEZCLAS	89
OBJETIVOS	89
INTRODUCCIÓN	89
PARTE EXPERIMENTAL	90
EXPERIENCIA 1: Obtención del $Pb(NO_3)_2$ en solución	90
EXPERIENCIA 2: Precipitación y separación del $Pb(II)$ como PbI_2	90
EXPERIENCIA 3: Obtención del ácido benzoico en solución	91
EXPERIENCIA 4: Purificación del ácido benzoico mediante carbón activado	92
EXPERIENCIA 5: Obtención del ácido benzoico	92
BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	93
TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES	93
CUESTIONARIO PRELABORATORIO	94
ACTIVIDADES POSTLABORATORIO	96
PRÁCTICA 6 pH, HIDRÓLISIS Y SOLUCIONES AMORTIGUADORAS	97
OBJETIVOS	97
INTRODUCCIÓN	97
PARTE EXPERIMENTAL	100
EXPERIENCIA 1: Medición del pH de soluciones de HCl	100
EXPERIENCIA 2: Medición del pH a soluciones amortiguadoras, tampón o búfer	101
EXPERIENCIA 3: Medición del pH a diversas soluciones acuosas	101
BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	101
TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES	102
CUESTIONARIO PRELABORATORIO	103
ACTIVIDADES POSTLABORATORIO	104
PRÁCTICA 7. TITULACIONES ÁCIDO-BASE	105
OBJETIVOS	105
INTRODUCCIÓN	105
PARTE EXPERIMENTAL	107

EXPERIENCIA 1: Preparación de una solución estándar de HCl	107
EXPERIENCIA 2: Valoración de una muestra problema de NaOH	108
BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	108
TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES	109
CUESTIONARIO PRELABORATORIO	110
ACTIVIDADES POSTLABORATORIO	111
PRÁCTICA 8. SOLUBILIDAD Y EFECTO DEL IÓN COMÚN	113
OBJETIVOS	113
INTRODUCCIÓN	113
PARTE EXPERIMENTAL	114
EXPERIENCIA 1: Solubilidad del hidróxido de calcio en agua	114
EXPERIENCIA 2: Solubilidad del hidróxido de calcio en agua en presencia de CaCl ₂	115
BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	116
TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES	116
CUESTIONARIO PRELABORATORIO	117
ACTIVIDADES POSTLABORATORIO	117
PRÁCTICA 9. SERIE DE ACTIVIDAD DE LOS METALES	119
OBJETIVOS	119
INTRODUCCIÓN	119
PARTE EXPERIMENTAL	121
EXPERIENCIA 1: Reactividad entre metales y cationes metálicos	121
EXPERIENCIA 2: Reactividad entre metales y un ácido	121
EXPERIENCIA 3: Reactividad entre un metal y agua	122
BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	122
TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES	123
CUESTIONARIO PRELABORATORIO	124
ACTIVIDADES POSTLABORATORIO	125
PRÁCTICA 10. FACTORES QUE AFECTAN LA VELOCIDAD DE REACCIÓN	127
OBJETIVOS	127
INTRODUCCIÓN	127
PARTE EXPERIMENTAL	128
EXPERIENCIA 1: Influencia de la concentración en la velocidad de reacción	128
EXPERIENCIA 2: Influencia de la temperatura en la velocidad de reacción	129
EXPERIENCIA 3: Influencia de un catalizador en la velocidad de reacción	130
BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS	131
TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES	132
CUESTIONARIO PRELABORATORIO	133
ACTIVIDADES POSTLABORATORIO	134

ANEXO 1. TOLERANCIAS DE MATERIAL VOLUMETRICO COMÚN	137
ANEXO 2. DENSIDAD DEL AGUA A VARIAS TEMPERATURAS*	138
ANEXO 3. RANGO DE VIRAJE PARA ALGUNOS INDICADORES ÁCIDO BASE	139
ANEXO 4. MATERIAL GENERAL DE LABORATORIO	140

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

PREFACIO

El Laboratorio de Principios de Química es el primer laboratorio que cursan todos los estudiantes de las licenciaturas en Biología, Física, y Química. Como su nombre lo indica, este laboratorio enfoca esencialmente en los fundamentos de la Química aprendidos en los cursos de Principios de Química I y II, y te enseñará la importancia de las ramas cualitativa y cuantitativa de la experimentación de la Química.

Para todos los estudiantes de las licenciaturas de Biología, Física o Química, el Laboratorio de Principios de Química es el espacio donde tienen su primer encuentro formal con el mundo de la experimentación a nivel universitario, la primera oportunidad de ver desde otro punto de vista, la experimentación, lo que has aprendido en las clases teóricas. Allí podrás vincular e ilustrar los conocimientos adquiridos e investigados, cuando debas explicar un resultado experimental, pero casi de seguro también tendrás la oportunidad de enfrentarte a las interesantes dificultades que se presentan cuando toca explicar un experimento que no ha resultado como se esperaba. En este laboratorio aprenderás a preparar un reporte técnico por medio de informes y reportes, a llevar un cuaderno o diario de laboratorio. Expresarás por escrito lo que has hecho, lo que observaste, y lo que puedes concluir al respecto, para que alguien más lo lea, lo entienda y lo critique constructivamente. También te enfrentarás al apasionante reto de explicar un fenómeno científico formalmente: planteándote hipótesis y poniéndolas a prueba para luego aceptarlas o no, de acuerdo a las observaciones experimentales.

La investigación bibliográfica previa a la realización de la experimentación es fundamental. En la actualidad existen diferentes modalidades de llevarla a cabo: libros, revistas científicas, enciclopedias, páginas web, videos, blog, entre otras. Mientras más preparado se está, previo a la realización de un experimento, las observaciones serán más agudas y las conclusiones y explicaciones más apegadas a la realidad. El factor tiempo también es fundamental, un experimentador bien preparado invierte menos tiempo en el laboratorio pues conoce bien los pasos y experimentos que debe llevar a cabo, conoce bien los materiales y los reactivos que va a manipular. El factor económico es fundamental, pues dado los elevados precios de los reactivos químicos y materiales especializados de laboratorio es necesario que se conozcan y planifiquen muy bien las acciones en el laboratorio.

Un punto muy importante, lo constituye la seguridad, propia y de quienes acompañan en el laboratorio, ya que al ser responsables y conocer e investigar de antemano los riesgos de la manipulación de equipos, materiales y sustancias, así como la que involucra el experimento mismo, se podrán tomar todas las precauciones necesarias a fin de disminuir los riesgos de accidentes.

El presente material fue diseñado como un instrumento guía para la realización de los experimentos que conforman cada una de las prácticas del programa de la materia. Se incorpora una sección de conocimientos básicos, que no busca sustituir los libros de texto, pero que recoge algunos de los puntos claves que el estudiante debe conocer para la discusión en los seminarios y para la realización de cada práctica. Se incluye un listado de los temas de las materias de Principios de Química I y II que deben dominarse para poder comprender el trabajo práctico que se va a realizar, así como el interpretar y discutir los resultados que se obtendrán en cada experiencia.

Los experimentos que se realizan en la materia son experimentos clásicos y sencillos, que buscan ilustrar de la mejor manera posible, muchos de los conocimientos impartidos en la materia de Principios de Química I y II. Existe mucho material referencial en los libros de textos, enciclopedias, páginas web, *youtube*, blogs que pueden ser consultados que podrán ayudar a prepararse adecuadamente para la realización de dichos experimentos y guiar la interpretación de los resultados, pero quizás ninguno de esos materiales podrá sustituir el interés y curiosidad que pueda tener cada estudiante.

Dr. Alberto J. Fernández C.
Profesor Titular
Escuela de Química Facultad de Ciencias

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

NOTA AL ESTUDIANTE

Un curso de laboratorio va más allá de los experimentos, recolección de datos y elaboración de informes. Por ejemplo, la selección entre instrumentos aparentemente similares para realizar una medición, el conocimiento y aplicación de una técnica, el manejo de reactivos, su pesada, trasvase, mezcla, etc. son también parte de los objetivos que se deben lograr. De hecho, son los objetivos más exigentes del primer curso de laboratorio ya que los estudiantes prácticamente no tienen conocimientos previos al respecto.

No se espera que el estudiante se centre únicamente en los experimentos propiamente dichos. Es necesario además que aprenda todo lo necesario para realizar las experiencias propuestas. Si en el experimento se realiza una filtración, es necesario conocer su metodología: cómo se hace el montaje experimental para filtrar, las opciones para doblar el papel de filtro, cuándo se puede (o debe) usar una forma u otra, etc. En cierto sentido, cada práctica es una forma (“una excusa”) para enfrentar al estudiante con las técnicas de laboratorio.

Sin embargo, no se puede olvidar que la Química, como toda la ciencia, se construye sobre la experimentación y es necesario que los estudiantes se formen para comprender el propósito de los experimentos que realizan y entiendan su diseño, el por qué se hacen así y no de otra forma. Entender correctamente el diseño de un experimento facilita analizar sus resultados y extraer conclusiones. El sentido e interpretación que se le da a unos resultados, está fuertemente relacionada con la forma en que se obtuvieron y cómo se relacionan con conocimientos previos. Es el día a día del trabajo científico.

Este Manual se preparó con el propósito de atender ambas necesidades. Aparte de las prácticas, en donde se proponen experimentos variados, desde los completamente cualitativos hasta los netamente cuantitativos, se incluyen secciones que describen con amplitud las técnicas empleadas y se discute la toma, presentación y análisis de datos. Adicionalmente, para orientar el trabajo del estudiante, cada práctica lista las técnicas involucradas, incluye formatos de ejemplo para la toma de datos, e incorpora un cuestionario prelaboratorio y actividades postlaboratorio.

Preliminares

Al comenzar el curso, los estudiantes deben leer en forma detallada los capítulos I y II. El capítulo I, *Seguridad y Reglas del Laboratorio*, es muy importante desde el punto de vista de la protección personal del estudiante y del grupo en general. Un laboratorio no es un lugar peligroso, pero el desconocimiento de ciertas precauciones puede exponer a las personas, equipos e instalaciones, al peligro. Es necesario que todo el que trabaja en un laboratorio comprenda y ponga en práctica las reglas de seguridad.

El capítulo II, *Documentación y Toma de Datos*, contiene información preliminar que debe comprenderse antes de empezar las prácticas. De hecho, ahí se incluyen las instrucciones para preparación del cuaderno de laboratorio y su uso cotidiano durante el curso. El estudiante debe estudiar esa información, comprenderla y aplicarla rutinariamente.

Antes de la práctica

Cada práctica debe ser preparada con anterioridad a su realización en el laboratorio. Para ello, el estudiante debe leer el contenido de la misma tratando de establecer su relación con los temas tratados en los cursos de teoría de Química. Debe comprender los fundamentos en los que se soporta el experimento o grupo de experimentos a realizar. Si no recuerda la teoría, es necesario que la repase.

Al principio de cada práctica existe una sección titulada “**Técnicas aplicadas**”. Ahí se listan las técnicas que el estudiante debe manejar para poder ejecutar la parte experimental. Por ejemplo, si se indica TEC 7, se refiere a la técnica N° 7, la cual se encuentra en el capítulo IV del Manual. Al consultar esta técnica, se observa que presenta sus propios requisitos (TEC 5 y TEC 6), por lo que el estudiante tendrá que preparar estos temas adicionales.

En la práctica 2, aparece también “**Otros requisitos**” e indica Análisis de Datos (capítulo III). Las prácticas 7 y 8 involucran toma de datos, cálculos y graficación y por tanto tienen el mismo requisito.

El próximo paso en la preparación de una práctica consiste en completar el **cuestionario prelaboratorio**. El profesor es libre de decidir si el cuestionario debe ser entregado o no para su evaluación. En cualquier caso, el estudiante debe desarrollarlo ya que se trata de una guía de estudio que cubre el material necesario para la práctica. En algunos casos, incluye material que debe ser investigado y agregado al cuaderno de laboratorio. Muchos estudiantes subestiman esta actividad y preparan sus respuestas en forma superficial o incompleta, lo cual repercute en un desempeño deficiente en las evaluaciones. Las preguntas del cuestionario deben completarse en forma amplia y suficientemente detallada; a veces los “detalles” que se omiten son la esencia de la pregunta.

Conocer y comprender la forma de realizar los cálculos, gráficos, etc. es parte de la preparación de los experimentos. Por tanto es necesario estudiar la sección de **actividades postlaboratorio** de cada práctica.

Finalmente, es necesario realizar la preparación del cuaderno de laboratorio según lo indicado en la sección C del capítulo II de este Manual.

Recuerde que un estudiante no puede llegar al laboratorio sin entender el trabajo que tiene que realizar, no solo sería un ejercicio inútil, sino que además podría ser peligroso y un desperdicio de los siempre escasos recursos del laboratorio.

En el laboratorio

Muchos profesores no permiten emplear el manual de prácticas durante las sesiones de laboratorio principalmente, porque los estudiantes descuidan la preparación del procedimiento en el cuaderno. El estudiante debe conocer y entender el procedimiento a ejecutar pero indudablemente debe quedar registrado en el cuaderno en una forma simple, fácil de leer, pero suficientemente detallada como para que tenga sentido.

Al llegar al laboratorio puede recibir instrucciones de última hora, preste atención y anote los cambios o correcciones en su cuaderno. Asegúrese de entender bien el propósito e impacto de los mismos.

Planifique su trabajo. Las sesiones de práctica tienen un tiempo estipulado suficiente para su realización. No es obligación del profesor extender la duración de una sesión porque algunos estudiantes no supieron organizarse. Concéntrese en su trabajo sin aislarse de su entorno.

Durante la ejecución de sus experimentos preste atención a lo que hace. Observe. Muchos estudiantes dan por hecho casi todo lo que ven, y no lo consideran relevante para ser anotado como una observación. No se trata de registrar detalles irrelevantes pero es más fácil descartar algo que se anotó y no fue útil, que considerar algo que no se registró. Siempre preste atención a las condiciones iniciales. Es difícil notar un cambio si ignoramos como era originalmente.

Al tomar resultados numéricos recuerde registrar las unidades de la medición y el error o apreciación del instrumento. Emplee el número correcto de cifras significativas.

Registre sus datos en forma tabular. Años de experiencia en todo el mundo demuestran que es la forma más adecuada de hacerlo. Cada práctica incluye ejemplos de formatos adecuados para registrar los resultados. Úselos.

No pierda el tiempo realizando cálculos si no necesita los resultados para continuar con la práctica.

Después del laboratorio

En su cuaderno de laboratorio realice la discusión y análisis de sus resultados. Efectúe los cálculos y gráficos necesarios. Evalúe si los resultados son consistentes con lo esperado. Si hubo discrepancia, trate de explicar su posible causa. Los resultados numéricos deben expresarse con su incertidumbre siempre que sea posible.

La sección de actividades postlaboratorio de cada práctica tiene actividades que sirven de guía para presentar los resultados y discutirlos. No se trata de un cuestionario, más bien trate de incluir esa información en su trabajo.

Manual de Laboratorio de Principios de Química

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

I. SEGURIDAD Y REGLAS DEL LABORATORIO

El trabajo en el laboratorio químico involucra necesariamente cierto grado de riesgo; pueden suceder accidentes. El cumplimiento estricto de las reglas de seguridad que se enumeran a continuación disminuirá la probabilidad de la ocurrencia de accidentes y sus consecuencias.

A. Seguridad personal y autoprotección

1. En todo momento hay que utilizar **lentes de seguridad** como medida de protección para los ojos. Existe riesgo de daños serios en los ojos, quizá permanentes, esto hace obligatorio que los estudiantes, los instructores y los visitantes utilicen protección adecuada de los ojos en todo momento. Antes de entrar al laboratorio se deben proteger los ojos y se debe usar lentes de seguridad todo el tiempo, hasta el momento de la salida. Personas ocupadas en tareas tan inocuas como hacer cálculos o escribir en un cuaderno de notas de laboratorio han sufrido daños serios en los ojos como consecuencia de que alguien perdió el control sobre un experimento. Los lentes de corrección convencionales no son un sustituto adecuado para la protección. En el laboratorio nunca deben utilizarse lentes de contacto debido a que los vapores pueden reaccionar con ellos y tener un efecto dañino para los ojos.
2. Nunca se deben llevar alimentos o bebidas al laboratorio. Asimismo, nunca se debe usar material de vidrio o de plástico del laboratorio para beber. Tampoco deben aplicarse cosméticos o ingerir medicamentos en el laboratorio.
3. Es necesario usar zapatos cubiertos (cerrados) que ofrezcan protección al paso de líquidos en caso de salpicaduras sobre ellos. No deben usarse sandalias ni zapatos de lona.
4. Debe usarse pantalón largo. En general la ropa debe ser de algodón y deben evitarse las ropas sintéticas que pueden ser peligrosas en caso de entrar en contacto con el fuego.
5. El cabello largo, tanto en hombres como en las mujeres, debe recogerse.
6. Se debe utilizar una bata de laboratorio que proporciona cierto nivel de protección en caso de derrames accidentales. La bata debe ser manga larga y llegar hasta la rodilla o más abajo.
7. El uso de guantes desechables es obligatorio cuando se manipulan sustancias corrosivas o irritantes. Los guantes de nitrilo y los de látex suelen ser adecuados (no obstante, algunas personas presentan alergias a látex).
8. Nunca pruebe (deguste), huela o toque ningún reactivo o solución. Aparte de la toxicidad no se puede anticipar la respuesta individual (sensibilidad, alergias, etc.) a un reactivo. Se pueden percibir olores, siempre con precaución, utilizando la mano para atraer los vapores desde la parte superior de los recipientes hacia la nariz.
9. Utilice siempre una pera para aspirar líquidos a una pipeta; nunca succionar con la boca soluciones y sólidos que signifiquen un riesgo para la salud.
10. Se debe extremar el cuidado al tocar objetos que se han calentado. Recuerde que un material caliente no se distingue de otro frío a simple vista.
11. Siempre se deben redondear a la llama los extremos de los tubos de vidrio recientemente cortados. NUNCA se debe forzar un tubo de vidrio a través del orificio de un tapón. En lugar de ello, hay que asegurarse de que ambos, el tubo y el orificio, estén mojados con agua jabonosa. Se deben proteger las

manos con varias capas de una toalla mientras se inserta el tubo de vidrio dentro de un tapón.

12. Hay que usar la campana de extracción siempre que se puedan desprender gases tóxicos o nocivos.

B. Accidentes en el laboratorio

1. Desde el principio debe conocer la ubicación de la fuente para el lavado de ojos más cercana, la manta contra incendios y el extintor de fuego. Es importante saber el manejo de cada uno y no hay que dudar en utilizar este equipo cuando se necesite.
2. Informe de todos los accidentes incluso los considerados menores al profesor; es posible que sea necesario aplicar correctivos que Ud. desconoce.
3. Si su piel (manos, brazos, cara, ojos, etc.) entra en contacto con algún reactivo, enjuague de inmediato con abundante agua corriente.
4. El derrame de reactivos sobre una región grande del cuerpo necesita atención inmediata. La ducha de emergencias es la forma más sencilla de enjuagarse en este caso. Aplique agua y remueva la ropa afectada. Puede ser necesario buscar atención médica.
5. En el caso de quemaduras inmediatamente aplique agua corriente sobre el área afectada para disminuir su temperatura y frenar la acción destructiva del calor. Puede ser necesario buscar atención médica.
6. En el caso de derrames de cualquier líquido alerte a sus vecinos en el laboratorio y recoja y limpie el derrame siguiendo las instrucciones del profesor

C. Normas del laboratorio

1. Nunca debe trabajar a solas en el laboratorio; hay que asegurarse que siempre haya alguien más, atento a posibles accidentes.
2. No deje un experimento sin atención, especialmente cuando se está calentando algo con un mechero.
3. La realización de experimentos no autorizados es motivo de expulsión.
4. No fume en el laboratorio.
5. No realice ni reciba llamadas telefónicas dentro del laboratorio. Tampoco participe en sesiones de chateo, ni navegue en internet. Se necesita que preste toda su atención al trabajo que debe realizar.
6. No utilice equipos de música.
7. No se ausente sin avisar al preparador o profesor.
8. No se permite la entrada de personas ajenas al laboratorio.
9. Mantenga su área limpia y ordenada. Recuerde que en caso de derrames o salpicaduras es necesario recogerlas de inmediato.
10. En todo momento mantenga una actitud seria, profesional. Las bromas pueden desencadenar accidentes.

II. DOCUMENTACIÓN Y TOMA DE DATOS

Un buen trabajo científico depende de la recolección confiable y reproducible de datos y observaciones experimentales. El levantamiento y registro preciso y oportuno es muy importante. Los resultados deben presentarse en un formato lógico y legible, para que puedan ser entendidos e interpretados por otros y para facilitar su análisis e interpretación.

La forma más ampliamente empleada y reconocida para llevar las anotaciones de las experiencias en un laboratorio es mediante un **cuaderno de notas**. En general se trata de un cuaderno empastado con sus hojas numeradas que se usa **exclusivamente** para registrar el trabajo experimental. Las anotaciones deben llevarse de forma ordenada y pulcra, cualquier persona con la debida preparación técnica, debe poder leer y entender todo lo que allí está escrito y si es necesario repetir el experimento. En otras palabras, se debe usar letra **clara y legible** y una estructura **ordenada** de los apuntes.

El formato del cuaderno y sus características se describen más adelante.

A. Preparación de la práctica: documentación preliminar

Toda práctica se inicia antes de llegar al laboratorio (*prelaboratorio*), cuando se realiza la documentación en el cuaderno de notas de los objetivos experimentales y cómo van a ser desarrollados.

Para ello se debe identificar y, en forma resumida, escribir, los principios químicos y físicos del trabajo a realizar incluyendo las fórmulas matemáticas y ecuaciones químicas relevantes. No se trata de transcribir un libro de texto o el manual de laboratorio, sino de tener a mano un resumen propio de los fundamentos y principios en los cuales se fundamentará su trabajo.

Es necesario describir los procedimientos experimentales a efectuar indicando claramente su objetivo, cantidades de reactivos a emplear, concentraciones de soluciones requeridas, etc. Es decir, toda la información necesaria para conducir el experimento debe quedar asentada. Cuando sea necesario se debe preparar un diagrama de los montajes experimentales que se propone realizar. Se pueden emplear copias o fotos en el caso de un diagrama muy complejo.

Asimismo, es necesario preparar una lista de los reactivos requeridos indicando fórmula química y cualquier propiedad física o química relevante para los experimentos (por ejemplo, solubilidades, pesos moleculares, puntos de fusión, coloración a la llama, etc.). Siempre deberá incluirse la información sobre su toxicidad y riesgos con el fin de tomar las precauciones necesarias. Para completar estos requisitos puede consultarse, entre otra, la siguiente bibliografía:

Referencias para consultas de constantes físicas y químicas

- *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 85th Edition, CRC Press, 2005
- *Lange's Handbook of Chemistry*, 16th Edition, McGraw-Hill 2005
- *The Merck Index*, Merck & Co. Inc., Rahway, New Jersey.

Referencias para consultas de riegos y toxicidades

- *The Merck Index*, Merck & Co., Inc., Rahway, New Jersey.

- CAMEO Chemicals: Database of hazardous Materials en <http://cameochemicals.noaa.gov>
- WIKIPEDIA, The Free Encyclopedia en <http://en.wikipedia.org>

B. Registro de datos y observaciones

Para el registro de los datos y observaciones se adoptan las siguientes prácticas:

1. Escriba de inmediato todos los datos y observaciones directamente en el cuaderno o formato de reporte. Cualquier demora puede dar lugar al olvido y a la pérdida de información. Nunca anote en una hoja suelta, para luego transferir la información a su lugar definitivo.
2. Registre en el orden en que se van realizando los experimentos y haga sus anotaciones en forma secuencial. Debe quedar claro a qué experimento corresponde cada anotación.
3. Incluya las unidades de medida y registre todos los valores con el número correcto de **cifras significativas**.
4. Escriba utilizando tinta permanente, preferiblemente en bolígrafo. Los marcadores con punta de fieltro suelen ser solubles en agua y una anotación puede fácilmente volverse ilegible en caso de un derrame o salpicaduras.
5. Si ocurre un error al escribir, **no borre ni tachone**, simplemente tache con una línea y escriba la información correcta.
6. Cuando describa un fenómeno use un lenguaje **sencillo, directo, claro y preciso** ('azul oscuro' es más fácil de entender que 'azul rey'). Escriba lo que realmente está observando, no su interpretación (el color resultante de un ensayo en lugar de expresiones como "dio o no dio", "positivo", etc.). Vaya directo al punto y utilice frases cortas, así será más fácil encontrar lo realmente relevante cuando se lea.
7. Escribalo todo, **no confie en la memoria**.

$$\begin{array}{r}
 0.218\text{g} \\
 0.164 \\
 \hline
 0.054\text{g}
 \end{array}$$

C. Cuaderno de notas o diario de laboratorio

Existen diferentes maneras de llevar un cuaderno de laboratorio, sin embargo, todas tienen elementos en común. Aquí se describe un formato adecuado para prácticas de química general.

Preparación del cuaderno

1. Seleccione un cuaderno empastado en formato grande (25 cm x 19 cm o mayor).
2. Use la primera hoja del cuaderno para identificarlo. Coloque el nombre del curso, sección, período, nombre del propietario del cuaderno y cualquier otra información que pueda ser relevante.
3. Reserve la segunda hoja para elaborar una tabla de contenido que se irá completando a medida que vaya realizando las prácticas. Para un curso de un semestre suele ser suficiente espacio una hoja (dos páginas).
4. Empezando por la hoja que sigue a las hojas reservadas para la tabla de contenido, numere todas las páginas del cuaderno empleando un bolígrafo. Preferiblemente hágalo en la parte superior de las hojas.
5. Si lo desea puede pegar al final del cuaderno tablas con información que pueda serle útil (tabla periódica, propiedades físicas de compuestos comunes, potenciales de oxidación-reducción, etc.).

Preparación de la práctica (prelaboratorio)

Antes de llegar al laboratorio es necesario prepararse para las actividades a realizar. Parte de esto consiste en registrar lo siguiente en el cuaderno de laboratorio:

1. **Fecha de realización de la práctica.** Si una práctica demora en completarse más de un día debe indicarse en cada página la fecha de su realización o toma de datos.
2. **Título de la práctica.** Utilice un título indicativo. Por ejemplo, “Destilación” es muy amplio y vago como título, sería mejor “Separación de una mezcla líquida mediante destilación”. Puede usar el mismo título que indica la guía de prácticas.
3. **Objetivos.** Una breve indicación de lo que quiere realizar o lograr con la ejecución de los experimentos. No copie los objetivos de la guía de práctica ya que pueden ser objetivos instruccionales (pedagógicos) más que experimentales. Piense qué es lo que se va a realizar en cada experimento. Es muy diferente escribir como objetivo “Estudio de reacciones de precipitación” que “Determinación del contenido de cloruros de una muestra mediante el método de Mohr”, el primero es vago e indeterminado, el segundo describe adecuadamente el experimento a realizar (el qué y el cómo).
4. **Marco teórico.** Es un resumen de los principios químicos o físicos del trabajo a realizar o de aspectos operacionales. Solo debe contener información relevante de acuerdo a los objetivos que se persiguen, no una explicación detallada de los fundamentos teóricos o instrumentales (de nuevo, no es una copia de la guía del laboratorio). Una figura o esquema puede ser más explicativo que un texto y ocupar bastante menos espacio. Recuerde incluir fórmulas matemáticas (salvo las triviales), constantes físicas o químicas y las ecuaciones químicas balanceadas relacionadas con el experimento que se documenta cuando sea pertinente.

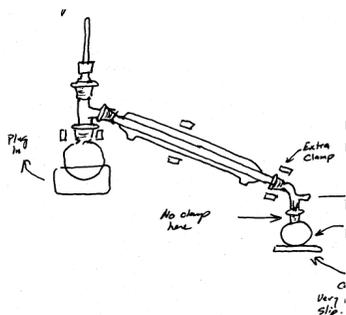


Figura 1. Esquema a mano alzada describiendo el montaje experimental a utilizar en la práctica. El investigador incluyó algunos comentarios a tomar en cuenta.

5. **Montaje experimental.** Cuando se requiere un montaje experimental elaborado (no trivial) se recomienda incluir un dibujo o fotografía del mismo.
6. **Procedimiento experimental.** Breve descripción simplificada pero completa del procedimiento a seguir. Muy pocas veces sirve realizar una copia del procedimiento descrito en la guía de prácticas, ya que en ella suele existir información en exceso o repetitiva. Por ejemplo, “pese y anote la masa” puede transcribirse como “pesar”. La idea es tener un recordatorio preciso de lo que se va a realizar. Con frecuencia es útil utilizar dibujos o diagramas de flujo, pero deben ser lo suficientemente claros para que cualquiera, no solo el propietario del cuaderno, pueda entenderlos. La información debe ser completa como para poder ejecutar el trabajo experimental sin necesidad de recurrir a la guía de prácticas. En las Figura 2 y Figura 3 se muestran algunos ejemplos de cómo escribir el procedimiento experimental.

Al llegar al laboratorio es posible que se deban realizar cambios al procedimiento, por ejemplo, sustitución de reactivos, o cambios en las cantidades de compuestos a emplear. Esto debe registrarse cuidadosamente e indicarse claramente. Dependiendo de los cambios puede ser preferible agregar una sección de “cambios” o “alteraciones” al procedimiento en lugar de tachar y escribir la información nueva en la sección procedimiento.

7. **Reactivos y constantes físicas y químicas.** Cuando sea necesario prepare una tabla de los reactivos a emplear, su fórmula molecular, y las propiedades relevantes de acuerdo a los experimentos a realizar.

8. **Peligrosidad y riesgos.** Siempre se deben incluir las medidas de seguridad del experimento y la peligrosidad de los reactivos o materiales a emplear. Es absolutamente necesario conocer el riesgo a que nos exponemos durante la ejecución de la práctica y las medidas preventivas a considerar. En lo que respecta a los riesgos de los reactivos y materiales puede hacerse un cuadro indicando aspectos y grados de: carácter irritante, corrosivo, carcinógeno, toxicidad, inflamabilidad y reactividad ante ciertos compuestos o condiciones.

Ejecución de la práctica (laboratorio)

1. **Resultados.** En esta sección deben registrarse las mediciones y observaciones que se realicen de acuerdo a los lineamientos señalados en el punto **B (Registro de datos y observaciones)**.

En general los datos se registran de manera tabular ya que es una forma clara y eficiente de hacerlo (Figura 4). Cuando sea necesario realizar cálculos o gráficos que no se van a emplear en el experimento, debe posponerse su ejecución hasta finalizar la experiencia, a objeto de no retrasarse en el trabajo.

2. **Cálculos, análisis y discusión de resultados.** Los cálculos deberán registrarse en el cuaderno excepto cuando son triviales. Debe quedar claro cuáles fueron las fórmulas empleadas exceptuando las más simples y conocidas. A manera de ejemplo muestre un solo cálculo completo con sus unidades y si debe repetirse varias veces muestre los resultados en forma tabular.

Cuando los datos numéricos lo ameriten realice el análisis de errores y desviaciones.

Muestre los gráficos realizados colocándoles una numeración ("Fig. XX") y un título. Es necesario indicar las unidades empleadas en cada eje.

Siempre es importante realizar una evaluación o comentario de los resultados experimentales. La idea es criticar los resultados, analizar su relevancia, identificar si son lo esperado o no, compararlos con valores teóricos, relacionarlos con otros experimentos, determinar la calidad de las mediciones (exactitud, precisión), etc. No es necesario que sea un análisis extenso pero se esperan comentarios respecto al experimento realizado.

3. **Conclusiones.** Debe indicarse en forma clara y precisa las conclusiones alcanzadas. Deben estar totalmente fundamentadas en los hechos, es decir que haya coherencia entre los resultados, conclusiones expresadas, los datos y anotaciones realizadas en el cuaderno.
4. **Bibliografía.** Deben incluirse las referencias de las bibliografías consultadas, libros, revistas, páginas web, blogs. Indicando claramente autores, editorial, edición, páginas consultadas y año de la publicación. En el caso de páginas web y blog debe indicarse autores y dirección electrónica.

Figura 2. Detalle de procedimientos desarrollados en forma esquemática.

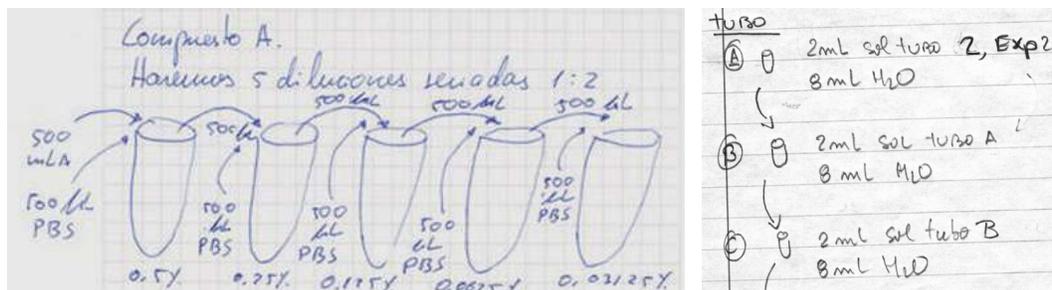


Figura 3. Ejemplo de un procedimiento experimental expresado como un diagrama de flujo.

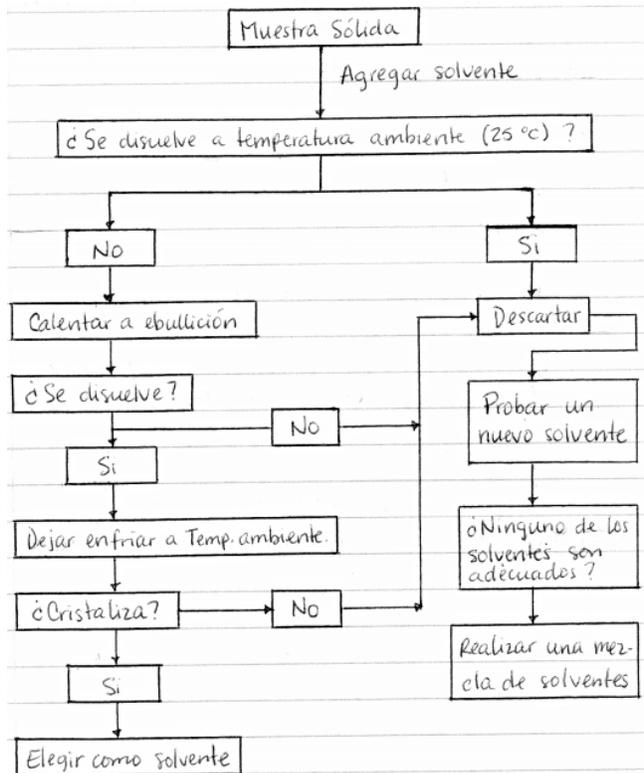


Figura 4. Ejemplo de la toma de datos durante la ejecución de los experimentos.

PARTE A

	ENSAYOS		
	1	2	3
M NaOH	0,1048	0,1048	0,1048
Muestra (ml)	10,00	10,00	10,00
lectura inicial (ml)	0,00	0,25	0,40 0,50
lectura final (ml)	18,15	19,05	18,90
Vol NaOH usado (ml)	18,15	18,85	18,50

PARTE B

Soluciones	EFEECTO EN EL LITMUS	pH.
①	AZUL PASO A ROJO	ACIDO
②	AZUL PASO A ROJO	ACIDO
③	ROJO PASO A AZUL	BASEICO

Página intencionalmente en blanco

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

III. ANÁLISIS DE DATOS

A. Precisión y exactitud

En el lenguaje cotidiano es común escuchar el uso de forma indistinta de los términos: precisión y exactitud. Sin embargo, en lenguaje técnico-científico, estos dos términos poseen significados profundamente diferentes y deben usarse apropiadamente en todo momento.

Por **exactitud** se entiende cuán cercano es un valor al valor *considerado* como verdadero para una medición, mientras que **precisión** indica cuán cercanas entre sí son un conjunto de mediciones. Así, la precisión no indica de modo alguno si un valor es correcto o no, simplemente si su determinación fue hecha de un modo repetible (condición necesaria para poder confiar en una medición); por otro lado, es imposible saber si una medición es exacta o no, a menos que se conozca el valor verdadero, lo cual muchas veces no es posible.

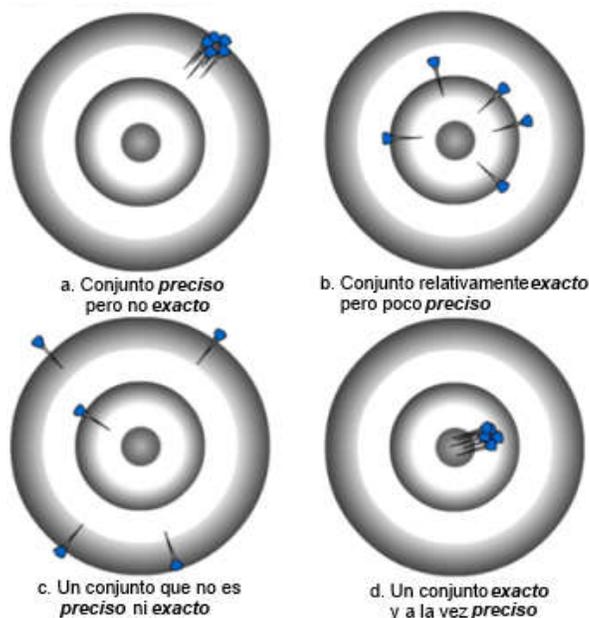
La precisión y exactitud del resultado de un análisis químico vienen determinadas por una serie de aspectos entre los cuales se enumeran: el método de análisis empleado, la calidad de los instrumentos de medición, la calidad de los reactivos químicos que se utilizan, la pericia del analista, las condiciones ambientales en las cuales se realiza el trabajo. Todos estos aspectos deben ser cuidadosamente controlados si deseamos que, al repetir un experimento, los resultados tengan cierta similitud. Quizás el lector intuye que deberían ser idénticos, pero eso sería negar la existencia de variables que actuando de forma azarosa pueden modificar el resultado de un experimento.

Por ejemplo, cuando determinamos la masa de un mismo objeto repetidamente en una balanza, se esperaría que cada vez que se pese la masa sea la misma, sin embargo eso va a depender de la estabilidad de la balanza (calidad del instrumento), de la existencia de corrientes de aire, vibración, variaciones de temperatura que afecten la medición (por ejemplo un equipo de aire acondicionado que arranca y se apaga repetidamente puede causar esto) y por lo tanto dependiendo del momento que hagamos la medida de la masa puede dar un valor distinto. ¿Cuál es entonces la masa del objeto pesado? ¿Cuál es la variabilidad de las medidas que se hacen en estas condiciones? Son preguntas que debemos hacernos y que tienen su respuesta en los términos de exactitud y precisión.

El ejemplo de la diana con dardos (tiro al blanco), presentado en la Figura 5, es muy usado para describir la diferencia entre exactitud y precisión: Supongamos que el centro de la diana constituye el valor verdadero de una medición y la ubicación de cada dardo constituye el resultado de una medición que se realiza al tratar de determinar el valor verdadero. El número de dardos constituyen las repeticiones de la medida que se realiza (un peso, un volumen, una concentración, etc.) y su distancia o ubicación con respecto al centro indica la diferencia del resultado con respecto al valor verdadero; es decir, mientras más lejos mayor diferencia.

El conjunto representado en la Figura 5-a es altamente preciso, pues todos los puntos (dardos) están casi en el mismo lugar, es decir todas las medidas son muy parecidas entre sí; sin embargo, los dardos están situados lejos del centro de la diana; análogamente podría imaginarse un conjunto de mediciones que dan resultados muy similares entre sí, pero todos a su vez distintos del valor verdadero. Este es un conjunto preciso pero no exacto.

Figura 5. Ejemplo que ilustra los términos exactitud y precisión empleando los lanzamientos de dardos a una diana o blanco. El centro de la diana constituye el valor esperado o verdadero de una propiedad y cada lanzamiento constituye un intento o réplica de la medición.



El conjunto representado en la Figura 5-b parece ser relativamente exacto, pues sus puntos están distribuidos de forma cercana alrededor del valor verdadero, sin embargo este resultado es poco preciso dado que cada medida es bastante diferente entre sí. Por ende sería poco confiable, haciendo la analogía con el laboratorio; si los equipos, los reactivos, el método y el propio experimentador funcionan óptimamente, es de esperar que los resultados sean no sólo exactos sino también precisos, por lo cual todo experimentador suele *desconfiar* de los conjuntos de mediciones imprecisas, aún y cuando el promedio de las mismas sea cercano al valor verdadero.

El conjunto en la Figura 5-c no es preciso ni exacto, pues sus dardos están distribuidos por toda la superficie de la diana (muy alejados entre sí y del centro) al parecer sin seguir patrón alguno.

El conjunto en la Figura 5-d es claramente el óptimo pues sus puntos son todos muy próximos entre sí (muy preciso), y a la vez están todos muy cerca del centro (muy exacto). Análogamente esto se traduciría en un conjunto de mediciones muy parecidas entre sí cuyo promedio es a su vez muy cercano al valor verdadero.

B. Media aritmética y desviación estándar

La estadística provee métodos para el análisis de los datos experimentales. Su aplicación es simple pero la comprensión completa de su significado puede requerir adentrarse en el estudio de la estadística y no se contempla aquí. Si realizamos un gran número de mediciones repetidas de una misma propiedad, los valores fluctuarán alrededor de un valor medio que puede estimarse calculando la **media aritmética** de los datos.

Para un grupo de n datos x_1, x_2, \dots, x_n tenemos que su media aritmética (\bar{X}) está dada por:

$$\bar{X} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n} \quad (1)$$

Si graficamos la frecuencia con que aparece cada valor, se obtiene una curva simétrica de forma acampanada, en la que predominan los valores cercanos a la media aritmética, como se observa en la Figura 6.

Una de las medidas más importantes para cuantificar la precisión es la **desviación estándar, s**. Usando la misma notación que en la ecuación (1), podemos calcularla según la expresión:

Algunas calculadoras presentan dos clases de desviación estándar indicadas por σ y s . La segunda (s) corresponde a la fórmula (2).

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{X})^2}{n - 1}} \tag{2}$$

En la Figura 6, la desviación estándar del conjunto de datos mide el “ancho” de la curva. Así cuando los datos están más dispersos, s es mayor y viceversa.

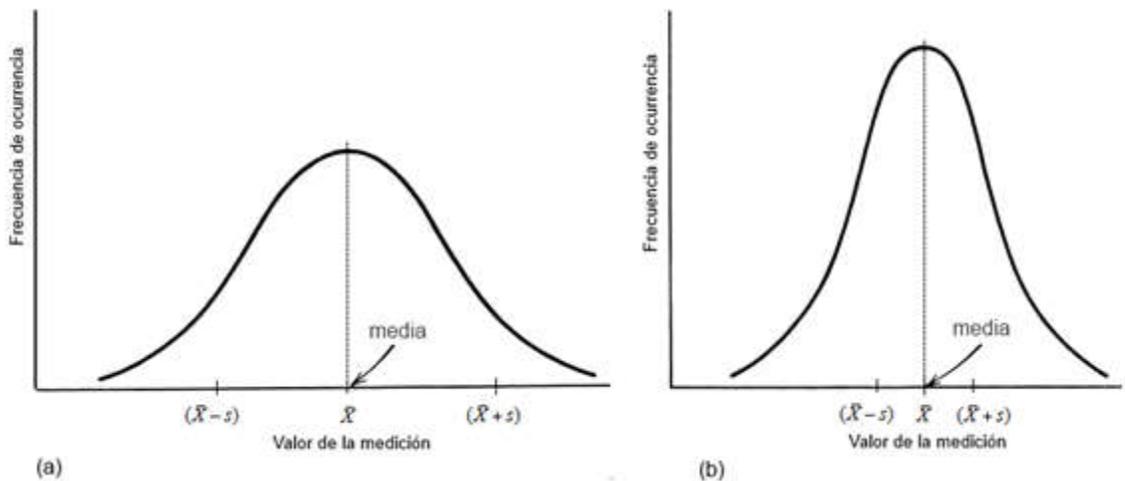


Figura 6. Gráficos de frecuencias de grandes conjuntos de medidas repetidas, realizadas con dos precisiones distintas (a) baja precisión, (b) alta precisión

La desviación estándar relativa también se emplea como medida de dispersión. Se calcula según:

$$\%DER = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \tag{3}$$

Como puede observarse en esta expresión, la dispersión, s , es corregida por el efecto de la magnitud de lo que se mide (\bar{X}). De esta manera, la desviación estándar relativa es el parámetro que se elige cuando es necesario comparar conjuntos de datos cuyas medias son *diferentes*

Por último, el **rango** es una medida de dispersión de poco valor matemático pero muy práctica como primera aproximación para medir la dispersión de los datos por la simplicidad de su cálculo. Para un conjunto de datos experimentales, el rango está dado por:

$$rango = valor\ máximo - valor\ mínimo \tag{4}$$

Evidentemente, al comparar dos conjuntos de mediciones de igual media, es más preciso el que presenta un menor rango.

EJEMPLO B-1.

A cuatro estudiantes (A, B, C y D) se les pide que realice el análisis de una muestra de mineral de hierro de composición conocida (7,25% Fe_2O_3 p/p) efectuando los ensayos por cuadruplicado. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Concentraciones de óxido férrico reportadas por cuatro estudiantes distintos.

Medición	Fe_2O_3 (%)			
	A	B	C	D
1	7,38	7,25	7,19	7,24
2	7,37	7,39	7,25	7,23
3	7,38	7,49	7,23	7,24
4	7,39	7,15	7,31	7,25
Media aritmética	7,38	7,32	7,24	7,24
Rango	0,02	0,34	0,12	0,02
Desv. Estándar	0,0082	0,15	0,050	0,0082

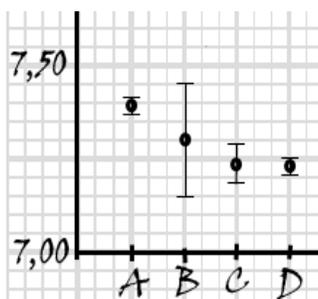


Figura 7. Medias aritméticas de los resultados de la Tabla 1, con sus respectivos intervalos de $\pm s$ de amplitud

Podemos observar que los resultados del Estudiante A son sumamente cercanos entre sí; esto se evidencia al analizar el rango y la desviación estándar de sus datos. Sin embargo, a pesar de poseer una baja desviación (alta precisión), los resultados están alejados del valor verdadero (7,25 %). El Estudiante B obtuvo resultados completamente distintos entre sí, cuyo promedio no se asemeja al valor que se conoce como verdadero, así, su conjunto de mediciones no es preciso ni exacto.

Los estudiantes C y D obtuvieron un promedio que es bastante cercano al valor verdadero (la diferencia entre el promedio y el valor verdadero en ambos casos es de tan sólo 0,01). Sin embargo los resultados del Estudiante D se parecen mucho más entre sí (son más precisos) como lo indica el rango y la desviación estándar de sus datos que los presentados por el Estudiante C.

En la Figura 7 se muestra un gráfico de dispersión para las medias de los estudiantes (puntos) con el intervalos definidos por sus respectivas desviaciones estándar ($\pm s$). Fácilmente se aprecia que los estudiantes C y D obtuvieron medias similares, que el estudiante A presentó la mejor precisión y el B tuvo los datos menos precisos.

En este caso, se puede comparar la precisión de los estudiantes observando los valores de s porque todos analizaron la misma muestra por lo que sus medias deberían ser equivalentes.

C. Errores sistemáticos y errores aleatorios

Las alteraciones **sistemáticas** (también llamadas errores sistemáticos) afectan los resultados constantemente en la misma dirección (originando un *sesgo* que afecta la medición incrementándola o disminuyéndola), por lo cual ejercen su influencia únicamente en la exactitud de las determinaciones. Un caso típico es una imperfección en un cilindro graduado, tal que cada vez que se midan 10 mL se estén midiendo en realidad 9,8 mL. Esta alteración no variará sin importar cuántas veces se repita la medición, por lo cual estas alteraciones son también llamadas alteraciones determinadas o errores **determinados**. Por su naturaleza, *en principio*, es posible corregir los errores sistemáticos y eliminarlos o disminuirlos.

Conociendo el valor verdadero, T , de una propiedad, podemos calcular el error sistemático, E_s , de una medición, x , de la siguiente manera:

$$E_s = x - T \quad (5)$$

Y en forma similar, la expresión 5 se puede extender para calcular el error sistemático de la media aritmética de un grupo de mediciones repetidas:

$$E_s = \bar{X} - T \quad (6)$$

Nótese, que si el error sistemático es negativo indica que el resultado es bajo respecto al valor verdadero y si es positivo es alto.

Es frecuente encontrar los errores sistemáticos expresados como porcentajes, en cuyo caso hablamos de **errores relativos**. Así:

$$E_R = \frac{\bar{X} - T}{T} \times 100 \quad (7)$$

Los **errores aleatorios** alteran los resultados de las mediciones en cualquier sentido, alejando el valor medido del que debería obtenerse, pero esta alteración ocurre tanto por exceso como por defecto; por ello, este tipo de errores afectan tanto a la precisión como a la exactitud. Puesto que el sentido en el cual afectan no sigue patrón alguno, estas alteraciones reciben también el nombre de alteraciones aleatorias o errores **indeterminados**.

Es importante señalar que frecuentemente se dice que los errores aleatorios "afectan la precisión". Esto no contradice lo indicado antes. Lo que ocurre es que el efecto más visible es que aumenta la dispersión de los datos al realizar medidas repetidas que se aprecia directamente al calcular la precisión (recuerde que generalmente, no se conoce el valor verdadero de una propiedad, así que no se observa el efecto del error aleatorio sobre la exactitud). Por otro lado, en general las medidas de dispersión tienen una propiedad matemática que hace que se refleje completamente el error aleatorio presente sin necesidad de considerar el valor verdadero. De esta forma, los errores aleatorios se miden mediante las medidas de dispersión y la desviación estándar es un buen estimador de este tipo de error.

Los errores aleatorios pueden minimizarse pero nunca pueden eliminarse por completo. Sin embargo, una de las formas más simple de minimizarlos es realizando medidas repetidas y promediando los resultados. La estadística demuestra que si se aumenta el número de mediciones y se promedian, la media estará más cerca del valor verdadero (si no existe error sistemático).

Un error frecuente es considerar que al tomar conjuntos de datos más grandes y promediarlos disminuyen tanto los errores aleatorios como los sistemáticos. Esto es falso. Promediar datos no disminuye los errores sistemáticos, solo disminuye el efecto de los errores aleatorios.

La **tolerancia** es el máximo error sistemático permisible para un equipo o instrumento de medición. Debe ser garantizada en la fabricación y calibración del mismo.

Los términos *error determinado* y *error indeterminado* pueden ser confusos. En realidad esas expresiones no implican que la fuente del error sea conocida. En muchos casos se puede conocer o descubrir la causa de una alteración "*indeterminada*" (aleatoria) y desconocer la de una alteración "*determinada*" (sistemática).

D. Cifras significativas

Los datos cuantitativos, tanto si son el resultado de mediciones como de cálculos, deben reflejar la confiabilidad de las mediciones obtenidas a partir de los instrumentos y equipos de laboratorio. De esta manera, no solo es importante el valor de la magnitud que se mide sino que además se requiere conocer la

incertidumbre con que se obtuvo ese valor. Una primera aproximación en esta dirección es ajustar un resultado de manera que solo contenga cifras significativas.

Las **cifras significativas** son todas aquellas que se conocen con certeza más la primera cifra incierta. Siempre debe considerarse que la incertidumbre de un dato al expresarse mediante cifras significativas se encuentra en la última cifra a la derecha y es de, por lo menos, ± 1 en dicha cifra.

Por ejemplo, al leer una bureta de 50 mL con divisiones cada 0,1 mL se podría afirmar que el nivel del líquido es mayor a 30,2 mL y menor que 30,3 mL. Aplicando el concepto de cifras significativas se debe estimar el nivel del líquido entre las divisiones, supóngase que es aproximadamente 0,05 mL. De esta manera se podría asegurar que el volumen medido es 30,25 mL y que tiene cuatro cifras significativas. Claramente, 3-0-2 (30,2) se lee en la escala y son cifras que se conocen con certeza y 5 es una cifra estimada y por tanto incierta. La incertidumbre en esta cifra es mayor o igual a ± 1 y se encuentra en la última cifra.

De acuerdo al concepto de cifras significativas siempre que se lee un valor en un equipo o instrumento es necesario estimar el último dígito. En el caso de los equipos con pantallas digitales no es necesario realizar tal estimación y las cifras significativas serán todas las presentadas en la pantalla.

Al leer o escribir cantidades se debe tener en cuenta las siguientes reglas:

1. Los ceros a la izquierda de una cantidad no son significativos
2. Los ceros a la derecha solo son significativas si están después de la coma decimal
3. Los ceros entre dígitos significativos también son significativos

Por ejemplo:

5 cifras significativas (reglas 1,2 y 3)	4 cifras significativas (regla 2)	2 cifras significativas (regla 2)	4 cifras significativas (regla 3)
92067 μm	727,0	1200	1023
9,2067 cm	3,400	96000	1001
0,92067 dm	$1,210 \times 10^{-3}$	$1,2 \times 10^3$	210,4
0,092067 m	$2,700 \times 10^2$	$9,6 \times 10^4$	10,02

E. Reglas básicas para efectuar cálculos con cifras significativas

En esta sección se presentan algunas reglas básicas que permiten hacer una primera estimación de las cifras significativas de los resultados de cálculos requeridos para conocer alguna magnitud de interés. Existen métodos más formales de estimación a partir de las desviaciones relativas de cada magnitud involucrada en el cálculo (ver referencias indicadas al final).

1. En las sumas y restas el resultado debe tener el mismo número de decimales que el número que tiene menor cantidad de decimales. Por ejemplo, en la expresión:

$$3,4 + 0,020 + 7,31 = 10,730 \text{ (se redondea a } 10,7)$$

El segundo y tercer decimal en la suma no pueden ser significativos porque 3,4 es incierto en el primer decimal, por tanto el resultado debe redondearse a un solo decimal. Observe que el resultado contiene tres cifras significativas a pesar que dos de los datos tienen solo dos cifras significativas.

En todo número correspondiente a una medición o a un cálculo dónde intervienen mediciones, siempre debe entenderse que la incertidumbre se encuentra en su última cifra, salvo que se indique explícitamente otra cosa.

Para un tratamiento formal en el caso de las multiplicaciones y divisiones véase, por ejemplo, Skoog *et al* citado en la bibliografía.

2. Al efectuar multiplicaciones y divisiones se puede aplicar una regla práctica *semiformal* que consiste en redondear el resultado de tal manera que contenga el mismo número de cifras significativas que el número original con menor número de cifras significativas. Por ejemplo:

$$\frac{24 \times 4,52}{100,0} = 1,08 \approx 1,1$$

$$\frac{3,63 \times 0,5481 \times 1.05300}{1.1689} = 1,7923 \approx 1,79$$

3. El logaritmo de un número debe conservar tantos dígitos a la derecha de la coma decimal como cifras significativas tenga el número. Ejemplo en el cálculo del pH de una solución $-\log[H^+]$:

$$-\log(9,57 \times 10^{-4}) = 3,019$$

$$-\log(9,5 \times 10^{-4}) = 3,02$$

$$-\log(9 \times 10^{-4}) = 3,0$$

4. En el antilogaritmo de un número deben conservarse tantos dígitos como la cantidad de dígitos a la derecha de la coma que tenga el número original. Por ejemplo, el cálculo de una constante de acidez a partir del pK_a esto es: $K_a = \text{antilog}(pK_a)$:

$$\text{antilog}(12,5) = 3 \times 10^{12}$$

$$\text{antilog}(-3,019) = 9,57 \times 10^{-4}$$

Para no introducir errores por redondeo, siempre es conveniente realizar los cálculos matemáticos con todas las cifras posibles y aplicar *al final* el redondeo para ajustar el resultado al número de cifras significativas correcto.

F. Reglas para el redondeo de números

La aplicación del concepto de cifras significativas en cálculos requiere el uso de un mecanismo de redondeo de datos que sea consistente. Las siguientes reglas son las más empleadas:

1. Si los dígitos que siguen a la última cifra significativa son mayores que 5, el número se redondea al siguiente dígito mayor. Por ejemplo, los siguientes números se redondean a dos cifras significativas.

$$\begin{aligned} 9,47 &= 9,5 \\ 9,452 &= 9,5 \end{aligned}$$

2. Si el dígito que sigue a la última cifra significativa es menor que 5, el número se trunca. Por ejemplo, redondeado a dos cifras tenemos:

$$\begin{aligned} 9,43 &= 9,4 \\ 9,439 &= 9,4 \end{aligned}$$

3. Si el dígito que sigue a la última cifra significativa es exactamente 5 el número se redondea al par más cercano (igual o superior). Por ejemplo :

$$\begin{aligned} 9,4\bar{5} &= 9,4 \\ 9,5\bar{5} &= 9,6 \\ 9,4\bar{50} &= 9,4 \\ 9,5\bar{50} &= 9,6 \end{aligned}$$

EJEMPLO F-1.

Calcular el número de moles de átomos de hierro que se encuentran en 5,000 gramos de Fe metálico puro.

Consultando una tabla periódica se tiene que la masa atómica del Fe es 55,845g/mol. Así:

$$n = \frac{\text{masa de Fe}}{\text{masa atómica del Fe}}$$

Empleando el valor de masa atómica del hierro con todas sus cifras significativas el número de moles de hierro sería:

$$\frac{5,000 \text{ g}}{55,845 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0,0895335 \approx 0,08953 \text{ mol}$$

Si se realiza un redondeo de la masa atómica a un decimal el nuevo resultado será:

$$\frac{5,000 \text{ g}}{55,8 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 0,0896057 \approx 0,0896 \text{ mol}$$

Nótese que el segundo valor es 0,00007 moles mayor que el primero, lo que equivale a 0,08% de error por el solo hecho de realizar un redondeo innecesario. Al trabajar con constantes es importante conservar todas las cifras significativas que tengan o, al menos, utilizar suficientes cifras como para que no sean la limitante en la exactitud de los cálculos.

G. Propagación de errores

En cualquier experimento donde se efectúa una medición ocurrirán errores aleatorios y errores sistemáticos. El error *combinado estimado* del resultado final es referido como la incertidumbre de la medición. La **incertidumbre** combina los errores sistemáticos y aleatorios para proporcionar un intervalo realista de valores dentro del cual se espera esté ubicado el verdadero valor de la medida. No obstante, la estimación del error sistemático es difícil y frecuentemente el "valor realista" de la incertidumbre está fundamentado *solamente* en la estimación de los errores aleatorios.

Si representamos la incertidumbre con la letra U, el resultado de una medición, X, se expresa en la forma

$$X \pm U \quad (8)$$

Lo que equivale a decir, que se espera (con cierta probabilidad) que el resultado real, T, de la propiedad que se mide esté en el intervalo dado por la expresión (8), es decir:

$$X - U \leq T \leq X + U$$

Ante las dificultades de determinar la componente del error sistemático se suele trabajar, como primera aproximación, solo con los errores aleatorios, expresados en forma de desviación estándar o algún parámetro derivado de ella.

Por lo tanto, el valor real de una medición debe encontrarse en un intervalo expresado en términos del resultado experimental siempre que la estimación de incertidumbre sea suficientemente válida. Para cualquier propósito práctico U solo debe expresarse con un dígito significativo y el valor de la medición debe redondearse en consecuencia. Por ejemplo, si el valor de la medición (directa o calculada) es 2,927 y su incertidumbre es 0,024 se reportará

$$2,93 \pm 0,02$$

Cuando es posible medir la desviación estándar de una serie de resultados y solo se considera el error aleatorio no es necesario usar la propagación de errores para estimar la incertidumbre, se usa el valor de la desviación estándar.

Consideremos el caso en que el resultado final de un experimento viene dado por $x = a + b$. Si conocemos las incertidumbres de a y b podemos estimar la incertidumbre de x sin necesidad de hacer mediciones de incertidumbre sobre x . Esto se denomina **propagación de errores o de incertidumbre**.

Un uso frecuente para la propagación de errores es evaluar si la diferencia entre un resultado y un valor de referencia puede explicarse por los errores de los instrumentos empleados en un experimento. Si se calcula U y es mayor o igual que dicha diferencia entonces los errores instrumentales pueden justificarla plenamente, pero si es menor *necesariamente deben existir otros factores que la justifiquen*.

Propagación de incertidumbre en adiciones y sustracciones:

Sea y el valor final que se calcula a partir de una combinación lineal de las cantidades medidas u, v , de incertidumbres s_u, s_v . Y sean a y b constantes exactas (sin incertidumbre). Entonces la incertidumbre de y (s_y) está dada por:

Caso	Incetidumbre de y
$y = u + v$ $y = u - v$	$s_y = \sqrt{s_u^2 + s_v^2}$ (1)
$y = au + bv$ $y = au - bv$	$s_y = \sqrt{(as_u)^2 + (bs_v)^2}$ (2)

EJEMPLO G-1. *Mediante una pipeta volumétrica se agregan dos alícuotas de 10 mL a un recipiente. Si la tolerancia de la pipeta es de ± 0.02 ¿Cuál es el volumen final y su incertidumbre?*

El volumen final será

$$V = 10 \text{ mL} + 10 \text{ mL} = 20 \text{ mL}$$

La incertidumbre de este volumen se calcula mediante la ecuación (1):

$$s_y = \sqrt{(0,02)^2 + (0,02)^2} = \sqrt{0,0004 + 0,0004} = 0,028 \approx 0,03$$

Así se puede reportar que el volumen final es

$$\underline{\underline{V = (20,00 \pm 0,03) \text{ mL}}}$$

La incertidumbre en el resultado se expresa siempre con una solo cifra significativa

Propagación de incertidumbre en multiplicaciones y divisiones:

Sea y el valor final que se calcula a partir de una expresión de las cantidades medidas u , v , w , de incertidumbres s_u , s_v , s_w . Y sea a una constante exacta (sin incertidumbre). Entonces la incertidumbre relativa de y (s_y/y) está dada por:

Caso	Incertidumbre relativa de y
$y = \frac{auv}{w}$	$\frac{s_y}{y} = \sqrt{\left(\frac{s_u}{u}\right)^2 + \left(\frac{s_v}{v}\right)^2 + \left(\frac{s_w}{w}\right)^2}$ (3)
$y = \frac{au(-v)}{w}$	

Para hallar el valor de s_y , bastará hacer el despeje correspondiente.

EJEMPLO G-2.

La cantidad de carga, Q , que pasa por un circuito eléctrico es

$$Q = I \times t$$

donde I es la corriente en amperios y t el tiempo en segundos. Cuando se pasa una corriente de $(0,15 \pm 0,01)$ A durante un tiempo de (120 ± 1) s, la carga total es de

$$Q = 0,15A \times 120s = 18C$$

Calcular la incertidumbre de la carga total.

⇒ Aplicando la ecuación (3) tenemos:

$$\frac{s_Q}{18} = \sqrt{\left(\frac{0,01}{0,15}\right)^2 + \left(\frac{1}{120}\right)^2} = 0,0672$$

$$s_Q = 0,0672 \times 18 = 1,2 \approx 1$$

$$\underline{\underline{Q = 18 C \pm 1 C}}$$

EJEMPLO G-4.

En cierto experimento se establece que la concentración de un analito está dada por la expresión

$$C_A = \frac{S_A - S_B}{k}$$

Calcular la concentración del analito y la incertidumbre de la medición sabiendo que S_A es $24,3 \pm 0,02$; S_B es $0,96 \pm 0,02$; y k es $(0,186 \pm 0,003)$ ppm⁻¹.

⇒ Aplicando los valores suministrados se calcula la concentración del analito:

$$C_A = \frac{24,37 - 0,96}{0,186 \text{ ppm}^{-1}} = \frac{23,41}{0,186 \text{ ppm}^{-1}} = 125,9 \text{ ppm}$$

Para estimar la incertidumbre por propagación de errores primero se determina la incertidumbre para el numerador usando la ecuación (1)

EJEMPLO G-4.
continuación

$$s_R = \sqrt{(0,02)^2 + (0,02)^2} = 0,028$$

De esta manera el numerador es $23,41 \pm 0,028$ (se retienen cifras significativas extras porque se utilizan estos valores en los cálculos siguientes). Para completar el cálculo se estima la incertidumbre de C_A empleando la ecuación (3):

$$\frac{s_{C_A}}{C_A} = \sqrt{\left(\frac{0,028}{23,41}\right)^2 + \left(\frac{0,003}{0,186}\right)^2} = 0,0162$$

$$s_{C_A} = 125,9 \text{ ppm} \times 0,0162 = 2,04 \approx 2 \text{ ppm}$$

Así, la concentración del analito se reporta como

$$\underline{\underline{C_A = (126 \pm 2) \text{ ppm}}}$$

EJEMPLO G-5.

Mediante una pipeta volumétrica se toma una alícuota de 25,00 mL de una solución de HCl 0,5000M, se vierte en un balón y se afora a 100 mL con agua destilada. Calcular la concentración de la solución final y su incertidumbre.

Para calcular la concentración final se aplica la siguiente relación

$$V_1 C_1 = V_2 C_2$$

donde los coeficientes 1 y 2 corresponden respectivamente a la solución de partida y a la solución final.

Para determinar la incertidumbre de la concentración final se requiere conocer los valores de incertidumbre de cada valor que interviene en el cálculo. Como valores de incertidumbre de la pipeta y del balón aforado pueden utilizarse sus tolerancias de fabricación, las cuales se encuentran reportados, por ejemplo, en el Anexo 1 de este manual. Así

$$V_1 = 25,00 \text{ mL } (\pm 0,03 \text{ mL}) \text{ y } V_2 = 100,00 \text{ mL } (\pm 0,08 \text{ mL})$$

La concentración de la solución de partida se indica sin su incertidumbre. En este caso, se puede hacer uso de la definición de cifras significativas lo que permite asegurar que el error está en la última cifra y se puede suponer que es de, al menos, una unidad. De esta forma se tiene:

$$C_1 = 0,5000M (\pm 0,0001M)$$

Aplicando la ecuación de dilución se tiene

$$C_2 = \frac{V_1 C_1}{V_2} = \frac{25,00(\pm 0,03)\text{mL} \times 0,5000(\pm 0,0001)\text{M}}{100,00(\pm 0,08)\text{mL}} = 0,12500M$$

Por lo tanto, empleando la ecuación (3) se tiene

EJEMPLO G-5.
continuación

$$\frac{s}{0,125} = \sqrt{\left(\frac{0,03}{25}\right)^2 + \left(\frac{0,0001}{0,5}\right)^2 + \left(\frac{0,08}{100}\right)^2} = 0,00146$$

$$s = 0,00146 \times 0,125 = 0,00018 \approx 0,0002$$

De esta manera la concentración de la solución final se reporta como

$$\underline{\underline{C_2 = 0,1250M \pm 0,0002M}}$$

H. Gráficos

Un gráfico de datos experimentales es una forma muy eficaz para observar tendencias, descubrir relaciones o predecir información. Por lo tanto, es valioso aprender a construir y presentar un gráfico eficazmente y cómo extraer información de él.

Los gráficos más frecuentes utilizan dos ejes perpendiculares; el eje vertical (el **eje Y**) es el eje de **ordenadas**, y el eje horizontal (el **eje X**) es el eje de **abscisas**. La construcción de un gráfico implica los siguientes cinco pasos, tanto si se realiza en forma manual o con un software adecuado, como Excel.

NOTA: Si el gráfico no se realiza con la ayuda de un programa de computadora, debe utilizarse papel milimetrado o cuadriculado y un bolígrafo o marcador de punta muy fina.

La variable **independiente** es aquella sobre la que se tiene control (por ejemplo, la concentración de una solución), mientras que la **dependiente** es aquella que se mide (por ejemplo el pH de una solución).

1. **Seleccionar los ejes.** Primero se elige qué variable corresponde a la ordenada y cual a la abscisa. Por lo general, se traza la **variable dependiente** a lo largo de la ordenada y los valores de la **variable independiente** a lo largo de la abscisa. Por ejemplo, si se observa cómo la presión de un gas responde a un cambio en el volumen (la variable que se controla), la presión es la variable dependiente (la que se mide). Por lo tanto, se le asigna la presión al eje Y (ordenadas) y el volumen al eje X (abscisas); y se dice que se está graficando la *presión en función del volumen*. Se requiere etiquetar cada eje indicando las unidades que corresponden a las variables que representan (Figura 8).

2. **Establecer las escalas de los ejes.** Se debe construir el gráfico de modo que los datos ocupen la mayor parte del área de graficación. Por lo tanto, las escalas para los ejes se eligen para abarcar el intervalo de datos experimentales pero no mucho más. Al elegir la escala, se escogen los valores para las divisiones principales que faciliten la lectura de las subdivisiones más pequeñas.

Hay algunos puntos adicionales a tener en cuenta:

- No es necesario que la escala de valores de los ejes empiece en cero (valor en el origen de coordenadas).
- El tamaño de las subdivisiones menores debe permitir una estimación de todas las cifras significativas utilizadas en la obtención de los datos
- Si el gráfico que se utiliza para realizar una extrapolación, el rango de escalas debe cubrir el rango de la extrapolación.

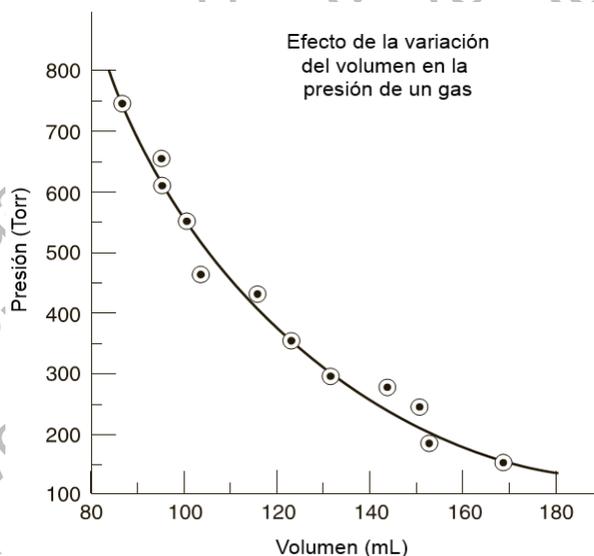
3. **Marcar los datos.** Colocar un punto para cada dato en el lugar apropiado del gráfico. Un manejo más formal consiste en trazar un pequeño círculo alrededor del

punto. Idealmente, el tamaño del círculo debe aproximar el error estimado en la medición. La mayoría de los programas de graficación pueden agregar barras de error a cada dato representado. Si se trazan dos o más conjuntos de datos diferentes en el mismo gráfico, se deben emplear diferentes símbolos para indicar los puntos (triángulo, cuadrado, diamante, etc.) correspondientes a cada conjunto. También pueden utilizarse colores diferentes para el trazo (solo en el caso de que la reproducción del documento final sea a color).

4. **Trazar la curva que mejor se ajuste.** Cuando la gráfica corresponde a una función continua, se dibuja una *curva suave* que se adapte bien a los datos. Nunca usar una poligonal a menos que se conozca que el sistema estudiado responde de esa manera. Generalmente los sistemas físicos y químicos responden gradualmente y por eso se traza una curva suavizada. Esta línea no tiene que pasar a través de los centros de todos los puntos, ni siquiera es necesario que atravesase uno de ellos, pero debe pasar lo más estrechamente posible al conjunto de todos ellos. La mayoría de los programas tienen la opción de añadir una *línea de tendencia* para los datos representados. En la Figura 8 la línea no se dibuja a través de los círculos y por claridad, se detiene en el borde del mismo y luego emerge desde el otro lado.

5. **Colocar un título al gráfico.** Todo gráfico debe tener un nombre descriptivo que permita comprender de que se trata.

Figura 8. Ejemplo de un gráfico apropiadamente dibujado y rotulado mostrando como la presión de un gas depende de su volumen.



BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

G. Christian. *Química Analítica*, 6ta Ed., McGraw-Hill, 2009. Capítulo 3.

D. Skoog, D. West, F. Holler, S. Crouch, *Fundamentos de Química Analítica*, 8va Ed. International, Thomson Editores, Capítulos 5 y 6

D. Harvey, *Modern Analytical Chemistry*, McGraw-Hill, 2000, Capítulo 4

J. A. Beran, *Laboratory Manual for Principle of General Chemistry*, 10th Ed, John Wiley & Sons, 2014. Capítulo "Data Analysis"

J.C. Miller, J.N Miller, *Estadística y Quimiometría para Química Analítica*, Pearson Educación, S.A, 2002., Capítulo 2.

Página intencionalmente en blanco

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

IV. MATERIALES Y TÉCNICAS DE LABORATORIO

En esta sección se describe un número de técnicas generales que se emplean en una o más prácticas. No es necesario conocer todos los detalles de las mismas en este momento, pero sí es necesario ser consciente de su importancia, características y ubicación en este manual. Cada técnica está identificada con un número que se utiliza para referenciarla desde otras técnicas y desde las prácticas de laboratorio.

No subestime su complejidad. Algunas presentan muchos detalles que son necesarios para su aplicación. Esto es especialmente cierto si se relacionan con la cuantificación de volúmenes y masas. Si se omite un detalle, puede perderse la calidad de los resultados que se trata de obtener.

En cada sesión de práctica se indican las técnicas que se van a usar. Aunque ya las haya visto previamente, revíselas de nuevo. De esta forma las irá conociendo mejor y en corto tiempo las aplicará correctamente. Como se trata de técnicas básicas de laboratorio, lo que aprenda, lo seguirá aplicando a lo largo del tiempo en otros laboratorios que curse o en su trabajo como profesional de ciencias.

En última página del manual se muestra una figura con el material más común de laboratorio.

Manual de Laboratorio de Química
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

TÉCNICA 1

MATERIAL DE VIDRIO DE PROPÓSITO GENERAL

TEC-1

Cotidianamente la denominación "Pyrex" se usa como sinónimo de vidrio de borosilicato

El material de vidrio de un laboratorio puede clasificarse en dos grandes grupos, material hecho con vidrio corriente y material de vidrio de borosilicato (marcas Pyrex®, Kimax®, Duran®). El vidrio corriente presenta poca resistencia química, es relativamente frágil a los golpes y a la abrasión y tolera mal los cambios bruscos de temperatura, esto lo hace poco adecuado para el trabajo en laboratorio de química. Por otro lado, el vidrio conocido como Pyrex es relativamente resistente a la abrasión y los golpes, tiene mayor resistencia al ataque químico y, sobre todo, tolera muy bien los cambios bruscos de temperatura. Nada de lo dicho implica que sea indestructible o que soporte malos tratos. La escogencia del vidrio empleado en la fabricación de un instrumento depende del uso que se le dará, el tipo de sustancia que contendrá, la temperatura de trabajo, etc., por lo que es necesario conocer para qué se emplean los diferentes materiales de laboratorio. Es necesario señalar que ni siquiera el pyrex tolera la exposición a soluciones alcalinas fuertes y concentradas ya que éstas provocan la disolución del vidrio, deteriorando el instrumento y contaminando la solución que esté en contacto con él. De hecho, ni siquiera en el caso de soluciones alcalinas diluidas debe usarse un frasco de vidrio para almacenarlas por períodos prolongados.

A- Tubos de ensayo

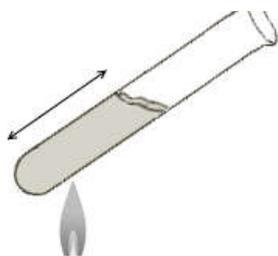


Figura 9. Calentamiento del tubo de ensayo directo a la llama.

Es quizá el material más emblemático de un laboratorio. Son empleados para muchos propósitos, entre ellos realizar reacciones químicas a pequeña escala. Los tamaños más comunes son 75 mm (~3mL), 150 mm (~25 mL) y 200 mm (~75 mL). Los tubos de ensayo de vidrio pyrex pueden calentarse directo a la llama. El tubo se sostiene con la ayuda de una pinza adecuada y se le aplica un movimiento para evitar que la llama se concentre en un solo punto ya que, por su pequeño tamaño, el calentamiento sería muy rápido y, en el caso de líquidos, el contenido sería expulsado por la ebullición. Al calentar, no debe orientarse la boca del tubo hacia donde se encuentra otra persona.

Cuando se necesite mezclar el contenido de un tubo de ensayo se puede:

- (1) usar una varilla de vidrio
- (2) agitar la solución sosteniendo el tubo por arriba y haciendo que el fondo describa rápidos movimientos de vaivén hacia uno y otro lado
- (3) agitar la solución dando golpecitos laterales o
- (4) usar un tapón para tapan el tubo y agitarlo longitudinalmente (nunca use sus dedos como tapón, ya sea por el riesgo del contacto con los reactivos en el tubo o por la contaminación que pueda ocasionar).

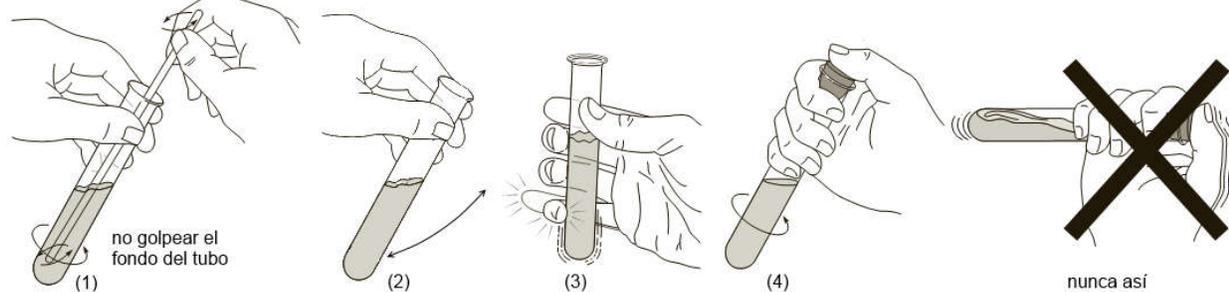


Figura 10. Técnicas para mezclar el contenido de un tubo de ensayo.

B. Vidrio de reloj

Son piezas de vidrio con forma cóncava. Se emplean como tapas para beakers, platos para evaporar pequeñas cantidades de solvente o para pesar muestras de sólidos. Generalmente por estar hechos de vidrio corriente son algo frágiles y no deben calentarse directamente en contacto con la llama.

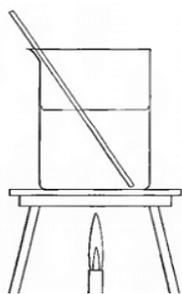
C. Vasos de precipitados o beakers

Figura 11. El vaso de precipitados debe calentarse siempre con una rejilla

Los vasos de precipitados o beakers (su nombre en inglés), son las piezas más comunes en un laboratorio. Se encuentran disponibles en tamaños que van de 10 mL a 5 L. Se usan para preparar, contener, mezclar y verter. Generalmente presentan una graduación de volumen pero su error es grande ($\pm 5\%$) por lo que solo sirve para realizar medidas aproximadas de volumen. Se fabrican de vidrio Pyrex y también de diversos plásticos (para algunas sustancias especiales). Los de vidrio pueden calentarse a la llama pero no directamente, siempre debe usarse una rejilla de calentamiento que difunda el calor sobre la base del recipiente. *Cuando se quiera llevar agua a ebullición coloque una barra de vidrio para aumentar la superficie sobre la cual pueden formarse las burbujas de vapor evitando el riesgo de sobrecalentamiento del líquido y la expulsión de agua hirviendo como resultado de una ebullición brusca. También puede agregarse perlas de vidrio o trozos de porcelana.*

Por su boca ancha son muy adecuados para evaporar, total o parcialmente, el solvente de una solución. Sin embargo, una vez evaporado el solvente, debe detenerse el calentamiento ya que podría provocar la ruptura del vaso. Cuando se usa un beaker para almacenar una solución por un tiempo corto se debe cubrir para evitar evaporación o contaminación, para lo cual se usa un vidrio de reloj o una película (film) de plástico.

D. Erlenmeyer o fiolas

Se caracterizan por su forma cónica que les da mucha estabilidad al volcamiento. Disponibles en plástico y pyrex. Su escala graduada es aproximada y presenta un error similar al beaker ($\pm 5\%$). Su boca estrecha hace que sean fácil de tapar (por ejemplo, con un tapón) por lo que son útiles como recipientes para almacenar una solución, o mantener un ambiente cerrado menos expuesto al aire. Pueden usarse para calentar a la llama siempre que se use una rejilla de calentamiento. Su boca estrecha no los hace adecuados para evaporar soluciones. Se usan para preparar soluciones de concentración aproximada, como recipiente para reacciones químicas y en las titulaciones para recibir la descarga de la bureta, ya que su forma minimiza las salpicaduras fuera del recipiente.

E. Kitasatos

Por su apariencia pueden ser descritos como fiolas con un brazo lateral, sin embargo, sus paredes son mucho más gruesas que las de una fiola ya que se emplean para filtraciones al vacío donde se originan fuertes presiones sobre las paredes. Los kitasatos no deben someterse a calentamiento ya que soportan mal los cambios de temperatura. No debe emplearse un kitasato en las funciones de una fiola o erlenmeyer.

TÉCNICA 2

MANEJO DE REACTIVOS Y SOLVENTES

TEC-2

A. Seguridad

En el mundo actual estamos regularmente rodeados y expuestos a productos químicos potencialmente peligrosos. Por ejemplo, en cualquier casa se puede encontrar alcohol (inflamable), acetona en un removedor de pintura de uñas (inflamable), acetaminofen, un analgésico y antipirético común (tóxico), hidróxido de sodio en un “destapa-cañerías” y limpiadores de inodoros (corrosivo, tóxico), hipoclorito de sodio en blanqueador de ropa (tóxico, corrosivo, oxidante), mercurio en termómetros y tubos fluorescentes (tóxico), etc. Cotidianamente se está expuesto a peligros químicos potenciales pero el reconocimiento de los riesgos y el manejo adecuado de esos productos minimizan los daños que puedan causar. Es necesario ser prudente en el empleo de reactivos químicos, pero su uso no debe causar temor.

Las siguientes precauciones en el manejo de reactivos y solventes son aplicables en todas las situaciones cotidianas del laboratorio:

- Siempre lea dos veces la etiqueta de un envase antes de destaparlo y asegúrese que realmente contiene el reactivo que piensa que debe usar.
- Nunca toque, pruebe o huela reactivos químicos. Pueden producir irritación de la piel o mucosas e incluso intoxicación.
- Si inadvertidamente entra en contacto con una sustancia, lave la parte afectada con abundante agua e informe a su instructor de laboratorio.
- Debe ponerse especial cuidado al verter ácidos o bases concentrados o agentes altamente corrosivos. Es necesario usar guantes y lentes de seguridad y posiblemente trabajar en una campana de extracción bien ventilada. Si llega a ocurrir un derrame es necesario actuar de inmediato, pero sin pánico. Si el derrame es en la piel deje la botella en el sitio de trabajo y lávese con abundante agua. Si es necesario pida ayuda.
- El derrame de un reactivo (aunque sea pequeño) debe limpiarse de inmediato. Si no está seguro de cómo proceder pregúntele a su instructor. Mantenga limpia el área de trabajo.

Se deben conocer los riesgos que presentan los reactivos que se emplean y consecuentemente, aplicar las medidas de seguridad adecuadas en cada caso. Es importante entender las reacciones que pueden provocar al combinarse con otros productos, al calentarlos o exponerlos a otras condiciones ambientales que puedan alterarlos. Un solvente puede atacar (disolver o corroer) ciertos materiales y, evidentemente, no pueden usarse recipientes hechos de esos materiales para trabajar con el solvente. El conocimiento es la base de cualquier medida de seguridad para la protección personal y de las instalaciones. Por tanto, antes de cada sesión de práctica, debe informarse de los riesgos que están asociados a cada reactivo que se va a utilizar..

B. Transferencia y disposición de reactivos

Aparte de la seguridad, la meta más importante en el manejo apropiado de reactivos químicos es evitar su contaminación. Para minimizar el riesgo de contaminación y tener un área de trabajo segura, aplique las siguientes reglas:

- Siempre lea dos veces la etiqueta de un envase antes de destaparlo y asegúrese que realmente contiene el reactivo que piensa que debe usar.

Una campana de extracción de gases es un dispositivo o equipo de ventilación que está diseñado para limitar la exposición a humos, vapores o polvos.



Figura 12. Vertido de un sólido rotando el recipiente en una y otra dirección.



Figura 13. Una barra de vidrio permite un vertido controlado y sin salpicaduras. La barra debe tocar la pared interna del vaso.

- Si el frasco tiene polvo por fuera o está sucio de alguna manera, pase una toalla de papel y limpie el recipiente. La suciedad exterior del frasco puede entrar al recipiente una vez sea abierto.
- Si necesita colocar la tapa del recipiente en el mesón voltéela de manera que la parte interna no quede, en dirección al mesón. Nunca tenga dos frascos abiertos al mismo tiempo por el riesgo de intercambiar las tapas. Si otra persona trabaja a su lado y tiene un frasco abierto, tenga cuidado de no dejar la tapa de su frasco cerca del área de trabajo de la otra persona.
- Cuando sea posible, evite tocar un reactivo sólido con una espátula. Muchos reactivos sólidos pueden dispensarse con solo inclinar el frasco y hacerlo girar o darle golpecitos para que el producto se deslice hacia un papel o recipiente adecuado. Evite que la boca del frasco toque el papel o recipiente (Figura 12).
- Algunos reactivos no fluyen libremente e incluso tienden a aglomerarse y frecuentemente no puede evitarse el introducir objetos en el frasco. Una barra de vidrio limpia y seca puede servir para romper los grumos y permitir que salgan del frasco. También puede ser necesario emplear una espátula o cuchara para sacarlos del frasco. Si no se dispone de espátulas desechables, asegúrese de usar una espátula en buen estado y perfectamente limpia y seca.
- Cuando sea necesaria una cantidad grande de reactivo debe transferirlo a un beaker. Si la cantidad es pequeña puede emplearse un vidrio de reloj.
- Los reactivos líquidos pueden transferirse vertiendo directamente de la botella a un recipiente receptor adecuado. No es posible verter líquido en forma segura desde una garrafa de 5 L a un beaker de 50 mL o a un cilindro graduado de 10 mL. Es necesario usar un beaker de 250 mL o mayor, para transferir una pequeña cantidad y de allí transferir al cilindro o al beaker de menor tamaño.
- Cualquier gota que escurra por los lados de la botella debe secarse de inmediato. Tenga cuidado de situar la etiqueta de la botella hacia el lado opuesto al del vertido para evitar que en caso de goteo éste escurra sobre la misma dañándola y dificultando su lectura.
- Cuando el tamaño de la botella lo permita, se hace escurrir el líquido por una barra de vidrio a objeto de dirigirlo en su caída y evitar salpicaduras (Figura 13).
- Siempre vuelva a taponar el frasco de inmediato.
- En cualquier caso, si la cantidad servida de reactivo es grande (mayor que la requerida) no regrese el excedente al frasco, es su lugar ofrézcalo a un compañero o pregunte al instructor cómo proceder.
- No deseche reactivos en el fregadero. Pregunte a su instructor cómo proceder en cada caso.

TÉCNICA 3

MEDICIONES DE MASA

TEC-3

La balanza es quizá el instrumento más usado y abusado en un laboratorio de química. A pesar de la gran variedad de tipos existentes los siguientes lineamientos son comunes a todas ellas y necesarios para su preservación y el mantenimiento de su exactitud:

- Deben manejarse con delicadeza, son instrumentos frágiles y costosos.
- Es necesario colocarlas en una superficie plana y nivelada
- Nunca deben colocarse reactivos directamente sobre el plato de la balanza, siempre debe usarse un recipiente (beaker, recipiente de pesada, vidrio de reloj, etc.). En el caso de sólidos secos y no corrosivos puede usarse papel de pesada.
- La balanza debe mantenerse limpia así como su entorno inmediato. Cualquier reactivo puede favorecer la corrosión del instrumento y alterar su funcionamiento.
- Nunca deje caer las cosas a pesar sobre el plato de la balanza. Deposítelas con delicadeza.
- Antes de realizar una pesada verifique que la escala y/o brazo de la balanza está en cero.
- No pese objetos calientes, las corrientes de convección causarían una lectura falsa de la masa y la temperatura podría causar daños a la balanza.
- Después de realizar una pesada, regrese la balanza a la posición de cero.

A. Técnicas de pesada

Para pesar un objeto sólido y limpio se utiliza el método de **pesada directa**, el cual consiste en colocarlo directamente en el plato de la balanza y leer su masa. Para pesar un reactivo químico sólido o líquido se debe usar un recipiente como contenedor, por lo que debe usarse la **pesada por diferencia**. Para ello:

1. Se pesa el recipiente contenedor y se anota su masa. Este proceso se denomina **tara** el recipiente y se llama tara del recipiente al valor de masa obtenido
2. Se agrega el reactivo al contenedor, se pesa y se anota la masa (recipiente + reactivo)
3. Se obtiene la masa del reactivo ejecutando la resta $(2) - (1)$

B. Manejo de las balanzas granatarias de tres brazos

Este tipo de balanza mecánica es muy común en laboratorios de química general. Son instrumentos robustos, precisos y muy fáciles de usar. En este tipo de balanzas se puede leer la masa al decigramo (0,1 g) y *estimarla* hasta el 0,01 g. (Figura 14), como se explica más adelante.

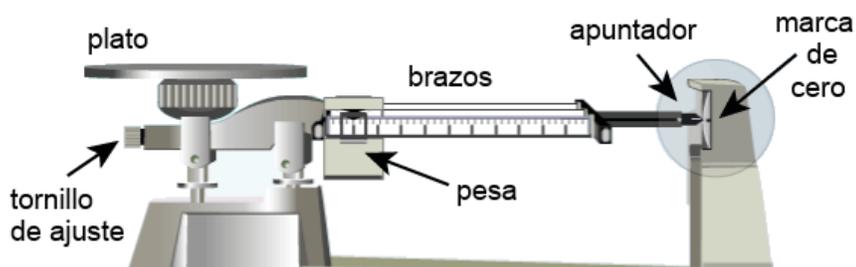


Figura 14. Balanza granataria de tres brazos.

Los pasos para pesar en una balanza de tres brazos son:

Preparación

1. Verifique que la superficie sobre la cual se ubica la balanza esté nivelada (sin inclinación) y ésta se encuentra limpia, no solo el plato sino todo el instrumento.
2. Asegúrese que todas las masas (pesas) estén en posición cero.
3. Si el plato está bloqueado, libere el arresto.

Ajuste de cero

1. Verifique que la marca de nivel al final de los brazos (apuntador) está en línea con la marca de referencia (marca de cero), si no lo está, ajuste el tornillo nivelador situado en el lado izquierdo hasta que las líneas coincidan. Es aconsejable verificar periódicamente el cero.

Pesada

Se puede acortar el procedimiento en los siguientes casos:

- Si se sabe o sospecha que el objeto pesa menos de 100 g omite el paso 3
- Si se sabe o sospecha que el objeto pesa menos de 10 g omite los pasos 3 y 4

2. Suavemente, ubique el objeto a pesar en el centro del plato. Los brazos se desplazan hacia arriba.
3. Mueva la pesa **grande** y llévela hasta la primera ranura (100 gramos), si el brazo baja, regrese la masa a su posición anterior, si no, llévela a la siguiente ranura (200 gramos)
4. Repita el procedimiento con la pesa **intermedia** (de variación de 10 gramos).
5. Deslice la pesa **pequeña** (de variación de 1 gramo) hasta lograr que el brazo se nivele y coincida el apuntador con la marca de cero.
6. La masa del espécimen es la suma de los valores de todas las posiciones de las pesas leídas en sus escalas. En el caso de la pesa más pequeña debería aproximarse la lectura para obtener el segundo decimal (Ver Figura 15). Una forma sencilla para estimar el segundo decimal consiste en aplicar el siguiente criterio:
 - mentalmente se divide el espacio entre dos marcas consecutivas en dos mitades (inferior y superior),
 - si la posición de la pesa es cercana al punto medio entre las dos mitades se considera que la lectura es 0,05
 - si está cerca del centro de la mitad inferior, se considera que la lectura es un cuarto, o sea 0,025 y se redondea a 0,02 ó 0,03
 - si la pesa se sitúa cerca del centro de la mitad superior, se considera que la lectura es tres cuartos, o sea 0,075 y se redondea a 0,07 ó 0,08.
 - Si no está en ninguna de las anteriores debe estar cerca del inicio de la mitad inferior y se toma como 0,00

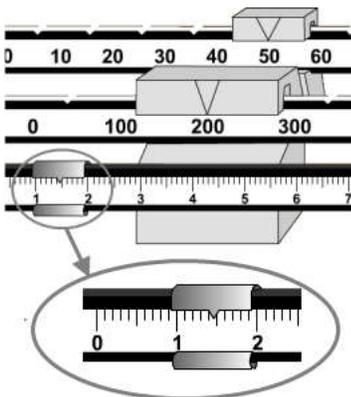


Figura 15. Lectura de una balanza de tres brazos. Se indica 251,48 g. El valor 0,08 g resulta de la extrapolación (apreciación) en la escala.

- Bloquee la balanza, regrese todos los indicadores a cero y retire el objeto de la balanza.

C. Manejo de las balanzas granatarias de dial y vernier

Este tipo de balanza mecánica (Ohaus Dial-O-Gram) presenta dos brazos con sus respectivas pesas corredizas y un dial graduado con vernier que permite leer las masas al 0,01 g. El dial tiene un rango de operación de 10 g, con graduaciones de 0,1 g y un vernier acoplado que permite llevar la lectura hasta 0,01 g (Figura 16).

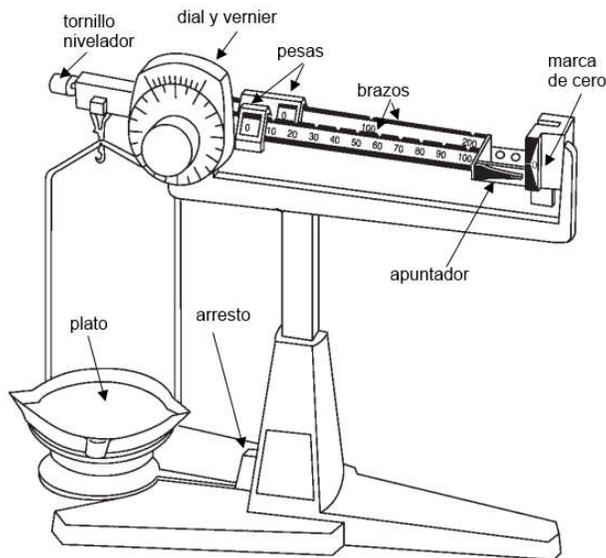


Figura 16. Balanza granataria con dial y vernier

Los pasos para pesar en esta balanza son:

Preparación

- Verifique que la superficie sobre la cual se ubica la balanza esté nivelada (sin inclinación) y está se encuentra limpia, no solo el plato sino todo el instrumento.
- Si no lo están, ubique todas las masas y el dial en posición cero.
- Si el plato está bloqueado, libere el arresto.

Ajuste de cero

- Verifique que la marca de nivel al final de los brazos (apuntador) está en línea con la marca de referencia (marca de cero), si no lo está, ajuste el tornillo nivelador situado en el lado izquierdo hasta que las líneas coincidan. Es aconsejable verificar periódicamente el cero.

Pesada

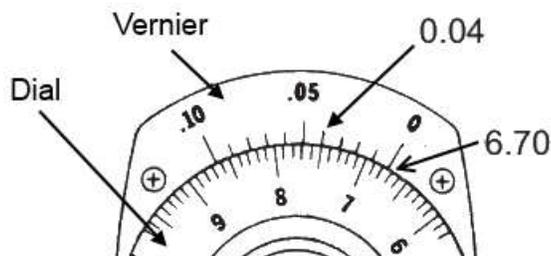
- Coloque el objeto a pesar en el platillo, mueva la pesa **grande** en el brazo de 200 g y llévela hasta la primera ranura, si el brazo baja, regrese la masa a su posición anterior, si no, llévela a la siguiente ranura.
- Repita este procedimiento con la pesa **mediana** en el brazo de 100 g
- Gire el dial lentamente hasta hacer que el apuntador se alinee con la marca de cero.
- La masa del espécimen es la suma de los valores de todas las posiciones de las pesas leídas en sus escalas, el valor del dial y del vernier. En la Figura 17 se muestra la forma de leer el dial y el vernier.

Se puede acortar el procedimiento en los siguientes casos:

- Si se sabe o sospecha que el objeto pesa menos de 100 g omita el paso 5
- Si se sabe o sospecha que el objeto pesa menos de 10 g omita los pasos 5 y 6

- Bloquee la balanza, regrese todos los indicadores a cero y retire el objeto de la balanza.

Figura 17. Lectura del dial y vernier. La lectura del dial es directa, simplemente corresponde a la marca que está inmediatamente antes del cero del vernier (6,70). Para extrapolar el segundo decimal se busca la marca en la escala del vernier que se alinee mejor con las marcas en la escala del dial, en este caso 0,04. La lectura es la suma de ambas escalas (6.74 g).



D. Manejo de las balanzas electrónicas

Las balanzas electrónicas son instrumentos que emplean fuerza electromagnética para equilibrar la masa del objeto que se pone en su plato. La electrónica interna se encarga de todo el proceso de medición de una manera transparente para el usuario, haciendo que su uso sea muy fácil y conveniente. La masa se lee directamente en una pantalla digital haciendo que la resolución y la apreciación del instrumento sean la misma.

En las balanzas electrónicas modernas el proceso de pesada es directo, simplemente se coloca el objeto a pesar sobre el plato y el instrumento muestra la masa en la pantalla. Cuando se requiere realizar pesadas por diferencia, se pone en el plato el contenedor (por ejemplo un beaker) y se presiona el botón TARAR, de manera que el instrumento pone a cero la pantalla. Acto seguido se coloca la muestra a pesar en el recipiente y el valor de masa desplegado en pantalla es directamente la masa de interés.

A pesar de su simplicidad de uso, las balanzas electrónicas son instrumentos delicados y costosos que deben manejarse con delicadeza y, al igual que los otros tipos de balanza, deben estar sobre una superficie bien nivelada y mantenerse siempre limpias.



Figura 18. Balanza electrónica

TÉCNICA 4

SEPARACIÓN DE SÓLIDOS Y LÍQUIDOS

TEC-4

Una mezcla sólido-líquido puede separarse haciéndola pasar a través de una membrana o filtro permeable al líquido. El sólido quedará más o menos retenido en la membrana dependiendo de las características de esta. Este proceso se denomina filtración. Frecuentemente el filtro se hace de un papel que presenta características especiales ("papel de filtro").

Cuando un líquido pasa a través de un filtro por su propio peso se denomina filtración por gravedad. También es frecuente emplear un montaje experimental que utiliza vacío parcial para succionar el líquido forzando su paso por el filtro. Esto se conoce como filtración por succión.

A. Filtración por gravedad con doblado simple del papel

Se emplea predominantemente cuando interesa recuperar el sólido para efectos de su cuantificación por pesada. La filtración simple emplea un papel de filtro de tamaño reducido de poros, de forma que las partículas sólidas sean retenidas y el líquido fluya a través de los poros del papel. Para ello se usa un embudo cónico de vidrio con tallo al cual se le coloca el papel doblado como se muestra en la Figura 19. Un extremo del papel se rasga para mejorar el sellado contra el embudo de vidrio.

Figura 19. Doblado del papel de filtro

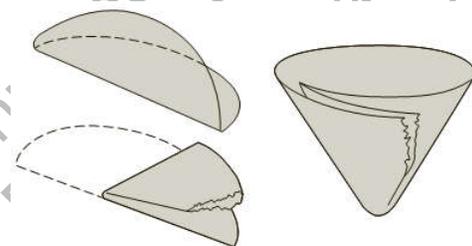


Figura 20. Vertido controlado de una solución usando una barra de vidrio

El procedimiento para realizar la filtración es el siguiente:

- En un soporte coloque un aro de metal o un soporte de embudos y coloque el embudo con tallo.
- Doble el papel de filtro por la mitad y pliéguelo ligeramente. De nuevo dóblelo suavemente por la mitad.
- Rasgue una de las esquinas del papel (aproximadamente unos 6 mm) y colóquelo en el embudo (el lado rasgado en contacto con el vidrio). Mójelo ligeramente con solvente de la mezcla a separar para que se adhiera al embudo.
- Si el frasco receptor es un beaker asegúrese que la punta del tallo del embudo toca la pared interna para evitar salpicaduras.
- Vierta la mezcla al papel de filtro. El líquido se hace escurrir por una barra de vidrio para evitar salpicaduras y dirigirlo lejos del borde del papel de filtro (Figura 20). Llene el embudo sin sobrepasar los 2/3 de su altura. Mantenga siempre el tallo del embudo lleno de líquido ya que la caída del líquido ocasiona un suave vacío que acelera el filtrado..
- Al terminar transfiera cualquier sólido remanente en el vaso. Use pequeñas porciones de solvente y viértalo en el filtro.

B. Filtración por gravedad con papel plegado

Esta técnica no es tan eficiente cuando se requiere hacer una recuperación cuantitativa del sólido de la mezcla pero es muy adecuada cuando se requiere acelerar el proceso de filtración, por ejemplo, cuando se necesita filtrar **en frío o en caliente** y cualquier demora afectaría la temperatura de la solución.

Una situación frecuente es cuando se requiere filtrar en caliente una mezcla a objeto de mantener disuelta la sustancia de interés mientras que las impurezas permanecen sin disolver. En este caso el tiempo de filtración es primordial, ya que al enfriarse la solución precipitaría el compuesto que interesa mantener en solución.

La filtración con papel plegado o filtración por pliegues lleva ese nombre debido a que el papel es doblado de forma especial asemejando un pequeño paraguas, en donde se expone mayor superficie para la filtración en comparación al método de doblado simple. Se suele usar un embudo sin tallo para acelerar aún más el proceso de recolección del líquido y disminuir los riesgos de enfriamiento de la solución.

Procedimiento

- Para trabajar con un embudo sin tallo se puede apoyar directamente en el vaso que recibirá el filtrado. En el caso de emplear una fiola es necesario emplear un soporte con aro.
- Doble el papel de filtro por la mitad 3 veces Presiones suavemente las líneas de pliegue para que no se borren pero sin forzar el doblado ya que se debilita el papel.
- Desdoble dos veces el cono hasta obtener un semicírculo.
- Alternativamente doble en una dirección y luego en la otra cada sección individual marcada en el papel.
- Abra el filtro y ubique las dos secciones opuestas que no quedaron dobladas correctamente. Dóblelas hacia adentro.

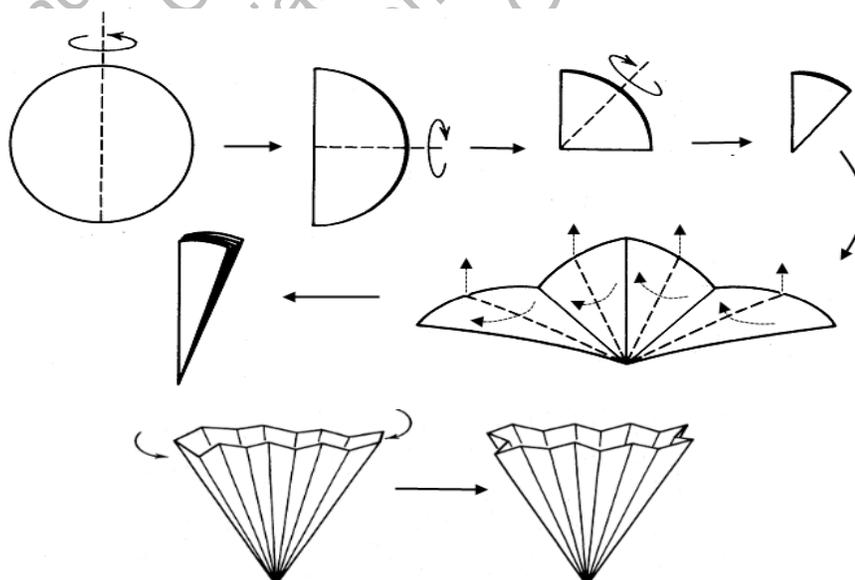


Figura 21. Plegado del papel de filtro

- Coloque el papel plegado en el embudo. Si no se asienta bien mójelo con solvente para aumentar su peso (el filtro plegado no debe adherirse al embudo).

- Vierta la mezcla directamente en el papel cuidando de no sobrepasar los 2/3 de su altura

C. Filtración por succión

La fuerza de succión puede forzar el paso de partículas pequeñas a través de un papel de filtro perfectamente capaz de retenerlas cuando el mismo se emplea en una filtración por gravedad.

En la filtración por succión (o al vacío) se aplica una fuerza de succión de forma de acelerar el paso del líquido a través del filtro. Para hacer esto se requiere que el sólido a separar esté formado por partículas lo suficientemente grandes como para asegurar que no van a traspasar los poros del papel o medio filtrante. Esta técnica es más rápida que la filtración por gravedad y puede usarse en situaciones que requieren una filtración rápida.

Para este tipo de filtración se usa el embudo Buchner, el cual se fabrica de porcelana y tiene una placa perforada en su interior. El embudo se acopla mediante un tapón de goma horadado a un kitasato que se conecta al sistema de succión (Figura 22). Este sistema se usa preferentemente cuando el interés se centra en el material sólido y no en el filtrado. Debido al uso de vacío, no es adecuado para filtrar solventes volátiles ni muchos solventes cuando están calientes.

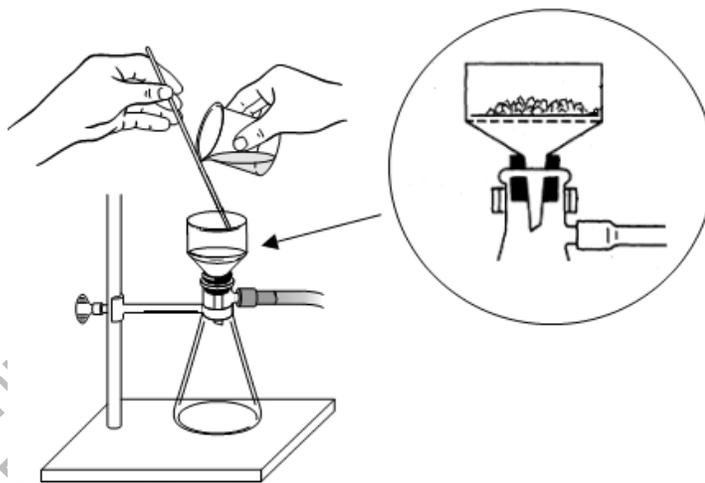


Figura 22. Técnica de filtración mediante embudo Buchner.

Procedimiento:

- Se obtiene o corta una pieza de papel de filtro tape completamente la placa perforada sin montarse en las paredes.
- Arme el sistema de filtrado sosteniendo el kitasato en un soporte (Figura 22). El embudo se introduce en el tapón horadado y el conjunto a su vez se coloca con una ligera presión en el kitasato.
- Conecte la manguera al dispositivo de succión.
- Abra la llave de la trompa de agua y, vierta un poco de solvente sobre el papel de filtro para sellarlo. El solvente debe escurrir de inmediato hacia el kitasato debido a la succión.
- Transfiera la mezcla a filtrar dirigiéndolo al centro del filtro. Agregue el líquido despacio, al ritmo que puede ser succionado, ya que un exceso de líquido podría ser succionado por los bordes del papel de filtro arrastrando sólido hacia el kitasato.
- Lave el sólido con una pequeña cantidad de solvente. Al terminar de filtrar se puede mantener la succión un tiempo más para ayudar a secar el sólido.
- Desconecte la manguera del kitasato antes de cerrar la llave para remover la succión.

TÉCNICA 5

LIMPIEZA DE MATERIAL DE VIDRIO

TEC-5

La limpieza de los instrumentos de vidrio es de máxima importancia en especial si es material volumétrico. Si hay películas de suciedad o grasa, los líquidos no drenarán de manera uniforme y dejarán brechas sin agua o gotitas sobre las paredes. En estas condiciones las mediciones serán erróneas ya que para su calibración el fabricante realiza la limpieza cuidadosa del material. Cuando está adecuadamente limpio, el agua forma una película uniforme sobre la superficie de vidrio y se desplaza sin dejar gotas ni formando “caminos”.

Con ciertos jabones, no debe hacerse un remojo prolongado (más de una noche) ya que puede formarse una marca en las paredes del recipiente, en la interfase detergente-aire, imposible de eliminar.

Para enjuagar las pipetas puede usarse una manguera de goma para conectar la boca de la misma con la llave de agua. Sosteniéndola firmemente, se abre la llave para aplicar una presión muy baja y se permite que el agua fluya en el interior de la pipeta.

Para lavar el material de vidrio se usa una solución jabonosa preferiblemente tibia. Se llena el material con ella y se deja actuar unos minutos (5-10 min). Después se drena la solución (no se desecha, puede usarse de nuevo) y se enjuaga el instrumento con abundante agua corriente, se seca por fuera, y se revisa para asegurarse que no se forman gotas ni “caminos” de agua en su interior. Si el material quedo limpio se escurre bien y se enjuaga con 3 o 4 porciones de agua destilada, si no quedó limpio se repite el procedimiento de limpieza. Rara vez es necesario secar el material volumétrico, para ello se implementa un “curado” del material utilizando el solvente o solución que interesa medir o transferir. El procedimiento se indica más adelante para cada tipo de material volumétrico.

El uso de un cepillo permite acelerar el proceso de limpieza. Al emplearlo, debe tenerse la precaución de no ejercer mucha fuerza sobre las superficies que se limpian ya que las cerdas al doblarse son menos efectivas en remover los residuos y el alambre metálico central raya el vidrio si lo toca.

El material de vidrio se debe lavar tan pronto se haya terminado de usar. Mientras más tiempo pase antes de lavarlo más difícil será hacerlo. Si no puede lavarlo de inmediato enjuáguelo con abundante agua.

Es importante señalar que el método de limpieza debe adaptarse tanto al tipo de material como al uso que se le dará. El grado de limpieza de un material puede ser adecuado para cierto uso y ser completamente inadecuado para otro. Los procedimientos descritos son estándar y adecuados para los experimentos contenidos en este manual.

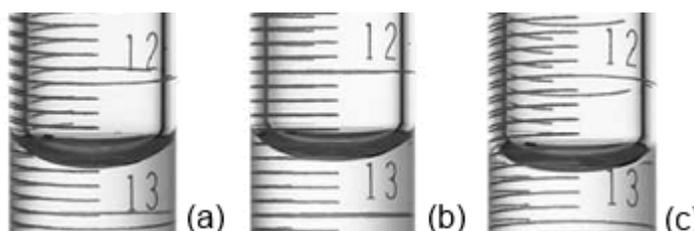
TÉCNICA 6

LECTURA DEL MENISCO Y APRECIACIÓN SOBRE UNA ESCALA

TEC-6

Debido a que el agua es capaz de mojar al vidrio, la superficie que forma en contacto con las paredes de vidrio es cóncava y se denomina **menisco**. Todos los instrumentos volumétricos se calibran para leer el nivel en la parte inferior del menisco. Para evitar el efecto de la perspectiva (*paralaje*) debe colocarse el ojo exactamente al nivel del menisco para hacer la lectura. En la Figura 23 se observa este efecto.

Figura 23. Efecto de la posición relativa de los ojos en relación al menisco. (a) visto desde arriba, la posición del menisco se ve baja, (b) a nivel, la posición del menisco es la correcta (c) por debajo, la posición del menisco se ve alta.



Cuando se lee en una escala lo más probable es que el menisco no coincida con ninguna de las marcas y se hace necesario estimar la posición del mismo, de esta manera se tendría el número correcto de cifras significativas (todas las que se conocen con certeza, es decir, las que se leen en la escala, y la primera incierta, es decir, la que se estima). En la Figura 24 se muestra la escala de un instrumento volumétrico. Las marcas mayores están separadas por una unidad y entre ellas hay 10 divisiones por lo que las marcas menores indican décimas. En este caso la resolución es de 0.1 unidades.

La posición del menisco sobrepasa ligeramente la marca de la escala correspondiente a 20,7 y puede ser estimada ("apreciada") en aproximadamente en 0.05 resultando una lectura de 20,75. Al reportar 20,75 se indica que la primera cifra incierta es el segundo decimal.

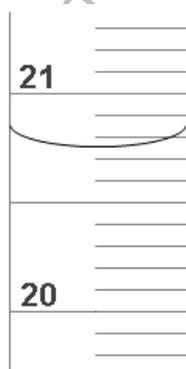


Figura 24. Estimación de la posición del menisco al hacer una lectura. El fondo del menisco se estima en 20,75

TÉCNICA 7

MEDICIONES DE VOLUMEN

TEC-7

REQUIERE: TEC 5 TEC 6

Se entiende como **material volumétrico** aquel material cuya función es realizar algún tipo de medición de volumen con cierta exactitud y por tanto, no está diseñado para otros propósitos como almacenar soluciones, ejecutar reacciones, etc.

El material volumétrico puede ser calibrado para medir contenido o para medir el volumen vertido. En el primer caso viene marcado con las siglas TC (To Contain) o IN (Intra) y en el segundo TD (To Deliver) o EX (Extra). Es importante no emplear un material calibrado para contener un volumen cuando lo que se quiere es dispensarlo ya que el error sería apreciable.

La calibración del material volumétrico solo es válida a cierta temperatura, frecuentemente 20°C o 25 °C. Cuando se usa a otra temperatura el volumen contenido o vertido será diferente, como consecuencia de la expansión/dilatación del agua y el vidrio. Por tanto, para trabajo muy fino, si no se puede trabajar a la temperatura indicada por el material, sería necesario aplicar correcciones por este parámetro. Las normas internacionales suelen reconocer dos calidades de material volumétrico (Clases A y B) siendo el "A" el más exacto y el "B" el empleado en trabajos de rutina, industria y educación.

En la Tabla 2 se muestran las tolerancias para materiales volumétricos fabricados bajo especificaciones de la ASTM (*American Society for Testing and Materials*). En el Anexo 1 se presentan tablas más extensas.

A. Cilindro graduado

Se fabrican desde 10 mL a 2 L y se emplean para medir volúmenes con una exactitud moderada (± 1 a $\pm 0,2\%$). Se puede lavar con la técnica de limpieza ya indicada pero también existen cepillos adecuados para algunos tamaños de cilindros (ver Técnica 5). Este es el único material volumétrico que frecuentemente se seca para ser empleado, no obstante, puede usarse sin necesidad de secarse si se cura con 2-3 porciones del solvente o solución que se va a medir. Existen cilindros calibrados para contener (TC/IN) y otros para verter (TD/EX).

Tabla 2. Comparación de las tolerancias para diversos materiales volumétricos según normas ASTM

Capacidad (mL)	CILINDRO GRADUADO*		PIPETAS		BALONES AFORADOS		BURETAS	
	Clase A	Clase B	Clase A	Clase B	Clase A	Clase B	Clase A	Clase B
	mL	mL	mL	mL	mL	mL	mL	mL
10	± 0.10	± 0.20	± 0.02	± 0.04	± 0.02	± 0.04	± 0.02	± 0.04
25	± 0.17	± 0.34	± 0.03	± 0.06	± 0.03	± 0.06	± 0.03	± 0.06
100	± 0.50	± 1.00	± 0.08	± 0.16	± 0.08	± 0.16	± 0.10	± 0.20

* Tolerancias para el volumen máximo del cilindro

B. Pipetas volumétricas

Están diseñadas para verter (TD/EX) una cantidad específica de líquido a una cierta temperatura dada (20°C ó 25 °C). Esta información está rotulada en su superficie. Son instrumentos muy exactos si se usan adecuadamente (tolerancia típica 0.2% y menores) y se emplean para transferir volúmenes conocidos (denominados alícuotas) de soluciones. Debe destacarse que las pipetas volumétricas se calibran con agua y las tolerancias indicadas en la Tabla 2 solo aplican a soluciones acuosas diluidas. Para soluciones concentradas u otros solventes, es necesario realizar su calibración en el laboratorio. Siempre debe usarse un bulbo de goma (pera o propipeta) para llenar la pipeta, nunca debe succionarse con la boca.

A continuación se indica el modo correcto de usar las pipetas volumétricas para soluciones acuosas.

Preparación (curado)

La limpieza del material volumétrico se describió en la Técnica 5

Aunque algunas personas lo consideran un vulgarismo, el Diccionario de la Real Academia de la Lengua Española recoge el término *pipetear* y lo define como “tomar con la pipeta cierta cantidad de líquido”

- Una pipeta limpia debe descargar el agua sin dejar gotas adheridas a su superficie interna, si no es el caso debe realizarse su limpieza antes de usarla.
- Coloque una porción suficiente del líquido a transferir en un beaker limpio y seco (o en su defecto curado con 3-4 porciones del líquido a transferir). *No inserte la pipeta directamente en el frasco de reactivo o solución que se quiere transferir.*
- Coloque la pera de succión o propipeta y succione un volumen de líquido suficiente para llenar el bulbo central hasta 1/5 de su capacidad.
- Retire la pera o propipeta, coloque la pipeta en posición horizontal y gírela para que la solución lave completamente las paredes del bulbo.
- Inclíne la pipeta para que la solución entre al tubo y llegue hasta el aforo.
- Descargue completamente la pipeta fuera del beaker y repita este procedimiento 2-3 veces más.

Llenado

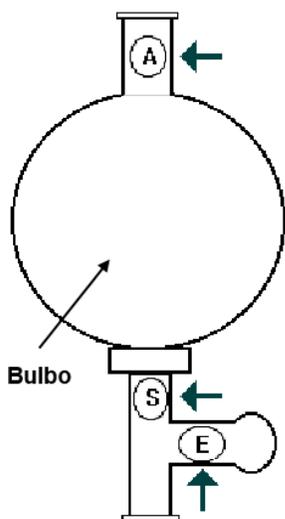
- Coloque la pera de goma o propipeta y apriétela para vaciarla.
- Sumerja la punta de la pipeta en la solución a transferir a una profundidad suficiente para que, al llenarse la pipeta y descender el nivel del líquido no vaya a entrarle aire.
- Relaje la presión sobre la pera o presione la válvula de aspiración de la propipeta y llene la pipeta hasta dos o tres centímetros por encima de la marca de aforo.
- Remueva la pera y coloque su pulgar para evitar que entre aire. Con la pipeta en posición vertical afloje ligeramente el dedo para permitir que el líquido baje lentamente hasta que el fondo del menisco llegue a la línea de aforo. Recuerde colocar sus ojos al nivel de la línea de aforo para evitar el error de paralaje.
- Elimine cualquier gota que quede suspendida en la punta de la pipeta tocando la superficie interna del recipiente desde el cual tomó el líquido.
- Con la ayuda de una servilleta limpie los restos de la solución del exterior de la pipeta.

Descarga

- Coloque la pipeta en el recipiente receptor. Si es un beaker toque con la punta de la pipeta la pared interna para evitar salpicaduras.
- Permita la descarga del líquido. Mantenga la pipeta en posición vertical y deje que líquido se drene a propia velocidad. No fuerce su descarga. Tenga cuidado que la punta de la pipeta no quede sumergida en la descarga.

- Cuando cese el flujo libre coloque la punta de la pipeta contra la pared del recipiente receptor y espere 10 segundos. Si el vaciado se hizo con la punta apoyada a la pared del recipiente espere un par de segundos.
- Finalmente retire la pipeta con un movimiento de rotación para eliminar cualquier líquido que haya quedado adherido a la punta. *El pequeño volumen que permanece dentro de la punta de una pipeta volumétrica no se debe soplar ni enjuagar dentro del vaso receptor.*
- Al finalizar, enjuague la pipeta con abundante agua.

FUNCIONAMIENTO DE LA PROPIPETA



El ciclo de llenado y vaciado de la pipeta puede hacerse sin retirar la propipeta. Para ello:

- Inserte la pipeta por la parte inferior del bulbo.
- Presione con dos dedos la válvula **A** (*air*) y, simultáneamente, presione el bulbo para vaciarlo. Deje de presionar en **A**
- Para llenar la pipeta presione con dos dedos la válvula **S** (*suction*)
- Para vaciar la pipeta se presiona la válvula **E** (*empty*)

TÉCNICA 8

PREPARACIÓN DE SOLUCIONES

TEC-8

REQUIERE: TEC 2 TEC 5 TEC 6 TEC 7B

Si en la preparación de una solución se usa la masa del solvente en lugar de su volumen, no es necesario emplear balones aforados. Este es el caso de las soluciones cuya concentración se expresa en *molalidad*.

En la preparación de soluciones de concentraciones conocidas (no aproximadas) se debe realizar una medición cuidadosa del volumen para lo cual es necesario trabajar con balones aforados.

Los balones aforados están diseñados para contener (TC/IN) un volumen dado a una temperatura especificada (generalmente 20 o 25°C). Para ello disponen de un cuello delgado con una línea denominada marca de aforo. Al agregar líquido suficiente para hacer que la parte inferior del menisco esté a ras con la marca de aforo se alcanza el volumen nominal del balón. Están disponibles para varias capacidades (desde 1 mL a 2 L) y sus tolerancias de calibración son muy estrictas (0,2% y mejores) como puede observarse en la Tabla 2 (Anexo 1).

Para preparar soluciones mediante balones aforados se realiza el siguiente procedimiento:

Preparación

- Ante todo es necesario que el balón esté perfectamente limpio incluyendo el cuello por encima de la marca de aforo. Un cepillo pequeño puede ser muy útil para facilitar la limpieza del cuello.
- Después de enjuagar a conciencia con agua corriente se cura con 3 porciones del solvente a usar (por lo regular agua destilada) cuyo volumen sea razonable para el volumen del balón.

Transferencia de la muestra y disolución

- Inicialmente se agrega una pequeña cantidad del solvente a utilizar en la preparación de la solución (los reactivos nunca se deben añadir directo a la superficie "seca" de vidrio).
- Se agrega el reactivo y luego se agrega solvente hasta completar alrededor de dos tercios del volumen del recipiente, teniendo cuidado de enjuagar cualquier reactivo que haya quedado en la boca del balón o en el cuello.

Si la muestra (sólido o líquido) se agrega desde un recipiente debe enjuagarse el mismo con 3 o 4 porciones de solvente y agregar estos lavados al balón. Si se agrega la muestra con una pipeta o bureta simplemente se descarga el volumen deseado directamente dentro del balón.

- Se agita el balón con movimientos giratorios para disolver completamente el soluto. Dependiendo de la solubilidad del soluto puede ser necesario agregar más disolvente y continuar con la agitación. No debe favorecerse la formación de espuma ya que esto causaría dificultades al momento de aforar.

Si para disolver la muestra fuera necesario calentarla, esta operación debe realizarse en otro recipiente y esperar que la solución se enfríe antes de llevarla al balón.

- Una vez que el soluto se disuelva por completo se agrega más solvente dejándolo caer por las paredes del cuello del balón (para arrastrar todo el soluto que pueda haber y evitar también la formación de espuma), hasta llegar a unos 2 cm por debajo de la marca de aforo. Se espera unos segundos hasta

que todo la película de solvente que moja el cuello drene por debajo de la marca de aforo.

Aforo

- Con la ayuda de un gotero o pipeta Pasteur se añade el disolvente hasta que la parte inferior del menisco esté nivelada con la marca de aforo. Es necesario verificar la posición del menisco situando la vista al nivel de la línea de aforo, para evitar el error de paralaje.
- Mezclado de la solución. Se coloca la tapa y sosteniéndola con firmeza se invierte el balón verticalmente para luego regresarlo a su posición normal, se espera a que el líquido contenido en el cuello drene y se repite este movimiento al menos unas 20 – 30 veces.

PRECAUCION

UN BALÓN AFORADO NO ES UN FRASCO PARA ALMACENAR SOLUCIONES. UNA VEZ PREPARADA, SI NO SE VA A CONSUMIR DE INMEDIATO, LA SOLUCIÓN DEBE TRANSFERIRSE A UN RECIPIENTE ADECUADO PARA SU ALMACENAMIENTO. EN EL CASO DE SOLUCIONES DE LOS HIDRÓXIDOS DE LOS METALES ALCALINOS DEBEN TRANSFERIRSE DE INMEDIATO.

AL VACIAR LA SOLUCIÓN DEBE ENJUAGARSE EL BALÓN A CONCIENCIA CON AGUA DESTILADA O CORRIENTE, DEPENDIENDO DE SI SE USARÁ DE NUEVO O NO.

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

TÉCNICA 9

USO DE BURETAS Y TITULACIONES

TEC-9

REQUIERE: TEC 5 TEC 6 TEC 7B

La bureta se usa para el vertido exacto de una cantidad variable de solución. Su uso principal es en titulaciones, en las cuales se agrega una solución estándar a la solución de muestra hasta que se alcanza el punto final (la detección de la culminación de la reacción). La bureta (Figura 25) más corriente está graduada de 0 a 50 mL, en incrementos de 0,1 mL y por interpolación se aprecia el segundo decimal (hasta cerca del 0,01 mL).

Preparación y curado

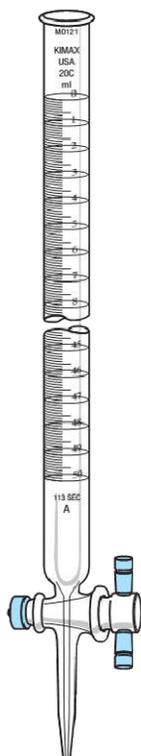


Figura 25. Bureta

- Una bureta limpia debe descargar el agua sin dejar gotas adheridas a su superficie interna. El uso de un cepillo adecuado puede facilitar su limpieza. Tenga cuidado de no rayar la bureta con el alambre del cepillo. Es necesario verificar que la llave gira libremente y con suavidad. Si se frena o traba se tiene que desarmar y se lavan muy bien la llave y el orificio donde calza. Al desarmarla, preste atención al orden de las piezas para poder rearmarla correctamente.
- Para el curado con agua, coloque unos 5-10 mL de agua destilada y llevando la bureta a posición horizontal, gírela procurando que el agua lave todas las paredes interiores. Póngala en posición vertical, abra la llave y deje escurrir el agua a través de la misma. Repita este procedimiento 2 veces más.
- Para el curado con solución, agregue en un vaso limpio y seco una porción suficiente de la solución a emplear en el llenado de la bureta. Si el vaso no está seco, puede curarse 3-4 veces con solución a transferir. Coloque 5-10 mL en la bureta. Llévela a posición horizontal y gírela procurando que la solución lave todas las paredes interiores. Colocándola en posición vertical, abra la llave y deje escurrir. Repita este procedimiento 2 - 3 veces más.

Llenado

- Sujete la bureta verticalmente en un soporte usando una pinza adecuada.
- Con la llave cerrada agregue la solución hasta 1- 2 cm por encima de la línea de cero. Dependiendo del tamaño del beaker puede ser necesario usar un embudo.
- Abra de golpe la llave de la bureta, permitiendo que se llene el pico debajo de la llave y ciérrele de nuevo. No debe quedar aire atrapado en el pico debajo de la llave. Si lo hay, repita este procedimiento hasta eliminarlo.
- Si la solución se encuentra por encima del cero, abra la llave y lleve el nivel hasta cero. Si está debajo de cero puede registrarlo como volumen inicial o completarlo llevándolo de nuevo a cero (en cuyo caso, cero será el volumen inicial).
- Verifique que dentro de la bureta no quedan burbujas (ni siquiera en el menisco) y que no hay gotas colgando del pico. Si hay una gota séquela y permita un minuto o dos para cerciorarse que no se trata de una fuga a través de la llave. En caso que vuelva a formarse una gota es necesario apretar la llave y verificar que la fuga no se sigue presentando.

Operación

- Durante la operación de la bureta, se recomienda que una persona diestra opere la llave de la bureta con su mano izquierda y con la mano derecha agite la

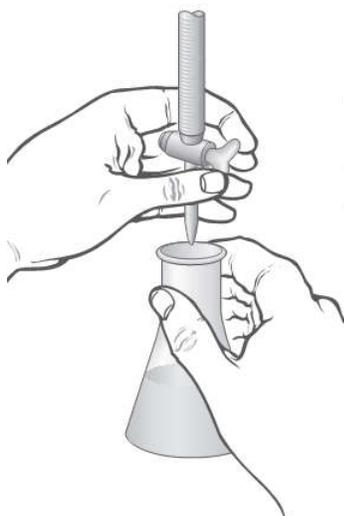


Figura 26. Técnica recomendada para la titulación (persona diestra)

fiola mediante un movimiento de rotación a medida que se descarga solución (Figura 26). En el caso de un zurdo se debe invertir el uso de las manos. Con un poco de práctica esta técnica permite alcanzar suficiente control como para hacer descargas de 0.05 mL y aun menos.

- Coloque en una fiola la alícuota o muestra a titular y prepárela según la técnica específica de titulación a emplear.
- Tome nota del volumen inicial de la bureta.
- Abra la llave y agregue la solución desde la bureta. Mantenga siempre una mano sobre la llave para poder ajustarla o cerrarla por completo. Con la otra mano agite la fiola mediante movimientos de rotación.

Al progresar la titulación, la solución en la fiola puede cambiar de color en las cercanías donde cae el titulante, pero rápidamente regresa al color original al dispersarse el titulante en la solución para reaccionar con la muestra. Al acercarse al punto de equivalencia, el regreso al color original ocurre más lentamente. En este punto se detiene la titulación y se lavan las paredes internas de la fiola con la piseta de agua destilada para incorporar las salpicaduras de nuevo a la solución.

- Continúe la titulación lentamente, incluso gota a gota hasta alcanzar el punto final.
- Cuando finalice la descarga espere unos 10-15 segundos para que la película líquida en las paredes internas de la bureta se asiente y tome la lectura interpolando el segundo decimal. A simple vista puede hacerse una apreciación de ± 0.02 mL y con la ayuda de una lupa ± 0.01 mL. Reste al volumen leído el volumen inicial para obtener el volumen descargado.

Generalmente, una misma muestra se titula 3 o 4 veces. Una vez realizado el primer ensayo se puede ahorrar tiempo vaciando en la fiola un volumen de titulante un poco menor al valor obtenido en el primer experimento (unos 2 mL menos), se lavan las paredes de la fiola y se continúa lentamente la titulación como se indicó más arriba.

- A terminar de usarla, enjuague la bureta con varias porciones de agua destilada y drene cada porción a través de la llave para enjuagarla.

TÉCNICA 10

EL MECHERO BUNSEN-TIRRIL

TEC-10

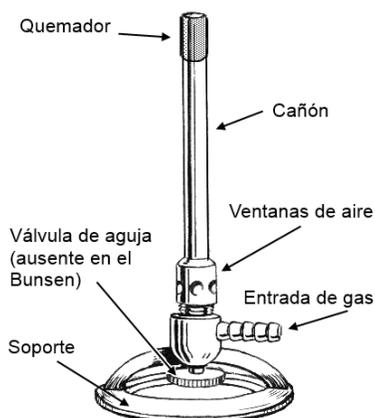


Figura 27. Partes de un mechero Bunsen-Tirrill

El **mechero Bunsen** (ideado por R. Bunsen ,c 1854 y diseñado por P. Desaga) es un mechero que mezcla el aire con gas antes de producirse la ignición (premezcla) y permite generar una llama no luminosa y muy caliente.

El mechero Bunsen posee una conexión para la entrada de gas y una pieza movable colocada adyacente a la conexión de gas para el ajuste de la entrada de aire. El flujo de gas se regula directamente con la llave principal de la fuente de gas.

El **mechero de Tirril** (también conocido como Bunsen-Tirrill) aporta una mejora al agregar una llave de aguja en la base del mechero para controlar el flujo de gas, lo cual permite estabilizar la llama más fácilmente que con la llave de paso principal al proveer un ajuste más fino (Figura 27).

En la llama de los mecheros Bunsen- Tirril pueden distinguirse tres partes (Figura 28), el **cono interno** muestra un color azul claro intenso. Este cono puede producir la ilusión de ser enteramente azul; sin embargo, la cantidad de gas frío que sale del cañón es tan grande que dentro del cono no hay combustión (y por ende tampoco emisión de luz), no obstante, su temperatura es de 300 °C a 350 °C, siendo el color azul producto de la combustión que ocurre sólo en la "coraza" del cono, donde la temperatura va de 500 °C a 1300 C.



Figura 28 Características de la llama de un mechero Bunsen-Tirrill

La **punta luminosa** se encuentra ubicada en la parte superior del cono interno, y define el inicio de la "zona inferior de reducción". La punta luminosa es la mejor zona de la llama para realizar reducciones, debido a su alta concentración de reductores y elevada temperatura (hasta 1400 °C). Es la parte más luminosa de la llama (con las ventanas de aire abiertas) debido a la incandescencia de algunas partículas que son luego quemadas completamente en el manto. La temperatura es más alta que en el cono interno debido a que la cantidad de gas frío ya no es tan grande, así como a la cercanía del manto.

El **manto externo** o simplemente "manto" es la porción más externa de la llama y a ello debe su mayor concentración de oxígeno ambiental, la combustión en el manto ocurre casi por completo. Esta parte de la llama es, por ende, muy pobre en reductores y rica en oxígeno, por lo que es buena para realizar oxidaciones.

Cuando la entrada de aire es suficiente para garantizar una combustión completa, es posible identificar tres zonas en la llama (Figura 28) cuyas características se resumen en la tabla a continuación:

ZONA DE LA LLAMA	CARACTERÍSTICAS
Zona superior de oxidación	Temperatura alta, rica en oxígeno
Zona de fusión	Se ubica entre 1/3 y 2/3 de la altura de la llama, la temperatura alcanza su máximo (hasta 1600 °C)
Zona inferior de reducción	Formada por la coraza del cono interior y la punta luminosa. Relativamente pobre en oxígeno, rica en especies reductoras.

Operación del mechero

- Asegure con fuerza la manguera de gas en la conexión en la base del mechero y en la llave de suministro de gas en el mesón.
- Cierre la ventana de aire en la base del cañón del mechero.
- En el caso de un mechero Tirril, cierre la válvula de aguja del mechero, y abra la llave del suministro en el mesón.
- Sitúe el mechero para que no quede en línea con la llave del suministro (Figura 29) y asegúrese que la manguera no se tuerce haciendo una curva que comprometa la estabilidad del mechero haciéndolo caer. Verifique que la llama no quedará cercana a la manguera plástica que suministra el gas al mechero. Preste atención en todo momento a la ubicación del mechero y la presencia de materiales combustibles.
- Encienda un yesquero o un fósforo y acérquelo a la boca del quemador, en el mechero Bunsen, abra la llave de suministro del mesón, en el caso del mechero Tirril, abra la válvula en su base (*mantenga su cara y cabello lejos de la boca del mechero*).
- Una vez encendido el mechero, ajuste la ventana de aire hasta alcanzar una llama azul.

Por razones de seguridad no deje el mechero encendido si va a pasar varios minutos sin usarlo. El mechero debería mantenerse frío en su totalidad, con la única excepción de la punta. Por ende el quemador debería ser manipulable con la mano. Tenga cuidado al mover el mechero agarrándolo por la base.

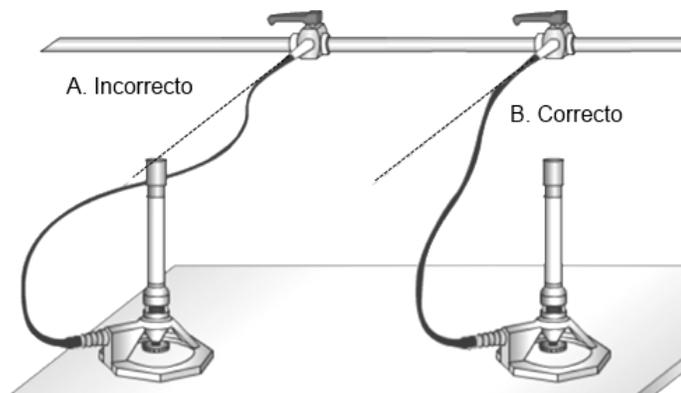


Figura 29. Disposición del mechero con respecto a la manguera y llave de suministro

TÉCNICA 11

MEDICIONES DE TEMPERATURA

TEC-11

Un termómetro es un instrumento que permite realizar medidas de temperatura. Se fundamenta en la variación de alguna propiedad física, fácilmente medible, que se altera de una manera reproducible al cambiar la temperatura. Un ejemplo común son los termómetros de líquido en vidrio en los cuales se aprovecha la dilatación que experimenta una sustancia líquida (denominada líquido termométrico) en función de la temperatura. Tradicionalmente el líquido empleado era mercurio, pero, debido a su toxicidad y a las regulaciones internacionales que sobre su producción y uso han surgido en los últimos años, se ha reemplazado ampliamente por solventes orgánicos.

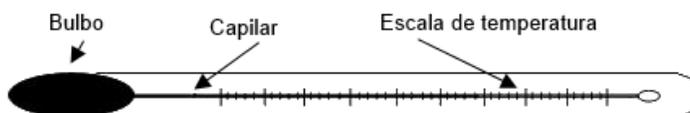


Figura 30. Partes de un termómetro de líquido en vidrio

Los termómetros de líquido en vidrio constan de al menos tres partes (Figura 30). El depósito de líquido o bulbo es un depósito que contiene el líquido termométrico, un tubo capilar muy fino que permite transformar el cambio de volumen por dilatación en un movimiento lineal fácil de apreciar y la escala de temperatura, mediante la cual se realiza la lectura propiamente dicha al observar la posición del menisco del líquido en el capilar. Los termómetros corrientes suelen presentar una división (resolución) por cada unidad o grado de su escala de temperatura.

Los termómetros de vidrio deben tratarse con el debido cuidado. Nunca se los debe golpear contra superficies duras, dado que pueden provocarse pequeñas rajaduras que afectan la exactitud. No someta al termómetro de vidrio a cambios extremos de temperatura; el vidrio podría quebrarse o la columna de líquido separarse en partes.

De acuerdo a su forma uso, existen dos tipos de termómetros de líquido en vidrio:

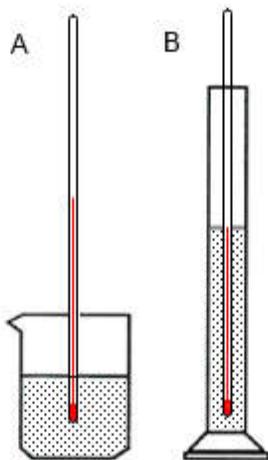


Figura 31. Modo de uso de los termómetros de (A) inmersión parcial y (B) inmersión total

- Los termómetros de inmersión parcial se sumergen en el líquido hasta la profundidad especificada por una marca que se encuentra en el termómetro antes del inicio de la escala de temperatura. La parte restante del cuerpo (emergente) queda expuesta al aire (Figura 31 A).
- Los termómetros de inmersión total deben sumergirse hasta la marca de temperatura del líquido que figura en el termómetro. Es decir hasta el mismo menisco del líquido termométrico (Figura 31 B). Se elevan un poco al momento de tomar la lectura.

Si un termómetro no se usa de acuerdo al método que corresponde a su tipo, las lecturas estarán fuera de su tolerancia de fabricación.

Para realizar una medición de temperatura con un termómetro de líquido en vidrio se deben seguir los siguientes pasos.

A diferencia de los termómetros clínicos, los termómetros de laboratorio no requieren sacudirlos para "bajar" la temperatura antes de usarlo. Simplemente se deja que lo hagan por sí mismos a medida que se enfrían.

1. Verifique que el bulbo no contiene burbujas de gas y que la columna en el capilar no presenta discontinuidades (columna "rota"), en cuyo caso el termómetro no puede usarse.
2. Introduzca el bulbo en el medio cuya temperatura se va a determinar y sumerja el termómetro de acuerdo a su tipo.
4. Es necesario la agitación mecánica del medio para garantizar que existe homogeneidad térmica (todas sus partes tienen la misma temperatura). Si es necesario use el mismo termómetro para agitar realizando movimientos circulares suaves, procurando no golpear el bulbo con las paredes del recipiente.
5. Espere el tiempo para permitir que fluya el calor hacia o desde el bulbo, el líquido termométrico reaccione dilatándose o contrayéndose y se alcance el equilibrio térmico. No existe una regla general sobre cuánto tiempo es necesario esperar antes de realizar la lectura. La mejor técnica es observar el movimiento de la columna de líquido y determinar cuando deja de cambiar. En ese momento se habrá alcanzado el equilibrio térmico entre el termómetro y el medio y se podrá realizar la lectura.

Por lo ya indicado, siempre es necesario mezclar para homogeneizar térmicamente el medio que se mide, pero si dicho medio tiene poca masa y la agitación mecánica es muy fuerte y/o prolongada, es posible obtener una lectura falsa al provocar un incremento de la temperatura.

También debe señalarse que al tomar la temperatura de una muestra muy pequeña, su temperatura cambiará sensiblemente debido a la transferencia de calor (hacia o desde el termómetro), siendo necesario emplear un termómetro con una capacidad calorífica pequeña (probablemente de tipo electrónico) para medir la temperatura en forma exacta.

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

J. A. Beran, *Laboratory Manual for Principle of General Chemistry*, 10th Ed, John Wiley & Sons, 2014. Capítulo "Laboratory Techniques"

J. Dean, A. Jones, D. Holmes, R. Reed, J. Weyers, A. Jones, *Practical Skills in Chemistry*, Prentice Hall, 2002. Capítulo "Fundamental laboratory techniques"

D. Skoog, D. West, F. Holler, S. Crouch, *Fundamentos de Química Analítica*, 8va Ed. International, Thomson Editores, Capítulos 2

G. Christian. *Química Analítica*, 6ta Ed., McGraw-Hill, 2009. Capítulo 2.

V. Williamson, L. Peck, *Experiments in General Chemistry: Inquiry and Skill Building*, Brooks/Cole, 2009. Capítulo "Common Procedures and Concepts"

J. Zubrick, *The Organic Chem Lab Survival Manual, A Student's Guide to Techniques*, John Wiley & Sons, 1988.

D. Harvey, *Modern Analytical Chemistry*, McGraw-Hill, 2000,

R. Thompson, *Illustrated Guide to Home Chemistry Experiments*, O'Reilly, 2008.

Corning Incorporated. *Suggestions for Cleaning Glassware, Application Note*. POD CLS-AN-112.

Ohaus Dial-O-Gram Balance Model 310. Instruction Manual

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuelas de Química
Alberto J. Fernández
Francisco X. García

PRÁCTICA 1.

EL MECHERO Y ENSAYOS A LA LLAMA

TÉCNICAS APLICADAS:

TEC 1 TEC 2 TEC 10

OBJETIVOS

- Conocer el mechero y sus partes.
- Estudiar la llama y los fenómenos de combustión.
- Determinar los iones responsables de la coloración a la llama mediante ensayos a la llama.
- Identificar elementos en muestras problema.

INTRODUCCIÓN

Los mecheros de tipo Bunsen o Tyrril son frecuentes en un laboratorio de química general y muchas veces son la primera elección para el calentamiento durante un experimento. Un mechero está diseñado para permitir la mezcla de gas y aire en forma controlada antes que ocurra la combustión. El gas empleado es un hidrocarburo de bajo peso molecular (por ejemplo, propano, butano, gas natural, etc.).

La cantidad de aire en la mezcla puede alterarse ajustando una “ventana” que regula su entrada. Si la ventana está cerrada el aporte de aire es insuficiente para una combustión completa. Se observa que la llama presenta una coloración amarilla y puede demostrarse que es relativamente poco caliente.

Por otro lado, si se abre la ventana y aumenta el suministro de aire se alcanza la combustión completa del gas, obteniéndose una llama poco luminosa, de color azul violáceo, y bastante caliente.

En esta llama se distinguen dos partes (Figura 32): un cono interior de color azul pálido en la base de la misma y un cono externo, que envuelve al primero, al que se le denomina manto.

El cono interno es la región más fría de la llama y la máxima temperatura se encuentra en la región central de la misma (indicada como zona de fusión en la Figura 32). En la Técnica 10, se describe ampliamente el uso del mechero y las características de la llama.

Cuando los metales o sus compuestos, se calientan a altas temperaturas en una llama, esta adquiere colores brillantes que son característicos de cada metal. De una forma sencilla se puede afirmar que los átomos metálicos absorben energía de la llama y posteriormente la liberan en forma de luz de un color dado.

Las sales en estado sólido contienen a los átomos metálicos en forma de iones positivos (cationes), no obstante, cuando las sales se calientan a la elevada temperatura suelen disociarse originando átomos gaseosos y no iones. La temperatura del mechero Bunsen (o Tirrill) es suficiente para vaporizar y atomizar muchas sales.

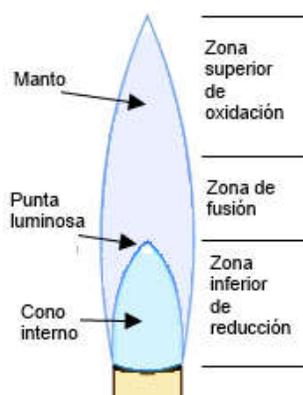


Figura 32. Partes y zonas de la llama en un mechero tipo Bunsen

Se denomina relajación al proceso mediante el cual un átomo en estado excitado pierde energía y regresa a su estado fundamental.

Consideremos el caso del cloruro de sodio expuesto a una llama Bunsen, en la cual ocurren los siguientes procesos:



Los dos primeros procesos consumen energía y son los responsables de la formación de especies atómicas libres en estado gaseoso. El metal, entonces, absorbe más energía pasando a un **estado excitado**, es decir de alta energía. En el caso del sodio este proceso ocurre al promoverse un electrón de un orbital de valencia $3s$ a un orbital desocupado $3p$ (es decir, el sodio pasa de la configuración $[\text{Ne}]3s$ a la configuración $[\text{Ne}]3p$). Finalmente, la especie excitada pierde energía en forma de luz visible regresando al **estado fundamental**. Este es el paso responsable de impartir una coloración específica a la llama.

Debe ser claro que el color que un metal imparte a la llama dependerá de su energía de excitación específica, la cual no es más que la diferencia entre las energías de un estado excitado particular y su estado fundamental. Por lo tanto, cada elemento generará un color específico al exponerse a la llama permitiendo emplear esta coloración como un ensayo *indicativo* de su presencia en una muestra.

Dicho lo anterior podemos establecer que el ensayo a la llama consiste en exponer una sal o solución que contiene una sal a la llama de un mechero Bunsen, observando la coloración ocasionada así como su intensidad. Debido a que el ojo humano percibe la mezcla de dos o más colores como un nuevo color no es posible aplicar este ensayo a mezclas de sales.

PARTE EXPERIMENTAL



Antes de proceder con la parte experimental es necesario familiarizarse con la información sobre el mechero que se da en la Técnica 10

Como medida de precaución, prepare un vaso de precipitado (beaker) de 250mL o más con agua corriente (no destilada), con el fin de disponer de un envase para apagar inmediatamente cualquier material que se encienda.

Proceda a identificar cada una de las partes del mechero y verifique su correcto funcionamiento. Conecte la manguera a la llave más cercana a su puesto de trabajo y verifique la existencia de fugas de gas tanto en la llave de gas como en la entrada del mechero.

Para verificar fugas de gas se abre el paso del mismo manteniendo la llave de regulación del mechero completamente cerrada y añadiendo una pequeña cantidad de agua jabonosa en las dos conexiones de la manguera, si se observa la formación de burbujas existe una fuga.

Ante cualquier duda sobre la operación del mechero consulta con el preparador o profesor.

EXPERIENCIA 1:
Combustión completa y parcial en la llama del mechero

En este experimento se evalúa el efecto del estado de la ventana del mechero (abierta/cerrada) sobre las características de la llama y la temperatura relativa de algunas partes de ésta.

Registre en su cuaderno los datos de esta experiencia según los Formatos ① y ②

A. Prueba con las ventanas de aire cerradas

Encienda el mechero con las ventanas de aire cerradas, observe la llama generada. Pase un vidrio de reloj limpio y seco sobre la punta superior de la llama, con movimientos circulares constantes para evitar que el vidrio estalle debido a un sobrecalentamiento.

Observe la superficie del vidrio durante unos 15 a 30 segundos.

B. Prueba con las ventanas de aire abiertas

Permita enfriar un poco el vidrio de reloj y límpielo con ayuda de una servilleta.

Con el mechero encendido, abra las ventanas de aire y repita la experiencia con el vidrio de reloj limpio.

Observe la superficie del vidrio durante unos 15 a 30 segundos.

C. Temperatura relativa del cono interno de la llama

Con las ventanas de aire abiertas, introduzca rápidamente un fósforo nuevo y apagado en el centro del cono interno. Asegúrese que la cabeza del fósforo está en el centro del cono. Observe detenidamente lo que ocurre durante unos segundos.

Repita el experimento con otro fósforo, esta vez introduciéndolo en el manto, inmediatamente sobre la punta luminosa. Observe lo que ocurre y compare con la prueba previa.

EXPERIENCIA 2:
Observación de la coloración a la llama de compuestos con iones comunes

En este experimento se observa el efecto sobre la coloración de la llama al introducir en ella una sal o solución salina. Se evalúan compuestos que comparten algunos cationes o aniones.

En caso que el algodón del hisopo empiece a arder, simplemente introdúzcalo en el beaker con agua para apagarlo.

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ③

A. Blanco del ensayo

El propósito de este experimento es observar el efecto que sobre la llama pueda tener el solvente de las soluciones (agua) y el hisopo, a objeto de establecer una referencia (blanco) para los experimentos siguientes.

Humedezca muy bien un hisopo con agua destilada

Introduzca la punta del hisopo en la base de la llama, perpendicular a la línea vertical descrita por el mechero y la llama, mueva rápidamente el hisopo de la base de la llama al cono superior.

Observe el color impartido a la llama.

Tenga cuidado de no introducir el bastoncito del hisopo en el mechero, así como de no dejar al hisopo expuesto a la llama por más de 20 segundos, pues este podría incinerarse.

B. Ensayo de reactivos

Los compuestos a estudiar serán soluciones de NaCl, NaHCO₃, NaOH, HCl y NH₄Cl (respeta esta secuencia al realizar tus pruebas). Use un hisopo nuevo para cada solución

Nunca introduzca el hisopo directamente en el recipiente contenedor de las soluciones ya que podría contaminarse todo el recipiente y dañar el trabajo de otros y el suyo. Recuerde que el hisopo debe estar bien mojado para introducirse en la llama, de lo contrario empezará muy pronto a quemarse el algodón afectando las observaciones.

En un vidrio de reloj, obtenga una pequeña muestra de la solución del compuesto a estudiar.

Humedezca bien la punta de un hisopo nuevo con la solución a estudiar.

Lleva el hisopo con la muestra a la llama introduciéndolo en su base y haciendo un recorrido ascendente desde el cono interior hasta el manto.

Espere unos segundos y observe el color y la forma de la llama generada, su persistencia, zona en donde se inicia su observación y cualquier otra característica que le parezca relevante

EXPERIENCIA 3: **Ensayos a la llama de** **varios compuestos**

En este experimento se evalúa la coloración impartida a la llama por varias sales con el mismo anión y por el ácido bórico .

Registre los datos de esta experiencia en forma similar al Formato ③

Siguiendo la técnica ya explicada, realice ensayos a la llama de soluciones de SrCl₂, KCl, CuCl₂, CaCl₂, BaCl₂ y H₃BO₃. Debe poder distinguir claramente los colores e intensidades de la llama de cada uno de los compuestos analizados. Repita la experiencia en caso de duda. Anote sus observaciones registrando aspectos tales como ubicación, persistencia o duración del color (ver experimento 2).

EXPERIENCIA 4: **Identificación de una** **muestra problema**

En este experimento se trata de identificar una catión o anión presente en un compuesto desconocido a través de su ensayo a la llama.

Obtenga una muestra problema. Anote su número.

Efectúe el ensayo a la llama. Registre su color y las características de su coloración en forma similar a la empleada en el Formato ③.

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

Michael J. Sanger y Amy J. Phelps. Journal of Chemical Education, 2004, 81 (7), p 969.

Frank Welcher, Richard Hahn (1967) *Semimicro Qualitative Analysis*, D. Van Nostand Company, Inc.. Capítulo 3

Vogel's Macro and semimicro qualitative inorganic analysis, 5th edition (1979), Longman Inc., Capítulo 2

Raymond Chang (2010), *Química* (Décima Edición) Mc Graw Hill Interamericana Editores S.A. Capítulo 7.

Ralph Petrucci, Geoffrey Herring, Jeffry Madura, Carey Bissonnette (2011), *Química General* (10^{ma} Edición), Pearson Educación, S.A., Capítulo 8

Theodore Brown, Eugene LeMay, Bruce Bursten, Julia Burdge, (2004), *Química. La ciencia central* (9^{na} Edición). Pearson Educación, Capítulo 6

John McMurry, Robert Fay (2003), *Chemistry* (4th Edition). Prentice Hall, Capítulo 5.

Kenneth Whitten, Raymond Davis, Larry Peck, George Stanley (2008), *Química* (8^{va} Edición), Cengage Learning Editores, S.A. de C.V., Capítulo 4

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES

① Experiencia 1. Partes A y B.

<i>Prueba</i>	<i>Característica de la llama</i>	<i>Observación vidrio de reloj</i>
<i>Ventanas de aire cerradas</i>		
<i>Ventanas de aire abiertas</i>		

② Experiencia 1. Parte C.

<i>Prueba</i>	<i>Observaciones</i>
<i>Fósforo en el cono interior</i>	
<i>Fósforo en el manto</i>	

③ Experiencia 2.

<i>Muestra</i>	<i>Color e intensidad de la llama</i>	<i>Otras observaciones</i>
<i>Agua destilada</i>		
<i>NaCl</i>		
<i>NaHCO₃</i>		
<i>NaOH</i>		
<i>HCl</i>		
<i>NH₄Cl</i>		

CUESTIONARIO PRELABORATORIO

- ❶ ¿Puede afirmarse que la reacción de combustión que ocurre en el mechero es endotérmica o exotérmica?

❷ ¿Por qué es necesario emplear una llama o una chispa para iniciar la combustión? ❸ ¿Por qué no hace falta seguir aplicando la llama o chispa una vez que se ha iniciado la reacción? Argumente sus respuestas.
- Suponga que un mechero Bunsen es alimentado con propano (C_3H_8) ❶ Escriba la ecuación química balanceada para la combustión del propano a CO_2 y agua ❷ ¿Quién debe ser el reactivo limitante para que la combustión sea parcial o incompleta?
- Proponga una ecuación química balanceada para la combustión incompleta del propano. La reacción debe ser capaz de explicar el ennegrecimiento de un vidrio de reloj puesto sobre la llama como en la parte B de la experiencia 1 (Nota: el ennegrecimiento se debe a la formación de hollín durante la combustión).
- Defina los siguientes términos *en relación a la práctica*: vaporizar, atomizar, ionizar, excitación y relajación.
- ¿Cuáles de los procesos mencionados en la pregunta 4 requieren energía y cuales la liberan?
- Indique la configuración electrónica de los siguientes elementos en sus estados fundamental y excitado: Na, K, Ba y Ca.
- ❶ Explique que es el “blanco” de un experimento y para qué sirve. ❷ ¿Cuál sería el blanco en los ensayos a la llama?
- ¿Por qué no debe introducirse directamente el hisopo en el recipiente de la muestra?
- Complete la siguiente tabla

Elemento	Coloración a la llama	Intensidad
Bario		
Boro		
Calcio		
Cobre		
Estroncio		
Potasio		
Sodio		
NH_4^+		

- Suponga que se tiene una mezcla de dos sales con algunos de los elementos indicados en la pregunta 9 ¿Podría el ensayo a la llama permitir diferenciarlos y determinar quiénes son? Argumente su respuesta.
- Según el procedimiento de la experiencia 2, se debe colocar el hisopo en la base de la llama y moverlo hacia el cono superior. ¿En qué región de la llama debería encontrarse el hisopo con la muestra para que ocurra la emisión? Argumente su respuesta.
- Considere los resultados del siguiente experimento con sales de composición desconocida

Experimento	Sal	Coloración a la llama
1	AX	Morado
2	AY	Morado
3	AZ	Morado pálido
4	BX	Incoloro
5	CX	Incoloro

NOTAS

A, C y B son cationes.
X, Y y Z son aniones.

Determine el/los elementos (A, C, B, X, Y y/o Z) responsables de las coloración y los elementos que con certeza no producen coloración a la llama. Argumente y soporte en forma lógica sus conclusiones.

13. Suponga que se tienen tres sales de un mismo elemento, AX, AY y AZ. Conociendo que AY es la más volátil de las tres y que AZ es la más refractaria. Ordene las sales en orden de intensidad de su coloración a la llama (de más a menos intensa). Justifique su respuesta en términos de los procesos que conducen a la coloración de la llama.

ACTIVIDADES POSTLABORATORIO

Estas actividades deben incluirse en el cuaderno de laboratorio e informe de práctica

1. En la experiencia 1, partes A y B (argumente todas sus respuestas):
 - a. ¿Qué supone que se está formando sobre el vidrio de reloj?
 - b. Considerando su respuesta, ¿qué se puede inferir sobre la temperatura de la llama cuando hay formación de residuo y cuando no lo hay?,
 - c. Suponiendo que se usa propano como combustible, plantee dos ecuaciones como explicación tentativa de lo que está ocurriendo
2. En relación a la experiencia 1, parte C, que puede inferirse respecto a la temperatura en las zonas de la llama ensayadas. Argumente su respuesta.
3. Tomando en cuenta sus resultados en la experiencia 2 ❶ argumente cuales son las especies responsables de la coloración de la llama y cuales, definitivamente, no colorean la llama en las condiciones ensayadas. ❷ Muestre sus resultados en una tabla donde se indique cada especie, la coloración impartida y su intensidad.
4. En relación a la experiencia 3 y tomando en cuenta sus conclusiones en la experiencia 2, ❶ argumente cuáles son las especies responsables de la coloración de la llama. ❷ Presente sus resultado en una tabla donde se indique cada especie, la coloración impartida y su intensidad

PRÁCTICA 2.

INDICIOS DE REACCIONES QUÍMICAS

TÉCNICAS APLICADAS:

TEC 1 TEC 2 TEC 11

OBJETIVOS

- Observar diversos indicios asociados a los cambios químicos y físicos
 - Emplear reacciones químicas de precipitación y cambios de color como medio para detectar especies químicas en agua corriente
 - Emplear comparaciones cualitativas para determinar la concentración de especies químicas
-

INTRODUCCIÓN

Los *cambios físicos* ocurren sin afectar la composición de la materia.

Una reacción química *necesariamente* involucra el rompimiento y formación de enlaces químicos y/o cambios en el estado de oxidación.

En general la materia puede sufrir cambios físicos o químicos. Los cambios químicos suceden mediante las **reacciones químicas**, y éstas se representan mediante las **ecuaciones químicas**. Las reacciones químicas ocurren a cada segundo y en todo el universo; acontecen en el aire, en el suelo, en las plantas, animales, en la cocina, en automóviles, etc. Son ejemplos de reacciones químicas: la respiración, la fotosíntesis, el metabolismo, la oxidación de piezas metálicas, la combustión de gasolina, etc.

Para que ocurra una reacción es necesaria la presencia de una o más sustancias, para que se descompongan o se combinen y así formar la o las nuevas sustancias. Por ejemplo en la combustión de la gasolina se combinan hidrocarburos líquidos y aire y se genera como productos dióxido de carbono, monóxido de carbono y vapor de agua mayoritariamente. Se entiende entonces que las reacciones químicas son los cambios, reacomodos o reorganizaciones que sufren los átomos de las sustancias para producir nuevas sustancias. Esto involucra el rompimiento de los enlaces químicos existentes en las sustancias iniciales (reactantes) para formar nuevos enlaces, cambios de estado de oxidación, etc. y por lo tanto, la formación de otras sustancias (productos) con propiedades diferentes.

El té que cambia de color al añadirle limón, o los clavos que se oxidan con el paso del tiempo, están experimentando reacciones químicas. En el primer caso, algunos de los componentes del té son transformados químicamente al disminuir el pH del medio por el efecto de los ácidos del limón. En el segundo caso, el oxígeno en el aire actúa sobre el hierro del clavo produciendo la oxidación del metal y su paso a óxido férrico, ese sólido marrón rojizo que con tanta frecuencia observamos en las superficies metálicas expuestas al aire.

Por el contrario, la sal en una salina, no sufre una reacción química al ser purificada por **recristalización** y pulverizada muy finamente para el consumo humano, solo se eliminan contaminantes y cambia su forma física de grandes cristales a pequeños cristales, pero químicamente sigue siendo NaCl. Éste es un caso claro de cambio físico que para nada modifica químicamente el material.

La reacción química es el cambio o transformación de uno o más reactivos en productos, la ecuación química es la representación de la reacción.

Es necesario conocer la diferencia existente entre reacciones químicas y ecuaciones químicas. Las reacciones químicas son los procesos en los cuales las sustancias son transformadas en términos de su estructura interna y/o composición. En todos los procesos de transformación química un número entero de moléculas o átomos reacciona con un número también entero de otro u otros reactantes. En la inmensa mayoría de los casos esos números pueden determinarse y especificarse, y se cumplen de manera fiel y sin excepciones. Por ejemplo, dos moléculas de hidrógeno reaccionan con una molécula de oxígeno formando dos moléculas de agua. ¿Qué es entonces una ecuación química y en qué se diferencia de una reacción? Las ecuaciones químicas son expresiones matemáticas que representan lo que ocurre en una reacción química, son una esquematización algebraica del fenómeno químico que ocurre a nivel microscópico, para hacer posible su estudio por parte de los experimentadores a nivel macroscópico.

Para el correcto análisis de la mayoría de los fenómenos químicos, el analista debe conocer no sólo los reactantes y productos de una reacción, sino las proporciones en las que esos reactantes y productos participan en esa reacción. Esto es la **estequiometría** de la reacción y la forma de trabajarla es por medio de las ecuaciones químicas. Las ecuaciones son, por lo tanto, fundamentales en el análisis de casi cualquier reacción química.

¿Cómo se puede distinguir una reacción química de una simple transformación física? Existen varios **indicios** que a simple vista permiten *sugerir* qué ha ocurrido o está ocurriendo una reacción química. Ocurren muchas reacciones en las cuales no es posible detectar que están ocurriendo sin la ayuda de elementos auxiliares, como otros reactivos o instrumentos analíticos.

Entre los fenómenos perceptibles a simple vista que suelen estar presentes en una reacción química podemos mencionar:

- Cambios de color
- Cambios de temperatura
- Desprendimiento de gases
- Formación de sólidos (precipitados)

Frecuentemente pueden observarse más de uno de estos fenómenos en una reacción química. Sin embargo, su aparición no implica que haya ocurrido una reacción. Es necesario conocer la identidad y reactividad de las sustancias presentes así como entender el proceso observado en aras de poder discernir si es un cambio químico o no.

PARTE EXPERIMENTAL

Desarrolla tu lenguaje científico.

Algunos términos empleados al describir sólidos son: pulverulento, polvoriento, finamente dividido, granular, laminar, flóculo, gelatinoso, cristalino, etc.

La mayoría de los siguientes experimentos son de naturaleza cualitativa, por lo que no es necesaria una medición exacta de los volúmenes y masa de los reactivos a emplear. Debe garantizar que todo el material de vidrio esté limpio y evitar la contaminación de los reactivos entre sí. Las cantidades de reactivos en esta experiencia son aproximadas, procure usar la menor cantidad posible.

La observación detallada del aspecto de las disoluciones que empleará, así como de los cambios que se produzcan al mezclarlas, es de suma importancia. Lo mismo se puede afirmar sobre el producto o productos de la reacción. Sólo si se ha realizado una observación precisa podrá desarrollar conclusiones y justificar los cambios observados a través de ecuaciones químicas.

Debido a la diversidad de compuestos químicos que deberá manipular en esta práctica es fundamental que conozca la toxicidad de cada uno de ellos y los productos de reacción.

EXPERIENCIA 1:

Reacción entre el anión permanganato y el anión oxalato

Preste atención a la coloración de cada reactivo *antes* de mezclarlos.

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ①

Rotule dos tubos de ensayos limpios y bien escurridos (1 y 2)

Vierta en el primero 5 mL de disolución acuosa de oxalato de sodio ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 0,01M. Añada 2 gotas de solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 3M.

En el segundo tubo añada 5mL de agua destilada e igualmente 2 gotas de H_2SO_4 3M. Este será el blanco del experimento.

Añada a cada uno de los tubos 3 gotas de disolución de permanganato de potasio (KMnO_4) 0,01M.

Observe durante unos minutos y compare lo ocurrido en ambos tubos.

EXPERIENCIA 2:

Formación de un complejo coloreado de Fe(III)

Registre los datos de esta experiencia según los Formatos ② - ④

A. Reacción entre el Fe^{3+} y el anión tiocianato

Rotule tres tubos de ensayos limpios y bien escurridos (1, 2 y 3)

Agregue a cada uno de ellos aproximadamente 5 mL de agua destilada y 2 gotas de HCl 3M.

En el tubo número 2, añada dos gotas de nitrato férrico ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) 1M. Mezcle bien y observe si ocurre algún cambio.

Tome una gota de la solución resultante en el tubo 2 y agréguela al tubo 3. Mezcle y observe si ocurre algún cambio.

Agregue a cada uno de los tubos aproximadamente 1 mL de disolución de tiocianato de potasio (KSCN) 1M. Mezcle bien y observe lo que ocurre en cada tubo.

Conserve el tubo 2, lo usará en la Parte B.

B. Efecto de la dilución sobre el color de una solución

Rotule cuatro tubos de ensayos limpios y bien escurridos (A, B, C y D)

Vierta aproximadamente 2 mL de la solución del tubo 2 de la Parte A en el tubo A y complete con 8 mL agua destilada hasta un volumen final de 10 mL, agite para homogeneizar.

Transfiera al tubo B, 2 mL de la solución del tubo A y añada 8 mL de agua destilada, agite para homogeneizar.

Repita esto dos veces más para preparar los tubos C y D. Ahora dispondrá de 5 tubos con solución hierro (III) y KSCN a distintas diluciones. Ordénelas de la más concentrada a la más diluida (siendo la más concentrada la solución inicial tubo 2 experiencia 2). Observe la relación intensidad de color versus concentración.

Si un ensayo de detección resulta negativo no significa que no existe la sustancia investigada (el *analito*), ya que puede deberse a que su concentración es inferior a lo que la técnica puede detectar, por eso se reporta “no se detecta” o “< LD” (LD es el límite de detección establecido para el ensayo).

C Detección de hierro en agua corriente

Llena un tubo de ensayo con 9 mL de agua de corriente (no destilada).

Agregue 2 gotas de HCl 3M, 1 mL de KSCN 1M y mezcle bien. Para una mejor observación coloca el tubo sobre un fondo de color blanco.

Compare el color de la solución resultante con la serie de soluciones de Fe (III) (Parte B), tratando de ubicar el tubo en la posición que por su coloración le correspondería.

EXPERIENCIA 3

Reacción entre Ba(II) y el anión sulfato

Registre los datos de esta experiencia de forma similar al Formato ②

Rotule dos tubos de ensayos limpios y bien escurridos (1 y 2)

Vierta en el primer tubo de ensayo 2 mL de agua destilada y 2 mL de solución 0,5M de sulfato de amonio ((NH₄)₂SO₄), mezcle bien.

Vierta 1 mL de esta disolución en el segundo tubo y diluya añadiendo 2 mL de agua destilada, agite para homogeneizar.

Agregue a cada uno de los dos tubos 2 gotas de HCl 3M y 1 mL de disolución de BaCl₂ 0,5M. Agite y deje reposar.

Observe lo ocurrido y describa en su cuaderno todas sus observaciones, incluyendo el aspecto físico del sólido.

EXPERIENCIA 4

Reacción entre el catión Ag(I) y el anión cloruro

Para *curar* el tubo de ensayo añada unos 2-3 mL de agua destilada, enjuague bien el interior del tubo y descarte. Repita el procedimiento al menos una vez más.

Registre los datos de esta experiencia de forma similar a los Formatos ② – ④

Curar cuatro tubos de ensayos dos veces con agua destilada y escúrralos bien. Rotúlelos del 1 al 4.

Vierta en cada uno de ellos 10 mL de agua destilada y 2 gotas de disolución 3M de HNO₃.

En el tubo 1 añada 5 gotas de HCl 3M, agite para homogeneizar. Extraiga una gota de la solución resultante del tubo 1 y añádala en el tubo 2 agite, posteriormente añada una gota de la solución resultante en el tubo 3, agite para homogeneizar. Ahora dispone de cuatro soluciones que poseen diferentes concentraciones de HCl: la más concentrada en el tubo 1 la más diluida en el tubo 4.

El tubo 4 posee una concentración de HCl igual a cero, lo que se tomará como el blanco del experimento.

Vierta en cada uno de los 4 tubos dos gotas de disolución 0,1M de AgNO₃. Observe cuidadosamente lo que ocurre y anótelos en su cuaderno. Compare los sólidos obtenidos en cada caso: su aspecto físico y la cantidad.

Detección visual de la presencia de cloruros en agua corriente

En un tubo de ensayo limpio agregue unos 10 mL de agua corriente.

Agregue 2 gotas de disolución 3M de HNO₃ y 2 gotas de AgNO₃ 1M, agite para homogeneizar. Observe. Recuerde que el tubo 4 anteriormente preparado es el blanco para la reacción.

EXPERIENCIA 5**Reacción entre Fe(III) e hidróxido de amonio**

Agregue en un tubo de ensayo limpio y escurrido 2 mL de disolución 1M de FeCl_3 y 2 mL de disolución 6M de amoníaco en agua (*"hidróxido de amonio"*). Agite el tubo hasta mezclar bien.

Deje reposar, observe el precipitado formado y descríballo.

EXPERIENCIA 6**Reacciones en las que se generan gases**

Vierta 1 mL de disolución de Na_2CO_3 1M en un tubo de ensayo limpio.

Incline el tubo y agregue gota a gota una disolución de HCl 6M, dejando resbalar las gotas de ácido por la pared del tubo de manera que pueda observar lo que ocurre al mezclarse las dos disoluciones.

Agregue una gota y observe antes de añadir las subsiguientes. Cuente las gotas que va añadiendo, determinando cuántas son necesarias para concluir visiblemente la reacción.

Registre sus observaciones.

EXPERIENCIA 7**Reacciones en las que se genera o absorbe calor**

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ①

A. Reacción de neutralización

En un tubo de ensayo vierta 2 mL de NaOH 6M. Introduzca un termómetro, permita que se equilibre y anote la temperatura.

Agregue 20 gotas de una disolución 6M de HCl, agitando durante la adición. Reinserte el termómetro y observe el cambio de temperatura. Toque cuidadosamente la parte externa del fondo del tubo para percibir el cambio de temperatura con sus dedos.

Repetición del ensayo con soluciones diluidas

En un tubo de ensayo agregue 1 mL de agua destilada y luego, despacio, 1 mL de HCl 6M, mezcle bien. La solución resultante es aproximadamente 3M.

En otro tubo de ensayo, agregue 1 mL de agua destilada y 1 mL de NaOH 6M. La solución resultante es aproximadamente 3M.

En el tubo de ensayo con la solución diluida de NaOH, introduzca un termómetro, permita que se equilibre y anote la temperatura.

Agregue 20 gotas de la disolución diluida (3M) de HCl, agitando durante la adición. Reinserte el termómetro y observe el cambio de temperatura. Toque cuidadosamente la parte externa del fondo del tubo para percibir la temperatura.

B. Disolución de una sal

Vierta en un tubo de ensayo 5 mL de agua destilada y mida su temperatura mediante el termómetro.

Agregue aproximadamente 0,5 g de cristales de KCl sólido, agite cuidadosamente con el termómetro y registre la variación de la temperatura a medida que el sólido se disuelve.

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

Arthur I. Vogel et al. (1989) *Textbook of Quantitative Chemical Analysis, 5th edition*, Longman Scientific & Technical. Secciones 10.92, 11.72, 11.57 y 17.27

Frank Welcher, Richard Hahn, (1967). *Semimicro qualitative analysis*, D. Van Nostrand Company, Capítulo 21.

Douglas Skoog, Donald West y James Holler (1988) *Fundamentos de Química Analítica* (4^{ta} Edición) Editorial Reverté. Capítulo 4

Ralph Petrucci, Geoffrey Herring, Jeffry Madura, Carey Bissonnette (2011), *Química General* (10^{ma} Edición), Pearson Educación, S.A., Capítulo 23

Theodore Brown, Eugene LeMay, Bruce Bursten, Julia Burdge, (2004), *Química. La ciencia central* (9^{na} Edición). Pearson Educación, Capítulo 23.8

John McMurry, Robert Fay (2003), *Chemistry* (4th Edition). Prentice Hall, Capítulo 20.

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES

① Experiencia 1. Observaciones

Solución	Observaciones
$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	
KMnO_4	

Tiempo (min)	Tubo 1	Tubo 2
Inicial		

② Experiencia 2. Parte A.

Solución	Observaciones
$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	
KSCN	

Tubo de ensayo	Observaciones
1	
2	
3	

③ Experiencia 2. Parte B

Tubo de ensayo	Observaciones
⋮	⋮

④ Experiencia 2. Parte C.

Observaciones: _____

Ordenamiento de los tubos según su coloración (más intenso a menos intenso):

⑤ Experiencia 7. Parte A.

Tubo de ensayo	T inicial (°C)	T final (°C)	Observaciones
1			
2			
3			
4			

⑥ Experiencia 7. Parte B.

Masa de KCl (g): _____

Tubo de ensayo	T inicial (°C)	T final (°C)	Observaciones
1			

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

CUESTIONARIO PRELABORATORIO

1. Cite un ejemplo para cada uno de los indicios de reacciones químicas mencionados en la introducción (cambio de color, cambio de temperatura, desprendimiento de gases y formación de precipitados). Escriba la ecuación química balanceada. *Indique reacciones diferentes a las trabajadas en esta práctica.*
2. Explique el significado de los términos disolver y diluir.
3. Explique que es un precipitado.
4. ❶ Explique que son reacciones endotérmicas y reacciones exotérmicas. ❷ ¿Cuál sería la variable experimental que distingue este tipo de reacciones?
5. ❶ Explique por qué se habla de indicios y no de evidencias de reacciones química ❷ De un ejemplo de uno o más procesos físicos donde ocurra cambios de color, cambios de temperatura, desprendimiento de gases y formación de precipitados.
6. Escriba las ecuaciones iónicas balanceadas de las reacciones correspondientes a las experiencias 1 a 7 (omita los iones espectadores).
7. El ión permanganato (MnO_4^-) presenta una coloración morada intensa muy característica. Calcule la concentración de este ión, en **mg/mL**, en los tubos de ensayo de la experiencia 1. Considere que el volumen de una gota es 0,05 mL.
8. ❶ En la experiencia 1, ¿qué función cumple el segundo tubo de ensayo (blanco del experimento)? ❷ ¿Qué función cumple el H_2SO_4 en esta experiencia? Argumente sus respuestas.
9. Calcule las concentraciones molares *totales* de Fe^{3+} , correspondientes a la experiencia 2, B (tubos 2 y A - D). Considere que el volumen de una gota es 0,05 mL.
10. Calcule las concentraciones molares *totales* de Cl^- , en todos los tubos correspondientes a la experiencia 4. Considere que el volumen de una gota es 0,05 mL.
11. ❶ Calcule el volumen de CO_2 que puede generarse en el experimento 6 (a 25 °C y 680 torr). ❷ ¿Cuántas gotas de HCl 6M serán necesarias? Considere que el volumen de una gota es 0,05 mL.
12. Calcule cuantas gotas de HCl 6M serán necesarias para neutralizar exactamente 2 mL de NaOH 6M. Considere que el volumen de una gota es 0,05 mL.
13. Si en un ensayo de detección de un analito se obtiene un resultado negativo ¿podemos confiar que el analito no está presente? Argumente su respuesta.
14. Se tiene una muestra desconocida que puede ser NaCl o NaHCO_3 ¿Cuál de las reacciones de esta práctica podría utilizarse para distinguir entre uno u otro compuesto? Escriba la(s) ecuación(es) que soporten su afirmación.
15. De acuerdo a las reacciones estudiadas en esta práctica, ¿Cómo demostraría o refutaría la presencia de los siguientes compuestos?:
 - a. KCl en una muestra acuosa
 - b. MgSO_4 en una solución
 - c. CaCO_3 en un mineral
 - d. NH_3SCN en una solución

Indique la reacción que emplearía y los resultados (observaciones) que esperaría si la detección fuera positiva.

16. Una muestra de agua se somete a varios ensayos cuyos resultados se indican a continuación. ¿Qué conclusión puede extraerse sobre la muestra? Explique sus conclusiones y exprese las en forma adecuada.

ENSAYO	RESULTADO
Adición de nitrato de plata en medio ácido	Formación de una turbidez blanca
Adición de cloruro de bario en medio ácido	Formación de turbidez blanca
Adición de KSCN	No se detecta cambio
Acidificación con HCl	No se detecta cambio

ACTIVIDADES POSTLABORATORIO

Estas actividades deben incluirse en el cuaderno de laboratorio e informe de práctica

- Analiza los resultados de la experiencia 1, ❶ ¿a qué se debe el cambio de coloración de la solución?, ❷ ¿Por qué no se observa el cambio de inmediato? Argumente sus respuestas.
- De acuerdo a los resultados obtenidos en la experiencia 2C. ❶ ¿Se detectó la presencia de hierro (III) en el agua corriente?, si fue así, ❷ exprese el intervalo de concentración de hierro (III) en molaridad, si no fue así, ❸ indique cual es el límite máximo que razonablemente se podría asignar a la concentración de hierro. Utilice los resultados de la parte B de esta experiencia para hacer las estimaciones.
- En las experiencias 3, 4 y 5 se forman precipitados como resultado de la reacción. Realice una tabla comparativa de los aspectos físicos de los mismos (emplea terminología técnica solamente).
- De acuerdo a los resultados obtenidos en la experiencia 4. ❶ ¿Se detectó la presencia de Cl^- en el agua corriente?, si fue así, ❷ exprese el intervalo de concentración de Cl^- en molaridad, si no fue así, ❸ indique cual es el límite máximo que razonablemente se podría asignar a la concentración de Cl^- .
- Indique cuantas gotas fueron necesarias en la experiencia 6 para concluir la reacción. ¿coincide con lo esperado de acuerdo a la estequiometría de la reacción? Soporte sus afirmaciones con los cálculos pertinentes.
- En relación a la experiencia 7A, ❶ calcule los milimoles de OH^- en cada tubo y la variación de temperatura observada ($\Delta T = T_{\text{final}} - T_{\text{inicial}}$), muestre sus resultados en una tabla. ❷ ¿Qué relación se observa entre la cantidad de hidróxido que se neutraliza y el cambio de temperatura observado? ❸ ¿A qué se debe esta variación de temperatura? Argumente sus afirmaciones.
- En relación a la experiencia 7B, ❶ calcule la variación de temperatura observada (ΔT), ❷ ¿A qué se debe esta variación de temperatura? ❸ Explique si la disolución del KCl en agua puede considerarse como una reacción química o un proceso físico. Argumente todas sus afirmaciones.

PRÁCTICA 3.

MEDICIONES Y ERRORES

TÉCNICAS APLICADAS:

TEC 3 TEC 5 TEC 6 TEC 7

OTROS REQUISITOS:

Análisis de Datos (Sección III de este manual)

OBJETIVOS

- Realizar medidas experimentales de masa y volumen e introducir los términos de exactitud y precisión.
 - Seleccionar, acondicionar y utilizar apropiadamente útiles volumétricos.
 - Determinar la precisión y exactitud de dos instrumentos volumétricos. Cilindro graduado y balón volumétrico.
 - Determinar la densidad de una solución de cloruro de sodio
 - Determinar la densidad de una muestra sólida.
-

INTRODUCCIÓN

Las siglas p/v en una concentración indican que se expresa en términos de masa de soluto por volumen de solución

La confiabilidad de un análisis o ensayo se mide en términos de su precisión y exactitud.

Es rutina que en cualquier laboratorio sea necesario realizar determinaciones de concentración, masa, volumen etc. Por ejemplo si queremos preparar 100 mL de una solución de cloruro de sodio al 10% p/v, hay que pesar exactamente 10 g de la sal, disolverla y añadir agua hasta alcanzar exactamente 100 mL de solución. Pesar los 10 g de sal y medir los 100 mL de solución son operaciones sencillas pero muy importantes, ya que de ellas dependerá que la solución posea la concentración deseada. El hecho de pesar una menor o mayor cantidad de sal o añadir más o menos solvente resultará en una concentración diferente de la solución.

Si se dispone de distintos materiales de medida, ya sea para determinar la masa (diferentes modelos de balanzas) o determinar el volumen de líquidos (balones, cilindros graduados, pipetas volumétricas, beakers, etc.) se presenta la duda de cuál utilizar y por qué. En general la elección del material de medida a emplear va a determinar la calidad del análisis que se realiza, expresada en dos términos conocidos como **precisión** y **exactitud**.

Cuando el objetivo del análisis sea la determinación de la concentración o masa de un componente (elemento o compuesto) en una muestra dada, se tiene el interés que el resultado sea confiable, es decir pueda ser **reproducido** si alguien realiza un análisis similar de la misma muestra, y que el valor se acerque lo más posible al valor real o verdadero, es decir, sea exacto.

En general, el análisis químico puede clasificarse en dos categorías principales: análisis químico cualitativo y análisis químico cuantitativo. El análisis cualitativo trata de la identificación de un elemento o compuesto químico en una muestra en función de sus propiedades físicas y/o químicas.

Por otro lado, el análisis cuantitativo se enfoca en la determinación de las cantidades presentes de una sustancia en una muestra, ya sea a partir de la determinación de su masa, su concentración, su densidad o su punto de ebullición, por nombrar algunas. Un ejemplo podría ser la determinación de las concentraciones de plomo, mercurio, cromo, etc. en agua, antes y después de ser sometida a un tratamiento de purificación para conocer la eficiencia del tratamiento y determinar si la concentración de esos metales es lo suficientemente baja para el consumo humano.

En este tipo de análisis las mediciones de propiedades físicas o químicas son necesarias siendo un requisito indispensable el uso del material adecuado para tal fin, el conocimiento de los errores, la incertidumbre de la medición y el manejo estadístico de los datos.

PARTE EXPERIMENTAL

En todas las operaciones de pesada debe tenerse cuidado al manipular el objeto en cuestión ya que es posible depositar grasa al tocarlo con las manos. Siempre que sea posible use una **toalla de papel** para evitar el contacto directo con la piel y nunca debe colocarse sobre superficies **sucias o húmedas** ya que afectaría su peso. Esto es particularmente importante cuando el objeto se debe pesar dos veces para determinar una masa por diferencia.

EXPERIENCIA 1: **Uso de las balanzas granatarias**

Este experimento tiene por finalidad la medición de masa de dos objetos, uno “liviano” y otro “pesado”, para, posteriormente, tratar estadísticamente los datos obtenidos.

Observe la balanza e identifique sus partes. Atienda a la demostración del profesor o preparador, quien indicará los pasos a seguir para el uso correcto en las balanzas disponibles en el laboratorio. Determine y anote la apreciación de la balanza asignada.

Registre los datos de esta experiencia según el [Formato ①](#)

Obtenga una moneda de un Bolívar.

Verifique el cero de la balanza y pese la moneda. Registre el resultado con el número correcto de cifras significativas. Retire la moneda de la balanza.

Repita el procedimiento hasta tener cuatro pesadas de la misma moneda.

Obtenga un vaso (beaker) de 250 mL completamente seco (por dentro y por fuera). Realice cuatro pesadas siguiendo el procedimiento anterior.

EXPERIENCIA 2: **Calibración de un cilindro graduado de 10 mL**

En este experimento se emplea la balanza para pesar 10,0 mL de agua medida con un cilindro graduado y determinar el volumen vertido por el cilindro.

Registre los datos de esta experiencia según el [Formato ②](#)

Lave con agua y jabón un cilindro graduado de 10 mL, enjuague con agua corriente y luego con agua destilada, déjelo escurrir y finalmente séquelo por fuera. Pida al profesor que verifique si el cilindro está adecuadamente limpio antes de continuar.

Pese un vaso de precipitado de 100 mL y anote su masa.

Llene el cilindro con agua destilada hasta la línea de enrase de 10,0 mL. Vierta el contenido del cilindro graduado en el vaso de precipitado previamente pesado. Permita escurrir el agua durante unos segundos.

Determine la masa del beaker con el agua y calcule, por diferencia, la masa del agua vertida.

Repita la operación en su totalidad tres veces más (para un total de cuatro mediciones), determinando cada vez la masa del recipiente vacío (no necesariamente seco).

Mida la temperatura del agua destilada empleada en los experimentos.

EXPERIENCIA 3:
Calibración de un balón volumétrico

En este experimento se emplea la balanza para medir la masa de 100,0 mL de agua contenida en un balón aforado y determinar el volumen a través de datos de densidad.

Examine el balón volumétrico a emplear, anote el volumen nominal, su apreciación y cualquier dato relacionado con la calibración del instrumento.

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ③

Lave con agua y jabón un balón de 100 mL, enjuague con agua corriente y luego con agua destilada, déjelo escurrir y finalmente séquelo por fuera. Pida al profesor que verifique si el balón aforado está adecuadamente limpio antes de continuar.

Pese el recipiente vacío.

Llene el balón hasta el enrase con agua destilada. Pese el recipiente lleno.

Vacíe el balón permitiendo unos segundos para que escurra completamente.

Repita la operación en su totalidad tres veces más (para un total de cuatro mediciones), determinando cada vez la masa del recipiente vacío.

Determine la temperatura del agua destilada empleada en los experimentos.

EXPERIENCIA 4:
Determinación de la densidad de una solución

El **curado** de un recipiente consiste en enjuagarlo con pequeñas porciones de la solución o solvente con que se va a llenar, a objeto de evitar posterior dilución o contaminación del líquido

En este experimento se determina la densidad de una solución acuosa de NaCl de concentración desconocida, empleando para ello el balón volumétrico calibrado en el experimento 3.

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ④

En un vaso de 250 mL limpio y seco, obtenga unos 150 mL de la solución salina problema. Anote el valor de referencia de su densidad.

Seque el balón externamente y escurra bien cualquier resto de agua en su interior. Pese el recipiente vacío.

Cure el balón con una pequeña porción de la solución salina y luego llénelo hasta el enrase. Pese el recipiente lleno.

Vacíe el balón regresando su contenido al vaso de 250 mL para reutilizar la solución.

Repita el procedimiento (sin el curado) tres veces más para un total de cuatro mediciones (a no ser que los resultados ameriten mediciones adicionales).

EXPERIENCIA 5:
Determinación de la
densidad de un sólido
irregular

Por lo general es difícil determinar la densidad de un sólido irregular directamente (esto es, midiendo geoméricamente el volumen del sólido y determinando su masa), el principal inconveniente radica en la determinación del volumen; lo recomendable en estos casos es usar el método indirecto. Cuando un sólido irregular se sumerge en un líquido, desaloja un volumen del mismo que es igual a su propio volumen, permitiendo así calcular el volumen del sólido por *diferencia*. Si se mide la masa del objeto previamente entonces es posible calcular su densidad.

Registre los datos de esta experiencia según el Formato 5

Obtenga una muestra problema sólida y anote su número.

Divida la muestra en 3 o 4 fracciones y determine la masa de cada una.

En el cilindro graduado coloque 6,0 mL de agua destilada. Luego sumerja la primera fracción del sólido. Si hay presencia de burbujas de aire golpee suavemente la caña del cilindro para hacer que se desprendan. Mida el volumen alcanzado por el agua.

Repita el procedimiento con cada fracción del sólido

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

Douglas Skoog, Donald West y James Holler (2006) *Fundamentos de Química Analítica* (4^{ta} Edición) Editorial Reverté. Capítulo 3

Raymond Chang (2010), *Química* (Décima Edición) Mc Graw Hill Interamericana Editores S.A. Capítulo 1.

Ralph Petrucci, Geoffrey Herring, Jeffrey Madura, Carey Bissonnette (2011), *Química General* (10^{ma} Edición), Pearson Educación, S.A., Capítulo 1

Theodore Brown, Eugene LeMay, Bruce Bursten, Julia Burdge, (2004), *Química. La ciencia central* (9^{na} Edición). Pearson Educación, Capítulo 1

John McMurry, Robert Fay (2003), *Chemistry* (4th Edition). Prentice Hall, Capítulo 1.

Kenneth Whitten, Raymond Davis, Larry Peck, George Stanley (2008), *Química* (8^{va} Edición), Cengage Learning Editores, S.A. de C.V., Capítulo 1

TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES

① Experiencia 1.

Resolución de la balanza (g) _____

Apreciación en la lectura de la balanza (g) _____

Réplica	Masa de la moneda (g)	Masa del beaker (g)
1		
2		
3		
4		
Media		
Rango		
Desv. Estándar		
Desv. Est. Relativa		

② Experiencia 2.

Temperatura (T) del agua (°C) _____

Densidad del agua a T (g/mL) _____

Tolerancia indicada en el cilindro (mL) _____

Réplica	Masa vaso (g)	Masa del vaso + agua (g)	Masa del agua (g)	Vol. según peso (mL)
1				
2				
3				
4				
			Media (mL)	
			Rango (mL)	
			Desviación estándar (mL)	
			Desviación estándar relativa	

③ Experiencias 3.

Temperatura (T) del agua ($^{\circ}\text{C}$) _____Densidad del agua a T (g/mL) _____Tolerancia indicada en el balón (mL) _____

Réplica	Masa balón (g)	Masa del balón + agua (g)	Masa del agua (g)	Vol. según peso (mL)
1				

⋮

⋮

⋮

⋮

⋮

Media (mL)

Rango (mL)

Desviación estándar (mL)

Desviación estándar relativa

④ Experiencias 4.

Densidad de referencia de la solución (g/mL) _____

Réplica	Masa balón (g)	Masa del balón + sol. (g)	Masa de la solución (g)
1			

⋮

⋮

⋮

⋮

⑤ Experiencias 5.

N° de la muestra _____

Fracción	Masa (g)	Vol. Inicial (mL)	Vol. Final (mL)	Vol. Fracción (mL)
1				
2				
3				
4				

CUESTIONARIO PRELABORATORIO

- Defina ❶ rango o dispersión, ❷ cifras significativas, ❸ distribución normal o *gaussiana*
- Construya un cuadro comparativo entre ❶ exactitud y precisión, ❷ error aleatorio y error sistemático
- ¿Por qué deben realizarse réplicas de las medidas experimentales?
- Dada la siguiente tabla de una serie de mediciones repetidas:

Serie 1	Serie 2	Serie 3	Serie 4	Serie 5	Serie 6
3,5	70,24	0,812	2,7	70,65	0,514
3,1	70,22	0,792	3,0	70,63	0,503
3,1	70,10	0,794	2,6	70,64	0,486
3,3		0,900	2,8	70,21	0,497
2,5			3,2		0,472

Para cada serie, calcular ❶ la media, ❷ la dispersión o rango, ❸ la desviación estándar y ❹ la desviación estándar relativa (coeficiente de variación). Expresé los resultados con el número correcto de cifras significativas

- Para cada serie del problema 4 calcule el error absoluto y el error relativo en partes por mil sabiendo que los valores aceptados son los siguientes:

Serie 1	Serie 2	Serie 3	Serie 4	Serie 5	Serie 6
3,0	70,05	0,830	3,4	70,05	0,525

- De la serie de resultados expresados en el problema 4, ¿cuál es el más exacto y cuál el más preciso? Justifique su respuesta. *Ayuda la desviación estándar absoluta no sirve para comparar la dispersión de conjuntos de resultados cuyas medias son muy diferentes.*
- Cuatro estudiantes desean preparar una solución con el menor error posible. El primero, decide usar un balón de 100 mL, el segundo uno de 250 mL, el tercero uno de 500 mL y el cuarto uno de 1000 mL. ¿Cuál estudiante tuvo menor error por efecto del balón? Justifique su respuesta. *Ayuda, utilice las tolerancias de los balones indicada en el Anexo 1 y el tratamiento para comparación usado en el problema 6.*
- En relación a la experiencia 2 de esta práctica un estudiante realiza las lecturas del cilindro (resolución 0,2 mL) con una apreciación de $\pm 0,1$ mL ❶ ¿cuál es la máxima variación entre las medidas de volumen que cabe esperar?, ❷ ¿cómo se reflejaría esta variación de volumen en variaciones de peso suponiendo que la densidad del agua es 1,000 g/mL?
- Estime la desviación estándar absoluta y relativa para los resultados de los siguientes cálculos. Aproxime cada resultado de forma que sólo contenga cifras significativas. Los números indicados entre paréntesis corresponden a las desviaciones estándar de las variables de cada expresión. Nota. Use propagación de errores.

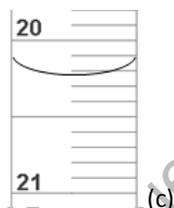
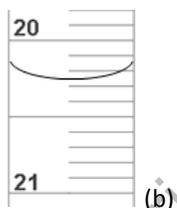
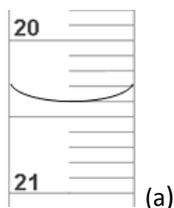
$$a) y = 2,75(\pm 0,03) + 0,833(\pm 0,001) - 8,021(\pm 0,001)$$

$$b) y = 251(\pm 1) \times \frac{860(\pm 2)}{1,673(\pm 0,006)}$$

$$c) y = [66,2(\pm 0,3) \times 1,13(\pm 0,02)] \times 10^{-17}$$

$$d) y = \frac{157(\pm 6) - 58(\pm 3)}{1220(\pm 1) + 77(\pm 8)}$$

10. ❶ ¿Cuáles son los valores de tolerancia o error máximo de calibración para cilindros graduados de 10 mL y balones aforados de 100 mL? De acuerdo a dicha tolerancia, ❷ ¿con cuantas cifras significativas se expresaría una medida de 10 mL hecha en un cilindro? y ❸ ¿una de 100 mL hecha en un balón aforado? Considere instrumentos de clases A y B
11. Describa las características que se utilizan para afirmar que una superficie de vidrio está limpia.
12. Escriba las lecturas representadas en los dibujos (a) – (c) con el número correcto de cifras significativas:



13. En el cuaderno de laboratorio, prepare una tabla con los valores de densidad del agua entre 22°C y 30°C.

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

ACTIVIDADES POSTLABORATORIO

Estas actividades deben incluirse en el cuaderno de laboratorio e informe de práctica

1. ❶ Exprese los resultados de la experiencia 1 como la media \pm la desviación estándar usando el número correcto de cifras significativas, ❷ Compare las desviaciones estándar relativas para cada serie de mediciones y discuta si la precisión de la balanza fue constante o no en el rango estudiado, ❸ ¿Qué se puede concluir sobre la exactitud de las masas determinadas para cada objeto pesado?
2. Recolecte los resultados de la moneda de 1 bolívar de al menos 4 compañeros de curso e incluya sus resultados. Calcule la masa promedio y desviación estándar para cada estudiante. ❶ Construya una tabla de datos, calcule la media global y la desviación estándar global para la serie de datos. ❷ Grafique los resultados, indicando en el gráfico el intervalo media \pm desviación estándar para cada dato. ❸ Con la ayuda de las actividades realizadas en ❶ y ❷, analice los resultados entre todos los estudiantes (incluido Ud.), ¿son comparables entre sí las medias y las desviaciones estándar individuales? ¿Algún dato se aleja del conjunto en forma significativa? Argumente sus afirmaciones. *Ver el ejemplo B-1 en la sección III-Análisis de datos.*
3. ❶ Exprese los resultados de los volúmenes calibrados en las experiencias 2 y 3 como la media \pm la desviación estándar usando el número correcto de cifras significativas. ❷ Compare los valores calibrados y los nominales ¿están los instrumentos dentro de sus tolerancias?
4. ¿A qué puede atribuirse la variación obtenida entre las réplicas de la masa de los 10,0 mL de agua medidos con el cilindro graduado? ¿Son las mismas razones de la variación observada en el experimento 3?
5. ❶ En las experiencias 2 y 3 ¿Cuál valor de volumen puede considerarse como verdadero en las condiciones del laboratorio: el indicado por el instrumento o el obtenido en la calibración? ❷ ¿Qué utilidad tiene conocer el volumen real del cilindro graduado?
6. ❶ Utilizando los volúmenes calibrados, calcule las densidades de la solución salina y del sólido irregular. ❷ Exprese los resultados de las experiencias 4 y 5 como la media \pm la desviación estándar usando el número correcto de cifras significativas. *Nota. Aplique el volumen calibrado en el cilindro al volumen de las fracciones. Suponga que el volumen calibrado varía linealmente con el valor indicado en la escala del cilindro.*
7. Utilizando el valor de referencia de la solución salina como valor “verdadero”, determine el error absoluto y relativo de sus resultados en el experimento 4.
8. ❶ Empleando la tolerancia conocida de los instrumentos empleados en el experimento 4 y mediante el uso de propagación de errores, calcule el error máximo esperado de origen instrumental para la densidad de la solución salina. ❷ ¿Puede este error explicar la diferencia entre su resultado experimental y el valor de referencia.
9. Analice ¿cómo se afectarían los resultados de los experimentos 2, 3, 4, 5 el hecho de disponer de una balanza de 0,0001 g de apreciación?
10. Tomando en cuenta las operaciones de medida involucradas en el experimento 5 ❶ calcule por propagación de errores la incertidumbre en la densidad del sólido problema. ❷ compare la incertidumbre calculada con la desviación estándar determinada. ❸ ¿qué mide (o significa) cada uno de esos valores?

Página intencionalmente en blanco

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

PRÁCTICA 4.

SOLUCIONES Y SOLUBILIDAD

TÉCNICAS APLICADAS:

TEC 1 TEC 2 TEC 3 TEC 10 TEC 11

OBJETIVOS

- Estudiar la solubilidad de varios compuestos en agua y otros disolventes.
- Determinar cómo afecta la temperatura a la solubilidad de algunos compuestos en agua.
- Preparar soluciones sobresaturadas, saturadas y no saturadas.
- Realizar la precipitación de soluciones sobresaturadas.

INTRODUCCIÓN

La mayor parte de las reacciones químicas ocurren entre iones y moléculas disueltas en agua u otros disolventes, es por ello que es fundamental conocer las propiedades de las soluciones, conocer el papel que juegan las fuerzas de atracción y repulsión entre las especies que se disuelven y el medio que actúa como solvente. Otro aspecto importante es la **solubilidad**, parámetro que se emplea para medir la capacidad que tiene un soluto en disolverse en un determinado solvente a una temperatura dada.

Una sustancia es *hidrofílica* si tiene gran afinidad por el agua, esto es, sus moléculas interaccionan fuertemente con las del agua. Por el contrario se dice que es *hidrofóbica* cuando no existe afinidad o es muy poca.

La solubilidad de un determinado soluto en un solvente dado depende de las propiedades del propio solvente que le permitan interaccionar con el soluto de manera más fuerte que como lo hacen las partículas del solvente entre sí. Se afirma que el agua es “el solvente universal”, estrictamente hablando esto no es del todo cierto; el agua ciertamente disuelve muchos tipos de sustancias y en mayores cantidades que cualquier otro solvente. El carácter polar del agua la hace un excelente solvente para los solutos polares e iónicos, que se denominan *hidrofílicos*. Por otra parte, los compuestos no polares son virtualmente insolubles en agua y por lo tanto, son *hidrofóbicos*. Los compuestos *apolares*, son solubles en solventes no polares como el tetracloruro de carbono o el hexano. Lo anterior puede resumirse en: “lo semejante disuelve a lo semejante”

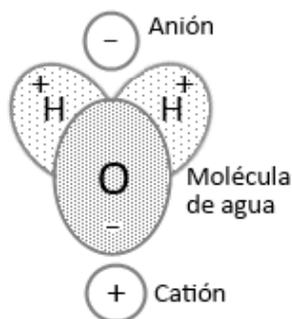
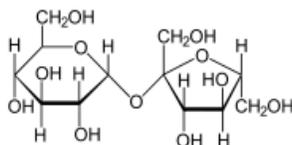
¿Por qué las sales se disuelven en el agua? Las sales, como el NaCl (cloruro de sodio), se mantienen unidas por fuerzas iónicas. Los iones de una sal, como cualquier otra carga eléctrica, interactúan de acuerdo a la ley de Coulomb:

$$F = \frac{k q_1 q_2}{Dr^2}$$

en donde F es la fuerza entre las dos cargas eléctricas (q_1 y q_2), que están separadas por una distancia r . D es la constante dieléctrica del medio entre las cargas y k es una constante de proporcionalidad. A medida que la constante dieléctrica del medio crece, la fuerza entre las cargas decrece. La constante dieléctrica, es una medida de las propiedades de un solvente para mantener cargas opuestas separadas, en otras palabras, disolver la sal.

Tabla 3. Constantes dieléctricas de algunos solventes

Solvente	Constante dieléctrica (D)
Formamida	110,0
Agua	78,5
Dimetil sulfóxido	48,9
Metanol	32,6
Etanol	24,3
Acetona	20,7
Amoníaco	16,9
Diclorometano	9,1
Cloroformo	4,8
Éter dietílico	4,3
Benceno	2,3
Tetracloruro de carbono	2,2
Hexano	1,9

**Figura 33.** Representación de la orientación de aniones y cationes en solución acuosa**Figura 34.** Estructura de la sacarosa

En la Tabla 3 se observa que el agua posee una de las constantes dieléctricas más elevadas, por el contrario, la de solventes no polares como los hidrocarburos es relativamente pequeña.

La fuerza de atracción entre dos iones separados por una distancia dada en un líquido no polar como hexano o benceno, es 30 ó 40 veces mayor que en agua. Consecuentemente, en solventes no polares (con D baja) los iones de cargas opuestas, se atraen tan fuertemente que tienden a permanecer unidos y por lo tanto no se disuelven o se disuelve muy poca cantidad. Por el contrario, las fuerzas débiles que existen entre los iones en agua (D alta), permiten que cantidades significativas de iones permanezcan separados.

Consideremos un modelo sencillo de la molécula de agua representado en la Figura 33. Las zonas alrededor de los átomos de hidrógeno poseen una densidad de carga positiva producto de la fuerte atracción de los electrones por parte del átomo de oxígeno (más electronegativo que el H) generándose una densidad de carga negativa alrededor de este. Un ion negativo inmerso en un solvente polar, atrae la parte positiva del dipolo del solvente y viceversa. La molécula de agua actúa como una barrera que “impide” la unión de ambos iones, explicándose así, de forma sencilla, la estabilidad de los iones en una solución acuosa.

Estrictamente hablando cada ion queda rodeado por capas concéntricas de moléculas de solvente (la barrera de moléculas de agua es mayor que lo mostrado en la Figura 33). A este fenómeno se le denomina solvatación, en el caso específico del agua se denomina hidratación. Esta situación atenúa las fuerzas coulombicas entre los iones, disminuyendo sustancialmente la posibilidad de unión de los mismos para formar la sal, de ahí que los solventes polares tengan constantes dieléctricas tan elevadas.

En el caso particular del agua, la constante dieléctrica es mayor que la de otros líquidos con momentos dipolares comparables, por la formación de puentes de hidrógeno entre las moléculas de agua, que permiten que los solutos se orienten de tal forma que las estructuras formadas generan una mayor barrera.

La solubilidad de las moléculas polares en el agua, depende de los grupos funcionales que contengan para formar puentes de hidrógeno: hidroxilos (-OH), ceto (-C=O), carboxilo (-COOH) o amino (-NH₂). Dentro de las biomoléculas solubles en agua se encuentran algunas proteínas, ácidos nucleicos y carbohidratos.

Un ejemplo sencillo: De nuestra experiencia diaria todos sabemos que el azúcar (sacarosa: C₁₂H₂₂O₁₁) se disuelve en agua sin ser este un compuesto iónico como el NaCl.

En el caso de la sacarosa, la presencia en la estructura química de 8 grupos -OH (Figura 34) le confiere una capacidad de formar puentes de hidrógeno con las moléculas de agua que permiten “vencer la barrera” de las fuerzas intramoleculares (fuerza de atracción entre moléculas) que mantienen a la sacarosa en estado sólido.

Entonces la solubilidad de estos compuestos con características distintas: NaCl (compuesto iónico inorgánico) y la C₁₂H₂₂O₁₁ (compuesto orgánico polar) en el mismo solvente (agua), se sabe que es por razones diferentes. Pero en esencia se corresponde a la capacidad de las moléculas del solvente, en un caso a mantener separadas y de forma estable las cargas eléctricas y en el otro, a la capacidad de formar puentes de hidrógeno que mantienen separadas las moléculas de la sacarosa.

Sin embargo, no se puede disolver un kilogramo de sal en un vaso de agua: hay una cantidad de soluto que se puede disolver, y pasada esta cantidad el soluto ya no se

disuelve y se va al fondo del vaso, por muy fuerte o prolongado que se agite. La experiencia también dice que el azúcar o sal se disuelven mejor al calentar el agua, pero aún así hay un límite en la cantidad de soluto que se puede disolver.

La cantidad de soluto que es posible disolver en un solvente dependerá de la naturaleza de éstos y de la temperatura a la que se realice la disolución.

Aunque no es tan frecuente, la solubilidad puede expresarse en cualquier unidad de concentración, por ejemplo, g/L. Cuando el solvente es agua es común encontrar solubilidades dadas como g/100mL

La capacidad de una sustancia para disolverse en otra se llama **solubilidad**. La solubilidad de un soluto es la cantidad de éste, en gramos, que puede disolverse en 100 gramos del solvente hasta formar una disolución saturada.

$$\text{Solubilidad (S)} = \text{gramos de soluto} / 100 \text{ gramos de solvente}$$

Se considera que una disolución está **saturada** cuando no admite más soluto, por lo cual el sobrante queda separado de la solución (no se disuelve).

La solubilidad es afectada por la temperatura, en la mayoría de las sustancias ésta se incrementa al aumentar la temperatura. En la tabla a continuación se presentan datos de solubilidades en agua de algunas sustancias a dos temperaturas.

Solutos	Solubilidad (g soluto/100 g de agua)	
	A 20°C	A 50°C
NaCl	36	37
KCl	34	42,9
Li ₂ SO ₄	34,8	16,3
Sr(CH ₃ COO) ₂	41,1	37,6
NaNO ₃	88	114,3
KClO ₃	7,4	19,3
AgNO ₃	222	455
C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	203	260,4

Es claro que, para la mayoría de estos solutos, la solubilidad aumenta con la temperatura. Sin embargo se observa que ese aumento puede ser muy significativo para algunos solutos y menor para otros. Esto está asociado con los procesos que están involucrados en la disolución del sólido e interacción con el solvente. El ejercicio 12 en el cuestionario prelaboratorio ayudará a ilustrar lo anteriormente descrito.

Cuando se calienta una disolución saturada de una sustancia cuya solubilidad aumenta con la temperatura, ésta puede disolver más soluto que a temperatura ambiente. Al dejarse enfriar de nuevo la solución, suele ocurrir que el exceso de soluto disuelto se separe de la misma (precipitación) y se deposite en el fondo. Obteniendo de nuevo la solución saturada a temperatura ambiente. En algunas condiciones, si se deja enfriar la solución sin movimiento u otras alteraciones externas, todo el soluto permanece disuelto aún a temperatura ambiente, se obtiene así una disolución **sobresaturada**, es decir una solución que mantiene disuelta una cantidad de soluto mayor que la indicada por la solubilidad a una temperatura dada.

En función a la cantidad de soluto disuelto, las soluciones se pueden clasificar en saturadas, insaturadas o sobresaturadas:

Se dice que una solución es **concentrada** si su contenido de soluto es elevado. Por el contrario una solución **diluida** tiene poco soluto disuelto. No existe relación entre estos términos y **saturación**, por ejemplo, una solución puede ser diluida y estar saturada y otra puede estar concentrada y estar no saturada. Esta terminología es imprecisa y frecuentemente se rige por parámetros relacionados con el uso que se le dé a la solución o el campo en el que se trabaja.

Soluciones saturadas: Son aquellas en las que no se puede seguir disolviendo más soluto, pues el solvente ya no lo puede disolver, es decir una solución saturada es aquella en la que se ha disuelto la máxima cantidad de soluto que el solvente puede disolver a una temperatura dada.

Solución sobresaturada: Es aquella que contiene disuelto un cantidad de soluto superior al máximo que se puede disolver a una temperatura dada (solubilidad). Las soluciones sobresaturadas son sistemas inestables pues la cantidad de solvente no es suficiente para mantener las moléculas o iones del soluto lo suficientemente separados como para que no se recombinen y den lugar a la precipitación del exceso de soluto. En general una pequeña perturbación, como un movimiento brusco, añadir cualquier particular sólida, entre otras, provoca la precipitación.

Solución no saturada: como su nombre lo indica son aquellas soluciones que poseen disuelta una cantidad de soluto menor que la máxima que puede disolverse en la masa de solvente.

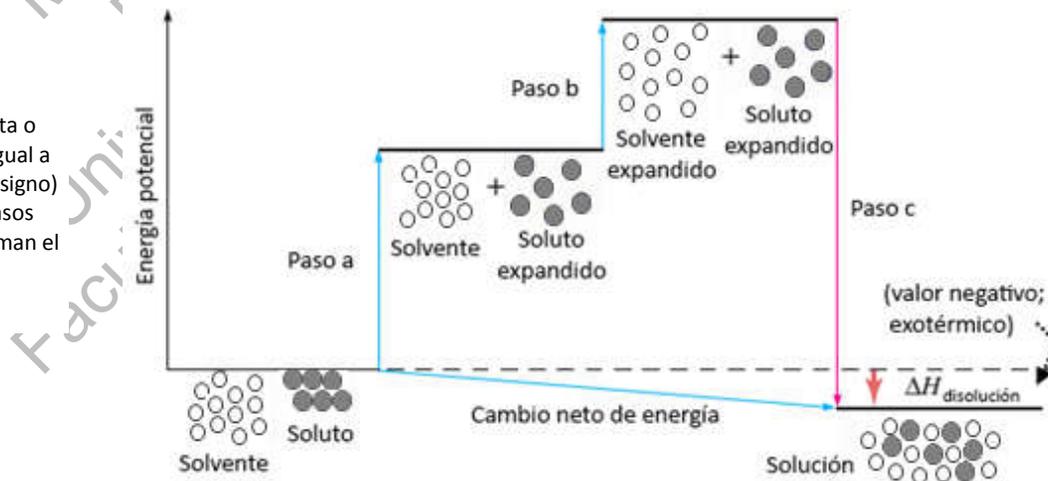
El calor generado o absorbido al disolver un soluto en un solvente determinado, se denomina **calor de disolución** o más simplemente calor de solución. Se expresa frecuentemente en kilojoules (unidad de energía) por mol de soluto a temperatura constante (kJ/mol). El calor de solución de una sustancia está determinado como la **suma algebraica** de la energía absorbida o liberada en los procesos o pasos que involucra la disolución.

El proceso de disolución puede verse, como si consistiera en tres etapas o pasos:

1. Ruptura de las fuerzas de atracción soluto-soluto (proceso que requiere energía o proceso endotérmico).
2. Ruptura de las atracciones solvente-solvente (proceso endotérmico).
3. Formación de atracciones solvente-soluto para formar capas de solvatación, proceso que libera energía.

Se describe gráficamente el proceso de disolución de una sal en agua tomando en cuenta estos tres pasos:

El cambio de energía neta o total en un proceso es igual a la suma algebraica (con signo) de las energías de los pasos individuales que conforman el proceso.



El cambio de energía global es la suma de los cambios de individuales de cada paso. En este caso específico hay un aumento de la temperatura ya que el calor liberado en el paso **c** excede al calor absorbido en los pasos **a** y **b** y por lo tanto observamos un aumento de la temperatura al disolver esta sal en agua. Cuando en el paso **c** se libera una cantidad de energía que no compensa el calor absorbido en las etapas **a** y **b** se observará un descenso de la temperatura al disolverse el compuesto. Por lo

Se dice que un proceso es **endotérmico** cuando absorbe energía (generalmente, calor) y **exotérmico** cuando la libera

tanto, dependiendo de la magnitud relativa de calor asociada en cada paso, es posible que la disolución de un compuesto en un solvente dado pueda ser un proceso **exotérmico** o **endotérmico** lo que se pondrá de manifiesto observando la variación de la temperatura durante la disolución.

PARTE EXPERIMENTAL

Aspecto de seguridad: El estudiante debe conocer previamente la solubilidad y la toxicidad de todos los compuestos a utilizar en esta práctica.

EXPERIENCIA 1: **Solubilidad de varios compuestos en solventes de diferente polaridad**

Este experimento tiene por objeto estudiar la solubilidad de 4 compuestos de diferente naturaleza: NaCl y KNO₃ (sales iónicas), naftaleno, C₁₀H₈ (compuesto orgánico no polar) y sacarosa, C₁₂H₂₂O₁₁ (compuesto orgánico polar), en 3 solventes de diferente naturaleza (agua, etanol y diclorometano).

En lo sucesivo, cuando se indica que se agite, debe tomar en cuenta que al usar una vara de vidrio y raspar las paredes del tubo de ensayo con fuerza puede ocasionar que la temperatura se eleve apreciablemente, registrando un valor no relacionado con el proceso de disolución. Es preferible usar tapones de goma y agitar sin ayuda mecánica.

Parte A. Solubilidad en agua

Tome cuatro tubos de ensayo limpios (no necesariamente secos) y agregue 5 mL de agua destilada (mida sólo para el primero y añada a los otros por comparación). Usando un termómetro, mida la temperatura del agua.

Añada al primero de los tubos aproximadamente 1 g de cloruro de sodio, agite para procurar disolver, observe y mida la temperatura inmediatamente. Al segundo de los tubos, añada aproximadamente 1 g de nitrato de potasio. Agite, observe si se disuelve y mida la temperatura.

Repita añadiendo aproximadamente 1 g de naftaleno, al tercero de los tubos de ensayo. Repita para el último tubo añadiendo aproximadamente 1 g de sacarosa.

Anote sus observaciones de solubilidad (total, parcial, ligera, etc.), velocidad de disolución, aspecto inicial y final y cambios de temperatura. Registre sus datos según el Formato ①.

Parte B. Solubilidad en etanol

Agregue 5 mL de etanol a cuatro tubos de ensayos limpios y secos o previamente curados con etanol.

Mida la temperatura inicial del líquido. Repita la experiencia empleando los mismos solutos indicados en la parte A.

Observe la solubilidad y velocidad de disolución, y mida las temperaturas finales. *Registre sus observaciones como en el paso anterior (Formato ①)*

El **curado** de un recipiente consiste en enjuagarlo con pequeñas porciones (3 o 4) de la solución o solvente con que se va a llenar, a objeto de evitar dilución o contaminación del líquido

Parte C. Solubilidad en diclorometano

Usando tubos de ensayo limpios y secos, repita las experiencias empleando diclorometano (CH_2Cl_2) como disolvente. Recuerde curar los tubos de ensayo. El diclorometano es muy volátil a temperatura ambiente, por lo que debe realizar la experiencia en el menor tiempo posible.

Registre sus observaciones como en el paso anterior (Formato ①).

EXPERIENCIA 2: Preparación de soluciones no saturada, saturada y sobresaturada

Esta experiencia debe ser realizada de forma **cuantitativa**, midiendo cuidadosamente las cantidades indicadas y las temperaturas. Es necesario tratar que todos los materiales estén a una misma temperatura para evitar resultados anómalos.

Parte A. Preparación de una solución no saturada

En un recipiente adecuado mida unos 10-15 mL de agua destilada y deje temperar unos minutos.

Pese 4 g de sulfato cúprico pentahidratado y agréguelo a un tubo de ensayo seco.

Tome la temperatura del agua destilada que dejó temperar, **mida 8 mL** y agrégala al tubo de ensayo con el sulfato cúprico (*¡cuidado, no agregue todo el agua que dejó temperar, solo la cantidad indicada!*). Agite bien tratando de disolver la mayor cantidad de sal posible a la temperatura ambiente. Mida la temperatura de la solución formada.

Permita sedimentar el sólido no disuelto. Retire 20 gotas (~1 mL) del líquido sobrenadante, viértalo en un tubo de ensayo limpio y agregue 2 mL de agua destilada. Conserve el tubo de ensayo, será usado en la Experiencia 3.

Anote sus mediciones y observaciones (Formato ②)

Parte B. Preparación de la solución saturada

Mediante un **baño de agua**, caliente lentamente *sin llevar a ebullición* el tubo de ensayo con la mezcla original remanente de la parte A, agitando hasta observar que todo el sólido se ha disuelto. Evite que durante la agitación se deposite sólido en las paredes del tubo. Una vez disueltos los cristales, permita enfriar a temperatura ambiente, agitando ocasionalmente.

Al descender la temperatura y agitar, volverán a aparecer cristales en el recipiente.

Usando un cilindro graduado, transfiera 4 mL del líquido sobrenadante a un tubo de ensayo limpio y seco. Conserve el tubo de ensayo, será usado en la Experiencia 3.

Parte C. Preparación de la disolución sobresaturada

Caliente de nuevo lentamente y sin llevar a ebullición el tubo de ensayo, hasta observar la disolución total de los cristales. Permita enfriar muy lentamente y evitando al máximo cualquier movimiento brusco del recipiente.

Si al enfriarse la disolución no ha precipitado algún cristal, se habrá obtenido una disolución sobresaturada. Es sumamente importante evitar los movimientos y cambios de temperatura bruscos en esta fase del experimento, de otro modo se inducirá la precipitación de los cristales.

Una vez que la solución se ha enfriado por completo tome su la temperatura. Usando el mismo termómetro agite muy cuidadosamente hasta producir la precipitación de cristales. Observe si ocurre algún cambio de temperatura en el

El líquido **sobrenadante** es aquel que se encuentra encima de un sedimento o precipitado.

No caliente el tubo de ensayo directamente a la llama del mechero, en su lugar colóquelo en un beaker con agua y, sobre una rejilla, caliente el conjunto empleando un mechero.

proceso de cristalización. En caso de no inducir la precipitación con el termómetro, raspe las paredes del tubo usando una varilla de vidrio.

Anote sus mediciones y observaciones (Formato ③)

EXPERIENCIA 3:
**Deshidratación de una
 disolución de sulfato
 cúprico**

El sulfato de cobre pentahidratado es un sólido cristalino de color **azul intenso**, que al perder las moléculas de agua forma el sulfato de cobre anhidro de color **blanco**. Ambos compuestos son solubles en agua e insolubles en etanol. La presencia de agua ligada al ión Cu^{2+} le confiere un color azul característico.

Tome el tubo de ensayo que contiene la disolución saturada de sulfato de cobre. Inclínelo ligeramente y observando atentamente añada con cuidado 2 mL de etanol, de tal manera que el líquido no caiga directamente sino que se deslice por la pared del tubo.

El etanol al tener menor densidad que el agua permanecerá en la parte superior, generando una interfase etanol/agua que debe ser claramente visible. Es importante no agitar la solución, para que el etanol y el agua se mezclen lo menos posible (recuerde que son miscibles).

Permita reposar y observe las fases, sus posiciones y sus colores.

Repita para el tubo de ensayo que contiene la disolución no saturada y compare resultados.

EXPERIENCIA 4:
Solución sobresaturada

Para secar tubos de ensayos en forma rápida añada unos 2 mL de etanol, enjuague bien el interior del tubo y descarte. Repita y deje secar a temperatura ambiente.

Pese dos porciones de 0,5 g de tiosulfato de sodio. Añada cada porción en tubos de ensayos limpios y secos.

Vierta en el primero de los tubos 1 gota de agua destilada y en el segundo de ellos 6 gotas (el agua debe ser depositada en el fondo del tubo y no en las paredes, utilice una pipeta Pasteur).

Usando la pinza para tubos de ensayo caliente cuidadosamente cada tubo (cerciórese que su pinza funciona apropiadamente antes de usarla para calentar) hasta que se disuelva la sal. Retire de la llama y permita reposar en la gradilla.

Cuando se hayan enfriado las soluciones agregue a cada tubo un pequeño cristal de tiosulfato de sodio. Anote sus observaciones y explique cada una de ellas.

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

Douglas Skoog, Donald West y James Holler (2006) *Fundamentos de Química Analítica* (4^{ta} Edición) Editorial Reverté.

Raymond Chang (2010), *Química* (Décima Edición) Mc Graw Hill Interamericana Editores S.A. Capítulo 12.

Ralph Petrucci, Geoffrey Herring, Jeffry Madura, Carey Bissonnette (2011), *Química General* (10^{ma} Edición), Pearson Educación, S.A., Capítulo 13

Theodore Brown, Eugene LeMay, Bruce Bursten, Julia Burdge, (2004), *Química. La ciencia central* (9^{na} Edición). Pearson Educación, Capítulo 13

John McMurry, Robert Fay (2003), *Chemistry* (4th Edition). Prentice Hall, Capítulo 11.

Kenneth Whitten, Raymond Davis, Larry Peck, George Stanley (2008), *Química* (8^{va} Edición), Cengage Learning Editores, S.A. de C.V., Capítulo 14

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES

① Experiencia 1

Solvente :

T = Temperatura (°C)

Compuesto	T _{inicial}	T _{final}	ΔT	Observaciones

② Experiencia 2. Parte A

Masa $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (g) _____

Temp. Inicial del agua (°C) _____

Temp. Final de la solución (°C) _____

Variación de temperatura (°C) _____

Observaciones:

③ Experiencia 4. Parte C

Temp. Inicial de la solución (°C) _____

Temp. Final de la solución (°C) _____

Variación de temperatura (°C) _____

Observaciones:

CUESTIONARIO PRELABORATORIO

- Defina el término solución (disolución). Dé dos ejemplos de la vida cotidiana
- Defina los términos *disolver* y *diluir*.
- 1 Defina el término solubilidad. 2 ¿Cuáles son las unidades más utilizadas para indicar la solubilidad de un compuesto?
- 1 Explique los términos solución *diluida* y solución *concentrada*. 2 ¿Cómo se puede convertir una solución concentrada en otra diluida?
- Defina los términos solución saturada, no saturada y sobresaturada.
- ¿Puede una solución diluida a su vez ser una solución saturada? Argumente su respuesta.
- De acuerdo a la definición de solución saturada ¿Cómo es posible que existan soluciones sobresaturadas? Argumente su respuesta.
- De acuerdo a la experiencia 2, explique dos formas para obtener una solución saturada a una temperatura dada
- Ordene los siguientes solventes de acuerdo a su polaridad, de más polar a menos polar: metanol, agua, diclorometano, etanol, hexano, cloroformo
- El NaCl y el CuSO₄ son sales iónicas solubles en agua, pero el BaSO₄ y CuCrO₄ son sales iónicas insolubles en ese solvente. Formule una explicación razonable a este comportamiento.
- 1 Defina proceso endotérmico y proceso exotérmico. 2 ¿Cuál es la propiedad que se mide experimentalmente para diferenciar entre uno y otro proceso?
- Con los datos siguientes realice un gráfico de solubilidad (Ver Sección II-G. Gráficos)

	Solubilidad (g/100 g de agua)									
	0 °C	10 °C	20 °C	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C	70 °C	80 °C	90 °C
NaCl	35,6	35,7	35,9	36,4	36,9	37,0	37,5	37,9	38,5	39,9
K ₂ Cr ₂ O ₇	4,7	7,0	12,3	18,1	26,3	34,0	45,6		73,0	
Li ₂ SeO ₃	25,0	23,3	21,5	19,6	17,9		14,7		11,9	11,1

En el eje de las abscisas coloque la temperatura en °C y en el eje de las ordenadas la solubilidad, cada uno en la escala apropiada. 1 Describa cuál es el comportamiento de la solubilidad de cada compuesto, 2 Estime la solubilidad del K₂Cr₂O₇ a 70°C y la del Li₂SeO₃ a 50°C.

- Investigue en la literatura y complete la tabla siguiente (inclúyala en el cuaderno):

Compuesto	Solubilidad (g/100g)		
	Agua	Etanol	Diclorometano
NaCl			
KNO ₃			
Naftaleno			
Sacarosa			

14. En relación a la experiencia 2, partes A y B. ¿Cuál de las soluciones trasvasadas a los tubos de ensayo está saturada y cuál no lo está? Argumente su respuesta.

ACTIVIDADES POSTLABORATORIO

Estas actividades deben incluirse en el cuaderno de laboratorio e informe de práctica

- En la experiencia 1, discuta cómo variaron las solubilidades de los cuatro compuestos estudiados en los tres solventes evaluados. ❶ ¿Los resultados son los esperados de acuerdo a la tabla del problema 13 del prelaboratorio? ❷ Trate de justificar sus resultados tomando en cuenta la polaridad de los solventes (constante dieléctrica) y su capacidad de formar puentes de hidrógeno, ❸ A qué fenómeno o proceso se pueden asociar las variaciones de temperaturas observadas
- Investigue en la literatura y complete la tabla siguiente

	Solubilidad (g/100g de agua)					
	10°C	20°C	30°C	40°C	60°C	80°C
CuSO ₄ ·5H ₂ O						

- Realice un gráfico de solubilidad empleando los datos del problema 2. Considerando los datos de soluto y solvente en la experiencia 2B, ❶ estime la temperatura mínima necesaria para disolver todo el sulfato cúprico. ❷ Si la solución se enfría a temperatura ambiente ($T = 25^{\circ}\text{C}$) *sin que ocurra precipitación*, ¿cuál es la concentración de CuSO₄·5H₂O de la solución sobresaturada formada? ❸ Si a temperatura ambiente *se rompe la sobresaturación* ¿cuánto CuSO₄·5H₂O precipita?
- Respecto a la experiencia 3 ❶ ¿qué solvente forma la capa (fase) superior y cuál la inferior?, ❷ ¿de qué color son los cristales formados? ❸ ¿dónde se forman?, ❹ ¿qué composición puede inferirse para ellos?, ❺ ¿por qué se forman y por qué en el lugar preciso en que lo hacen? ❻ Compare y explique semejanzas y diferencias en el comportamiento de los dos tubos. Argumente todas sus respuestas.
- La disolución de una sustancia tiene asociada un cambio de energía del sistema; lo mismo puede decirse del proceso de cristalización. La conservación de la energía requiere que si durante la disolución se absorbe energía durante la cristalización dicha energía sea liberada. ❶ Con la ayuda del gráfico del problema 3 y los datos de la experiencia 2 A, **estime** la energía absorbida/liberada en la disolución del CuSO₄ y exprese el resultado en kJ/mol. ❷ De forma similar estime la energía asociada a la cristalización del CuSO₄ al romperse la saturación en la parte C de la experiencia 2. Indique las aproximaciones que necesite realizar. Ayuda: la energía liberada/absorbida por la disolución/cristalización es ganada/perdida por la solución provocando el cambio de temperatura, suponga que la capacidad calórica molar de la solución es igual a la del agua.

Página intencionalmente en blanco

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

PRÁCTICA 5. SEPARACIÓN DE MEZCLAS

TÉCNICAS APLICADAS:

TEC 1 TEC 3 TEC4 T10

OBJETIVOS

- Conocer y aplicar diversas técnicas de filtración por gravedad y por succión
 - Realizar la separación de una mezcla aplicando conceptos de solubilidad en agua fría y caliente.
-

INTRODUCCIÓN

Muchas sustancias que se encuentran en la naturaleza y la mayoría de las que se preparan en el laboratorio son impuras, esto es, son parte de una mezcla. Una **mezcla** es una combinación física de dos o más sustancias que mantienen su identidad química. Por ejemplo, una roca, el agua de mar, la atmósfera o una aleación metálica son mezclas.

Decimos que una mezcla es **heterogénea** cuando sus componentes pueden reconocerse a simple vista o por medios ópticos sencillos como una lupa. Ejemplo de estas mezclas son la arena, los suelos, algunas rocas como el granito, etc. Por otra una mezcla es **homogénea** cuando sus componentes no pueden distinguirse a simple vista, como es el caso de la leche (una suspensión estable de partículas microscópicas de grasa y proteínas) o las disoluciones, en donde las partículas del soluto alcanzan dimensiones moleculares o incluso iónicas.

Idear métodos para identificar y separar los componentes de una mezcla en forma más o menos pura es una meta importante de la investigación química. El método escogido para separar una mezcla se fundamenta en las diferentes propiedades físicas y químicas de los componentes de la mezcla.

Mediante la **filtración** se puede separar un sólido mezclado con un líquido al hacer pasar la muestra por un medio poroso donde se retiene el sólido. Se trata simplemente de un proceso físico en el cual las partículas del sólido no pueden pasar por un poro suficientemente pequeño y quedan retenidas mientras que el líquido sigue su camino.

En la **evaporación** (otro método físico) se elimina la fracción volátil de una mezcla, generalmente líquida, calentándola para favorecer su evaporación mientras que la fracción no volátil, usualmente sólida, permanece. En forma parecida se trabaja en la **sublimación** en donde se favorece la evaporación de un sólido volátil separándolo de otros componentes no volátiles.

La **precipitación** es una técnica de separación en donde se manipulan las condiciones de una solución a objeto de provocar que uno o más de sus componentes se tornen insolubles y precipiten separándose del medio. Por ejemplo, se puede usar un reactivo que ocasione la formación de un precipitado insoluble con uno de los componentes y separarlo de la mezcla (método químico).

De manera similar en la **crystalización** se forma un sólido cristalino disminuyendo su solubilidad bien sea enfriando una solución, evaporando parcialmente el solvente o agregando un solvente en el cual la sustancia es menos soluble (métodos

físicos)

La **cromatografía** engloba una gran diversidad de técnicas de separación de mezclas que se fundamentan en las diferencias de velocidad con que sus componentes se mueven al ser arrastrados por un disolvente a través de un medio en el cual pueden adsorberse. Aquellas sustancias que interactúan levemente con el medio son arrastradas rápidamente por el solvente, a diferencia de las que interactúan fuertemente, permitiendo lograr su separación.

De las técnicas mencionadas la filtración resalta como la más sencilla y quizás una de la más comúnmente empleada en el laboratorio. En el capítulo 4 de este manual (técnica 4) se describen ampliamente algunas técnicas de filtración.

PARTE EXPERIMENTAL

Se tiene una mezcla sólida cuyos componentes mayoritarios son ácido benzoico, nitrato de plomo (II) y arena. Se desea estimar el contenido de estos componentes en la mezcla.

EXPERIENCIA 1:

Obtención del $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ en solución

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ①

Pese entre 4 y 5 g de la mezcla en un beaker de 100 mL. Agregue 30 mL de agua destilada y agite para disolver todo el material que sea posible. Tápelo con papel, plástico o un vidrio de reloj y colóquelo en un baño de hielo durante 15-20 min. Recuerde identificar el vaso con su nombre antes de colocarlo en el baño.

Prepare un sistema de filtración por gravedad mediante papel plegado según se describe en la Técnica 4-B. Utilice un vaso de 250 mL (limpio y curado con agua destilada) para recolectar el filtrado.

Cuando esté suficientemente fría realice la filtración de la mezcla. Agite el contenido del beaker con movimientos de rotación y viértalo en el embudo cuidando que el nivel del líquido no sobrepase los 2/3 del alto del filtro. Trate que no quede ningún sólido en el vaso después que se haya vertido el líquido; de ser necesario arrastre cualquier sólido con una pequeña porción de agua fría.

De acuerdo a la solubilidad de los componentes de la mezcla, el filtrado es una solución de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ y el residuo una mezcla de arena y ácido benzoico.

EXPERIENCIA 2:

Precipitación y separación del $\text{Pb}(\text{II})$ como PbI_2

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ②

Agregue 15 mL de KI 0,1M al filtrado del experimento 1. Observe la reacción y en especial las características del precipitado.

Agregue 40 mL de agua destilada y caliente la mezcla hasta la total disolución (es posible que necesite añadir más agua destilada, consulte con el profesor). *No permita que la mezcla ebulle y cuide que no se pierda una cantidad apreciable de solvente por evaporación.* Durante el calentamiento agite suavemente de vez en cuando tratando que el precipitado no se adhiera a las paredes del vaso. Una vez

que el precipitado esté completamente disuelto, deje reposar y permita enfriar hasta temperatura ambiente.

Prepare un sistema de filtración por gravedad mediante papel doblado como se indica en la Técnica 4-A. Después de haber doblado y rasgado la esquina del filtro péselo sobre un vidrio de reloj usando una balanza de apreciación 0,01 g. Registre la masa en el cuaderno.

Cuando se haya enfriado la mezcla en el vaso, realice su filtración. Agite el contenido del vaso con movimientos de rotación y viértalo en el embudo cuidando que el nivel del líquido no sobrepase los 2/3 del alto del filtro. Trate que no quede ningún sólido en el beaker después que se haya vertido el líquido.

El lavado ayuda a arrastrar todo el precipitado formado que queda en el vaso, además, permite eliminar los iones que no reaccionaron para que no afecten la masa final del precipitado.

Usando de 2 a 3 mL de agua fría cada vez, lave tres veces el vaso de precipitado, vertiendo las aguas del lavado en el mismo embudo de la filtración.

Al finalizar la filtración se retira cuidadosamente el papel de filtro (sin romperlo). Con la ayuda de una espátula se despega del embudo y se coloca nuevamente sobre el vidrio de reloj sobre el cual se pesó originalmente. Se lleva a una estufa caliente y se permite secar, teniendo cuidado de no permitir el quemado del papel. Siguiendo las instrucciones del profesor, se retira de la estufa y se enfría en un desecador. Una vez frío, se pesa el vidrio de reloj con el papel de filtro y se calcula la masa del precipitado por diferencia.

Con este resultado, y haciendo uso de la ecuación balanceada para la reacción de precipitación, determine el contenido de nitrato de plomo de la mezcla original.

EXPERIENCIA 3:

Obtención del ácido benzoico en solución

Con la ayuda de una espátula transfiera el residuo presente en el papel de filtro de la experiencia 1 al beaker de 100 mL que originalmente contenía la mezcla.

Prepare un nuevo sistema de filtración por gravedad mediante papel plegado.

Agregue 50 mL de agua destilada al vaso y caliente suavemente con ayuda de un mechero. Agite de vez en cuando a medida que calienta.

Cuando se observe el inicio de la ebullición proceda a filtrar rápidamente para que no se enfríe la solución.

De acuerdo a la solubilidad de los componentes del residuo, el filtrado es una solución de ácido benzoico y el residuo es arena.

Deseche el residuo. Si el filtrado es incoloro procede con la experiencia 5, si presenta coloración siga con la experiencia 4.

Recuerde registrar sus observaciones.

EXPERIENCIA 4:

Purificación del ácido benzoico mediante carbón activado

Al beaker con el filtrado proveniente de la experiencia 3 añada cuidadosamente 1g de carbón activado y caliente a ebullición. Permite que la mezcla ebulle suavemente por 2-3 min.

Filtre en caliente usando la técnica de filtración por pliegues. Hágalo inmediatamente después de retirar el vaso de precipitado del mechero para no permitir que se enfríe la disolución.

Conserve el líquido filtrado y deseche el residuo en el papel de filtro.

Recuerde registrar sus observaciones.

EXPERIENCIA 5:

Obtención del ácido benzoico

Registre los datos de esta experiencia según el [Formato ③](#)

Caliente para evaporar el filtrado obtenido en la Experiencia 4 (ó 3) hasta aproximadamente la mitad de su volumen original. Permita enfriar. Una vez a temperatura ambiente coloque el beaker en un baño de hielo durante 15-20 min. Recuerde identificar el vaso con su nombre y taparlo con papel plástico o un vidrio de reloj.

Prepare un sistema de filtración por succión (Técnica 4-C). Si es necesario corte con una tijera el papel de filtro para que se ajuste correctamente en el embudo Buchner y luego péselo sobre un vidrio de reloj. Anote la masa en su cuaderno.

Filtre por succión los cristales obtenidos. Presione suavemente la masa de cristales con un tapón de goma para ayudar a la extracción de cualquier líquido que permanezca atrapado entre ellos. Deja actuar la succión durante 3-4 min para favorecer el secado.

Finalice la succión y con la ayuda de una espátula arrastre los cristales desde la periferia del papel hacia el centro y luego despegue el borde del papel, doblándolo hacia el medio para poder retirarlo del embudo sin perder material. Colóquelo en el vidrio de reloj y llévalo a la estufa para su secado. Retire de la estufa y permita enfriar en un desecador siguiendo las instrucciones del profesor. Cuando se haya enfriado, pese nuevamente el vidrio de reloj con el papel de filtro y determine la masa del precipitado por diferencia.

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

Douglas Skoog, Donald West y James Holler (1988) *Fundamentos de Química Analítica* (4^{ta} Edición) Editorial Reverté. Capítulos 4 y 5

David Harvey (2000) *Modern Analytical Chemistry*, Mc Graw Hill, Capítulo 8

Raymond Chang (2010), *Química* (Décima Edición) Mc Graw Hill Interamericana Editores S.A. Capítulo 12.

Ralph Petrucci, Geoffrey Herring, Jeffrey Madura, Carey Bissonnette (2011), *Química General* (10^{ma} Edición), Pearson Educación, S.A., Capítulo 13

Theodore Brown, Eugene LeMay, Bruce Bursten, Julia Burdge, (2004), *Química. La ciencia central* (9^{na} Edición). Pearson Educación, Capítulo 13

John McMurry, Robert Fay (2003), *Chemistry* (4th Edition). Prentice Hall, Capítulo 11.

Kenneth Whitten, Raymond Davis, Larry Peck, George Stanley (2008), *Química* (8^{va} Edición), Cengage Learning Editores, S.A. de C.V., Capítulo 14

TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES

① Experiencia 1.

Masa del beaker (g) _____

Masa del beaker + muestra (g) _____

Masa de la muestra (g) _____

Observaciones: _____

② Experiencia 2.

Volumen adicional de agua destilada (mL) _____

Masa vidrio de reloj + filtro (g) _____

Masa vidrio de reloj + filtro + residuo seco (g) _____

Masa del residuo seco (PbI_2) (g) _____

Observaciones: _____

③ Experiencia 5.

Volumen adicional de agua destilada (mL) _____

Masa vidrio de reloj + filtro (g) _____

Masa vidrio de reloj + filtro + residuo seco (g) _____

Masa del residuo seco (Ác. benzoico) (g) _____

Observaciones: _____

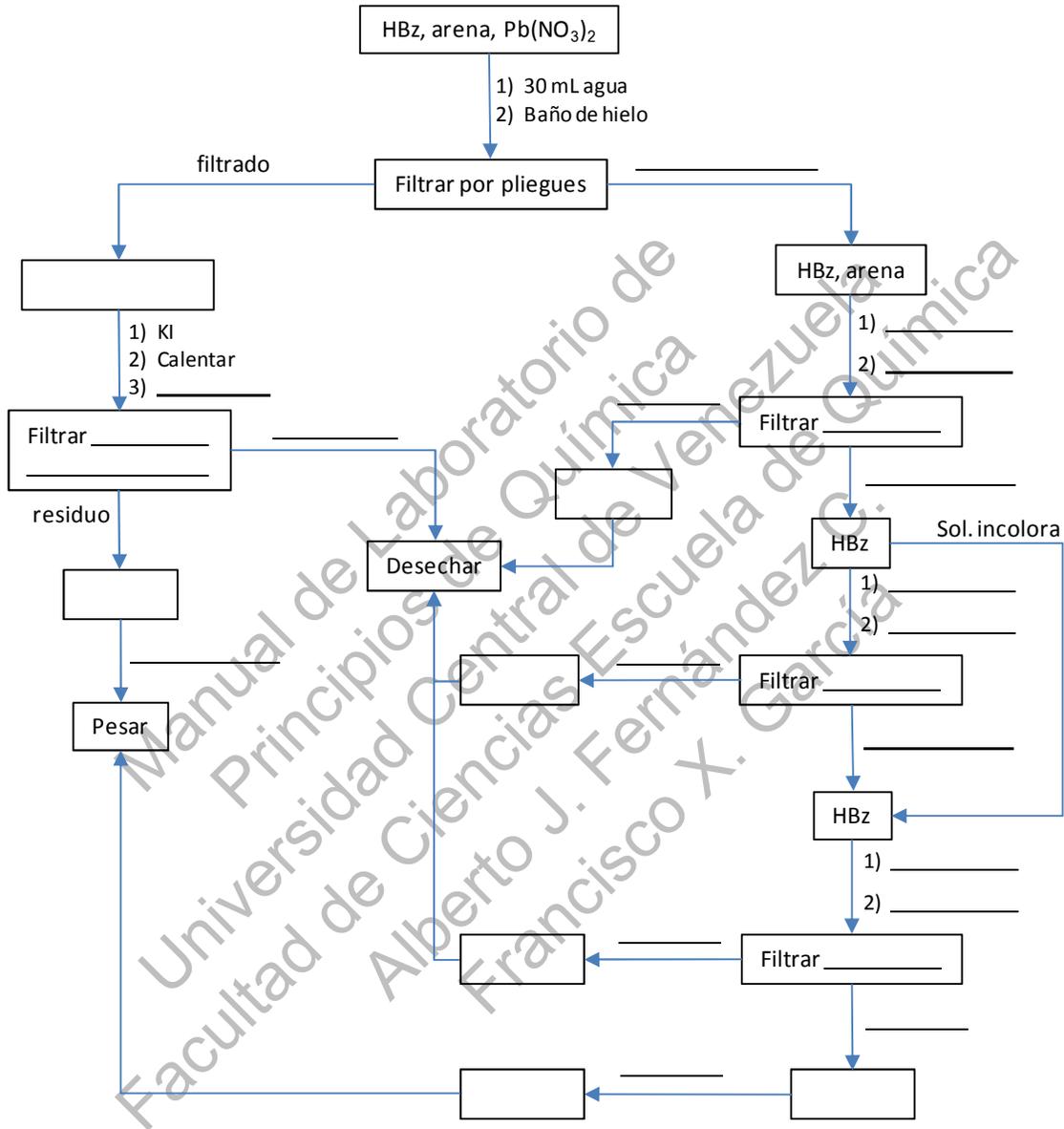
CUESTIONARIO PRELABORATORIO

1. Prepare un cuadro (tres columnas) comparando las características, ventajas, desventajas, usos recomendados, etc. de las técnicas de filtración por gravedad (papel doblado y papel plegado) y filtración por succión.
2. Explique por qué en la experiencia 1, 3 y 4 se ejecuta una filtración usando el papel plegado. Sea específico en su respuesta para cada experimento.
3. ¿Por qué en la filtración con papel doblado se recomienda rasgar la esquina del papel de filtro?
4. ¿Por qué en la filtración con papel plegado se recomienda usar un embudo sin tallo?
5. ¿Sería adecuado separar el carbón activado en la experiencia 4 mediante filtración por succión? Argumente su respuesta.
6. ¿Cuál es el propósito de calentar para disolver el PbI_2 y luego dejarlo enfriar para que precipite de nuevo y proceder a filtrarlo?
7. ❶ ¿Por qué en las experiencias 2 y 5 se debe secar el residuo (y papel de filtro) para pesarlo? ❷ ¿Qué ocurriría si el secado no fuera completo y permaneciera algo de solvente en el momento de pesar?
8. Investigue en la literatura y complete la siguiente tabla incluyéndola en el cuaderno (es aceptable la solubilidad expresada en g/100 g y/o 25°C en lugar de 20°C):

Compuesto	Solubilidad en agua (g/100 mL)		
	0°C	20°C	100°C
$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$			
Ácido benzoico			
PbI_2			

9. En relación a la experiencia 1 y de acuerdo a los valores de solubilidad, explique ❶ ¿Por qué es necesario enfriar en hielo la mezcla inicial antes de filtrar? ❷ Empleando 30 mL de agua, cuál es la cantidad máxima de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ que podría estar presente en la mezcla y ser disuelta por completo (y en consecuencia separada), ❸ Si la mezcla tuviera 1 g de ácido benzoico, ¿Cuál sería el porcentaje de pérdida de ácido al filtrar a 0°C debido a que permanecería disuelto?, ❹ ¿Cuánto sería la pérdida si hubieran 2 g de ácido benzoico?
10. Si en un experimento se toman 5,00 g de muestra y se recuperan 0,20 g de PbI_2 (experiencia 2) ¿Cuál es la cantidad porcentual de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ en la mezcla original suponiendo que no hay pérdidas durante el proceso de separación? Exprese su resultado con el número correcto de cifras significativas.
11. En relación a la experiencia 3 y de acuerdo a los valores de solubilidad, ❶ calcule cuál es la máxima cantidad de ácido benzoico que puede estar presente en el residuo si para hacer la extracción se emplean 50 mL de agua a temperatura de ebullición. ❷ Explique la importancia de filtrar rápidamente para que no se enfríe la solución.
12. Explique argumentando claramente para qué se realiza la reducción de volumen a la mitad en la experiencia 5, antes de enfriar con hielo.

13. Complete los espacios en blanco en el diagrama siguiente. Tome en cuenta que es una forma esquemática resumida del procedimiento experimental usado en la separación de la mezcla problema de esta práctica. Use la información existente en el diagrama a modo de ejemplo (HBz = ácido benzoico):



ACTIVIDADES POSTLABORATORIO

Estas actividades deben incluirse en el cuaderno de laboratorio e informe de práctica

1. ❶ Discuta si con la observación realizada por Ud. de la mezcla original podía inferirse la presencia de tres componentes mayoritarios. ❷ ¿Cómo calificaría el tipo de mezcla que le fue entregada?
2. En base a las masas de los componentes separados, calcule la composición porcentual de la muestra (recuerde que el plomo se encontraba en forma de nitrato no de yoduro).
3. En base a las solubilidades conocidas del ácido benzoico en agua a 0°C, ❶ estime la masa perdida del mismo durante los experimentos 1 y 5. ❷ Exprese el valor calculado como error relativo porcentual en el valor pesado de ácido benzoico.
4. Conociendo la solubilidad del yoduro de plomo (II) en agua ❶ estime cuánta sal pudo perderse debido a que quedó disuelta en el agua. ❷ exprese el valor calculado como error relativo porcentual en el valor pesado de PbI_2 .
5. Con base en las pérdidas calculadas en la recuperación del ácido benzoico y el yoduro de plomo (II) ❶ corrija los resultados de masa recuperada para el ácido benzoico y el yoduro de plomo (II) agregando la masa perdida y recalcule la composición porcentual de la muestra. ❷ Discuta si es razonable o no aplicar esta corrección en el cálculo de la composición de la muestra.
6. Además de lo indicado como pérdidas por solubilidad ¿qué otros factores, a lo largo de todos los experimentos efectuados, pueden afectar la recuperación de los componentes de la mezcla y por tanto ser fuentes de errores experimentales?

PRÁCTICA 6

pH, HIDRÓLISIS Y SOLUCIONES AMORTIGUADORAS

TÉCNICAS APLICADAS:

TEC 8

OBJETIVOS

- Medir el pH de soluciones mediante papel indicador universal.
- Acotar el pH de disoluciones acuosa haciendo uso de múltiples indicadores líquidos.
- Evaluar el comportamiento de un búfer al agregarle ácido

INTRODUCCIÓN

En medio acuoso los iones hidrógeno reaccionan con moléculas de agua para formar especies como H_3O^+

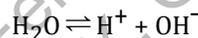
entre otras. H^+ es una forma simplificada de referirse a esas especies. En ningún momento implica la existencia de un protón libre en solución.

La reacción entre un ion y el agua para generar H^+ u OH^- se denomina *hidrólisis*.

Se puede definir un ácido como cualquier sustancia capaz de donar un ión hidrógeno en solución y una base como cualquier sustancia capaz de aceptarlo. De esta manera, la “acidez” de un medio o solución se refiere a la concentración de iones hidrógeno presentes en el mismo. Para medir la acidez, P. L. Sorensen introdujo la escala de pH y la definió como:

$$\text{pH} = -\log[\text{H}^+]$$

El agua sufre un proceso de autodisociación en el cual se generan igual cantidad de iones hidrógeno e iones hidróxido (hidroxilo) y cuya constante de equilibrio es de 1×10^{-14} (a 25 °C):



Bajo estas condiciones se puede calcular (y medir) que el pH del agua pura es 7 y, cómo la cantidad de $[\text{H}^+] = [\text{OH}^-]$, se afirma que tiene pH neutro (ni ácido ni básico).

Los ácidos y bases no son los únicos compuestos que pueden alterar el pH de una solución. Dentro de esta categoría también se incluyen las sales provenientes de ácidos fuertes y bases débiles y las que se forman entre ácidos débiles y bases fuertes. Esto se debe a que el ion del ácido o base débil reacciona con el agua originando OH^- o H^+ respectivamente.

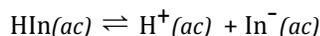
Frecuentemente los procesos químicos y biológicos involucran reacciones ácido-base en medios acuosos, cambiando el pH a medida que la reacción transcurre o siendo afectadas por el pH del medio.

Es fundamental entonces conocer el pH del medio en muchos sistemas reales ya sea para predecir la ocurrencia de una reacción química dada, la solubilidad de un compuesto, el crecimiento de una colonia de microorganismos, el efecto de la lluvia ácida en una determinada estructura, etc.

Las mediciones del contenido ácido-base de una sustancia puede realizarse de varias maneras, dos de ellas son mediante el uso de indicadores de pH y mediante papel pH.

Los **indicadores ácido base** son ácidos o bases orgánicas débiles de estructura compleja. Su principal característica, que los lleva a ser de gran utilidad en el análisis químico, es que sus formas ionizada y no ionizada presentan colores diferentes. Las concentraciones de estas dos especies se relacionan con el pH de la solución impartiendo un color característico. Es decir, el color de la solución depende del pH.

Para que un ácido monoprótico débil, que denominaremos HIn, sea un indicador eficaz, este ácido y su base conjugada In^- deben tener colores muy diferentes. El ácido (débil) HIn se ioniza muy poco en disolución, estableciéndose un equilibrio:



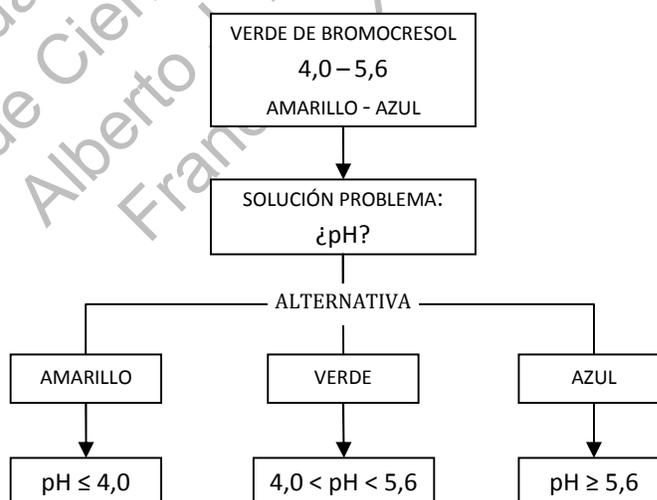
Empleando el principio de Le Chatelier podemos deducir que añadiendo OH^- al medio se va a favorecer la disociación del ácido, a consecuencia del consumo de los protones, desplazándose el equilibrio hacia la derecha y por lo tanto disminuyendo la concentración de la especie HIn. Por otro lado, si se agrega H^+ al medio se desplazará el equilibrio hacia la izquierda aumentando la concentración de la especie protonada HIn.

En general, si el 90% o más de un indicador está en la forma HIn, la solución toma el color de la forma ácida. Si el 90% o más está en la forma In^- la solución toma la coloración de la forma básica. Si $[HIn]$ y $[In^-]$ son similares, se percibe un color intermedio. El cambio completo de color ocurre en aproximadamente dos unidades de pH, con $pH = pK_{HIn}$ en el centro de este rango. Este intervalo se denomina **rango o intervalo de viraje**.

En la Tabla 4 se muestran los rangos de virajes de varios indicadores. Una tabla más extensa se encuentra en el Anexo 3.

Al agregar un indicador a una solución se puede obtener uno de tres posibles resultados como se indica en el diagrama a continuación:

De acuerdo al diagrama si se obtiene un color azul el pH debe ser mayor o igual a 5,6. Para acortarlo, se debe seleccionar otro indicador (no se muestra en el diagrama), por ejemplo, rojo de fenol, cuyo viraje de amarillo a rojo ocurre en el intervalo 6,4 – 8,0. Si al agregarlo a la solución se produce un color amarillo, queda acotado el pH entre 5,6 y 6,4 (ya que la prueba con el primer indicador muestra $pH \geq 5,6$ y la prueba del segundo indica $pH \leq 6,4$)



Si lo que se desea es tener un valor de pH o al menos un rango ("pH acotado") la única posibilidad usando un solo indicador es que se obtenga el color intermedio (verde en el diagrama), de lo contrario solo se establecerá una cota inferior o superior para el pH ($pH \leq 4,0$ ó $pH \geq 5,6$), en este caso se requiere el uso de un

segundo indicador que permita fijar una nueva cota y así establecer un rango para el pH de la solución.

Tabla 4. Rangos de viraje para algunos indicadores ácido base

Indicador	pH del rango de viraje	Color de la forma ácida	Color de la forma básica
Violeta de metilo	0,0–1,6	amarillo	azul
Azul de timol	1,2–2,8	fucsia	amarillo
Amarillo de Metilo	2,9–4,0	rojo	amarillo
Naranja de Metilo	3,1–4,4	rojo	naranja
Azul de Bromofenol	3,0–4,6	amarillo	azul violeta
Rojo Congo	3,0–5,0	azul	rojo
Verde de Bromocresol	3,8–5,6	amarillo	azul
Rojo de Metilo	4,4–6,2	rojo	amarillo
Púrpura de Bromocresol	5,2–6,8	amarillo	púrpura
Azul de Bromotimol	6,0–7,6	amarillo	azul
Rojo de fenol	6,9–8,2	Amarillo	rojo
Rojo de Cresol	7,0–8,8	amarillo	rojo
Fenolftaleína	8,0–10,0	incoloro	rosado
Timolftaleína	9,4–10,6	incoloro	azul
Amarillo de Alizarina R	10,1–12,0	amarillo	morado

Algunos indicadores tienen una forma incolora como, por ejemplo, las formas ácidas de la fenolftaleína y la timolftaleína.

El pH de una solución puede medirse con gran exactitud con la ayuda de un instrumento electrónico denominado pH-metro. El tipo más frecuente se basa en la determinación de la diferencia de potencial entre las dos superficies de una membrana de vidrio que separa dos soluciones con diferentes concentraciones de iones hidrógeno.

Es posible preparar una solución que contenga una mezcla de indicadores seleccionados de forma que sus cambios de color se repartan a lo largo de un amplio intervalo de pH (0 - 14) y que los colores resultantes puedan observarse fácilmente. A esta solución se le denomina **indicador universal**. Si la misma se coloca en un material absorbente como papel poroso y se deja secar, habremos preparado un dispositivo sencillo, conveniente y portátil para medir rápidamente el pH de cualquier solución dentro o fuera del laboratorio. A esto se le denomina **papel indicador universal o papel pH**. Las cintas de papel pH son comunes y constituyen la forma más sencilla de medir con cierta exactitud el valor de pH de soluciones. Para ello basta humedecer el papel con la solución que se investiga, de forma instantánea la cinta cambiará su color y por comparación con un escala de colores se puede conocer el valor de pH de la solución.

Existen varias versiones comerciales del papel indicador universal, que varían en la forma de la presentación y exactitud con la cual es posible determinar el valor de pH.

Figura 35. Diferentes formatos de papel pH comercial



PARTE EXPERIMENTAL
**EXPERIENCIA 1:
Medición del pH de
soluciones de HCl**

No manipule el papel pH con las manos desnudas ya que la grasa y/o sudor pueden afectarlo. Igualmente, la presencia de un producto seco ácido o básico en un guante se puede depositar sobre el papel y reaccionar cuando este se humedezca afectando su resultado.

Este experimento tiene por objeto determinar el pH de un grupo de soluciones de ácido fuerte (cuyos pH pueden calcularse con facilidad) mediante el uso de papel pH y soluciones indicadoras de pH. En el análisis de resultados los valores experimentales son comparados con los valores calculados para cada solución.

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ①

A. Determinación del pH mediante papel indicador

Obtenga soluciones de HCl de concentraciones 1M; 0,1M; 0,01M y 0,001M. Mida el pH de cada una de ellas empleando papel indicador universal.

Para ello, corte una pequeña porción de una tira de papel indicador (no más de 5 mm de largo) y ubíquela sobre un vidrio de reloj limpio y seco.

Introduzca el agitador de vidrio limpio en la disolución de interés, retírelo inmediatamente y toque con la punta mojada de solución el fragmento del papel indicador.

Observe el color que toma el papel y compare de inmediato con el patrón de referencia en la caja del papel indicador.

B. Acotación del pH utilizando indicadores líquidos

En un tubo de ensayo limpio y curado con la disolución a ensayar introduzca una pequeña cantidad (1 o 2 mL) de la misma.

Usando el valor calculado para el pH o el determinado con el papel indicador, seleccione un indicador líquido apropiado para acotar el pH óptimamente.

Vierta 1 ó 2 gotas del indicador. Anote el resultado. Seleccione un nuevo indicador para acotar el pH de la solución y repita el procedimiento.

Generalmente, se puede acotar un pH mediante dos o tres ensayos con indicadores líquidos.

NOTAS

- No use el valor calculado de pH ni el medido mediante papel pH como parte de la acotación. La misma debe hacerse totalmente mediante los indicadores líquidos.
 - Los colores indicados por las tablas pueden no coincidir con lo observado, lo que para algunos es rojo, para otros puede ser magenta, fucsia, etc. Los colores reportados en las tablas deben interpretarse en un sentido amplio. En caso de dudas realice un patrón, es decir añada el indicador a una solución que posea un pH superior o inferior al rango de viraje y observa el color que adquiere.
 - Los colores en el rango de viraje pueden ser difíciles de interpretar, por ejemplo, se espera que un indicador que vira de rojo a amarillo se vea como anaranjado pero el color observado puede ser rojo ladrillo. Ante la ambigüedad, es preferible escoger otro indicador o hacer una prueba con un patrón.
-

EXPERIENCIA 2:
Medición del pH a
soluciones
amortiguadoras,
tampón o búfer

Este experimento tiene por objeto determinar el pH de soluciones amortiguadoras de pH a las que se le agregan diferentes concentraciones de ácido clorhídrico.

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ①

Vierta 5 mL de cada una de las cuatro disoluciones de ácido clorhídrico obtenidas en la Experiencia 1.A en diferentes tubos de ensayo limpios y curados. Márquelos claramente del 1 al 4 siendo el 1 el que contiene el ácido 1 M y el 4 el más diluido.

En otro tubo de ensayo limpio y curado coloque 5 mL de agua destilada. Rotule este tubo como 0 (blanco del experimento).

A cada uno de los tubos (0-4) agregue 5 mL de disolución amortiguadora de ácido acético/acetato sódico (0,1M/0,1M). Mezcle bien.

Determine el pH usando papel indicador universal para cada solución (tubos 0-4) y también para el búfer sin dilución.

Siguiendo el procedimiento indicado en la Experiencia 1, realice la acotación del pH mediante indicadores líquidos para cada solución (tubos 0-4) y también para el búfer sin dilución.

EXPERIENCIA 3:
Medición del pH a diversas
soluciones acuosas

Este experimento tiene por objeto determinar el pH de muestras de soluciones de diferentes compuestos

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ①

Obtenga una muestra de agua destilada y de soluciones 0,1M de NaOH, CH₃COOH, NH₃(ac), NaCl, CH₃COONa, Na₂CO₃ y CH₃COONH₄

Usando papel indicador de pH determine el valor de cada muestra.

Usando el método de acotación mediante indicadores líquidos, acote el pH de las muestras.

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

Raymond Chang (2010), *Química* (Décima Edición) Mc Graw Hill Interamericana Editores S.A. Capítulos 15 y16.

Ralph Petrucci, Geoffrey Herring, Jeffry Madura, Carey Bissonnette (2011), *Química General (10^{ma} Edición)*, Pearson Educación, S.A., Capítulos 16 y17

Theodore Brown, Eugene LeMay, Bruce Bursten, Julia Burdge, (2004), *Química. La ciencia central (9^{na} Edición)*. Pearson Educación, Capítulos 16 y17

John McMurry, Robert Fay (2003), *Chemistry* (4th Edition). Prentice Hall, Capítulos 15 y 16.

Kenneth Whitten, Raymond Davis, Larry Peck, George Stanley (2008), *Química* (8^{va} Edición), Cengage Learning Editores, S.A. de C.V., Capítulos 18 y19

TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES

- Recuerde emplear el número correcto de cifras significativas
- Para los parámetros marcados con asterisco (*) recuerde indicar las fórmulas empleadas para el cálculo

① Experiencias 1-3. Mediciones de pH

Muestra ensayada _____

pH calculado* _____

pH según papel indicador _____

Prueba N°	Indicador	Colores y rango	Color observado	pH

⋮	⋮	⋮	⋮	⋮

Rango acotado de pH según indicadores pH _____

CUESTIONARIO PRELABORATORIO

1. Defina ácido y base fuerte. De 4 ejemplos de cada tipo.
2. Defina ácido y base débil. De 4 ejemplos de cada tipo.
3. Se quiere preparar 100 mL de HCl *aproximadamente* 1 M a partir de una solución comercial que contiene 37,0 % (p/p) de HCl y cuya densidad es 1,19 g/mL ❶ ¿Cuántos mL de la solución comercial será necesario tomar? ❷ ¿Con qué instrumento se medirán?
4. Calcule los pH correspondientes a todas las soluciones de la experiencia 1-A empleando las concentraciones indicadas en la práctica.
5. ❶ Defina búfer o solución reguladora. ❷ ¿Qué entiende por capacidad reguladora?
6. Calcule el pH de una solución 0,1M en ácido acético y 0,1 M en acetato de sodio.
7. Calcule el pH esperado al mezclar 5 mL del búfer de la pregunta anterior con 5 mL de HCL para las concentraciones 1M, 0,1 M, 0,01M y 0,001M
8. ❶ Escriba las ecuaciones iónicas balanceadas para las *hidrólisis* de los siguientes compuestos: de NaOH, CH₃COOH, NH₃, NaCl, CH₃COONa, Na₂CO₃ y CH₃COONH₄. ❷ Si se preparan soluciones acuosas al 0,1 M de cada uno de ellos, ¿cuál sería el pH de cada solución?
9. El CO₂ atmosférico se disuelve en agua para formar ácido carbónico. De acuerdo a esto, ¿puede esperarse que el agua destilada sin protección tenga pH neutro? Soporte su respuesta con las ecuaciones químicas necesarias.
10. Una fórmula para preparar un indicador universal contiene fenolftaleína, azul de bromotimol, rojo de metilo y azul de timol. Con ayuda de la tabla de indicadores en el anexo prediga cuál será la coloración aproximada de esta mezcla en los siguientes valores de pH:

< 3, 3 – 6, 7, 8-11, y > 11

Argumente su respuesta.

11. Se ensaya una muestra con rojo de fenol y se obtiene un color amarillo. Al tratar la muestra con rojo de clorofenol se produce un color anaranjado. ¿Cuál es el pH acotado para esta muestra?
12. Una muestra se ensaya con rojo de timol y se obtiene un color amarillo, luego se prueba p-nitrofenol y se produce de nuevo un color amarillo, finalmente se ensaya con azul de bromotimol y se obtienen un color verde. ¿Cuál es el pH acotado de la muestra?

ACTIVIDADES POSTLABORATORIO

Estas actividades deben incluirse en el cuaderno de laboratorio e informe de práctica

1. Prepare una tabla con los indicadores líquidos *realmente empleados* en sus pruebas. Indique nombre, cambios de color y rango de pH.
2. Para cada experimento, prepare una tabla comparando los resultados de pH calculado, pH medido con papel indicador y pH determinado con los indicadores líquidos. Indique el pH acotado con estos últimos:

Muestra	pH calculado	pH papel indicador	Indicador			
			Nombre	Color observado	pH	pH acotado

1. Discuta sus resultados indicando si los diferentes valores son comparables. Si no lo son, ¿cuál puede ser la causa?
 2. Argumente sobre la conveniencia de cada método (papel vs indicador líquido) en términos de ventajas y desventajas
3. ¿A qué se debe la diferencia de resultados en la experiencia 2? ¿Qué puede concluir sobre la capacidad de las soluciones buffer de amortiguar el pH del medio?
4.
 1. Justifique los resultados obtenidos en el experimento 3.
 2. Utilice ecuaciones químicas balanceadas para argumentar su razonamiento.

PRÁCTICA 7. TITULACIONES ÁCIDO-BASE

TÉCNICAS APLICADAS:

TEC 5 TEC 6 TEC 7 TEC 8 TEC 9

OTROS REQUISITOS:

Análisis de Datos (Sección III de este manual)

OBJETIVOS

- Familiarizarse con la técnica de titulación ácido-base
- Preparar y estandarizar una solución de HCl mediante titulación
- Determinar la concentración de una solución problema de NaOH
- Expresar resultados con su estimación de incertidumbre

INTRODUCCIÓN

Una **titulación** es un método de análisis en el cual se determina la cantidad de un reactivo de concentración conocida que se necesita para reaccionar completamente con una muestra de concentración desconocida.

El término *valoración* se usa como sinónimo de *titulación*.

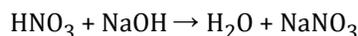
Desde el punto de vista experimental una titulación involucra la medida cuidadosa y adición controlada de volúmenes de una solución de concentración conocida, denominada **titulante**, a un masa o volumen de la sustancia que se desea determinar. Esto se realiza hasta que la reacción entre ambas sustancias se considera que es completa. El punto en donde se añade la cantidad justa de titulante para reaccionar con toda la sustancia a analizar se denomina **punto de equivalencia**.

La titulación es un método analítico cuantitativo pues su objetivo es la determinación de la masa de una sustancia presente en una muestra.

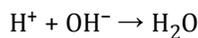
Una solución *patrón* a veces se denomina solución *estándar* o *estandarizada*.

La solución del reactivo de composición exactamente conocida empleada como titulante recibe el nombre de solución **patrón**. La exactitud con la que se conoce esta concentración determinará la exactitud de la determinación que se realiza.

Supongamos que nos planteamos determinar la concentración de ácido nítrico (HNO₃) en una muestra de agua efluente de una industria determinada. Para ello se puede plantear la titulación de una porción de la muestra de volumen conocido, V_a (denominada alícuota) y añadirle una solución de una base fuerte de concentración exactamente conocida, por ejemplo NaOH, de concentración molar igual a M_b. La reacción que tiene lugar entre el ácido y la base es una reacción de neutralización:



Que podemos simplificar tomando en cuenta las especies que realmente reaccionan:



En esta titulación, antes del punto de equivalencia el pH de la solución es ácido (menor que 7.00)

Es decir el añadido de la base va a ocasionar la neutralización del ácido y por lo tanto un incremento del pH de la solución. De acuerdo a la estequiometría de la reacción cada mol de ácido requiere un mol de base para su neutralización. Si para neutralizar todo el ácido presente se requiere el volumen de base V_b , la cantidad de moles de base añadidos está dada por:

$$\text{Moles de base añadidos} = V_b \times M_b$$

En el punto de equivalencia de una neutralización de ácido fuerte con base fuerte el pH de la solución es neutro.

De acuerdo a la estequiometría de la reacción de neutralización, en el punto de equivalencia se cumple:

$$\text{Moles de base añadidos} = \text{Moles de ácido presentes en la muestra}$$

es decir:

$$V_b \times M_b = V_a \times M_a \quad (1)$$

Lo que nos permite conocer la concentración del ácido nítrico a partir de la determinación del volumen de una solución patrón de base necesaria para neutralizar el ácido presente en una alícuota de la muestra de agua.

*Es importante recalcar que la expresión (1) sólo es válida en el punto de equivalencia y para reacciones cuya estequiometría sea **uno a uno** (un mol de titulante a un mol de titulado).*

Como se puede inferir, una titulación tiene el objetivo de determinar el punto en donde la cantidad de titulante añadido es equivalente a la cantidad de sustancia que se analiza (analito) de acuerdo a la estequiometría de la reacción (en el ejemplo del ácido nítrico e hidróxido de sodio son iguales), este punto se conoce como **punto de equivalencia** y el volumen de titulante necesario se conoce como volumen del punto de equivalencia. Experimentalmente lo que se realiza es una estimación del punto de equivalencia mediante la observación de algún cambio físico producto de la ocurrencia de la reacción, como por ejemplo algún cambio de color o la aparición de un precipitado. A esta estimación experimental del punto de equivalencia se le conoce como **punto final** y el volumen de titulante asociado se denomina volumen del punto final.

La diferencia entre el punto de equivalencia y el punto final debe idealmente mantenerse al mínimo pues de allí se desprende lo que denominamos **error de titulación**. El error de titulación no es más que la diferencia existente entre la concentración o masa del analito determinada con el volumen del punto de equivalencia (valor teórico) y el valor determinado empleando el punto final (valor experimental).

Para el agua destilada libre de CO_2 el pH neutro corresponde a pH 7,00 a 25 °C

En el caso de una neutralización entre un ácido y una base fuertes se tiene que en el punto de equivalencia el pH de la solución es **neutro** ya que no existen reactivos sin reaccionar, ni ocurre hidrólisis de los productos. Por tanto, el pH resultante está gobernado por la autoionización del agua. Esta propiedad puede usarse para identificar el punto final de la titulación mediante un indicador ácido-base cuyo rango de viraje ocurra en pH 7 o cerca de él. De esta manera el cambio de color de la solución puede utilizarse para señalar el punto final de la titulación.

La fenolftaleína cambia de incolora a rosada en el rango de pH 8,0 – 10,0.
El naranja de metilo cambia de anaranjado a amarillo en el rango de pH 3,2 – 4,4

En el caso que el titulante sea una base, es evidente que el pH de la solución titulada aumente a medida que avanza la titulación. En este caso se prefiere un indicador cuyo rango de viraje sea mayor o igual a pH 7, como por ejemplo, la fenolftaleína. Si por el contrario el titulante es un ácido, el pH de la solución disminuirá y se escoge un indicador cuyo rango de viraje sea menor o igual a 7, como por ejemplo, el naranja de metilo.

Se entiende como blanco de una titulación al volumen del titulante requerido para hacer virar al indicador en presencia solamente de solvente (usualmente agua).

El blanco no es más que la cantidad de base que es requerida por el medio (solvente + indicador) para observar el cambio de color del indicador, este valor, de ser medible, debe ser sustraído del volumen medido en la titulación a fin de conocer exactamente la cantidad de base que se requiere para neutralizar el ácido de la solución titulada

PARTE EXPERIMENTAL

EXPERIENCIA 1: **Preparación de una** **solución estándar de HCl**

Este experimento tiene por objeto la preparación de una solución de concentración aproximada de HCl a partir de la solución comercial concentrada y su estandarización mediante titulación con una solución NaOH patrón.

Registre los datos de esta experiencia según los Formatos ① y ②

A. Preparación de una solución aproximada de HCl 0,1 M

A partir del ácido clorhídrico comercial (37 % peso/peso y densidad 1,19 g/mL) prepare 500 mL de solución de HCl 0,1 M en agua. Por ser una solución de concentración aproximada mida el volumen del ácido mediante un *cilindro graduado* y emplee un balón aforado para hacer la dilución final. Recuerde colocar suficiente agua destilada en el balón antes de agregar el ácido concentrado.

B. Preparación de la bureta

Obtenga unos 100 mL de solución estandarizada de NaOH 0,1 M. Anote la concentración real de la misma.

Prepare una bureta para la titulación. Asegúrese de lavar, enjuagar y curarla correctamente (ver Técnica 9). Llénela con la solución estandarizada de NaOH. Verifique que no quedan burbujas de aire atrapadas en la punta o tallo de la bureta. Enrase a cero.

C. Determinación del blanco de la titulación

Mida y trasvase a una fiola un volumen de agua destilada igual que el volumen de la alícuota de ácido que se titulará (25 mL).

Agregue dos gotas del indicador y mezcle.

Agregue gota a gota el titulando hasta observar el primer tono rosado en la solución titulada. Se debe añadir una gota de titulante a la vez, agitar y observar si aparece un color rosado. Anote el volumen de base requerido para virar el color del indicador.

D. Titulación de la solución aproximada de HCl 0,1M

Mediante una pipeta volumétrica de 25 mL trasvase una alícuota de la solución de HCl. Agregue dos gotas de fenolftaleína. Agite cuidadosamente para homogeneizar.

Verifique que la bureta está enrasada a cero y que no hay burbujas de aire atrapadas.

Valore la disolución de HCl. El punto final debe ser aquel que logre un tono rosado pálido de la fenolftaleína que persista al menos 10 segundos. Anote el resultado. Un color intenso señala que se pasó del punto final, indíquelo con una nota en su cuaderno para considerar su rechazo (*siempre anote el valor aunque se presuma incorrecto*).

Repita el procedimiento hasta completar cuatro titulaciones de la solución de HCl.

Una solución estandarizada es un patrón cuya concentración se expresa con, al menos, 3 ó 4 cifras significativas.

Con un poco de práctica se pueden descargar gotas de 0,05 mL desde una bureta de 50,00 mL

Deben obtenerse al menos tres resultados cercanos entre sí para poder promediarse. Esto puede requerir realizar más de tres titulaciones pero recuerde que necesitará HCl para la experiencia 2.

EXPERIENCIA 2:
Valoración de una muestra problema de NaOH

Este experimento tiene por objeto la determinación de la concentración de hidróxido de sodio en una muestra problema, empleando como referencia la solución de ácido clorhídrico preparada y titulada en la experiencia 1.

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ③

Obtenga una muestra problema y anote su número.

Vacíe la bureta hasta descartar toda la disolución patrón de hidróxido de sodio. Enjuáguela tres o cuatro veces con pequeñas cantidades (~ 5 mL) de la muestra problema.

Llene la bureta con la muestra problema.

Usando alícuotas de 25 mL de la solución de HCl estandarizada, titule por cuadruplicado la disolución problema de NaOH

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

Douglas Skoog, Donald West y James Holler (2006) *Fundamentos de Química Analítica* (4^{ta} Edición) Editorial Reverté. Capítulos 19 G3, 20 C1

Raymond Chang (2010), *Química* (Décima Edición) Mc Graw Hill Interamericana Editores S.A. Capítulo 16.

Ralph Petrucci, Geoffrey Herring, Jeffry Madura, Carey Bissonnette (2011), *Química General* (10^{ma} Edición), Pearson Educación, S.A., Capítulo 17

Theodore Brown, Eugene LeMay, Bruce Bursten, Julia Burdge, (2004), *Química. La ciencia central* (9^{na} Edición). Pearson Educación, Capítulo 17

John McMurry, Robert Fay (2003), *Chemistry* (4th Edition). Prentice Hall, Capítulo 16.

Kenneth Whitten, Raymond Davis, Larry Peck, George Stanley (2008), *Química* (8^{va} Edición), Cengage Learning Editores, S.A. de C.V., Capítulo 19

TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES

- Recuerde emplear el número correcto de cifras significativas
- Para los parámetros marcados con asterisco (*) recuerde indicar las fórmulas empleadas para el cálculo

① Experiencia 1. Parte A

Pureza del ácido clorhídrico empleado (% peso/peso) _____

Densidad del HCl (g/mL) _____

Concentración a preparar _____

Volumen de solución a preparar _____

Volumen de ácido clorhídrico concentrado necesario* _____

Molaridad de la solución preparada* _____

Incertidumbre de la Molaridad* _____

② Experiencia 1. Partes B, C, D

Molaridad NaOH _____

Volumen de la alícuota de HCl (mL) _____

Resolución de la bureta (mL) _____

Apreciación en la lectura de la bureta (mL) _____

Volumen de NaOH del blanco (mL) _____

Réplica	Volúmenes de NaOH (mL)				M HCl*
	V inicial (1)	V final (2)	V vaciado (3 = 2 - 1)	V titulante (3 - blanco)	
1					
2					
⋮					
⋮					
⋮					
n					
				Media	
				Rango	
				Desviación estándar	

③ Experiencia 2.

Registre y presente los datos en forma similar al formato ②

CUESTIONARIO PRELABORATORIO

1. ❶ ¿Qué es una reacción de neutralización? ❷ Escriba la ecuación *estequiométrica* de la reacción entre el NaOH y el HCl. ❸ Escriba la ecuación *iónica* de esta reacción sin incluir los iones espectadores.
2. Defina concentración (sin fórmulas)
3. Defina solución patrón
4. ❶ ¿Qué tipo de ácido es el preferido para titular bases? ❷ ¿Por qué?
5. ❶ ¿Cuál es el mínimo cambio de pH que se requiere para obtener un cambio nítido del color del indicador en el punto final? ❷ ¿Por qué?
6. ¿Qué criterio se usa para seleccionar un indicador para una titulación ácido-base?
7. ❶ ¿Qué son los puntos de equivalencia y finales?, ❷ ¿Qué es el error de titulación?
8. ❶ ¿Qué tipo de error es el error de titulación?, ❷ ¿cómo puede disminuirse?
9. ❶ ¿Qué reactivo determina el pH antes del punto final de la titulación? ❷ ¿Cómo se calcularía el pH?
10. ❶ ¿Qué determina el pH de la solución en el punto de equivalencia? ❷ ¿Cómo se calcularía el pH?
11. ❶ ¿Qué reactivo determina el pH después del punto final de la titulación? ❷ ¿Cómo se calcularía el pH?
12. ❶ ¿Qué es una curva de titulación ácido base?, ❷ ¿Cuáles son las variables graficadas?
13. En la titulación de la Experiencia 1 intervienen una pipeta volumétrica, una bureta y fiolas. ¿Con qué debe curarse cada uno de estos instrumentos y recipientes?
14. ❶ ¿Por qué en esta titulación ácido base se coloca la base en la bureta y no el ácido? ❷ ¿Cómo puede replantearse el experimento para colocar el ácido en la bureta?
15. ¿Por qué se usa fenolftaleína como indicador?
16. A veces quedan burbujas de aire en la llave o punta de la bureta. ❶ ¿Por qué es necesario removerlas antes de empezar la titulación? ❷ ¿Cómo se remueven?
17. ❶ ¿Para qué se lavan con agua las paredes de la fiola antes de alcanzar el punto final de la titulación? ❷ ¿Por qué no es necesario medir la cantidad de agua usada en este lavado?
18. ❶ ¿Cuál es la utilidad de hacer varias titulaciones de la misma muestra y promediarlas? ❷ ¿Cuál debería ser la máxima variación de volumen admisible y por qué?
19. Se quiere preparar 500 mL de HCl *aproximadamente* 0,1 M a partir de una solución comercial que contiene 37,0 % (p/p) de HCl y cuya densidad es 1,19 g/mL ❶ ¿Cuántos mL de la solución comercial será necesario tomar? ❷ ¿Con que instrumento se medirán?
20. ¿Cuántos gramos de NaOH sólido se requieren para hacer 500 mL de una solución 0.1000 M? Exprese el resultado con el número correcto de cifras significativas.
21. Partiendo de una solución NaOH 0.1100 M se titulan alícuotas de 25.00 mL de una solución de HCl. La titulación se realiza por triplicado obteniéndose para el punto final los volúmenes de 28.70, 28.68 y 28.75 mL. Si el volumen del blanco del indicador dio 0.05 mL ¿Cuál es la concentración de la muestra de HCl? Exprese el resultado con el número correcto de cifras significativas.

ACTIVIDADES POSTLABORATORIO

Estas actividades deben incluirse en el cuaderno de laboratorio e informe de práctica

1. Calcule la incertidumbre en la concentración de la solución aproximada de HCl 0,1 M mediante propagación de errores (Experiencia 1, A)
2. Calcule la concentración del HCl promediando los valores determinados en cada titulación y realizar el correspondiente tratamiento estadístico de los datos. ❶ Exprese el resultado de concentración del HCl con el correcto número de cifras significativas ❷ Compare el valor experimental con el valor calculado empleando los datos de la pureza y densidad del ácido concentrado. ¿Explique a qué se debe esta diferencia? **Nota.** Si la desviación estándar es cero deberá calcular la incertidumbre mediante propagación de errores, en caso contrario, asuma que la incertidumbre de la titulación es igual a la desviación estándar de los resultados.
3. Analice los resultados numéricos obtenidos, verifique la reproducibilidad. ¿La variabilidad de los puntos finales está dentro de lo que cabe esperar? ¿Es posible determinar la existencia de errores sistemáticos? ¿Aleatorios? **Nota.** Se espera que la diferencia entre réplicas no supere significativamente lo estimado empleando la apreciación de los instrumentos de medida.
4. Seleccione uno de los experimentos de titulación de la experiencia 1 (el que considere que dio mejores resultados) y prepare su curva de titulación. Necesitará los valores experimentales del volumen de punto final, la concentración determinada por Ud. para el HCl y la concentración del NaOH suministrado:
 - Calcule el **volumen** de base necesario para alcanzar el punto de **equivalencia (PE)**
 - Realice los modelos de cálculo para **volúmenes de base** situados **antes y después** del punto de equivalencia.
 - Calcule el pH para volúmenes de titulante añadido de manera que se aprecie adecuadamente la curvatura de la gráfica, para ello calcule el pH de los siguientes puntos:
 - Entre 0 y 50 mL cada 5 mL
 - En el intervalo del PE \pm 5 mL a cada 2 mL
 - En el intervalo del PE \pm 0,5 mL a cada 0,2 mL
 - Los puntos PE \pm 0,05 mL y PE \pm 0,02 mL
 - El punto correspondiente al PE
 - Calcule el valor del pH del **punto final**, (pH al momento que usted observó el primer tono de rosado en la solución titulada).
 - Grafique los valores de pH y volumen de base empleando **papel milimetrado o similar**, seleccione una escala apropiada, por ejemplo 1 cm para la unidad de pH y 1 cm = 5 mL para el volumen de la base. Trace una línea suave y continua a través de todos los puntos
 - Realice un **segundo gráfico ampliado** de la zona cercana al punto de equivalencia (aproximadamente el intervalo PE \pm 0,3 mL). Utilice una escala de 4 cm = 0,5 mL de base. Trace una línea suave y continua a través de todos los puntos.
 - Indique en **ambos gráficos** el intervalo de viraje del indicador, el volumen y pH del punto de equivalencia y el volumen y pH del punto final.
 - Estime el error de titulación.
 - Si el intervalo de viraje de la fenolftaleína comienza en pH = 8,0, argumente: ¿por qué es adecuado el uso de este indicador en este experimento?
 - ¿Se corre el riesgo de añadir más NaOH del necesario en la titulación? Explique.

Página intencionalmente en blanco

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

PRÁCTICA 8.

SOLUBILIDAD Y EFECTO DEL IÓN COMÚN

TÉCNICAS APLICADAS:

TEC 3 TEC 5 TEC 6 TEC 7 TEC 9 TEC 10 TEC 11

OTROS REQUISITOS:

Análisis de Datos (Sección III de este manual)

OBJETIVOS

- Determinar la solubilidad del hidróxido de calcio en agua
- Medir el efecto de un ion común sobre la solubilidad del hidróxido de calcio

INTRODUCCIÓN

Los compuestos que tienen una solubilidad muy limitada en un solvente suelen ser denominados compuestos insolubles o ligeramente solubles. Una solución saturada de una sal ligeramente soluble es el resultado de un equilibrio dinámico entre la forma sólida de la sal y sus iones en solución; sin embargo, al ser una sal ligeramente soluble la concentración de los iones en solución permanece baja.

Por ejemplo, en una solución saturada de hidróxido de calcio el equilibrio dinámico que se establece entre la forma sólida y los iones en solución es el siguiente:



Aplicando la ley de acción de masas se puede escribir en el equilibrio

$$K_{ps} = [\text{Ca}^{2+}][\text{OH}^-]^2 \quad (2)$$

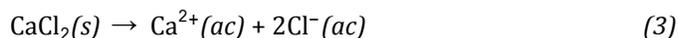
Dado que el Ca(OH)_2 es sólido no aparece en la ecuación y la constante de equilibrio, K_{ps} , recibe el nombre de constante del producto de solubilidad.

La solubilidad molar es el número de moles de una sustancia presente en un litro de solución saturada.

Considerando que todo el hidróxido de calcio disuelto está dissociado (por ser una base fuerte) y que la estequiometría de la ecuación (1) establece una relación 1:1 entre el Ca^{2+} y el Ca(OH)_2 que *se disuelve, se puede* afirmar que la solubilidad molar del hidróxido de calcio es numéricamente igual a la concentración molar del ion calcio (o la mitad de la concentración de aniones hidróxido). Esto es válido en agua pura y siendo la disolución de la sal la única fuente de Ca^{2+} y OH^- (se desprecia el aporte de OH^- provenientes de la hidrólisis del agua).

De esa manera bastaría medir la concentración de iones calcio o de iones hidróxido en la solución saturada para determinar la cantidad de hidróxido de calcio disuelto y por tanto su solubilidad.

¿Qué ocurrirá con la solubilidad molar cuando se agrega a la solución una sal con un **ión común**? Considere el caso en que a una solución saturada de hidróxido de calcio se le añade cloruro de calcio. El CaCl_2 se disocia totalmente en agua según la ecuación, incrementando la concentración de iones calcio:



De acuerdo al principio de *LeChatelier*, el equilibrio iónico indicado en la ecuación (1) se verá afectado por el incremento de la concentración de Ca^{2+} y se desplazará a la izquierda favoreciendo la reacción inversa. De esta manera, el incremento de iones calcio ocasionará la precipitación de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ hasta que se restablezca el equilibrio, cumpliéndose la expresión (2). Evidentemente, si ocurre precipitación del hidróxido de calcio su solubilidad ha *disminuido*. Este efecto, causado al agregar un ión común a los existentes en el equilibrio, en este caso el ion Ca^{2+} , se denomina **efecto del ión común**.

En forma similar, un incremento del pH de la solución haría que existiera un exceso de iones OH^- favoreciendo la reacción inversa en la ecuación (1) y desplazando de nuevo el equilibrio hacia la izquierda. Se estaría de nuevo en la presencia del efecto del ión común.

PARTE EXPERIMENTAL

EXPERIENCIA 1: **Solubilidad del hidróxido de calcio en agua**

Este experimento tiene por objeto determinar la solubilidad del hidróxido de calcio en agua a temperatura ambiente, determinando la concentración de iones oxhidrilos presentes en la solución mediante titulación con solución patrón de ácido clorhídrico.

Registre los datos de esta experiencia según el [Formato](#) ①

A. Preparación de una solución saturada de $\text{Ca}(\text{OH})_2$

En un vaso de 250 mL se pesa entre 0,9 y 1,0 g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Anote la masa. Agregue agua destilada hasta completar 150 mL y con una varilla de vidrio agite la mezcla con suavidad, evitando que queden sólidos en las paredes del vaso, durante al menos 2 o 3 min. Cubra con un vidrio de reloj y permita reposar, al menos 5 minutos, para que sedimente el sólido suspendido.

B. Filtración de la solución saturada de $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Prepare un sistema de filtración por pliegues. Utilice un aro o soporte adecuado, un embudo con tallo y una fiola para recibir el filtrado.

Tome la temperatura de la solución saturada sin alterar el sólido depositado en el fondo del vaso.

Vierta la solución de hidróxido de calcio cuidadosamente para no perturbar el sólido presente en el vaso. Trate de recolectar unos 120 mL de filtrado.

Tape la fiola con película plástica, un tapón de goma o con papel común amarrado con una liga plástica, para disminuir la absorción del CO_2 atmosférico que provocaría la formación de carbonato de calcio.

Realice la filtración sólo al estar listo para ejecutar la titulación.

C. Preparación de la titulación

Obtenga unos 100 mL de solución estandarizada de HCl 0,05 M. Anote la concentración real de la misma.

El hidróxido de calcio reacciona con el CO_2 del aire disminuyendo la concentración de la solución. El carbonato formado es insoluble y tiende a formar una capa blanca en la superficie del líquido que puede ser separada durante la filtración.

El verde de bromocresol exhibe un cambio de color de **amarillo** a **azul** en el intervalo de pH comprendido entre 4,0 y 5,6

Prepare una bureta para la titulación. Asegúrese de lavar, enjuagar y curarla correctamente (ver Técnica 8). Llénela con la solución estandarizada de HCl. Verifique que no quedan burbujas de aire atrapadas en la punta o tallo de la bureta. Enrase a cero.

En una fiola vierta 25 mL de agua destilada y dos gotas de verde de bromocresol. Gota a gota, agregue el HCl hasta observar la aparición del primer color verde que se pueda apreciar. Anote el volumen del blanco de la titulación.

D. Titulación de la solución saturada de Ca(OH)_2

Llene la bureta con HCl si hace falta y registre el volumen inicial.

Transfiera una alícuota de 25 mL de solución saturada de hidróxido de calcio a una fiola y agregue dos gotas de verde de bromocresol. Titule hasta observar el cambio de color del indicador de azul a verde. Anote el volumen. Recuerde lavar las paredes de la fiola con agua destilada.

Repita la titulación 3 veces más hasta tener 4 réplicas.

EXPERIENCIA 2: **Solubilidad del hidróxido de calcio en agua en presencia de CaCl_2**

En este experimento se determina la solubilidad del hidróxido de calcio en agua a temperatura ambiente, en presencia cloruro de calcio, mediante una titulación ácido base, permitiendo evaluar el efecto que el ión común, Ca^{2+} tiene sobre la solubilidad del Ca(OH)_2 .

Registre los datos de esta experiencia en forma similar al [Formato ①](#).

A. Preparación de una solución saturada de Ca(OH)_2 con CaCl_2

En un vaso de 250 mL pese entre 0,9 g y 1,0 g de Ca(OH)_2 y 1,5 g a 1,6 g de CaCl_2 . Anote las masas. Agregue agua destilada hasta completar 150 mL y con una varilla de vidrio agite la mezcla con suavidad, durante al menos 2 o 3 min, evitando que quede sólido en las paredes del vaso. Cubra con un vidrio de reloj y permita reposar al menos 5 minutos para que sedimente el sólido suspendido.

B. Filtración de la solución

Realice la filtración de esta solución siguiendo el procedimiento de la parte B de la experiencia anterior. Antes de filtrar, tome la temperatura de la solución sin perturbar el sólido depositado en el fondo del vaso.

C. Titulación de la solución

Llene la bureta con HCl si hace falta y registre el volumen inicial.

Transfiera una alícuota de 25 mL de solución de hidróxido de calcio y cloruro de calcio a una fiola y agregue dos gotas de verde de bromocresol. Titule hasta observar el cambio de color del indicador de azul a verde. Anote el volumen. Recuerde lavar las paredes de la fiola con agua destilada.

Repita la titulación 3 veces más hasta tener 4 réplicas.

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

Raymond Chang (2010), *Química* (Décima Edición) Mc Graw Hill Interamericana Editores S.A. Capítulo 16.

Ralph Petrucci, Geoffrey Herring, Jeffrey Madura, Carey Bissonette (2011), *Química General* (10^{ma} Edición), Pearson Educación, S.A., Capítulo 17

Theodore Brown, Eugene LeMay, Bruce Bursten, Julia Burdge, (2004), *Química. La ciencia central* (9^{na} Edición). Pearson Educación, Capítulo 17

John McMurry, Robert Fay (2003), *Chemistry* (4th Edition). Prentice Hall, Capítulo 16.

Kenneth Whitten, Raymond Davis, Larry Peck, George Stanley (2008), *Química* (8^{va} Edición), Cengage Learning Editores, S.A. de C.V., Capítulo 20

TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES① Experiencia 1. Solubilidad del Ca(OH)_2 en agua

Masa de hidróxido de calcio (g) _____

Temperatura de la solución de Ca(OH)_2 _____

Molaridad HCl _____

Volumen de la alícuota de solución saturada (mL) _____

Resolución de la bureta (mL) _____

Apreciación en la lectura de la bureta (mL) _____

Volumen de HCl del blanco (mL) _____

Réplica	Volúmenes de HCl (mL)				Solubilidad Ca(OH)_2 g/100 mL*
	V inicial (1)	V final (2)	V vaciado (3 = 2 - 1)	V final (3 - blanco)	
1					
2					
⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮
⋮	⋮	⋮	⋮	⋮	⋮
n					
				Media	
				Rango	
				Desviación estándar	

CUESTIONARIO PRELABORATORIO

1. ❶ Defina el término solubilidad. ❷ ¿Cuáles son las unidades más utilizadas para indicar la solubilidad de un compuesto?
2. Defina los términos: solución saturada, no saturada y sobresaturada.
3. ¿Puede una solución diluida a su vez ser una solución saturada? Argumente su respuesta.
4. En la titulación de la Experiencias 1 y 2 ❶ ¿con que instrumento se toma la alícuota de la solución a valorar?, ❷ ¿Con qué debe curarse cada uno de estos instrumentos y recipientes que intervienen en la valoración?
5. ❶ Investigue en la literatura y complete la tabla siguiente (inclúyala en el cuaderno):

Solubilidad del hidróxido de calcio (g/100g)			
10°C	20°C	30°C	40°C

6. ❷ En papel milimetrado realice el gráfico de solubilidad vs temperatura. ❸ A partir del gráfico estime la solubilidad a 25°C.
7. ¿Cuál debería ser el volumen de HCl 0,05 M necesario para titular una alícuota de solución saturada de hidróxido de calcio a 20°C, 25°C y 30°C? (Incluya este cálculo en el cuaderno)
8. Con el resultado de la pregunta anterior a 25°C y haciendo los cálculos apropiados, realice la curva de titulación para estos experimentos (estime unos 10-12 puntos para esbozar la curva). ❶ ¿Por qué no se usa fenolftaleína en estas titulaciones? ❷ ¿Por qué se pide que el punto final se tome al alcanzarse la coloración verde del indicador y no la amarilla? Nota. El $\text{Ca}(\text{OH})_2$ es una base fuerte.
9. Suponga que al transferir una alícuota de alguna de las soluciones de hidróxido de calcio para ser tituladas pasa algo de sólido inadvertidamente a la fiola. ❶ ¿El volumen de ácido para alcanzar el punto final será mayor o menor?, ❷ ¿Cómo afectará esto a la solubilidad calculada?
10. El hidróxido de calcio reacciona con el CO_2 atmosférico para producir carbonato de calcio, el cual es un compuesto insoluble. ❶ Escriba la reacción estequiométrica para esta reacción. ¿Cuál sería el efecto de esta reacción de carbonatación sobre el resultado de la titulación si ❷ ocurre antes del filtrado, ❸ después del filtrado?

ACTIVIDADES POSTLABORATORIO

Estas actividades deben incluirse en el cuaderno de laboratorio e informe de práctica

1. ❶ Exprese los resultados de solubilidad con su estimación de la incertidumbre. Use propagación de errores si en algún experimento no se pudo determinar su precisión. ❷ Compare los resultados de la experiencia 1 y 2, ¿los resultados son los esperados? Argumente sus afirmaciones.
2. De acuerdo a la temperatura registrada en la experiencia 1 y utilizando el gráfico de la pregunta 5 del cuestionario previo, compare el valor experimental con el valor de solubilidad interpolado. ¿Discuta si su resultado es consistente o no con los valores en la literatura?
3. Con el valor de solubilidad determinado para el $\text{Ca}(\text{OH})_2$, ❶ estime la constante del producto de solubilidad (K_{ps}) para este compuesto, ❷ Investigue en la literatura el valor de K_{ps} reportado y compárelos, ❸ ¿cree que la técnica utilizada en esta práctica es adecuada para calcular el K_{ps} de este compuesto? Argumente su respuesta.

Página intencionalmente en blanco

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

PRÁCTICA 9.

SERIE DE ACTIVIDAD DE LOS METALES

TÉCNICAS APLICADAS:

TEC 1 TEC 2

OBJETIVOS

- Determinar la reactividad de ciertos metales frente a varias soluciones que contienen cationes metálicos.
- Evaluar la reactividad de algunos metales frente a una solución de HCl
- Observar la reactividad del magnesio metálico frente al agua.

INTRODUCCIÓN

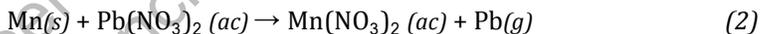
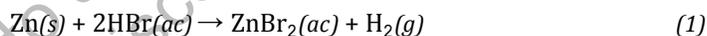
Una sustancia que se reduce haciendo que otra se oxide se denomina *agente oxidante*. Igualmente, una sustancia que se oxida haciendo que otra se reduzca es un *agente reductor*.

La pérdida de electrones (real o aparente) por parte de una sustancia se denomina **oxidación**. La ganancia de electrones por parte de una sustancia se denomina **reducción**. Mientras que en la oxidación se incrementa el **estado de oxidación** de un elemento, en la reducción disminuye. Si un reactivo pierde electrones, otro debe ganarlos; la oxidación de una sustancia siempre va acompañada por la reducción de otra, por eso se habla de reacciones de **óxido-reducción** o reacciones **redox**.

Hay muchos tipos de reacciones redox. En esta práctica examinaremos las reacciones redox entre metales y ácidos y, entre metales y sales. Estas reacciones se ajustan al patrón general siguiente:

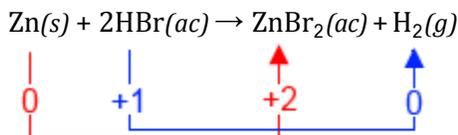


Por ejemplo,



Este tipo de reacciones se llaman reacciones de **desplazamiento** porque el ion en disolución es desplazado o sustituido por un elemento que se oxida.

Muchos metales sufren reacciones de desplazamiento con ácidos para formar sales e hidrógeno gaseoso. Por ejemplo, para demostrar que ha habido una reacción redox en la ecuación (1), se muestra el número de oxidación de cada átomo en la ecuación química:



La única manera de asegurar que una reacción es redox es determinar los estados de oxidación de los reactivos y productos.

Observe que el número de oxidación del Zn cambia de 0 a +2. El aumento en el número de oxidación indica que el átomo ha perdido electrones y por tanto se ha

oxidado. El número de oxidación del ion H^+ del ácido baja de +1 a 0, lo que indica que este ion ganó electrones y por tanto se redujo. El número de oxidación del ion Br^- sigue siendo -1 y es un **ion espectador** en la reacción.

¿Es posible predecir si un metal se oxidará o no en presencia de un ácido o de una sal dada? Esta pregunta tiene importancia práctica además de interés químico. Cuando un metal se oxida parece carcomerse al reaccionar para formar diversos compuestos. Una oxidación extensa puede dar pie a la falla de piezas de maquinaria o el deterioro de estructuras metálicas. Los diferentes metales varían en cuanto a la facilidad con que se oxidan. Por ejemplo, el Zn se oxida en contacto con soluciones acuosas de Cu^{2+} pero la Ag no. Se concluye que el Zn pierde electrones con más facilidad que la Ag, es decir, el Zn es más fácil de oxidar que la Ag.

La *electronegatividad* mide la tendencia de un elemento de atraer hacia sí electrones en un enlace químico y está directamente relacionada con la *afinidad* electrónica: un elemento más electronegativo que otro tiene mayor afinidad electrónica y viceversa.

Se puede afirmar que los metales más activos (menos electronegativos) desplazan a los metales menos activos (más electronegativos) y al hidrógeno de sus compuestos en soluciones acuosas para dar la forma más oxidada del metal más activo y la forma reducida (el metal libre) del otro metal o hidrógeno gaseoso:



Una lista de metales ordenados de mayor a menor facilidad de oxidación recibe el nombre de **serie de actividad**, serie electroquímica o serie electromotriz. En ella los elementos más activos se sitúan arriba y la actividad va decreciendo a medida que se desciende en la lista. De esta manera, si se escogen un par de metales, el más activo es el que está más arriba en la lista y reaccionará con una sal del segundo según (3). Por otro lado, el hidrógeno también se incluye en la lista y aquellos metales por encima de él podrán reaccionar según (4).

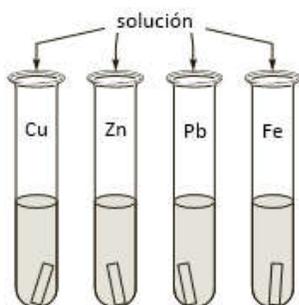
Tabla 1. Serie de actividad para algunos elementos

Elemento			
Li K Ca Na	desplazan al hidrógeno de los ácidos no oxidantes	desplazan al hidrógeno del vapor de agua	desplazan al hidrógeno del agua fría
Mg			
Al			
Zn			
Cr			
Fe			
Cd			
Ni			
Sn			
Pb			
H			
Cu			
Hg			
Ag			
Au			

PARTE EXPERIMENTAL**EXPERIENCIA 1:****Reactividad entre metales y cationes metálicos**

Registre los datos de esta experiencia según los [Formatos ① y ②](#)

Obtenga muestras de los siguientes metales: cobre, zinc, plomo y hierro. Observe sus características y regístrelas en el cuaderno.



El uso de una lupa facilita realizar las observaciones en esta experiencia

A. Reactividad de los metales frente al Cu(II)

Rotule 4 tubos limpios y curados con agua destilada con los símbolos químicos de los metales a evaluar. Verifique que los tubos estén muy bien escurridos.

Agregue a cada tubo aprox. 2 mL de solución de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.05 M. Registre los datos de coloración de la solución.

Agregue los metales en sus correspondientes tubos de ensayo y observe los cambios durante unos 10 min. De acuerdo a los cambios observados concluya sobre la presencia o ausencia de reacción.

Deseche los sólidos en cada tubo y las fracciones líquidas por separado.

B. Reactividad de los metales frente a la Ag(I)

Repita el procedimiento indicado en la parte A empleando muestras metálicas nuevas y solución de AgNO_3 0.05 M.

C. Reactividad de los metales frente al Zn(II)

Repita el procedimiento indicado en la parte A empleando muestras metálicas nuevas y solución de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ 0.05 M.

D. Reactividad de los metales frente al Fe(III)

Repita el procedimiento indicado en la parte A empleando muestras metálicas nuevas y solución de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0.05 M.

E. Reactividad de los metales frente al Hg(II)

Repita el procedimiento indicado en la parte A empleando muestras metálicas nuevas y solución de $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 0.05 M.

F. Reactividad de los metales frente al Pb(II)

Repita el procedimiento indicado en la parte A empleando muestras metálicas nuevas y solución de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 0.05 M.

EXPERIENCIA 2:**Reactividad entre metales y un ácido**

Registre los datos de esta experiencia según el [Formato ③](#)

En 7 tubos de ensayos limpios coloque trozos pequeños de aproximadamente la misma masa de los siguientes metales: zinc, estaño, aluminio, cobre, hierro, plomo, magnesio. Rotule cada tubo identificando su contenido.

En general, es necesario limpiar la superficie de los metales antes de este experimento. Cuando se tiene el metal en forma de cinta o hilo puede usarse papel de lija. En el caso de virutas o granallas no es posible hacerlo en forma mecánica y se omite la limpieza.

Agregue a cada tubo aprox. 5 mL de HCl 6 M. Observe cuidadosamente durante 5 min. Toque con cuidado la superficie exterior del fondo de los tubos para apreciar si hay variación de la temperatura.

Después del tiempo de observación separe los tubos que no evidencian reacción alguna y colóquelos en un vaso con agua corriente. Caliente suavemente y observe. Si en un tubo claramente se evidencian signos de reacción anote sus resultados y retírelo del baño de agua. Siga calentando los otros tubos hasta lograr que reaccionen o alcanzar la ebullición en el baño de agua.

Complete sus observaciones y elabore una lista de reactividad de los metales frente al ácido.

EXPERIENCIA 3:

Reactividad entre un metal y agua

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ④

En dos tubos de ensayo limpios coloque cantidades pequeñas aproximadamente iguales de magnesio metálico.

Agregue a cada tubo 5 mL de agua destilada. Coloque uno de ellos en un baño de agua y caliéntelo.

Observe ambos tubos cuidadosamente. Una vez que se evidencie la reacción en el tubo que se está calentando manténgalo 15 min en esas condiciones y luego enfríelo en un baño de agua hasta alcanzar la temperatura ambiente.

Con ayuda de papel indicador mida el pH de cada tubo y del agua destilada del laboratorio.

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

Theodore Brown, Eugene LeMay, Bruce Bursten, Julia Burdge, (2004), *Química. La ciencia central* (9^{na} Edición). Pearson Educación, Capítulo 4.4.

John McMurry, Robert Fay (2003), *Chemistry* (4th Edition). Prentice Hall, Capítulo 4.8.

Kenneth Whitten, Raymond Davis, Larry Peck, George Stanley (2008), *Química* (8^{va} Edición), Cengage Learning Editores, S.A. de C.V., Capítulo 6.8

Raymond Chang (2010), *Química* (Décima Edición) Mc Graw Hill Interamericana Editores S.A. Capítulo 4.4.

Ralph Petrucci, Geoffrey Herring, Jeffry Madura, Carey Bissonnette (2011), *Química General* (10^{ma} Edición), Pearson Educación, S.A., Capítulo 5.4

TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES

- ① Experiencia 1. Características de los metales ensayados. Preste atención al color, brillo, textura, etc.

Metal	Aspecto inicial
Cobre	
Zinc	
Plomo	
Hierro	

- ② Experiencia 1. Reactividad de los metales ensayados.

Catión evaluado _____
 Solución _____
 Color inicial de la solución _____

	Aspecto final del metal	Aspecto final de la solución	Otras observaciones	Reacciona Si/No/?
Cu				
Zn				
Pb				
Fe				

- ③ Experiencia 2. Observaciones de la exposición de los metales al HCl 6 M

Metal	Ácido sin calentar Observaciones	Reacciona en frío	Ácido caliente Observaciones	Reacciona en caliente
⋮	⋮	⋮	⋮	⋮

Reactividad observada (mayor a menor) _____

- ④ Experiencia 3. Reactividad entre un metal y el agua

pH agua destilada _____

Condiciones	Observaciones	pH	Reacciona
En frío			
En caliente			

CUESTIONARIO PRELABORATORIO

1. ❶ ¿Qué es una reacción de óxido reducción?, ❷ Defina agente oxidante y agente reductor
2. Defina serie electromotriz o serie de actividad de los metales.
3. Defina reacciones de desplazamiento.
4. ❶ Prepare una tabla con la serie de actividad de los siguientes elementos: Mg, Al, Fe, Sn, Zn, Cu, Pb e H₂. Ordénela de forma decreciente desde el agente reductor más fuerte al más débil. ❷ Divida la tabla en grupos de acuerdo a su capacidad para desplazar el hidrógeno de un ácido o del agua (no olvide indicar las condiciones de temperatura)
5. En relación a la posición de los elementos e iones en la serie de actividad se puede afirmar:
 - ❶ Cualquier *elemento* de la lista puede ser *oxidado* por los iones que están _____ de él.
 - ❷ Cualquier *ion* de la lista puede ser *reducido* por los elementos que están _____ de él.
6. Argumente si tiene sentido escribir ecuaciones como la siguiente:



7. Complete la tabla siguiente indicando si ocurrirá reacción al poner los metales indicados en contacto con soluciones que contienen los cationes listados. Utilice **F**, **C**, **x** si espera que la reacción ocurra a temperatura ambiente, en caliente o no espera reacción:

Catione en solución	Metal						
	Cu	Pb	Fe	Zn	Mg	Al	Sn
Zn ²⁺				x			
Fe ³⁺			x				
Pb ²⁺		x					
Cu ²⁺	x						
Ag ⁺							
Hg ²⁺							
H ⁺ (de un ácido)							
H ⁺ (del agua)							

8. Escriba las ecuaciones iónicas balanceadas de cada una de las reacciones de desplazamiento presentes en el problema 7. Indique marcando en un recuadro el agente oxidante.
9. De acuerdo al problema 7, cómo se reconocería en el laboratorio una reacción entre ❶ un metal y agua, ❷ un metal y ácido. Escriba una ecuación como ejemplo e indique al menos dos evidencias para cada caso.
10. El aluminio es conocido popularmente como un metal que “no se oxida”. Sin embargo, consultando la serie de actividades se encuentra que el aluminio es más fácil de oxidar que el hierro. ¿Por qué es mucho más común observar hierro oxidado que aluminio oxidado?
11. Si bien es posible calentar directamente el contenido de un tubo de ensayo, en la práctica se prefiere usar un baño de agua. Discuta cuáles son las ventajas de usar un baño de agua en lugar de calentar directamente el tubo de ensayo.
12. Calcule los potenciales estándar de las reacciones de los metales de la experiencia 2 y el HCl. Prepare una tabla de las reacciones ordenándolas de la más favorecida termodinámicamente a la menos favorecida.

¿Cómo afecta que las concentraciones del experimento no correspondan a las concentraciones estándar si se desea comparar los resultados experimentales con los potenciales calculados?

ACTIVIDADES POSTLABORATORIO

Estas actividades deben incluirse en el cuaderno de laboratorio e informe de práctica

1. ❶ Prepare una tabla resumen de sus resultados del experimento 1. Ordene en una fila los metales de acuerdo a su actividad (más activo al menos activo) y los cationes del mismo modo en una columna. Indique para cada casilla si hubo reacción o no. ❷ Discuta los cambios o falta de ellos que le permitan soportar las afirmaciones plasmadas en la tabla.
2. ❶ Indique si los resultados del experimentos 1 son los esperados de acuerdo a la tabla de actividad (pregunta 4 del cuestionario prelaboratorio), ❷ Si no es así, ¿cuál es la diferencia y posible causa?
3. ❶ Prepare una tabla resumen de sus resultados del experimento 2 ordenando los metales de mayor a menor actividad. ❷ Explique cuál es el criterio empleado (observaciones) para este ordenamiento. ❸ Indique si el orden observado se corresponde con lo esperado de acuerdo con la serie de actividad de los metales y trate de explicar cualquier discrepancia encontrada, ❹ Compare la actividad observada y los potenciales estándar de las reacciones investigadas, ¿presentan el mismo ordenamiento? ¿deberían presentarlo? (pregunta 12, del cuestionario prelaboratorio).
4. ❶ Prepare una tabla resumen de sus resultados del experimento 3. ❷ indique claramente bajo qué condiciones hubo reacción y el criterio empleado para determinarla (observaciones), ❸ ¿es el resultado obtenido en frío consistente con lo indicado en la serie de actividad para el magnesio (tabla 1)? ¿y en caliente?, ❹ ¿es la variación de pH consistente con la magnitud del burbujeo observado?, ❺ escriba la ecuación química balanceada que justifica el cambio de pH.

Página intencionalmente en blanco

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

PRÁCTICA 10.

FACTORES QUE AFECTAN LA VELOCIDAD DE REACCIÓN

TÉCNICAS APLICADAS:

TEC 2 TEC 3 TEC 7 TEC 10 TEC 11

OBJETIVOS

- Determinar la influencia de la concentración de los reactantes en la velocidad de una reacción.
 - Determinar el efecto de la temperatura en la velocidad de una reacción.
 - Evaluar el efecto de varias sustancias como catalizadores de una reacción.
-

INTRODUCCIÓN

Hay que recordar que *espontáneo* es un término termodinámico sin relación con la velocidad de una reacción. De la misma manera *instantáneo* es un adjetivo que puede aplicarse a una reacción con poca o ninguna relación con la termodinámica del proceso.

Las velocidades de las reacciones químicas varían desde extremadamente rápidas, como, por ejemplo, la explosión de una mezcla de hidrógeno-oxígeno, que se completa en algunos microsegundos (10^{-6} segundos) o nanosegundos (10^{-9} segundos), a extremadamente lentas, como es el caso del fraguado del concreto, que pueden requerir años en completarse.

La velocidad de una reacción química puede ser expresada como el cambio en la concentración de un reactante o producto en función del tiempo. A mayor cambio mayor velocidad.

Conocer las variables que influyen en la rapidez de una reacción tiene aplicaciones prácticas inmediatas. Por ejemplo, aumentar la rapidez de un proceso químico muy lento tiene valor económico en la industria, simplemente permitiendo aumentar la producción diaria de un producto. Disminuir la rapidez de una reacción es la base de los tratamientos "retardantes de las llamas" que se aplica a los tejidos resistentes al fuego.

La **concentración** de los reactivos es una de las variables más obvias que afectan la velocidad de reacción. Generalmente, dichas velocidades se incrementan al aumentar la concentración. Ésta es la causa de que el carbón aviva su combustión si se le sopla aire (en este caso al introducir mayor cantidad de aire se incrementa la cantidad de oxígeno que reacciona con el combustible).

Otro parámetro muy relevante es la **temperatura**. Un ejemplo cotidiano es la disminución del tiempo de cocción al pasar de una olla abierta (temperatura de ebullición del agua $\sim 100^\circ\text{C}$) a una olla de presión ($\sim 110^\circ\text{C}$).

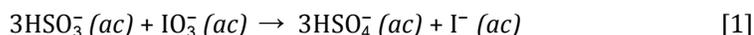
Generalmente, a mayor **superficie de contacto** entre los reactivos mayor será la velocidad de reacción. En el caso de los sólidos se incrementa su superficie al molerlos y reducirlos a polvo. Es bien conocida la dificultad de iniciar la combustión de un trozo de carbón, sin embargo, una causa de explosiones en la minas de carbón es la facilidad de la combustión del polvillo de carbón. Cuando los reactivos están en solución la superficie de contacto sigue existiendo, por ello al agitar los líquidos reactantes y facilitar su mezcla aumenta la rapidez de reacción.

Cualquier sustancia que incrementa la velocidad de una reacción *sin ser consumida* en el proceso se denomina **catalizador**. Se sabe que el fenómeno de la catálisis puede operar de diferentes maneras, alguna veces suministrando un camino

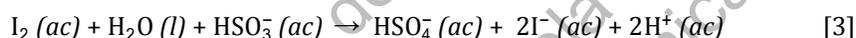
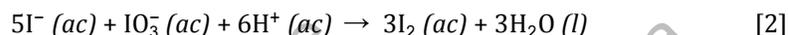
Una enzima es un catalizador biológico y, generalmente, son extremadamente eficientes. Por ejemplo, la *nitrogenasa* es una enzima que permite a algunas bacterias fijar el N_2 atmosférico en condiciones ambientales. El mismo resultado se obtiene industrialmente mediante el proceso Haber, pero trabajando a 200 atmósferas de presión y 500 °C.

alternativo, más rápido, formándose compuestos intermediarios entre el catalizador y uno o más reactivos. El ejemplo más dramático e importante de esto se encuentra en la química de la vida misma que no sería posible sin la existencia de biocatalizadores denominados enzimas.

La reacción redox entre el ión bisulfito y el ión yodato en solución, es relativamente lenta:



Para estudiar la velocidad de esta reacción es necesario seguir la rapidez de formación de los productos a medida que se consumen los reactivos. Esto puede lograrse con facilidad ya que las siguientes reacciones ocurren rápidamente mientras existan reactivos disponibles:



El “reloj de yodo” es una demostración popular en química. La reacción [1] es una de sus muchas variaciones.

Se observa que tan pronto se acabe el ión bisulfito el yodo elemental formado en la reacción [2] no podrá convertirse en I^- por la reacción [3]. El I_2 rápidamente se acumula y puede ser fácilmente evidenciado mediante la formación de un complejo azul oscuro con almidón que se añade como indicador.

De esta manera el lapso entre el mezclado de los reactivos y la aparición del color azul es el tiempo que tarda en consumirse todo el bisulfito presente y, por tanto, es una medida de la rapidez con que el HSO_3^- reacciona.

PARTE EXPERIMENTAL

EXPERIENCIA 1:

Influencia de la concentración en la velocidad de reacción

Este experimento tiene por objeto evaluar el efecto de la concentración de ión bisulfito en la rapidez de su reacción con el ión yodato a temperatura ambiente. Esto se realiza midiendo el tiempo requerido para que se consuma una cantidad conocida de bisulfito de sodio según la reacción (1). Al desaparecer todo el ión bisulfito, empieza a acumularse yodo molecular, cuya presencia se detecta rápidamente por la formación de un color azul intenso producto de su reacción con el almidón, indicando que la reacción (1) se completó.

Registre los datos de esta experiencia según los Formatos ① y ②

A. Calibración de las pipetas Beral para el vertido de las soluciones

Obtenga dos pipetas Beral con capacidad de 2 mL o mayor.

Lave y seque un cilindro de 10 mL. Empleando una de las pipetas cuenta las gotas de agua destilada necesarias para completar 2 mL. Anote sus resultados. Determine el volumen de gota en mL y el número de gotas que equivalen a 1,0 mL.

B. Mediciones del tiempo de reacción

Rotule tres tubos de ensayo limpios (“A”, “B”, “C”).

Utilizando un cilindro graduado limpio y convenientemente *curado*, vierta 7 mL de yodato de potasio 0,03 M en el tubo A.

Agregue en el tubo B agua destilada.

Utilizando otro cilindro graduado limpio y *curado* agregue 5 mL de bisulfito de sodio 0,05 M/almidón 0,2% en el tubo C.

Para secar los tubos de ensayo pueden curarse tres veces con unos 2 mL etanol y esperar a que sequen o emplearse servilletas de papel (sin dejar residuos en el tubo).

Obtenga una jeringa plástica con escala graduada de 0,1 mL y que permita medir volúmenes entre 0,5 mL a 1,5 mL

Marque las pipetas Beral como "A" y "B" y colócalas en sus respectivos tubos de ensayo. Es muy importante mantener el orden de las pipetas y las soluciones ya que si se intercambian *la contaminación arruinará el experimento*. La jeringa se utilizará solamente para transferir la solución del tubo "C"

Rotule 4 tubos de ensayo secos del 1 al 4. Agregue a cada uno la cantidad de solución de yodato y de agua destilada requerida según se indica en la tabla más abajo. Agite cada tubo y déjelo en la gradilla.

Los valores en gotas indicados en la tabla corresponden a una gota de 0,05 mL Es necesario ajustar el número de gotas a agregar según sus resultados de calibración de las pipetas (parte A de este experimento).

Al emplear una jeringa es necesario asegurarse que no quede aire en su interior, por lo que se suele llenar a un volumen mayor al deseado y se descarga el exceso de líquido, junto con el aire, hasta alcanzar el volumen deseado.

A continuación, mediante la jeringa, tome la cantidad de solución de bisulfito que corresponde al experimento. Prepare el cronómetro y vierta la solución de bisulfito en el tubo de ensayo N° 1 activando *simultáneamente* el cronómetro. Mezcle agitando el tubo durante 4-5 s. Cuando aparezca el color azul detenga el cronómetro y registre el tiempo de reacción.

Repita el procedimiento hasta completar los 4 cuatro experimentos.

Experimento/tubo de ensayo	Solución de KIO_3 Tubo A	Agua destilada Tubo B	Solución $NaHSO_3$
1	1,00 mL = 20 gotas	1,75 mL = 35 gotas	0,50 mL
2	1,00 mL = 20 gotas	1,50 mL = 30 gotas	0,75 mL
3	1,00 mL = 20 gotas	1,25 mL = 25 gotas	1,00 mL
4	1,00 mL = 20 gotas	1,00 mL = 20 gotas	1,25 mL

Es muy importante que se agreguen el número exacto de gotas indicadas para cada reactivo. Si se pierde la cuenta es necesario descartar la mezcla y empezar de nuevo utilizando un tubo limpio y seco. Las gotas deben caer directamente al fondo del tubo de ensayo y no escurrir por las paredes. Tenga cuidado de no confundir los goteros.

La aparición del color azul es instantánea por lo que es necesario estar pendiente, con el dedo en el botón de parada del cronómetro.

EXPERIENCIA 2: **Influencia de la temperatura en la velocidad de reacción**

En esta experiencia se evalúa el efecto de la temperatura sobre la velocidad de reacción entre los iones bisulfito y yodato siguiendo el tiempo de reacción hasta la formación del complejo azul almidón-yodo

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ③

Rotule 3 tubos de ensayo limpios y secos (A, B, C). Empleando las respectivas pipetas Beral agregue a cada uno 1,0 mL de solución de KIO_3 y 1,0 mL de agua destilada. Mezcle bien.

Prepare un baño templado agregando agua corriente en un vaso de precipitados. Coloque el tubo A en el mismo

Prepare un baño frío colocando hielo en un vaso. Coloque el tubo B.

Prepare un baño caliente colocando agua corriente en un vaso y calentándola hasta

alcanzar una temperatura de 55°C – 60°C. Apague el mechero y coloque el tubo C en el baño.

Para determinar la velocidad de reacción de las muestras empiece con el tubo en el baño templado y luego continúe con las muestras en los baños caliente y frío.

Llene la jeringa con 0,50 mL de solución de bisulfito/almidón, tápela con el protector de la aguja y colóquela en el baño a ensayar.

La jeringa junto con el tubo de ensayo debe permanecer en el baño al menos 5 minutos para que alcancen la temperatura del mismo.

Mida la temperatura del baño correspondiente al tubo que se va a ensayar, ésta debería ser igual al contenido del tubo.

Prepare el cronómetro, vierta la solución de bisulfito en el tubo de ensayo activando *simultáneamente* el cronómetro. Retire del baño para agitar el tubo durante 4-5 s y regrésalo a su sitio. Cuando aparezca el color azul detenga el cronómetro y registre el tiempo de reacción.

EXPERIENCIA 3:
Influencia de un catalizador en la velocidad de reacción

En este experimento se evalúa el efecto de un catalizador sobre la velocidad de la descomposición del peróxido de hidrógeno para formar oxígeno molecular. Se realiza el seguimiento cualitativo de la reacción observando la formación de burbujas en la solución.

Registre los datos de esta experiencia según el Formato ④

En un cilindro graduado obtenga 10 mL de peróxido de hidrógeno al 3%.

Rotule 8 tubos de ensayo limpios y curados con agua destilada (deben estar bien escurridos)

Coloque 1,5 mL de peróxido de hidrógeno en cada tubo de ensayo.

A cada tubo se le agrega la sustancia que le corresponde según la siguiente lista (2 gotas si es solución ó 0,1 g para los sólidos):

Tubo	Sustancia	Tubo	Sustancia
1	Fe ₂ O ₃	5	NaCl (0.1 M)
2	MnO ₂	6	KCl (0.1 M)
3	FeCl ₃ (0.1 M)	7	NaOH (6 M)
4	MnCl ₂ (0.1 M)	8	HCl (6 M)

El uso de una lupa facilita realizar las observaciones en esta experiencia

Mezcle bien y realice la primera observación de inmediato. Describa la formación de gas utilizando la siguiente notación de marcas:

+++ Rápida ++ Lenta + Muy lenta - Ninguna

Realice una segunda observación aproximadamente 5 minutos después. Utilizando la misma notación.

BIBLIOGRAFÍA Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

Raymond Chang (2010), *Química* (Décima Edición) Mc Graw Hill Interamericana Editores S.A. Capítulo 13.

Ralph Petrucci, Geoffrey Herring, Jeffry Madura, Carey Bissonnette (2011), *Química General (10^{ma} Edición)*, Pearson Educación, S.A., Capítulo 14

Theodore Brown, Eugene LeMay, Bruce Bursten, Julia Burdge, (2004), *Química. La ciencia central (9^{na} Edición)*. Pearson Educación, Capítulo 14

John McMurry, Robert Fay (2003), *Chemistry* (4th Edition). Prentice Hall, Capítulo 16.

Kenneth Whitten, Raymond Davis, Larry Peck, George Stanley (2008), *Química* (8^{va} Edición), Cengage Learning Editores, S.A. de C.V., Capítulo 16

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

TOMA DE DATOS Y OBSERVACIONES

① Experiencia 1. Calibración de pipetas

Volumen (mL) _____

Número de gotas _____

Volumen por gota (mL) _____

② Experiencia 1. Mediciones del tiempo de reacción

Ensayo	Solución de KIO_3 N° de gotas	Agua destilada N° de gotas	Tiempo de reacción (seg)
1			
2			
3			
4			

③ Experiencia 2.

N° de gotas de KIO_3 _____

N° de gotas de agua _____

Ensayo	Temperatura de reacción ($^{\circ}C$)	Tiempo de reacción (seg)
1		
2		
3		

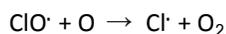
④ Experiencia 3.

Ensayo	Sustancia	Rapidez de formación de gas*
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		
8		

(*) +++ Rápida ++ Lenta + Muy lenta - Ninguna

CUESTIONARIO PRELABORATORIO

1. Los clorofluorocarbonos experimentan fotodisociación y producen átomos de cloro los cuales están implicados en el proceso de destrucción de la capa de ozono (O_3) en la estratosfera. La descomposición del ozono sigue las siguientes reacciones:



Explique qué rol juega el cloro atómico en la reacción de descomposición del ozono.

2. Suponiendo que la rapidez de reacción se dobla por cada $10^\circ C$ de incremento de temperatura, **1** determine por qué factor se incrementará una reacción química si se pasa de $0^\circ C$ a $50^\circ C$. Si el tiempo para completarse la reacción a $0^\circ C$ es de 60 s **2** ¿cuánto tardaría en completarse a $50^\circ C$?
3. Suponiendo que se necesitan 20 gotas para completar 1 mL, calcule las concentraciones de iones peryodato y bisulfito en los ensayos 1 a 4 de la experiencia 1.
4. En la experiencia 1, se observa que el ensayo 3 tiene el doble de concentración de $NaHSO_3$ **1** ¿Esperaría Ud. que el tiempo para completar la reacción se duplicara? ¿se redujera a la mitad? ¿fuera otro valor? Argumente su respuesta.
5. Explique por qué es necesario permitir que los tubos de ensayo en la experiencia 2 equilibren su temperatura en los baños templado, frío y caliente.
6. Suponiendo que se desee estudiar el efecto de la concentración del KIO_3 en la rapidez de reacción en la experiencia 1. ¿Cuál de los siguientes procedimientos sería el apropiado? Explique su respuesta.
- Usar diferentes cantidades de solución de KIO_3 con una cantidad constante de agua y un volumen constante de $NaHSO_3$
 - Usar diferentes cantidades de solución de KIO_3 con una cantidad constante $NaHSO_3$ y un volumen variable de agua para obtener un volumen constante.
 - Usar diferentes cantidades de solución de KIO_3 con una cantidad variable de $NaHSO_3$ y un volumen constante de agua.
7. **1** Calcule las concentraciones de $NaHSO_3$ y KIO_3 a emplear en la experiencia 2. **2** Argumente cómo sería el tiempo de reacción a temperatura ambiente en este experimento (baño templado) con relación al ensayo 2 de la experiencia 1.
8. **1** Escriba la ecuación química balanceada correspondiente a la descomposición del peróxido de hidrógeno. **2** Considerando que se trata de una reacción redox de desproporción o dismutación, escriba las semireacciones correspondientes. **3** ¿Qué observación permite detectar la descomposición del H_2O_2 ?

ACTIVIDADES POSTLABORATORIO

Estas actividades deben incluirse en el cuaderno de laboratorio e informe de práctica

1. ❶ Calcule la concentración (mM) de las especies reactivas en la experiencia 1 para cada experimento realizado. ❷ Utilizando papel de graficación grafique tiempo de reacción (s) vs concentración (mM).
2. ❶ Calcule la velocidad media de reacción (mM/s) y la velocidad relativa para cada ensayo (respecto al ensayo 1). ❷ Presente todos los resultados en una tabla.
3. Con base a las actividades 1 y 2 discuta la relación entre concentración y velocidad (o tiempo) de reacción. *Sugerencia: compare las concentraciones relativas contra las velocidades relativas correspondientes.*
4. ❶ Calcule la concentración de las especies reactivas en la experiencia 2. ❷ Utilizando papel de graficación prepare un gráfico de tiempo vs temperatura.
5. ❶ Calcule la velocidad media de reacción (mM/s) y la velocidad relativa (respecto al ensayo en baño de hielo) para el experimentos 2. ❷ Presente sus resultados en una tabla (ordene sus resultados de menor a mayor temperatura).
6. Con base a las actividades 4 y 5 discuta la relación entre temperatura y velocidad (o tiempo) de reacción.
7. Presente sus resultados de la experiencia 3 en una tabla como la siguiente. Coloque en el lado izquierdo sus conclusiones sobre la actividad catalítica (alta, media, baja, ninguna) observada y de acuerdo a sus resultados *infera* la actividad catalítica de las diferentes especies en el lado derecho de la tabla :

Sustancia	Actividad catalítica Observada	Especie	Actividad catalítica Inferida
Fe ₂ O ₃ sólido		Fe ₂ O ₃ sólido	
MnO ₂ sólido		MnO ₂ sólido	
FeCl ₃ (ac)		Fe ³⁺ (ac)	
MnCl ₂ (ac)		Mn ²⁺ (ac)	
NaCl (ac)		Na ⁺ (ac)	
KCl (ac)		K ⁺ (ac)	
HCl (ac)		H ⁺ (ac)	
		Cl ⁻ (ac)	
NaOH (ac)		OH ⁻ (ac)	

ANEXOS

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

Página intencionalmente en blanco

Manual de Laboratorio de
Principios de Química
Universidad Central de Venezuela
Facultad de Ciencias Escuela de Química
Alberto J. Fernández C.
Francisco X. García

ANEXO 1. TOLERANCIAS DE MATERIAL VOLUMETRICO COMÚN

Tabla A-1. Tolerancias para balones aforados de vidrio según las normas ASTM E237 - 02(2012) y ASTM E288 - 10

Volumen (mL)	Tolerancia (mL)		Volumen (mL)	Tolerancia (mL)	
	Clase A	Clase B		Clase A	Clase B
1	±0,010		100	±0,080	±0,16
2	±0,015		200	±0,100	±0,20
5	±0,020	±0,04	250	±0,120	±0,24
10	±0,020	±0,04	500	±0,150	±0,40
25	±0,030	±0,06	1000	±0,300	±0,60
50	±0,050	±0,10	2000	±0,500	±1,00

Tabla A-2. Tolerancias para buretas según la norma ASTM E287 - 02(2012)

Capacidad (mL)	Subdivisiones (mL)	Tolerancias	
		Clase A	Clase B
10	0,05	0,02	0,04
25	0,1	0,03	0,06
50	0,1	0,05	0,10
100	0,2	0,10	0,20

Tabla A-3. Tolerancias para cilindros graduados de vidrio según la normas ASTM E1272 - 02(2012)

Volumen (mL)	Tolerancia (mL)		Volumen (mL)	Tolerancia (mL)	
	Clase A	Clase B		Clase A	Clase B
5	±0,05	±0,10	250	±1,00	±2,00
10	±0,10	±0,20	500	±2,00	±4,00
25	±0,17	±0,34	1000	±3,00	±6,00
50	±0,25	±0,50	2000	±6,00	±12,00
100	±0,50	±1,00	4000	±14,50	±29,00

Tabla A-4. Tolerancias para pipetas volumétricas de vidrio según la normas ASTM E969 - 02(2012)

Volumen (mL)	Tolerancia (mL)		Volumen (mL)	Tolerancia (mL)	
	Clase A	Clase B		Clase A	Clase B
0,5	±0,006	±0,012	15	±0,03	±0,06
1	±0,006	±0,012	20	±0,03	±0,06
2	±0,006	±0,012	25	±0,03	±0,06
3	±0,01	±0,02	30	±0,03	±0,06
5	±0,01	±0,02	50	±0,05	±0,10
10	±0,02	±0,04	100	±0,08	±0,16

ANEXO 2.**DENSIDAD DEL AGUA A VARIAS TEMPERATURAS***

Temperatura (°C)	Densidad (g/mL)
20	0,998 206 3
21	0,997 994 8
22	0,997 773 0
23	0,997 541 2
24	0,997 299 4
25	0,997 048 0
26	0,996 787 0
27	0,996 516 6
28	0,996 237 1
29	0,995 948 6
30	0,995 651 1

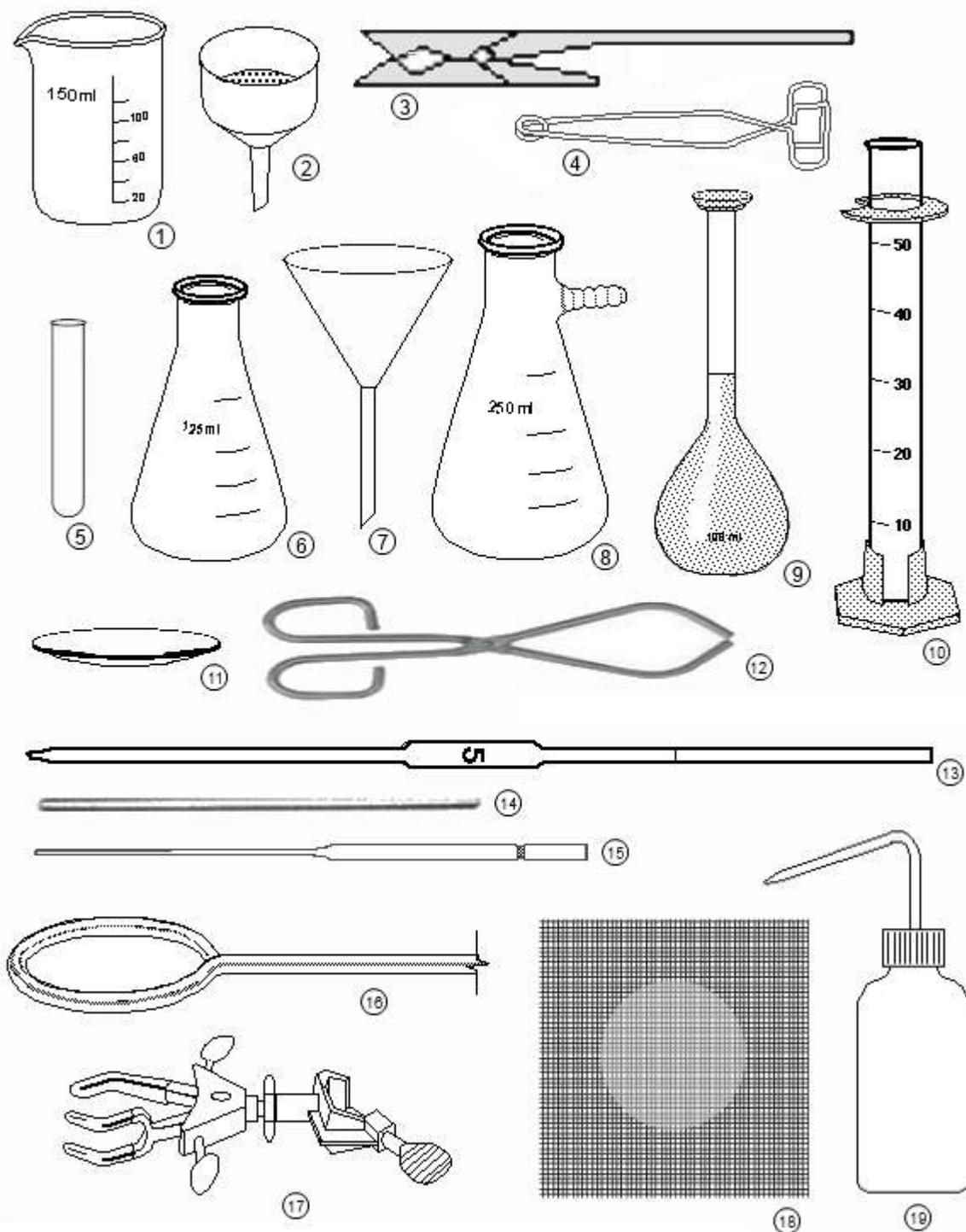
* Tomados de *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 85th Edition, CRC Press, 2005

ANEXO 3.

RANGO DE VIRAJE PARA ALGUNOS INDICADORES ÁCIDO BASE

Indicador	pH del rango de viraje	Color de la forma ácida	Color de la forma básica
Violeta de metilo	0.0-1.6	amarillo	azul
Azul de timol	1.2-2.8	fucsia	amarillo
Pentametoxy rojo	1.2-2.3	rojo-violeta	incoloro
Tropeolín OO	1.3-3.2	rojo	amarillo
2,4-Dinitrofenol	2.4-4.0	incoloro	amarillo
Amarillo de Metilo	2.9-4.0	rojo	amarillo
Azul de Bromofenol	3.0-4.6	amarillo	azul violeta
Azul de Tetrabromofenol	3.0-4.6	amarillo	azul
Rojo Congo	3.0-5.0	azul	rojo
Naranja de Metilo	3.1-4.4	rojo	naranja
Alizarina sulfonato de sodio	3.7-5.2	amarillo	violeta
Alfa-Naftil Rojo	3.7-5.0	rojo	amarillo
p-Etoxycrisoidina	3.5-5.5	rojo	amarillo
Verde de Bromocresol	3.8-5.6	amarillo	azul
Rojo de Metilo	4.4-6.2	rojo	amarillo
Rojo de Clorofenol	4.5-7.0	anaranjado	magenta-morado
p-Nitrofenol	5.0-7.0	incoloro	amarillo
Azolitmin	5.0-8.0	rojo	azul
Purpura de Bromocresol	5.2-6.8	amarillo-anaranjado	púrpura-violeta
Azul de Bromotimol	6.0-7.6	amarillo	azul
Rojo de fenol	6.8-8.2	amarillo	fucsia
Rojo Neutro	6.8-8.0	rojo	amarillo
Acido Rosolico	6.8-8.0	amarillo	rojo
Rojo de Cresol	7.0-8.8	amarillo	púrpura
Alfa-Naftolftaleina	7.3-8.7	amarillo-rosa (melón)	azul verdoso
Azul de Timol	8.0-9.6	amarillo	azul-púrpura
Fenolftaleina	8.0-10.0	incoloro	rosado
Alfa-Naftolbenceno	9.0-11.0	amarillo	azul
Timolftaleina	9.4-10.6	incoloro	azul
Azul Nilo	10.1-11.1	azul	rojo
Amarillo de Alizarina R	10.1-12.0	amarillo	morado-lila
Amarillo Saliclico	10.0-12.0	amarillo	naranja-marrón
Diazo violeta	10.1-12.0	amarillo	violeta
Nitramina	11.0-13.0	incoloro	naranja-marrón
Azul de Poirrier	11.0-13.0	azul	violeta-rosado
Ácido Trinitrobenzoico	12.0-13.4	incoloro	naranja-rojo

ANEXO 4. MATERIAL GENERAL DE LABORATORIO



(1) Vaso de precipitados (beaker), (2) embudo Buchner, (3) pinza de madera para tubos de ensayo, (4) pinza metálica para tubos de ensayo, (5) tubo de ensayo, (6) fiola o matraz erlenmeyer, (7) embudo con tallo, (8) matraz kitasato, (9) balón aforado, (10) cilindro graduado, (11) vidrio de reloj, (12) pinzas para beaker, (13) pipeta volumétrica, (14) barra o varilla de vidrio, (15) pipeta Pasteur, (16) aro metálico, (17) pinza universal, (18) rejilla, (19) piseta o frasco lavador.