



Facultad de Ciencias
Escuela de Química
Laboratorio de Principios de Química

Guía de Prácticas

Junio 2014

PREFACIO.....	I
SEGURIDAD EN EL LABORATORIO	III
CUADERNO DE NOTAS O DIARIO DE LABORATORIO	V
PRÁCTICA 1: EL MECHERO, ESTUDIO DE LA LLAMA.....	1
Objetivos	1
Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica	1
Introducción:	1
Parte experimental:.....	6
Experiencia 1. El mechero. Diferencias entre combustión completa y parcial	6
Experiencia 2. Observación del espectro visible de emisión de especies en una llama	7
Experiencia 3. Ensayo a la llama de varias sales	9
Experiencia 4. identificación de una muestra problema	9
Bibliografía	9
PRÁCTICA 2. MEDICIONES Y ERRORES.....	11
Objetivos	11
Introducción	11
Análisis cualitativo y análisis cuantitativo.....	12
Masa y Peso	12
Precisión y exactitud	12
Desviaciones y errores.....	16
Errores sistemáticos (determinados) y aleatorios (indeterminados).....	16
Balanzas	17
Parte experimental:.....	18
Experiencia 1: Uso de las balanzas granatarias	18
Experiencia 2: Calibración del cilindro graduado de 10 mL.....	19
Experiencia 3: Calibración de la pipeta volumétrica de 10 mL	20
Experiencia 4: Determinación de la densidad de una solución de NaCl de concentración desconocida.....	20
PRÁCTICA 3. INDICIOS DE REACCIONES QUÍMICAS	21
Objetivos	21
Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica	21
Introducción	21
Reacciones y Ecuaciones	22
Indicios de reacciones.....	23
Parte Experimental	24
Experiencia 1. Cambio De Color por Efecto De una Reacción óxido reducción (red-ox)	24
Experiencia 2. Cambio De Color En Una Disolución Por Formación De Complejos Metálicos	25
Experiencia 3. Cambio De Color En Una Disolución Por Efecto De La Dilución	25
Experiencia 4. Precipitados Finamente Divididos	25
Experiencia 5. Precipitados Granulares:.....	26
Experiencia 6. Precipitados Floculentos	26
Experiencia 7. Precipitados Gelatinosos.....	26
Experiencia 8. Reacciones En Las que se generan gases.....	26
Experiencia 9. Reacciones en las que se genera o se absorbe calor	26
Bibliografía	27

PRÁCTICA 4. SOLUCIONES Y SOLUBILIDAD	28
Objetivos	28
Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica	28
Introducción	28
Soluciones y solubilidad.....	29
Solubilidad y concentración	32
Parte experimental:.....	34
Experiencia 1: Solubilidad en varios disolventes.....	34
Experiencia 2: Solubilidad de sal y azúcar en agua	35
Experiencia 3: Precipitación de sales poco solubles: Ioduro de Plomo	35
Experiencia 4: Preparación de disoluciones no saturada, saturada y sobresaturada	35
Experiencia 5: Deshidratación de una disolución de sulfato cúprico	36
Experiencia 6: Solución Sobresaturada	36
PRÁCTICA 5: SEPARACIÓN DE MEZCLAS	38
Objetivos	38
Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica	38
Introducción	38
Definición de Mezcla.....	39
Clasificación de Mezclas:.....	39
Técnicas de Separación de Mezclas Por Medios Físicos.....	40
Técnicas de Separación Por Procedimientos Mecánicos	41
Filtración simple	41
Parte experimental:.....	44
Experiencia 1: Cromatografía en papel	44
Experiencia 2: Filtración simple	45
Experiencia 3: Filtración por pliegues	45
Experiencia 4: Filtración por succión	46
Experiencia 5: Separación de una mezcla.....	46
PRÁCTICA 6 INDICADORES, MEDIDAS DE pH E HIDRÓLISIS.....	47
Objetivo	47
Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica	47
Introducción	47
Fundamentos básicos de los Indicadores ácido base	48
Un indicador ácido básico típico	48
Rango de viraje de un indicador	52
Indicador Universal:	56
Parte Experimental	62
Experiencia 1: Preparación de soluciones de HCl y determinación de sus respectivos pH	62
Experiencia 2: Disoluciones amortiguadoras ("tampones" o "buffers").....	63
Experiencia 3: pH de diversas disoluciones acuosas	63
PRÁCTICA 7 TITULACIONES ÁCIDO-BASE	65
Objetivos	65
Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica	65
Introducción	65
Titulaciones Ácido Base.....	65
Parte Experimental	68
Materiales y Reactivos	68

Experiencia 1: Preparación de la disolución de ácido clorhídrico	69
Experiencia 2: Determinación de la concentración de la solución de HCl	69
Experiencia 3: Realización de la curva de titulación de HCl preparada	70
Experiencia 4: Valoración de una muestra problema de hidróxido de sodio.	71
Tablas para reporte e informe	71
Bibliografía	73
PRÁCTICA 8 TITULACIONES REDOX	74
Objetivos	74
Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica	74
Introducción	74
Parte Experimental	76
Materiales y Reactivos	76
Experiencia 1: Preparación de una dilución de permanganato de potasio	76
Experiencia 2: Determinación de la concentración exacta del KMnO_4 preparado..	76
Titulación/valoración de KMnO_4 con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	77
Experiencia 3: Determinación de la concentración de una disolución problema de Fe^{2+}	77
Bibliografía	77
PRÁCTICA 9 SERIE ELECTROMOTRIZ DE LOS METALES	78
Objetivos	78
Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica	78
Parte Experimental	78
Materiales y Reactivos	78
Experiencia 1: Reactividad de cobre metálico frente a disoluciones diversas.....	79
Experiencia 2: Reactividad de zinc metálico frente a disoluciones diversas	80
Experiencia 3: Reactividad de plomo metálico frente a disoluciones diversas	80
Experiencia 4: Reactividad de hierro metálico frente a disoluciones diversas	80
Experiencia 5: Reactividad de diversos metales frente a ácidos	81
Experiencia 6: Reacción de un metal en agua	81
Bibliografía	81

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 enseñara 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 y 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 mas preparado se está, previo a la realización de un experimento, nuestras observaciones serán mas agudas y nuestras 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 conozcamos y planifiquemos muy bien nuestras acciones en el laboratorio.

Un punto muy importante, lo constituye nuestra seguridad y la de los que nos acompañan en el laboratorio, ya que si somos responsables y conocemos e investigamos de antemano los riesgos de la manipulación de equipos, materiales y sustancias, así como la que involucra el experimento mismo, podremos tomar todas las precauciones necesaria 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 nueve 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 materias 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 ayudarte a prepararte adecuadamente para la realización de dichos experimentos y guiarte en 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
Junio 2014

SEGURIDAD EN EL 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.

- Desde el principio se 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 conocer el manejo de cada uno y no hay que dudar en utilizar este equipo cuando se necesite.
- En todo momento hay que utilizar protección para los ojos. Existe un riesgo para daños serios en los ojos, quizá permanentes, esto nos hace obligatorio que los estudiantes, los instructores y los visitantes utilicen una protección adecuada de los ojos en todo momento. Antes de entrar al laboratorio se deben proteger los ojos y se debe usar 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. Lentes de corrección convencional no son el 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.
- La mayor parte de las sustancias de un laboratorio son tóxicas: algunas más que otras, como las disoluciones concentradas ácido muy corrosivas. Hay que evitar el contacto de estos líquidos con la piel. En caso de contacto, **inmediatamente** se debe lavar el área afectada con gran cantidad de agua. Si una disolución corrosiva salpica la ropa, quítasela de inmediato. El tiempo es imponente.
- **Nunca** se debe realizar un experimento no autorizado. Dicha actividad es motivo de expulsión.
- Nunca se debe trabajar a solas en el laboratorio; hay que asegurarse de que siempre haya alguien más, atento a posibles accidentes.
- Nunca se deben llevar alimentos o bebidas al laboratorio. No beber en el material de vidrio de laboratorio. No fumar en el laboratorio.
- Siempre se debe utilizar una pera para aspirar líquidos a una pipeta; **nunca** succionar con la boca.
- Usar zapatos cerrados (no sandalias). Es importante recoger el cabello largo.

- Se debe utilizar una bata de laboratorio para proporcionar cierto nivel de protección en caso de derrames accidentales. El uso de guantes desechables es obligatorio cuando se manipulan sustancias, soluciones y sólidos que signifiquen un riesgo para la salud.
- Se debe extremar el cuidado al tocar objetos que se han calentado, el vidrio caliente no se distingue del vidrio frío.
- 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.
- Hay que usar la campana de extracción siempre que se puedan desprender gases tóxicos o nocivos. Tener precaución al tratar de percibir olores, utilizando la mano pura atraer los vapores desde la parte superior de los recipientes hacia la nariz.
- Notificar al personal docente en caso de algún daño.
- Desechar las disoluciones y sustancias químicas según las instrucciones.

CUADERNO DE NOTAS O DIARIO DE LABORATORIO

Se requiere un cuaderno para notas de laboratorio donde anotar las mediciones y las observaciones referentes a cada práctica y experimento que se realice. Se emplea un cuaderno empastado de uso exclusivo del laboratorio. Debe tener las páginas numeradas de forma consecutiva (o numerarlas a mano) se reservan las primeras página del cuaderno de notas para hacer una tabla de contenidos o índice que se irá actualizando a medida que se hacen las anotaciones y se realizan las prácticas y experimentos. Las últimas páginas se emplean para incluir apéndices, tablas de constantes físicas u otras (tabla periódica, tabla de potenciales de oxido reducción, etc.).

El cuaderno debe llevarse de forma ordenada y pulcra, cualquier persona debe poder leer y poder entender todo lo que allí se escribe, en otras palabras: letra clara y legible.

Anotar con tinta todos los datos y observaciones en el cuaderno de notas. Es necesario que haya nitidez, pero no debe lograrla transcribiendo los datos de una hoja de papel al cuaderno de notas o de un cuaderno a otro pues el riesgo de confundir, o de transcribir incorrectamente los datos importantes y arruinar un experimento, es alto.

Nunca se debe quitar una hoja del cuaderno de notas. Es mejor trazar unas líneas diagonales sobre cualquier página que se deba desechar. Se recomienda escribir una razón breve que explique por qué se desecha esa página.

Formato del Cuaderno:

- 1.- Fecha de realización del experimento o práctica
- 2.- Título del experimento o práctica
- 3.- Resumen de los principios químicos y físicos del trabajo a realizar. No se trata de transcribir un libro de texto o guía, si no de tener a mano un resumen propio de los fundamentos y principios en los cuales vamos a basar nuestro trabajo.
- 4.- Diagrama de montajes experimentales que se propone realizar, emplear copias o fotos en el caso de un diagrama muy complejo.

5.- Lista de reactivos requeridos indicando formula química notas sobre toxicidad de cada uno. Puede realizarse un índice de sustancias y su toxicidad en la parte final del cuaderno que irá alimentando a medida que se van usando nuevas compuestos o reactivos químicos.

6. Realizar un registro de los experimentos o experiencias a efectuar indicando claramente su objetivo. En cada caso debe indicarse datos (como peso molecular, solubilidad constantes físicas, etc.), formulas requeridas para los cálculos que se deban realizar empleando las medidas experimentales. Por ejemplo si se va a preparar una solución a partir de la masa de un soluto y su posterior disolución en algún solvente, debe indicarse la concentración deseada, el volumen de disolución a preparar, formula química y peso molecular del soluto, masa de soluto a pesar y volumen final de solución. Debe conocer e indicar la forma de realizar el calculo de concentración y de ser requerido la estimación de la incertidumbre de la concentración de la solución resultante.

6. En caso de sustitución de materiales y reactivos por no disponer de ellos en el laboratorio, debe indicarse claramente su sustituto con sus características. De generar esta sustitución algún cambio en los métodos a realizar, debe indicarse en cada experimento. Por ejemplo si usted ha realizado todo el cálculo sobre la base de preparar 250 mL de una solución de NaCl 1 Molar a partir de NaCl de 99,99 % de pureza y al llegar al laboratorio no hay NaCl de ese grado de pureza si no al 98% y sólo dispone de recipiente de 200 mL, deberá registrar el cambio y proceder a realizar los nuevos cálculos empleando las expresiones matemáticas que posee registradas en su cuaderno.

7. Registrar en el orden en que se van realizando los experimentos y anotar sus observaciones y conclusiones de forma ordenada y secuencial.

8.- Toda rotulación de recipientes debe ser indicado en el cuaderno con la nomenclatura que haya seleccionado: números o letras con su respectiva equivalencia al experimento. De esta forma cualquier revisión de lo ya efectuado y comparación de lo escrito con los experimentos será mas sencilla en los casos de una revisión o recapitulación del trabajo experimental.

9. Registrar toda ecuación que expliquen los cambios que observa, escrita correctamente balanceada.

10.- Los valores de las medidas experimentales como masas, volumen, pH y otras deben registrarse en tablas debidamente identificadas, acompañada cada

magnitud por sus unidades y apreciación del instrumento de medida. Cada conjunto de observaciones o resultados numéricos de una medida deben llevar un título o encabezado que lo identifique claramente. Números escritos o tablas de números escritos sin descripción ni unidades no tienen sentido para nadie más que no sea la persona que los escribió. Corriéndose el riesgo de que se olvide de que se trata la anotación. Se persigue que cualquier persona con conocimientos adecuado pueda revisar y entender las anotaciones e incluso sacar conclusiones de la calidad del trabajo realizado.

Ejemplo:

Se procede a pesar por triplicado la masa de cloruro de sodio para la preparación de tres soluciones:

Identificación	Peso de recipiente vacío (gramos)	Peso de recipiente con NaCl (gramos)	Masa de NaCl en gramos
A	25,21	26,30	1,09
B	24,32	25,28	0,96
C	26,23	27,30	1,07

Nunca debe intentarse borrar o quitar una entrada o registro incorrecta. En lugar de ello, hay que tacharla y anotar la entrada correcta tan cerca como sea posible. No se debe escribir sobre las cifras incorrectas; con el tiempo es imposible distinguir la entrada correcta de la incorrecta. Debe incluirse una nota indicando la razón de sustitución de la nota, observación o resultado eliminado. Por ejemplo: las masas de soluto pesadas son incorrectas pues no había calibrado adecuadamente la balanza.

Nota: Recuerde que se puede descartar una medición experimental sólo si de alguna manera se sabe que se ha cometido un error. Así, cuando esto suceda, se deben registrar cuidadosamente las observaciones experimentales en el cuaderno. Nunca se debe borrar una entrada equivocada en un cuaderno de notas de laboratorio en su lugar, se recomienda tachar.

11.- En caso de requerir cálculos a partir de las medidas experimentales debe indicarse las ecuaciones empleadas.

12.- Es fundamental que haya coherencia entre los resultados y conclusiones expresadas en los informes y los datos y anotaciones realizadas en el cuaderno, de ello depende la confiabilidad del analista.

13.- 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.

PRÁCTICA 1: EL MECHERO, ESTUDIO DE LA LLAMA.

Objetivos

Conocer el mechero y sus partes.

Estudiar la llama y los fenómenos de combustión.

Ensayos a la llama: Determinar los iones responsables de la coloración a la llama.

Identificar elementos en muestras problema.

Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica

Reacción de combustión de hidrocarburos

Teoría cuántica y la estructura electrónica de los átomos

Configuración electrónica

Espectros de emisión de atómicos

Introducción:

El mechero en un laboratorio de química es una herramienta de gran utilidad ya que constituye nuestra fuente de energía con la cual podemos llevar a cabo numerosas operaciones, como por ejemplo: 1) Elevar la temperatura de una solución para aumentar la solubilidad de un compuesto, 2) suministrar la energía a una reacción endotérmica para que ocurra, 3) Generar el ambiente oxidante para realizar la calcinación de un precipitado y convertirlo en un óxido, 4) generar el ambiente reductor para generar la transformación de una sal u otro compuesto en sus componentes elementales, etc. De allí la importancia de conocer su funcionamiento adecuadamente y los distintos tipos de mecheros, tipos de llama existentes de forma de poder utilizarlo eficientemente para las operaciones requeridas en el laboratorio.

Mecheros:

Los tres tipos de mechero de uso más común en el laboratorio son conocidos como: mechero Bunsen, mechero de Tirrill, y mechero Meker. En la Figura 1 se muestra, a la izquierda, el mechero conocido como "Bunsen", el cual recibe su nombre de Robert Wilhelm Bunsen (1811-1899), aunque fue diseñado por Peter Desaga por pedido de éste. Bunsen deseaba un mechero que mezclara el aire con gas antes de producirse la ignición, pues necesitaba generar una llama no luminosa pero altamente energética para realizar experimentos de espectroscopía de emisión atómica en llama. Posee una conexión para el gas (conexión radial a la parte baja del tubo central o cañón) y una pieza movable

colocada inmediatamente a la conexión de gas para ajustar la entrada de aire. El flujo de gas se ajusta directamente con la llave principal de la fuente de gas.

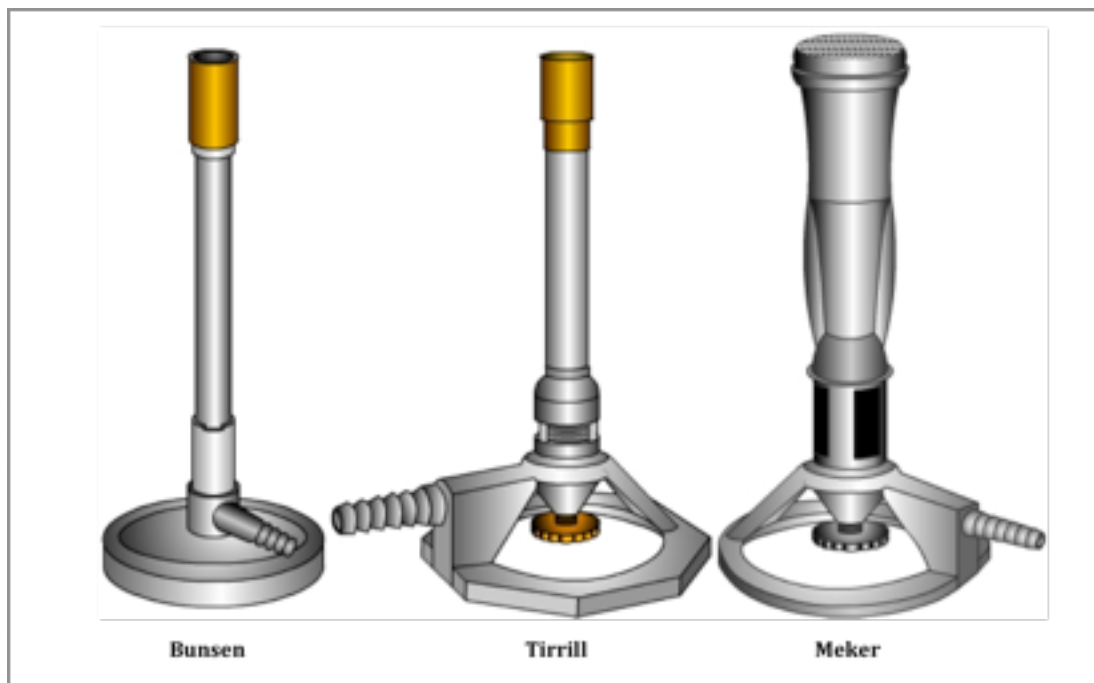
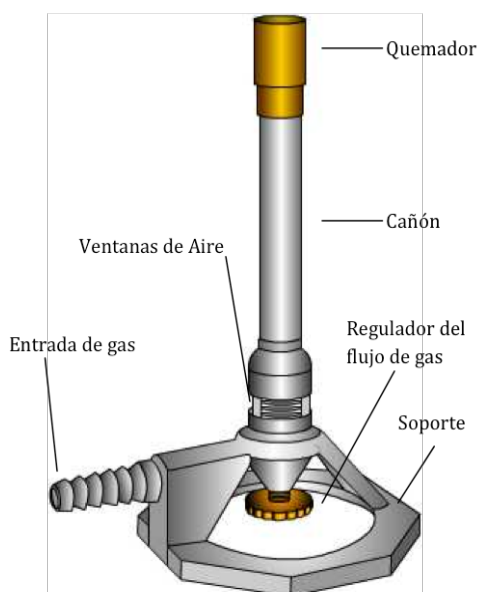


Figura 1. Mecheros comúnmente empleados en el laboratorio de química.

El mechero de Tirrill, mostrado en el centro, es simplemente una modificación del mechero de Bunsen, a veces conocido como mechero Bunsen-Tirrill. Se añade un control o llave en la base para el control flujo de gas, lo cual permite estabilizar la llama más fácilmente que con la llave de paso principal. Las ventanas de aire, en lugar de ser simplemente orificios, consisten en una rosca que amplía o disminuye el área de la ventana según se suba o baje el cañón al ser girado.

El mechero de Meker, que se muestra a la derecha en la Figura 1, es también una modificación del mechero de Bunsen, pero en este caso se obtiene una llama más caliente debido a que se aumenta la turbulencia en la mezcla del combustible con el aire. Posee una rejilla en la parte superior, que múltiples pequeñas llamas tipo Bunsen que se unen en una gran llama conjunta. Mientras el mechero de Bunsen desarrolla su máxima temperatura entre $1/3$ y $2/3$ de altura de la llama, el de Meker la alcanza en la base. Este mechero no tiene llama secundaria como el de Bunsen, y es más efectivo para calentar y fundir, pero menos apropiado para estudios espectroscópicos.

Partes de un mechero Bunsen-Tirrill:



Partes y zonas de la llama de Bunsen:

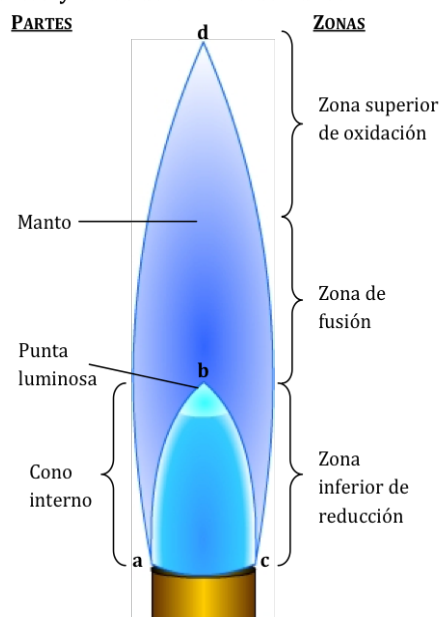


Figura 2. Mechero Tirril y la partes de la llama de definidas por Bunsen.

Cono Interno: 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) y su temperatura 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. La punta luminosa (b) 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 alta 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.

Manto externo: Llamado simplemente "manto". Debido a la mayor concentración de oxígeno ambiental en las zonas más lejanas a la punta del cañón, 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.

Las zonas de la llama de bunsen son:

Zona Superior de Oxidación: Corresponde a la parte alta del manto. Posee una temperatura alta y es rica en oxígeno. **Zona de Fusión:** La temperatura en esta zona, que se encuentra en el manto entre 1/3 y 2/3 de altura, es la más alta que se puede obtener en un mechero de Bunsen, pudiendo alcanzar los 1600 C. La zona de fusión es usada para fundir el vidrio, así como varios metales.

Zona Inferior de Reducción: La "coraza" del cono interno y en particular la punta luminosa pueden ser usadas para reducir sustancias, puesto que es esta una zona relativamente pobre en oxígeno y muy rica en hidrocarburos que pueden oxidarse y generar la reducción de distintas sustancias. Esta zona es, entonces, la más apropiada para realizar ensayos a la llama, que requieren la reducción de la mayoría de las especies analizables.

Algunas recomendaciones:

Por razones de seguridad no dejes el mechero encendido si vas a pasar varios minutos sin usarlo. El mechero de Bunsen debería mantenerse frío en su totalidad, con la única excepción de la punta. Por ende el quemador debería ser manipulable con la mano. Deberás manipularlo con cuidado mover el mechero por el soporte. La manguera de conexión de gas al mechero debe ser ubicada de forma segura, esto es que la manguera no esté en contacto o ubicada cerca de la llama (ver figura 3).

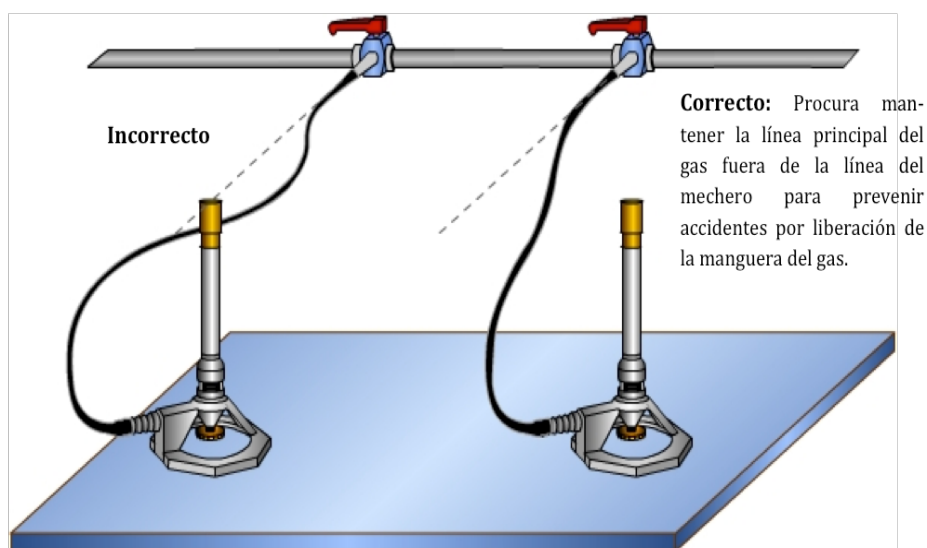


Figura 3. Disposición del mechero con respecto a la manguera de conexión del gas.

Espectro de emisión de especies en una llama

Quizás todos hemos observado al cocinar en una hornilla a gas que al ocurrir algún derrame del líquido que calentamos, notamos que en la llama se genera un color amarillo anaranjado muy intenso, este color generado en la llama es evidencia clara que en el líquido hay disuelta sal común (cloruro de sodio), ¿porqué puede asegurarse esto?. Cuando los metales o sus compuestos, se calientan a altas temperaturas en una llama, la llama adquiere colores brillantes que son característicos de cada metal. De una forma sencilla y directa: los colores observados se deben al proceso de relajación de los átomos metálicos que han pasado a estados energéticos excitados debido a que absorben energía de la llama; los átomos que han sido excitados pueden perder su exceso de energía en forma de luz de una longitud de onda característica.

Las sales contienen a los átomos metálicos en forma de iones positivos en el estado sólido, no obstante, cuando se calientan a la elevada temperatura de una llama se disocian dando átomos gaseosos y no iones. La temperatura del mechero Bunsen o Tirrill en algunos casos es suficiente para vaporizar y atomizar e ionizar algunos elementos en algunos compuestos químicos. Debido a la energía de la llama también se puede provocar cambios en los niveles energéticos del átomo, la llama, o mas bien la energía de la llama, excita a los electrones de estos átomos las capas exteriores del átomo llevándolos a niveles superiores de energía, al regresar a su nivel normal o estado fundamental, la energía absorbida se desprende en forma de ondas electromagnéticas a una longitud de onda y cuya frecuencia es proporcional a las diferencias de energía entre los niveles atómicos involucrados del elemento particular.

Un ejemplo específico: El Sodio (Na)

La estructura atómica del sodio (número atómico 11) en estado no excitado es: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^1$, al ionizarse genera el ión sodio cuya estructura es $1s^2 2s^2 2p^6$, recuérdese que el sodio se ioniza fácilmente y en una llama con la energía existente ocurre en gran medida. Debido al ambiente energético en el cual se encuentra el ión sodio, un electrón del nivel más externo, esto es el nivel 2p, puede ser promovido a niveles superiores, por ejemplo un nivel 3p, absorbiendo la energía del medio. Esta nueva condición es conocida como estado excitado, es una condición inestable y el tiempo de vida del ión en esta condición es muy corta, liberando rápidamente la energía absorbida y regresando a su condición estable, esto es regresando el electrón al nivel 2p. La energía se puede liberar en forma de luz con una energía que debe ser igual a la diferencia de energía del electrón en el nivel 3p y 2p del ión sodio. Por lo que será característica del ión sodio y mas específicamente a la transición de un electrón del ión sodio del nivel 4p al 3p.

La diferencia energía entre el estado excitado y el estado fundamental del ión (o al especie emisora ya sea átomo, ión o molécula) lo podemos calcula mediante:

$$E_1 - E_0 = \frac{hc}{\lambda}$$

E_0 = contenido de energía ión del átomo en su estado fundamental.

E_1 = contenido de energía del átomo en su estado excitado

h = constante de Planck 6.625×10^{-27} erg x seg

c = velocidad de la luz 3×10^{10} cm/seg

λ = longitud de onda en nanómetros (nm)

Si el valor de λ está dentro del rango del espectro visible se producirá una radiación perceptible por el ojo humano (color) en el ensayo a la llama, por esta razón cada elemento al ser excitado produce un espectro único, característico y diferente al de cualquier otro elemento. En el caso del sodio esta emisión es de color amarillo naranja muy intensa, tal y como se presenta en la figura 4.

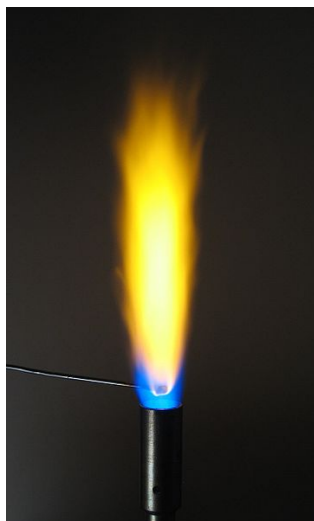


Figura 4. Llama característica de una sal de sodio en una llama de un mechero Bunsen.

En el caso específico a nuestra fuente de excitación (llama) podemos asegurar que: algunos elementos como los metales alcalinos, alcalinotérreos y otros elementos metálicos al proporcionarles energía en una llama de un mechero Bunsen, una parte de ésta energía la absorben para excitarse y la liberan posteriormente como energía luminosa dando coloraciones diferentes que en el caso del espectro electromagnético comprendido en el rango visible (longitud de onda de 400 – 700 nm) van de violeta a rojo. La identificación de esta coloración permitirá hacer un análisis cualitativo preliminar de los componentes de una muestra. El estudio de la emisión característica de especies en una llama u otra fuente de energía cae dentro del campo de la espectroscopia.

Parte experimental:

Experiencia 1. El mechero. Diferencias entre combustión completa y parcial

Lee las instrucciones para la correcta utilización del mechero, en la introducción a de esta práctica, antes de proceder a encenderlo. Procede a identificar cada una de las partes del mechero, ubica cada una de ellas y verifica el correcto funcionamiento. Conecta la manguera a la llave mas cerca de tu puesto de trabajo y verifica la existencia de fugas de gas tanto en la llave de gas como en la entrada de gas del mechero. Esto lo realizad abriendo el paso de gas con la llave de regulación del mechero completamente cerrada y añadiendo una pequeña cantidad de agua jabonosa en las dos conexiones de la manguera, si observas formación de burbujas existe una fuga y deberás cerrar la llave de

acceso de gas y ajustar las mangueras y asegurarte que estén bien fijadas y probar de nuevo.

Ventanas de aire cerradas Enciende el mechero con las ventanas de aire cerradas, observa la llama generada. Has pasar un vidrio de reloj unos 5 cm sobre la punta superior de la llama, con movimientos circulares constantes para evitar que el vidrio estalle debido al cambio de temperatura. Observa la superficie del vidrio.

Ventanas de aire abiertas Abre las ventanas de aire y repite la experiencia con un vidrio de reloj limpio. Observa la superficie del vidrio. Compara con los resultados del paso anterior. Procede a explicar tus observaciones, incluye las reacciones que pueden explicar tus observaciones y conclusiones.

El cono interno Con las ventanas de aire abiertas, introduce rápidamente un fósforo nuevo y apagado en el centro del cono interno, sigue las indicaciones del profesor o preparador. Observa detenidamente lo que ocurre y explica claramente.

Varía la apertura de la ventana de aire, de completamente abierta a completamente cerrada, observa la llama que se forma, observa los cambios en la llama generada. Explica. ¿La reacción que ocurre en el mechero es endotérmica o exotérmica? ¿Porqué es necesario iniciar la reacción con una chispa o llama? ¿Porqué no es necesario aplicar más chispas una vez ha comenzado la reacción (cuando ya está encendida la llama)?

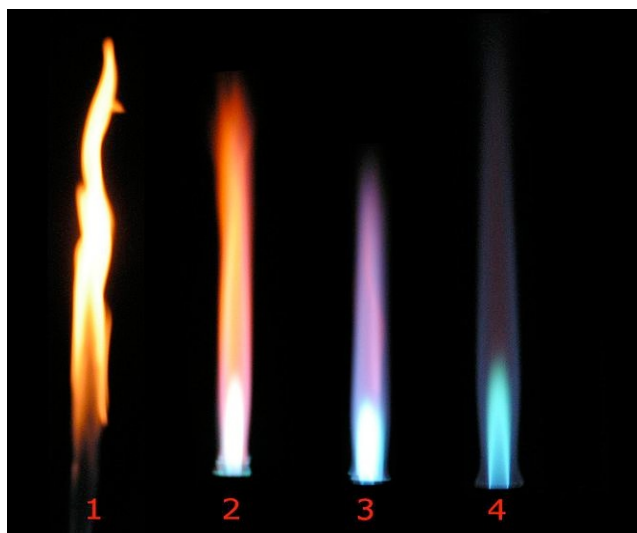


Figura 4. Distintas llamas obtenidas con diferentes flujo de aire. 1. Ventana de aire completamente cerrada. 2. Ventana con la mínima entrada de aire. 3. Ventana abierta al 50%. 4, Ventana abierta completamente.

Experiencia 2. Observación del espectro visible de emisión de especies en una llama .

Una utilidad que vamos a pasar a describir del mechero es la de ser la fuente de energía para generar la vaporización, atomización y excitación y la observación

de la emisión atómica de algunas especies químicas. Esto es el principio de la espectroscopía de emisión atómica, técnica de análisis cualitativo y cuantitativo de prácticamente todos los elementos de la tabla periódica. En este caso vamos a centrarnos sólo en algunos pocos elementos que generan una emisión de luz fácilmente detectable a simple vista y que puede emplearse para su identificación. Se recomienda realizar una investigación bibliográfica sobre los fundamentos y principios de la emisión atómica.

De forma resumida vamos a observar la coloración de la llama generada al introducir en un mechero una pequeña cantidad de una sal. La sal o solución de la sal se lleva al mechero y se coloca en la zona externa del cono interior, en donde se va a favorecer la reducción de los iones para dar origen a los átomos neutros que a consecuencia de las altas temperaturas se van a vaporizar y excitar (este proceso o conjunto de procesos debe ser investigado por usted antes de realizar la práctica).

Antes de iniciar esta experiencia coloca un vaso de precipitado (beaker) de 250mL o más y llénalo con agua corriente (no destilada), con el fin de disponer de un reservorio para apagar inmediatamente los hisopos en caso de que se enciendan.

Determinación del blanco Un blanco se define como nuestra referencia, en otras palabras será la llama generada por un hisopo humedecido con agua destilada solamente, en ausencia de cualquier compuesto que pueda generar algún color característico. Esto te servirá como referencia para diferenciar el color que podría generar cualquier otra sustancia añadida. Humedece muy bien la punta de un hisopo con agua destilada y, siguiendo la técnica descrita en la Figura 2.5: introduce la punta del hisopo en la base de la llama, perpendicular a la línea vertical descrita por el mechero y la llama, mueve rápidamente el hisopo de la base de la llama al cono superior. Observa el color impartido a la llama por el hisopo con agua destilada únicamente. En caso de incendiarse el hisopo introduce rápidamente en el beaker con agua. Anota tus observaciones. ¿Qué importancia tiene este paso?

Ten cuidado de no introducir la madera o soporte 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.

Ensayos a la llama Siguiendo la secuencia descrita en el diagrama de la Figura 5, vierte una pequeña cantidad del compuesto a estudiar en un vidrio de reloj (b). Humedece la punta de un hisopo nuevo con agua destilada (a), y procede a ponerla en contacto con la muestra del compuesto en el vidrio de reloj (b). Lleva cada hisopo a la llama observa con cuidado el color forma de la llama generada, (c) compara con respecto al blanco y anota tus observaciones.

Parte 1: Los compuestos a estudiar serán NaCl, NaHCO₃, NaOH, HCl y NH₄Cl (respeta la secuencia de los compuestos a analizar). Usa un hisopo nuevo cada vez que cambies de compuesto :

Nota: Nunca introduzcas el hisopo directamente en el recipiente contenedor del reactivo; si lo haces, podrías contaminar todo el recipiente y dañar el trabajo de otros y el tuyo. Recuerda que el hisopo debe estar muy húmedo al ser introducido en la llama, de lo contrario podría incinerarse.

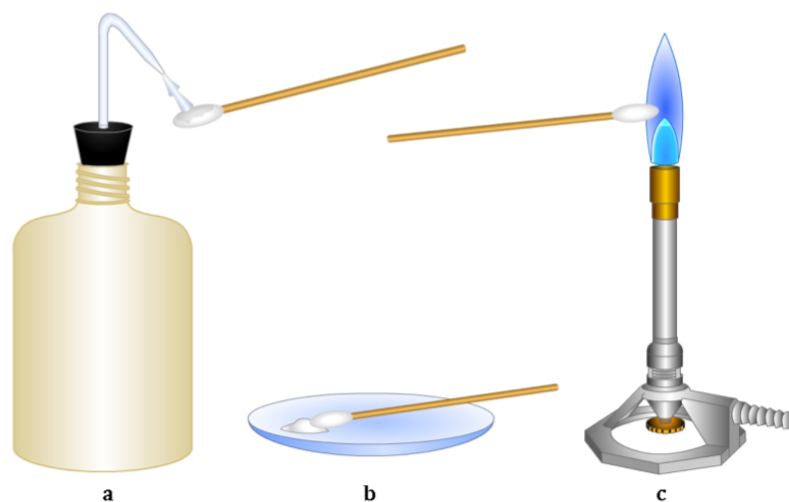


Figura 5. Representación del procedimiento de análisis de una sustancia por emisión a la llama en un mechero Tirrill.

Anota tus observaciones. Analiza tus resultados, ten en cuenta la lista de compuestos que estás empleando. ¿Puedes deducir o concluir que elemento es responsable de la coloración observada en el NaCl

Experiencia 3. Ensayo a la llama de varias sales

Siguiendo la técnica ya explicada, realiza ensayos a la llama de los siguientes compuestos: SrCl_2 , KCl , CuCl_2 , CaCl_2 , NaCl , H_3BO_3 , BaCl_2 . Anote sus observaciones. Debes poder distinguir claramente los colores e intensidades de la llama de cada uno de los compuestos analizados y poder concluir quien es el responsable de la llama observada. Repite la experiencia en caso de duda.

Experiencia 4. identificación de una muestra problema

Siguiendo la técnica ya explicada, determina la identidad de la especie presente en una muestra problema que te será entregada. Recuerda anotar el número de tu muestra para reportarlo en tu informe. Puedes determinar la identidad de la sal o sólo la identidad de la especie responsable de la coloración de la llama? Por qué?

Bibliografía

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

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

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

PRÁCTICA 2. MEDICIONES Y ERRORES

Objetivos

- Realizar medidas experimentales sencillas: masa y volumen, introducir los términos de exactitud, precisión en el análisis químico.
- Acondicionar, utilizar y seleccionar apropiadamente útiles volumétricos
- Pesar sólidos y líquidos poco volátiles en balanzas granatarias, de apreciación 0,1 g y trasvasarlos cuantitativamente.
- Determinar la precisión y exactitud de dos instrumentos volumétricos--. Cilindro graduado y pipeta volumétrica.
- Conocer algunas formas apropiadas de expresar y presentar cantidades en cuadernos, reportes e informes.
- Manejo adecuado de cifras significativas.

Introducción

Es rutina que en cualquier laboratorio se requieran realizar determinaciones de concentración, masa, volumen etc. Por ejemplo si queremos preparar 100 mililitros de una solución de Cloruro de sodio de 10% peso volumen, para lo que debemos pesar exactamente 10 gramos de la sal y disolverla y añadir agua hasta alcanzar exactamente 100 mililitros de solución. Pesarse 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 mayor o menor cantidad de agua resultará en una concentración menor o mayor de la solución. Si disponemos 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, entre otros) nos genera la duda de cual utilizar y porqué. En general la elección del material de medida a utilizar va a determinar la calidad del análisis que se realiza expresado en dos términos conocidos como precisión y exactitud.

En el caso que el objetivo del análisis sea la determinación de la concentración o masa de un componente (elemento o compuesto) en una muestra dada, tenemos la preocupación o más bien el interés, que el resultado que obtengamos y reportemos sea confiable, es decir pueda ser reproducido si alguien realiza un análisis similar de la misma muestra y que el valor se asemeje lo mas posible al valor real o verdadero. Ambas "preocupaciones" se expresan también a través de los términos de precisión y exactitud.

Análisis cualitativo y análisis cuantitativo

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. Son ejemplos típicos la identificación de metales pesados en los cuerpos de agua para definir el tipo de tratamiento que debe ser empleado para hacerlos aptos para el consumo humano. Por otro lado, el análisis cuantitativo se enfoca en la determinación de cantidades presentes con una sustancia de interés en una muestra dada, 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 determinar si el agua es o no apto para consumo humano.

Masa y Peso

Aunque es muy común referirse a la masa y al peso como si fuesen la misma magnitud, si bien muy estrechamente relacionadas, en realidad se trata de magnitudes físicas distintas. La masa depende exclusivamente de la composición de la sustancia, mientras que el peso depende adicionalmente de la influencia gravitatoria; el peso es entonces una fuerza. Un objeto poseerá la misma masa en la Tierra, la Luna o Júpiter, pues su masa sólo depende de su composición; sin embargo, el peso será distinto dependiendo de la gravedad, siendo mayor en Júpiter, luego en la Tierra, y menor en la Luna. La masa se expresa en gramos, kilogramos y otras unidades derivadas o análogas (como el miligramo o la libra). El peso, al ser una fuerza, debe ser expresado en Newton ($1 \text{ N} = 1 \text{ kg m/s}^2$) o alguna unidad derivada o análoga.

Precisión y exactitud

En el lenguaje cotidiano es común escuchar el uso de forma indistinta de los términos: precisión y exactitud. Sin embargo, estos dos términos poseen significado 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 se indica cuán cercanas son las mediciones de un conjunto entre sí. Así entonces la precisión no indica de modo alguno si un valor es correcto o no, simplemente si su determinación fue hecha de un modo confiable; por otro lado, sólo 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 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, entre otras. Todas ellas deben ser cuidadosamente controladas si deseamos que si repetimos un experimento los resultados deben tener cierta similitud. Quizás el lector intuye que deberían idénticos, pero eso sería negar la existencia de variables que actúan de forma azarosa que pueden modificar el resultado de un experimento.

Un ejemplo: Cuando determinamos la masa un mismo objeto de forma repetida en una balanza, uno esperaría que cada vez que uno lo haga 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 nos hacemos 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 1, 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 realizan (un peso, un volumen, una concentración, etc.) y su distancia o ubicación con respecto al centro es una medida de la diferencia del resultado con respecto al valor verdadero; esto es mientras mas lejos mayor diferencia.

El conjunto representado en la figura 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 todos 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.

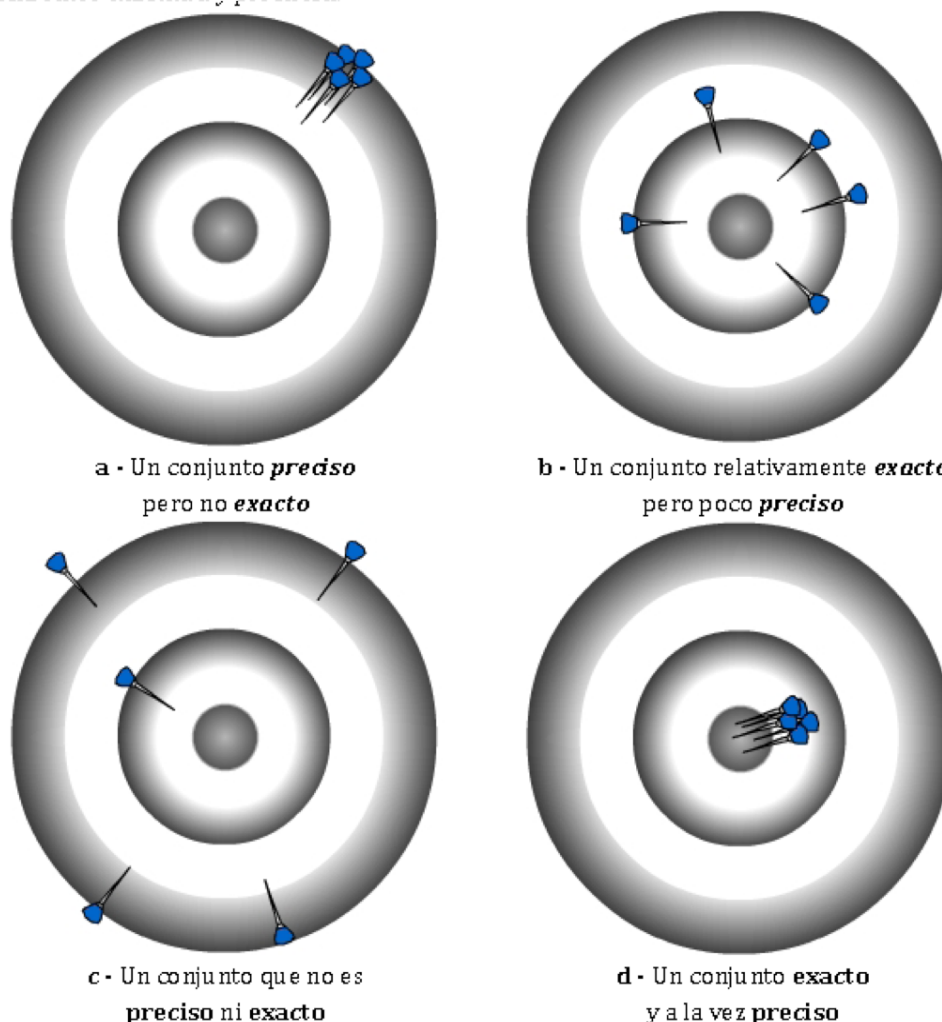


Figura 1. Ejemplo que ilustra los términos de exactitud y precisión empleando los lanzamientos de dardos a una diana o blanco, en el entendido que el centro de la diana constituye el valor esperado o verdadero de un experimento y cada lanzamiento constituye un intento o réplica de experimento de alcanzar obtener ese valor.

El conjunto 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 a que cada medida es bastante diferente entre sí. Por ende sería poco confiable, haciendo la analogía al 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 c no es preciso ni exacto, pues sus dardos están distribuidos por toda la superficie de la diana (muy alejados entre si y del centro) al parecer sin seguir patrón alguno.

El conjunto 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.

El siguiente ejemplo numérico presenta resultados de una la determinación de la concentración de óxido férrico (Fe_2O_3) en una roca que conocemos que posee una concentración de 7,25 gramos de óxido/100 gramos (esto es 7,25 % p/p de óxido férrico), realizados independientemente por cuatro estudiantes distintos,

medición	mEstudiante A %	mEstudiante B %	mEstudiante C %	mEstudiante 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
promedio	7,38	7,32	7,24	7,24

Tabla 1 - Concentración de óxido férrico reportadas por cuatro estudiantes distintos.

Los resultados del Estudiante A son sumamente cercanos entre sí; esto puede observarse al analizar la diferencia que hay entre cada una de sus cuatro mediciones y el promedio de las cuatro mediciones; a esta diferencia se da el nombre de desviación simple. Sin embargo, a pesar de poseer una baja desviación (altamente preciso), los resultados están alejados del valor verdadero.

El Estudiante B obtuvo resultados completamente distintos entre sí, y cuyo promedio a su vez no se asemeja al valor que se conoce como verdadero; así, su conjunto de mediciones no es preciso ni exacto. Tanto el Estudiante C como el Estudiante 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 g; a esta diferencia, tomada sin signo se da el nombre de error absoluto. Ambos son aparentemente igual de exactos, pues sus errores absolutos son iguales, sin embargo el Estudiante D obtuvo un conjunto de mediciones cuyos valores se parecen mucho más entre sí; calcúlese la diferencia entre las mediciones del Estudiante D y su promedio (desviación), y compárese con las desviaciones para el Estudiante C.

¿Cuál de los cuatro estudiantes posee entonces el mejor conjunto de determinaciones?

Sin lugar a dudas el Estudiante D, pues sus resultados son a la vez muy precisos (poca diferencia entre los datos) y exactos (el promedio es muy parecido al valor verdadero).

Desviaciones y errores

Como se mencionó en la sección anterior, existen formas de cuantificar la exactitud y la precisión. Las desviaciones indican cuán alejada está una medición del promedio de un grupo al cual pertenece, por ende, habla de la precisión. Es decir, si se tienen cinco determinaciones, por ejemplo, podría hallarse el promedio y a partir de allí comparar cada uno de los cinco valores con ese promedio. Esa diferencia es la desviación simple de la medición. Si sólo se considera la magnitud de la desviación y no el signo, se está hablando de la desviación absoluta. Puede a su vez hallarse qué porcentaje del promedio representa esa desviación, obteniéndose así la desviación porcentual promedio.

Nótese que las desviaciones sólo pueden ser obtenidas a partir de conjuntos de mediciones; una única medición no puede ser evaluada pues sólo podría compararse consigo misma.

Los errores, por otra parte, hablan de la exactitud, pues sólo pueden determinarse si se conoce el valor verdadero, lo cual muchas veces no es posible por la misma naturaleza innovadora del trabajo científico. Sin embargo, de conocerse tal valor, la diferencia de una determinación con ese valor verdadero es el error. El error absoluto ignora el signo del error, considerando únicamente su magnitud. El error porcentual sería el porcentaje que representa ese error en la determinación con respecto al valor verdadero.

A diferencia de las desviaciones, los errores pueden determinarse para una sola medición, simplemente se compara esa medición con el valor verdadero, y la diferencia será el error.

Errores sistemáticos (determinados) y aleatorios (indeterminados)

Las Alteraciones Sistemáticas (también llamadas Errores Sistemáticos) afectan los resultados constantemente en la misma dirección (hacia mayor o hacia menor del valor verdadero), por lo cual ejercen su influencia únicamente en la exactitud de las determinaciones. Un caso típico podría ser 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. 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 alteraciones o 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 Aleatorios.

Los nombres "determinado" e "indeterminado" pueden ser confusos. En realidad esos nombres no implican que se conozca o no la fuente del error. En muchos casos se puede conocer o descubrir la causa de una alteración indeterminada y desconocer la de una alteración aleatoria.

Balanzas

Existen múltiples tipos de balanzas, para una gran diversidad de propósitos. Es natural imaginar que una balanza para pesar ganado bovino ha de ser distinta de una diseñada para medir la masa de una dosis de un medicamento para seres humanos. En los laboratorios químicos son de muy frecuente uso las balanzas analíticas (mecánicas o electrónicas) y un tipo especial de balanzas mecánicas granatarias. Dos tipos de balanzas granatarias se presentan a continuación:



El uso de los dos tipos de balanzas presentados en la Figura 3.2 es sencillo. Los brazos horizontales poseen masas calibradas de tal manera que al desplazarlas hacia la derecha sobre su brazo aumentan en incrementos de 100 g (la más lejana) y 10 g (la siguiente), con ranuras en los brazos que indican claramente al usuario cuándo se ha alcanzado exactamente la marca deseada. La balanza de la izquierda posee un tercer brazo con escala que no posee ranuras y que permite al usuario aumentar en incrementos de 0,1 g hasta alcanzar los 10 g. La balanza de la derecha, en cambio, posee un dial de Vernier que permite mediciones 10 veces más sensibles, con incrementos de 0,01 g hasta llegar a 10,00 g. En todos los casos estas balanzas mecánicas poseen una flecha en la punta que al coincidir con otra flecha fija en la base de la balanza señala que se ha alcanzado la masa indicada.

Los pasos para pesar en una balanza como las presentadas arriba son:

1. Asegúrate de que la superficie sobre la cual ubicaste la balanza esté nivelada (sin inclinación)
2. Cerciórate de que la balanza esté limpia, no sólo el plato sino todo el aparato en general.
3. Ubica todos los indicadores en cero.
4. Si el plato está bloqueado, libéralo.
5. Observa la calibración del instrumento; si todos los indicadores están en cero, las flechas que
6. señalan que se ha alcanzado la masa indicada (0,00 g en este caso) deberían coincidir. De lo contrario deberás calibrarla.
7. Aunque el 0,00 g coincida, es posible que la balanza no esté calibrada; prueba con pesas estandarizadas de 50,00 g; 100,00 g, u otras.
8. Asegúrate de que el objeto a pesar está seco y limpio por fuera, y muy particularmente asegúrate de que está a temperatura ambiente.
9. Nunca peses objetos calientes. No sólo obtendrás una masa incorrecta debido a efectos de convección del aire caliente, sino que además podrías dañar la balanza.
10. Ubica el objeto en el centro del plato.
11. Desplaza los brazos y/o gira el Vernier hasta lograr que las flechas coincidan
12. La suma de las escalas es la masa del objeto, anota esa masa.
13. Bloquea la balanza, regresa todos los indicadores a cero y retira el objeto de la balanza.
14. Antes de pesar siempre debes verificar el ajuste del cero y calibrar en caso de ser necesario.

Parte experimental:

Experiencia 1: Uso de las balanzas granatarias

Antes de usar las balanzas consulta al profesor o preparador.

Observa la balanza e identifica sus partes

Atiende a la demostración del profesor o preparador, quien te indicará los pasos a seguir para el uso correcto en las balanzas disponibles en el laboratorio.

Pesa tres objetos de distinta masa y presenta tus resultados en una tabla. Debes recordar que antes de cada pesada debe verificarse la calibración del cero de la balanza y realizar los ajustes correspondientes.

¿Qué representa en la balanza, éste valor de 0,01 o 0,1 g (éste valor dependerá del tipo de balanza disponible)?

Procede a ordenar las observaciones de las masa de cada objeto en orden creciente. Calcula la dispersión o intervalo de variación de cada serie de observación, calcula el valor promedio de la masa de cada objeto. Calcula la desviación absoluta de cada medida con respecto a la media o promedio. Calcula la desviación promedio y expresa la masa de cada objeto como el promedio +/- desviación promedio. Calcula la desviación relativa. Representa todos tus resultados en una tabla. Compara las desviaciones relativas de cada objeto entre sí. ¿Puedes tu con esta información obtener alguna conclusión sobre la precisión y exactitud de la masa de cada objeto determinada?

Experiencia 2: Calibración del cilindro graduado de 10 mL

Pesa un vaso de precipitado de 100 mL (limpio y seco) y anota la masa obtenida. Toma el cilindro graduado de 10 mL, lávalo con agua y jabón, luego con agua destilada, y finalmente sécalo por fuera. Llena el cilindro con agua destilada hasta la línea de enrase de 10 mL. Consulta sobre la forma de medición.

Vierte el contenido del cilindro graduado en el vaso de precipitado previamente pesado. Determina la masa del beaker con el agua. Determina la masa de agua vertida por diferencia. Repite la operación en su totalidad tres veces más (para un total de cuatro mediciones). Registra todos tus datos en una tabla, indicando unidades y apreciación del instrumento empleado.

Realiza el tratamiento estadístico de los datos, determinando el promedio, la desviación relativa. Para cada medición, desviaciones absolutas, desviación promedio y desviación porcentual promedio, tabulando todos tus resultados.

¿Por qué debe repetirse la determinación varias veces?

Tomando en cuenta la apreciación del cilindro graduado (+/- 0,2 mL) y la apreciación de la balanza, uno espera que la mayor variación aceptable entre medidas idénticamente realizadas no fuese mayor de 0,4 gramos (tomando la densidad como 1 gr/mL), es decir no mayor de 2 % como desviación media relativa si el volumen medido es de 10 mL (Ud. debe entender claramente de donde se obtiene este valor de desviación media relativa). En el caso que sus resultados posean una desviación mayor, debe proceder a repetir la experiencia. En caso de persistir la magnitud del valor de desviación media relativa superior

al 2% se debe examinar cuidadosamente el procedimiento realizado ya que se estaría cometiendo errores que incrementan ese valor.

Usando cada una de las masas medidas (no promedio) y el valor tabulado de la densidad del agua a la temperatura del laboratorio, calcula el volumen de agua para cada determinación; promedia y realiza el tratamiento estadístico apropiado. Compara el valor de volumen determinado con el valor indicado por el instrumento. ¿A qué se debe la diferencia? ¿Cuál valor de volumen puede considerarse como verdadero en las condiciones del laboratorio? ¿Qué utilidad tiene conocer el volumen real del cilindro graduado?

Experiencia 3: Calibración de la pipeta volumétrica de 10 mL

Repita la experiencia anterior usando la pipeta volumétrica de 10 mL. Compara los resultados obtenidos en las dos experiencias.

¿Cuál de los dos instrumentos es más preciso y cuál más exacto?

Experiencia 4: Determinación de la densidad de una solución de NaCl de concentración desconocida.

Usando el instrumento que te resulte más adecuado según los resultados de las experiencias 3 y 4, mide 10 mL de una solución de NaCl en agua.

Vierte el líquido en un vaso de precipitado previamente pesado y determina así su masa. Repite tres veces más (para un total de cuatro mediciones, a no ser que los resultados ameriten mediciones adicionales).

Con los resultados obtenidos, y haciendo uso del volumen verdadero determinado en la experiencia 3 o 4, calcula la densidad para cada una de las cuatro determinaciones. Calcula promedio, desviaciones absolutas y desviación promedio absoluta relativa.

Haciendo uso del valor considerado como verdadero, el cual te será informado por el profesor, realiza los tratamientos estadísticos para determinar tanto la exactitud como la precisión de las mediciones.

Bibliografía

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

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

PRÁCTICA 3. INDICIOS DE REACCIONES QUÍMICAS

Objetivos

Realizar experimentos de reacciones químicas características y reconocer varios de los distintas evidencias que indican la ocurrencia o no de una reacción química. Familiarizarse con el trabajo de laboratorio, manejo de reactivos químicos, aprender a observar cambios físicos de sólidos y soluciones.

Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica

Reacción de combustión de hidrocarburos

Teoría cuántica y la estructura electrónica de los átomos

Configuración electrónica

Espectros de emisión de atómicos

Introducción

En general la materia puede sufrir cambios físicos o químicos. Los cambios químicos de la materia se suceden mediante las *reacciones químicas*, y estas se representan mediante las *ecuaciones químicas*. Las reacciones químicas suceden a cada segundo y en todo el universo; ocurren 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 se dé 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 para que a través de la combustión se genere 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 o elementos que se combinan 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 ejemplo, algunos de los componentes del té son transformados químicamente al

disminuir del pH del medio por el añadido el ácido cítrico del limón. En el caso del clavo el oxígeno en el aire actúa sobre el hierro produciendo la oxidación del metal y su paso a óxido férrico, ese sólido marrón rojizo que con tanta frecuencia observamos en las superficie 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 cristales diminutos, pero químicamente sigue siendo NaCl. El carbón del grafito no sufre reacciones químicas al pasar desde la mina de explotación, donde se presenta como una roca, hasta la punta del lápiz, donde está en forma de bloque compacto, ni al pasar de esta a la superficie del papel, donde es una capa de materia pulverizada muy finamente. En ambos casos son procesos físicos que para nada modifican químicamente el material.

¿Cómo se puede distinguir una reacción química de una simple transformación física? Existen varios de indicios que permiten a un observador detectar a simple vista que inequívocamente ha ocurrido o está ocurriendo una reacción química. En otros casos, sin embargo, pueden resultar un poco más complicado de detectar a simple vista, existen muchas reacciones que no es posible detectar sin la ayuda de elementos auxiliares, como otros reactivos o instrumentos analíticos que ponen en evidencia dicha reacción. El objetivo de esta práctica es obtener una formación fundamental para la identificación de varios de los indicios de una verdadera reacción química, así como para la detección de aquellos indicios que corresponden a simples transformaciones físicas.

Reacciones y Ecuaciones

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 todas las reacciones químicas ocurren cambios en los enlaces de los reactantes; se rompen algunos enlaces y se forman otros, dando así lugar a los productos; todas las reacciones químicas involucran la ruptura y/o formación de al menos un enlace entre dos átomos.

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 en el nivel microscópico, para hacer posible su estudio por parte de los experimentadores en el nivel macroscópico.

No siempre hubo ecuaciones químicas. Antes de la formalización de la teoría atómica en las primeras décadas del siglo XX, científicos como Lavoisier, Boyle o Dalton, llevaban a cabo múltiples experimentos químicos gracias a los cuales lograron concluir varios principios fundamentales de la Química, a pesar de no poseer una forma de calcular las cantidades exactas de átomos y moléculas involucradas en las reacciones (de hecho la idea de átomo o molécula aún no existía como la conocemos en la actualidad, fueron aquellos científicos los encargados de desarrollarla).

En la química moderna, sin embargo, 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.

Indicios de reacciones

Existen varios fenómenos perceptibles a simple vista que permiten evidenciar la ocurrencia de una reacción química, de ellos, los más comunes son:

Cambio de color

Cambio de temperatura

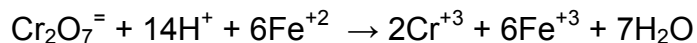
Desprendimiento de gases

Formación de sólidos (precipitados)

Estos fenómenos suelen presentarse cuando ocurre una reacción química (en oportunidades puede presentarse más de uno a la vez). Sin embargo, la observación de uno de estos fenómenos no implica directamente que haya ocurrido una reacción. Es necesario, entonces, que el analista conozca la identidad y reactividad de las sustancias que usa, en aras de poder discernir si lo que observa es o no producto de una reacción.

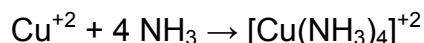
Un cambio de color puede observarse en distintos tipos de reacción:

- a) Reacción oxido reducción (re-dox) entre el dicromato y el hierro II:



Las soluciones de dicromato en medio ácido son de color naranja intenso que al mezclarlo con soluciones de hierro ferroso cambian de color a un verde intenso característico de las soluciones de cromo (III). Esto evidencia una reacción de oxidación del hierro y la subsecuente reacción de reducción del dicromato.

- b) Formación de complejos entre el Cu^{+2} y el amoníaco:



Las soluciones en agua de ión cobre +2 son de color azul muy tenue mientras que las soluciones del complejo cobre-amoniaco son de color azul intenso. Es decir la aparición del color azul intenso al añadir el amoníaco a la solución de cobre II en agua es evidencia de la formación del complejo tetraminico de cobre II.

Es decir que un cambio particular (en este caso cambio de color) no está asociado a un solo tipo reacción, por ello es que es necesario conocer claramente las propiedades de los reactantes y el medio en el que se encuentran para poder deducir que una reacción ocurre y poder atribuir el cambio observado a la reacción y poder explicarlo.

Parte Experimental

Debes investigar previamente todas las ecuaciones que permiten explicar lo que ocurrirá en cada una de las experiencias de esta práctica así como el tipo de reacción que ocurre en cada caso. En cualquier caso, cita la fuente de la cual obtuviste la información.

La mayoría de siguientes experimentos son de naturaleza cualitativa, por lo que no es necesario una medición exacta de los volúmenes y masa de los reactivos a emplear. Debes 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.

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 de los productos de reacción.

Experiencia 1. Cambio De Color por Efecto De una Reacción óxido reducción (red-ox)

Vierte en un tubo de ensayo 5 mL de disolución acuosa de oxalato de sodio ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 0,01 mol/L. Añade 2 gotas de solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 3 mol/L.

En un segundo tubo (tubo "B") añade 5mL de agua destilada e igualmente añade 2 gotas de H_2SO_4 3 mol/L.

Añade a cada uno de los tubos unas 3 gotas de disolución de permanganato de potasio (KMnO_4) 0,01 mol/L . Observa y compara lo ocurrido en ambos tubos. ¿Qué reacción ocurre? ¿Para que sirve la prueba realizada en ausencia del oxalato de sodio? ¿Cuál es el objetivo de la adición de H_2SO_4 ¿Esperarías que ocurriera si no agregas este acido?

Experiencia 2. Cambio De Color En Una Disolución Por Formación De Complejos Metálicos

Detección de hierro con ión tiocianato Toma tres tubos de ensayo rotulados 1, 2 y 3. Añade a cada uno de ellos aproximadamente 5 mL de agua destilada y 2 gotas de HCl 3 mol/L. En el tubo 2 añade dos gotas de nitrato férrico ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) 1 mol/L. Mezcla bien y observa si ocurre algún cambio. Toma una gota de la solución resultante en el tubo 2 y añádela al tubo 3 Mezcla y observa si ocurre algún cambio. Añade a cada uno de los tubos aproximadamente 1 mL de disolución de tiocianato de potasio (KSCN) 1 mol/L. Mezcla bien y observa lo que ocurre en cada tubo.

Conserva el tubo 2, lo usarás en la Experiencia 3.

Detección de hierro en agua corriente Llena un cuarto tubo aproximadamente hasta la mitad con agua de corriente (no destilada). Añade gotas de HCl 3 mol/L unas gotas de KSCN y observa si se genera la coloración observada en las soluciones de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Para una mejor observación coloca el tubo en un fondo de color blanco y compara su coloración con respecto al tubo 1 del experimento anterior. No descartes esta solución, mantenla para observación referida al siguiente experimento.

Experiencia 3. Cambio De Color En Una Disolución Por Efecto De La Dilución

Vierte aproximadamente 2 mL de la solución del tubo 2 de la Experiencia 2 en un tubo de ensayo limpio y complete con 8 mL agua destilada, agita para homogeneizar. Toma 2 mL de la solución resultante y transfiere a otro tubo y añade 8 mL de agua destilada, agita para homogeneizar. Repite esto dos veces mas. Ahora dispondrás de 5 tubos con solución hierro (III) y KSCN a distintas diluciones. Ordénalas de la más concentrada a la más diluida (siendo la más concentrada la solución inicial tubo 2 experiencia 2). Observa detenidamente. Compara la solución resultante de la experiencia de detección de Fe(III) en agua corriente, puedes concluir algo en referencia a la concentración de Fe (III) en agua corriente? Explica bien tus observaciones. Se debe el cambio en el color de las distintas soluciones preparadas por dilución de la solución 2 a una reacción química?

Experiencia 4. Precipitados Finamente Divididos

Vierte en un tubo de ensayo ("L") 2 mL de agua destilada y 2 mL de solución 0,5 mol/L de sulfato de amonio ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$), mezcla bien. Vierte 2 mL de esta disolución en otro tubo y diluye añadiendo 2 mL de agua destilada, agita para homogeneizar. Añade a cada uno de los dos tubos 2 gotas de HCl 3 mol/L y 1 mL de disolución de BaCl_2 0,5 mol/L. Agita y deja reposar. Observa lo ocurrido y describe en tu cuaderno todas tus observaciones

Experiencia 5. Precipitados Granulares:

Toma 4 tubos de ensayo (1,2,3,4) y vierte en cada uno de ellos 10 mL de agua destilada y 2 gotas de disolución 3 mol/L de HNO_3 . En el tubo 1 añade 5 gotas de HCl 3 mol/L, agita para homogeneizar. Extrae una gota de la solución resultante del tubo 1 y añádela en el tubo 2 agita, posteriormente añade una gota de la solución resultante en el tubo 3, agita para homogeneizar. Ahora disponemos de cuatro soluciones que poseen diferentes concentraciones de HCl : la más concentrada en el tubo 1 la más diluida en el tubo 3. El tubo 4 posee una concentración de HCl igual a cero, lo que se tomará como blanco. Vierte en cada uno de los 4 tubos unas dos gotas de disolución 2 mol/L de AgNO_3 . Observa cuidadosamente lo que ocurre y anótalo en tu cuaderno.

Si observas una turbidez en lugar de un sólido nítido, estás en presencia de un precipitado coloidal. Usando el mismo procedimiento determina la presencia de cloruros en el agua corriente. Para realizar esta experiencia suplanta el agua destilada por agua de corriente y añade todos los reactivos menos el HCl .

Experiencia 6. Precipitados Floculentos

En un vaso de precipitado (beaker) de 50 mL añade 20 mL de agua destilada y 5 gotas de disolución 1 mol/L de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Añade 5 mL de disolución acuosa de amoníaco 6 mol/L, mezcla bien y calienta cuidadosamente, teniendo cuidado de evitar la ebullición. Los vapores de amoníaco son molestos y pueden ser tóxicos en altas concentraciones, evita respirarlos. Deja enfriar, observa el precipitado formado y describe; dibuja o toma una fotografía de ser posible

Experiencia 7. Precipitados Gelatinosos

Añade en un tubo de ensayo 2 mL de disolución 0,5 mol/L de FeCl_3 y 2 mL de disolución 3 mol/L de amoníaco en agua. Agita el tubo hasta mezclar bien. Deja reposar, observa el precipitado formado, descríbelo y explica (como en todos los casos, usando ecuaciones).

Experiencia 8. Reacciones En Las que se generan gases

Vierte 1 mL de disolución de Na_2CO_3 1 mol/L en un tubo de ensayo. Inclina el tubo y agrega gota a gota una disolución de HCl 6 mol/L, dejando resbalar las gotas de ácido por la pared del tubo de manera que puedas observar lo que ocurre al mezclarse las dos disoluciones. Cuenta las gotas que vas añadiendo, observando cuántas son necesarias para concluir visiblemente la reacción.

Experiencia 9. Reacciones en las que se genera o se absorbe calor

Reacción de neutralización: En un tubo de ensayo vierte 2 mL de NaOH 6 mol/L. Introduce un termómetro en el tubo de ensayo. Anota la temperatura, y deja el

termómetro dentro del tubo, con el bulbo sumergido en el líquido. Añade gota a gota disolución 6 mol/L de HCl, agitando después de cada adición y observando el cambio de temperatura. Toca cuidadosamente la parte externa del fondo del tubo para detectar el cambio con tus dedos. ¿Es esta una reacción endotérmica o exotérmica? ¿A que se debe el cambio de temperatura?

Repite la experiencia usando disoluciones menos concentradas de ambos reactivos, observando y comparando con la experiencia anterior. ¿A qué se deben las diferencias entre las reacciones a distintas concentraciones?

Disolución de una sal: Vierta en un tubo de ensayo unos 5 mL de agua destilada, introduce el termómetro, determina la temperatura de la solución. Procede a añadir aproximadamente 0,5 g de cristales de KCl sólido, agita registra la variación de la temperatura a medida que el sólido se disuelve. ¿Es ésta una reacción endotérmica o exotérmica? ¿A que se debe el cambio de temperatura?

Bibliografía

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

PRÁCTICA 4. SOLUCIONES Y SOLUBILIDAD

Objetivos

- Ilustrar de forma experimental los conceptos asociados a soluciones, solubilidad, interacciones soluto solvente, precipitación.
- Estudiar la solubilidad de varios compuestos en agua y otros disolventes.
- Determinar cómo afecta la temperatura a la solubilidad de algunos compuestos en agua.
- Aplicación práctica del término solubilidad. Preparación de soluciones sobresaturadas, saturadas y no saturadas.
- Precipitación de sales poco solubles.

Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica

Para la realización del seminario y la práctica debes conocer y dominar con los siguientes conceptos, los cuales forman parte de los contenidos de Principios de Química I y II:

Disolución, Solución	Dilución
Solvatación	Disociación de sal en agua
Soluto	Disolvente
Polaridad	Solubilidad
Saturación	Sobresaturación
Disoluciones no-saturadas	Disoluciones saturadas
Disoluciones sobre-saturadas	Puentes de Hidrogeno

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 tienen un soluto en disolverse en un determinado solvente a una temperatura dada.

Soluciones y solubilidad

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”

¿Porqué 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 otras cargas eléctricas, interactúan de acuerdo a la ley de Coulomb:

$$F = \frac{kq_1q_2}{Dr^2}$$

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.

En la tabla a continuación:

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
Cloroformo	4,8
Éter dietílico	4,3
Benceno	2,3
Tetracloruro de carbono	2,2
Hexano	1,9

Se observa que el agua posee una de las constantes dieléctrica mas elevada, por el contrario, la de solventes no polares como los hidrocarburos ésta 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 representando en la figura 1. Las nubes de color rojo corresponde a la zona en donde se encuentra los átomos de hidrógeno y poseen una densidad de carga positiva producto de la fuerte atracción de los electrones por parte del átomo de oxígeno (mas electronegativo que el H) generándose una densidad de carga negativa en su cercanía (nube indicada con color azul). 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.

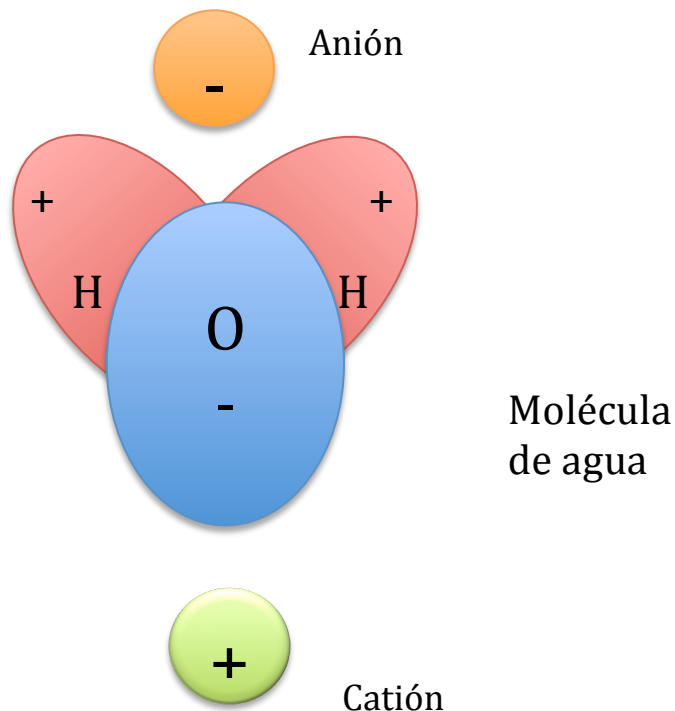


Figura 1: representación de la orientación de aniones y cationes en solución acuosa

Estrictamente hablando cada ion queda rodeado por capas concéntricas de moléculas de solvente, es decir la barrera de moléculas de agua es mayor que lo explicado gráficamente. A este fenómeno se le denomina solvatación, en el caso específico del agua se denomina hidratación. Esta situación atenúa las fuerzas

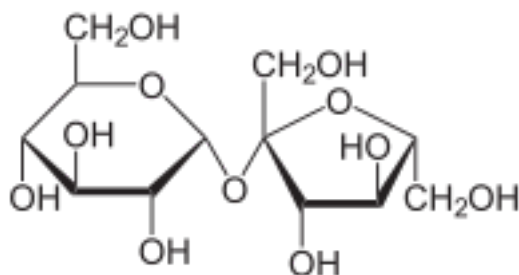
coulómbicas entre los iones, disminuyendo sustancialmente la posibilidad de unión de los mismos para formar la sal de ahí que los solventes polares tengan constantes dieléctricas tan elevadas.

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) 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 (ver estructura en la figura a continuación) le confiere una capacidad de formar puentes de hidrógeno con las moléculas de agua que permiten “vencer la barrera” de las fuerzas intra-moleculares (fuerza de atracción entre moléculas de sacarosa) que mantienen a la sacarosa en estado sólido.



Estructura de la Sacarosa (C₁₂H₂₂O₁₁)

Entonces la solubilidad de estos compuestos con características distintas: NaCl (compuesto iónico inorgánico) y la C₁₂H₂₂O₁₁ (compuesto orgánico polar) en el mismo solvente (agua), sabemos que es por razones diferentes. Pero en esencia se corresponde a la capacidad de la molécula 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 en mantienen separadas las moléculas de la sacarosa.

Sin embargo, no podemos disolver un kilo de sal en un vaso de agua: hay una

cantidad de soluto que se puede disolver, pero pasada esta cantidad el soluto ya no se disuelve y se va al fondo del vaso, por muy fuerte o prolongado agitemos. La experiencia también nos dice que el azúcar o sal se disuelven mejor si calentamos 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

Solubilidad y concentración

Definición de Solubilidad 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.

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

Se considera que una disolución está saturada cuando no admite más soluto, por lo cual el sobrante se deposita en el fondo del recipiente.

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

Soluto	Solubilidad (gramos soluto/100 gramos de agua)	
	Temperatura 20°C	Temperatura 50°C
NaCl	36	37
KCl	34	42,9
NaNO ₃	88	1143
KClO ₃	7,4	19,3
AgNO ₃	222	455
C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	203	260,4

Es claro, que para estos solutos, la solubilidad aumenta con la temperatura. Sin embargo observamos 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. En la tabla a continuación se presenta los valores de la solubilidad del cloruro de sodio y del dicromato de potasio a diferentes temperaturas comprendidas entre 0 a 90

grados. Un grafico de la solubilidad en función de la temperatura para ambos solutos ayudará a ilustrar lo anteriormente descrito.

Solubilidad expresada en gramos de sal/100 gramos de agua										
Temperatura										
	0 C	10 C	20 C	30 C	40 C	50 C	60 C	70 C	80 C	90 C
NaCl	35,65	35,72	35,89	36,37	36,89	37,04	37,46	37,93	38,47	38,99
K ₂ Cr ₂ O ₇	4,7	7,0	12,3	18,1	26,3	34,04	45,6		73,00	

Cuando o se calienta una disolución saturada, 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 solución (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 del medio, 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 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:

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 gramos 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 esta temperatura (solubilidad). La soluciones sobresaturadas son sistemas inestables pues la cantidad de solvente no es suficiente para mantener las moléculas o iones del solutos 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.

En términos prácticos también se utiliza la clasificación de soluciones concentradas o diluidas, estrictamente hablando esta clasificación no está unida a una definición técnica como lo es la de solución saturada, insaturada y sobresaturada. En general una solución concentrada es aquella en la que hay **bastante cantidad de soluto disuelto**, pero el solvente **todavía puede** seguir admitiendo más soluto. Un ejemplo podría ser el agua de mar: contiene una gran cantidad de sal disuelta, pero todavía sería posible disolver más cantidad de sal. Una solución diluida es aquella en la que hay **muy poca cantidad de soluto disuelto**, el solvente **puede** seguir admitiendo más soluto. Un ejemplo es la cantidad de minerales en el agua mineral: tiene una cantidad muy baja de sales. Como puede observar los términos solución diluida o concentrada no se rigen por parámetros estrictos, son parámetros en algunos casos relacionados con el uso que se le da a la solución o en el campo en el que se trabaja.

Algunos ejemplos:

En estudios de contaminación concentraciones de metales pesados de apenas algunas decimas de partes por millón (mg/Kg) son consideradas concentraciones elevadas si se considera el efecto que poseen sobre los seres vivos. En la industria farmacéutica en el caso de las vitaminas, se considera adecuado niveles de concentración de partes por mil (g/Kg) y valores por debajo de este rango se considera materiales diluidos.

Parte experimental:

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

Trabajo previo: Realizar una gráfica para la solubilidad a diversas temperaturas de dos sales: NaCl y $K_2Cr_2O_7$, empleando los datos tabulados y presentados en la sección de aspectos teóricos. Para realizar esta gráfica en el eje de las abscisas (x) graficar la temperatura en C, y en el eje de las ordenadas (y) graficar la solubilidad. Proceda a analizar la graficas obtenidas y explique el comportamiento observado para cada sal.

Experiencia 1: Solubilidad en varios disolventes.

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 dos 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 cuidadosamente, observe si se disuelve y mida la temperatura.

Repita añadiendo aproximadamente 1 g del compuesto orgánico que le será suministrado en el laboratorio, al tercero de los tubos de ensayo. Repita para el último tubo añadiendo aproximadamente 1 g de azúcar común de cocina (sacarosa, $C_{12}H_{22}O_{11}$).

En cuatro tubos de ensayo limpios y secos o previamente enjuagados con una pequeña porción de etanol (proceso denominado comúnmente como “curado” el cual consiste lavar el recipiente con la solución o solvente que se va a usar de forma de evitar dilución o contaminación de la misma con sustancias que existan dentro del recipiente). Mida la temperatura del líquido. Repita la experiencia empleando los mismos solutos empleados en la experiencia anterior, en los cuatro tubos que contienen etanol, midiendo y notando las temperaturas finales.

Repita una vez más las experiencias, usando esta vez diclorometano (CH_2Cl_2) como disolvente. El diclorometano es muy volátil a temperatura ambiente, por lo que debe realizar la experiencia en el menor tiempo posible.

Experiencia 2: Solubilidad de sal y azúcar en agua

Pese por separado, en vasos de precipitados, 2,5 gramos de sal común (NaCl) y 2,5 gramos de azúcar (sacarosa, $C_{12}H_{22}O_{11}$). Añada a cada uno 5 mL de agua destilada y agite hasta disolver todo el sólido. Observe. Para su discusión y conclusiones tome en consideración que el NaCl es un compuesto iónico y la sacarosa un compuesto molecular eléctricamente neutro (sin carga). ¿Cómo puede explicarse este resultado? ¿Qué tipo de interacciones ocurren entre el agua y cada una de estas especies?

Experiencia 3: Precipitación de sales poco solubles: Ioduro de Plomo

Vierta 1 mL de nitrato de plomo 0,1 mol/L en un tubo de ensayo. Añada 1 mL de yoduro de potasio 0,1 mol/L. Anote sus observaciones, describa las características del precipitado. Sobre la base del producto de solubilidad del ioduro de plomo, los volúmenes y las concentraciones de los reactivos empleados, calcule: la masa de precipitado formado y la concentraciones de los iones en solución.

Experiencia 4: Preparación de disoluciones no saturada, saturada y sobresaturada

Esta experiencia debe ser realizada de forma cuantitativa, midiendo cuidadosamente las cantidades indicadas.

Preparación de la solución no saturada: En un vaso de precipitado de 50 mL pese 4 g de sulfato cúprico pentahidratado. Añada 8 mL de agua, agite bien trate de disolver la mayor cantidad de sal posible a la temperatura ambiente, luego permita sedimentar el sólido no disuelto. Mida 1 mL del líquido sobrenadante en un cilindro graduado, vierta en un tubo de ensayo limpio. Añada 2 mL de agua destilada. Conserve el tubo de ensayo, será usado en la Experiencia 5.

Preparación de la solución saturada: Caliente lentamente sin llevar a ebullición el vaso de precipitado con la mezcla original remanente, agitando hasta observar

que todo el sólido se ha disuelto. Una vez disueltos los cristales, permita enfriar a temperatura ambiente. Observará como al descender la temperatura vuelven a aparecer cristales en el recipiente. Usando de nuevo 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 5.

Podría usted indicar cuál de estas soluciones está saturada en sulfato cúprico? es decir cual tiene disuelta la máxima cantidad de sal a la temperatura ambiente (solución saturada) y cuál posee una concentración menor a esa máxima cantidad (solución no saturada), explique.

Preparación de la disolución sobresaturada: Caliente de nuevo lentamente y sin llevar a ebullición el vaso de precipitado, 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. ¿Como es posible que puedan existir disoluciones sobre-saturadas?

Una vez se ha enfriado por completo el líquido, usando el termómetro agite muy cuidadosamente las hasta producir la precipitación de los cristales en exceso. Observe si ocurre algún cambio de temperatura en el proceso de cristalización. En caso de no inducir la precipitación con el termómetro, raspe las paredes del beaker usando una varilla de vidrio. ¿A que se debe el cambio de temperatura?

Experiencia 5: Deshidratación de una disolución de sulfato cúprico

Tome el tubo de ensayo que contiene la disolución saturada. Inclínelo ligeramente y observando atentamente añada con cuidado 2 mL de etanol, de tal manera que el líquido no caiga directamente sino que deslice por la pared del tubo. Permita reposar y observe las fases, sus posiciones y sus colores. Explique este fenómeno ¿ A que corresponde cada una de las fases? Repita para la disolución no saturada y compare los resultados.

Experiencia 6: Solución Sobresaturada

Pese dos porciones de 0,5 g de tiosulfato de sodio. Añada cada porción tubos de ensayo limpios y secos (para secar los tubos de ensayos sólo añada unos 2 mL de etanol, enjuague bien descarte, repita, deje secar a temperatura ambiente). 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, haga uso de una pipeta pasteur). Usando la pinza para tubos de ensayo caliente con sumo cuidado las dos disoluciones (Cerciórese de que su pinza funciona apropiadamente antes de usarla para calentar), agitando constantemente hasta que se disuelva la sal. Retire del fuego 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

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

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

PRÁCTICA 5: SEPARACIÓN DE MEZCLAS

Objetivos

Aprender varias técnicas de uso común en el laboratorio para separar mezclas. Filtración simple, Filtración por pliegues y filtración por succión. Ilustrar con experimentos el uso de cada una de ellas y conocer sus limitaciones y alcances.

Realizar la separación de colorantes empleando cromatografía de papel con dos solventes de diferente polaridad. Conocer algunas de las características de esta técnica de separación.

Hacer uso de los conceptos de solubilidad aprendidos en la práctica anterior.

Diseñar un esquema para la separación de los componentes de una mezcla, tomando en cuenta la solubilidad de cada componente en distintos solvente y poder establecer el métodos de filtración a utilizar de acuerdo a las características de cada sólido y las condiciones de separación (solvente, temperatura).

Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica

Fundamentos y el procedimiento de para Filtración simple, Filtración por pliegues, Filtración por succión Cromatografía en papel.

Establecer los alcances y limitaciones de cada una de ellas y establecer las condiciones en las cuales se deben aplicar.

Carbón activado, uso en la purificación de compuestos orgánicos, condiciones de su uso.

Fenómeno de Adsorción

Solubilidad en los disolventes más comunes de todos los compuestos a ser usados en esta práctica.

Introducción

En muchos procesos químicos a nivel industrial o a nivel de laboratorio la preparación, síntesis, cuantificación e identificación de muchos compuestos o elementos se hace a través de reacciones que generan mezclas, es por ello que se hace necesario la separación del producto ya sea para su cuantificación, identificación o purificación. Ejemplos típicos: a) La cuantificación de sulfato en muestras de aguas, la cual se lleva a cabo mediante la precipitación cuantitativa del ión con Ba^{+2} para formar una sal insoluble como lo es el sulfato de bario ($BaSO_4$) que precipita y que posteriormente se separa, haciendo pasar la mezcla a través de un medio poroso que deja pasar el líquido y retiene el sólido. El sólido es secado y pesado para determinar la masa de sulfato presente en la muestra. b) La síntesis de del bromuro de n-butilo a partir del n-butanol

mediante el proceso de bromación (incorporación átomos de bromo a una molécula), añadiéndole al n-butanol ácido sulfúrico y bromuro de sodio y calentando a 75°C. En este caso tanto los reactantes como los productos son líquidos y luego de efectuada la reacción, el producto (bromuro de terbutilo) debe ser separado de la mezcla de reacción que contiene los productos de la reacción, los remanente de los reactantes que no reaccionaron. La separación se realiza por destilación y extracción.

Una mezcla puede separarse para obtener uno o todos sus componentes en un grado de pureza que vendrá determinado por la eficiencia del método de separación que se utilice. Algunas mezclas se pueden separar en sus componentes mediante procesos físicos (mecánicos o térmicos), como ser destilación, disolución, separación magnética, flotación, filtración, decantación o centrifugación.

Definición de Mezcla

Podemos definir una mezcla como un sistema material formado por dos o más componentes no combinados químicamente. Son ejemplos de mezclas: las rocas, las aleaciones, las soluciones, las suspensiones, la atmósfera, etc.

En una mezcla no ocurre reacción química entre sus componentes, éstos mantienen propiedades químicas individuales, es decir su identidad. Los componentes de una mezcla pueden ser sólidos, líquidos o gaseosos.

Existen mezclas que pueden ser reactivas en determinadas condiciones, como por ejemplo la mezcla combustible aire que reacciona al introducir una pequeña chispa, generándose una combustión que conlleva la transformación química de los componentes de la mezcla.

En términos generales entonces podemos definir una mezcla: como la combinación física de dos o mas elementos o sustancias que mantienen su identidad y que se mezclan mediante procedimientos físicos, sin que existan reacciones químicas involucradas.

Clasificación de Mezclas:

Podemos clasificar las mezclas en: homogéneas y heterogéneas. Las Mezclas homogéneas son aquellas en las cuales sus componentes no pueden ser distinguibles fácilmente, son ejemplos típicos de mezclas homogéneas: La leche, la gelatina, los quesos, estas son mezclas conformadas por partículas muy pequeñas (entre 10^{-5} y 10^{-7} cm) dispersadas en un disolvente. En el caso de la leche el solvente es el agua y las partículas están conformada por proteínas, lípidos entre otros. Las soluciones son otro ejemplo de mezclas homogéneas, el soluto se disuelve en el solvente, el soluto se encuentra distribuido en forma de partículas en tamaño de partícula menor de 10^{-8} cm (en forma de iones y moléculas). Ejemplo típicos: agua de mar, te, refrescos, una solución de azúcar en agua, de sal en agua, etc.

Las Mezclas heterogéneas son aquellas en las cuales pueden reconocerse sus diversos componentes a simple debido a la diferencia de sus propiedades. Aquí se pueden distinguir dos tipos de mezclas heterogéneas: las llamadas mezclas groseras y suspensiones, que son aquellas que tienen componentes diferenciables a simple vista o por medio ópticos sencillos (una lupa por ejemplo) por su gran tamaño y diferencias notables de aspectos físico. Por ejemplo: a) el granito que a simple vista se distinguen minerales como la mica, cuarzo y feldespato, b) la arena de la playa o un río, en donde se distinguen granos de distintos minerales que poseen colores y aspectos distintos. Otro tipo de mezclas groseras son las suspensiones que son aquellas en donde se distinguen tienen partículas finas suspendidas en agua u otro líquido o gas por un tiempo y luego se sedimentan; por ejemplo: arena y agua, el humo de una chimenea, etc.

Técnicas de Separación de Mezclas Por Medios Físicos

Destilación: consiste en la separación de dos o más líquidos con diferentes puntos de ebullición por medio del calentamiento controlado de la masa de líquido y de su posterior condensación de cada uno de los componentes. El proceso de la destilación consta de dos fases: la primera en la cual el líquido pasa a vapor, y la segunda en la cual el vapor se condensa y pasa nuevamente a líquido, la separación se logra por diferencias en la temperatura de ebullición de cada componente de la mezcla.

Evaporación: consiste en la separación de uno componentes de una mezcla de un sólido o sólidos disueltos o suspendidos en un líquido. La evaporación del solvente se realiza calentando la mezcla en un recipiente y evaporando el líquido quedando el sólido en el recipiente. La pérdida del medio líquido va generando un incremento de la concentración del soluto y la separación del sólido se da incluso antes de la pérdida total del solvente o medio líquido.

Extracción líquido líquido: Consiste en extraer un soluto disuelto en un solvente líquido poniéndolo en contacto con otro líquido inmiscible en el primero pero que disuelva mejor al soluto de forma que lo extraiga. De esta manera el soluto cambia de solvente, este proceso es selectivo y permite aislar y purificar a la sustancia de interés.

Precipitación: consiste en generar las condiciones apropiadas en el medio para producir la precipitación de un componente disuelto en una solución, ya sea por que se añade un compuesto para formar una sal poco soluble con uno de los componentes de la mezcla o generando condiciones para que una sal disuelta precipite. Por ejemplos: a) el ión cloruro presente en una muestra de agua de mar puede ser precipitado si añadimos una solución nitrato de plata, el ión plata (Ag^+) reacciona con el ión cloruro (Cl^-) para formar el cloruro de plata (AgCl) que tiene una solubilidad muy baja en agua y por lo tanto precipita (se separa como sólido de la solución). b) Una solución de Sulfato de Cobre (CuSO_4) en agua si le añadimos alcohol isopropílico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$), estese disuelve en el agua generando un cambio de polaridad del medio que disminuye la solubilidad de la sal de cobre que genera la precipitación de la sal. En ambos casos el sólido puede separarse de la mezcla original.

Cromatografía: Es la técnica que se utiliza para separar los componentes de una mezcla según las diferentes velocidades con que se mueven al ser arrastradas por un disolvente a través de un medio poroso que sirve de soporte a la mezcla, y sobre la base de las cantidades relativas de cada soluto, distribuidos entre un fluido que se mueve, llamado la fase móvil y una fase estacionaria adyacente. A fase móvil puede ser un líquido, un gas, mientras que la fase estacionaria puede ser un líquido o un sólido según las diferentes velocidades con que se mueven al ser arrastradas por un disolvente a través de un medio poroso que sirve de soporte a la mezcla.

Técnicas de Separación Por Procedimientos Mecánicos

Filtración: consiste en separar los componentes de una mezcla de sólidos y líquidos, utilizando una membrana permeable llamada medio filtrante, a través de la cual se hace pasar la mezcla; la fase líquida pasa a través de la membrana y la fase sólida queda retenida en ella. La membrana puede ser en muchos casos una lámina de papel poroso de características específicas. Un ejemplo típico y cotidiano de la filtración es la preparación del café.

Tamizado: consiste en separar una mezcla de materiales sólidos de tamaños diferentes, por ejemplo granos de cereales y arena empleando un colador (tamiz) de tamaño tal que las partículas de arena pasan a través del tamiz y los granos de cereal quedan retenidos.

Imantación: consiste en separar con un imán los componentes de una mezcla de un material magnético y otro que no lo es. La separación se hace pasando el imán a través de la mezcla para que el material magnético se adhiera a él: por ejemplo: separar las partículas de hierro que se hallen mezcladas con otros materiales en polvo o líquido.

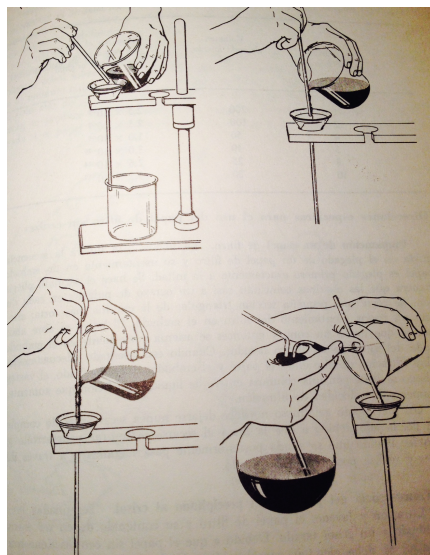
Centrifugación: consiste en la separación de materiales de diferentes densidades que componen una mezcla. Para esto se coloca la mezcla dentro de un aparato llamado centrifuga, la cual tienen un movimiento de rotación constante y rápido, lo cual hace que las partículas de mayor densidad vayan al fondo y las más livianas queden en la parte superior.

Decantación: se utiliza para separar dos líquidos con diferentes densidades o una mezcla constituida por un sólido insoluble en un líquido. Si tenemos una mezcla de sólido y un líquido que no disuelve dicho sólido, se deja reposar la mezcla y el sólido va al fondo del recipiente. Si se trata de dos líquidos se coloca la mezcla en un embudo de decantación, se deja reposar y el líquido más denso queda en la parte inferior del embudo. Ejemplos típicos en nuestra vida cotidiana son: la separación del aceite en una vinagreta, la separación de los granos de arena o suelo en una muestra turbia de agua de mar o río.

Filtración simple

La filtración simple se basa en la separación de las partículas sólidas de una suspensión del líquido, empleando para ello un papel de filtro de tamaño de poros reducido, 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

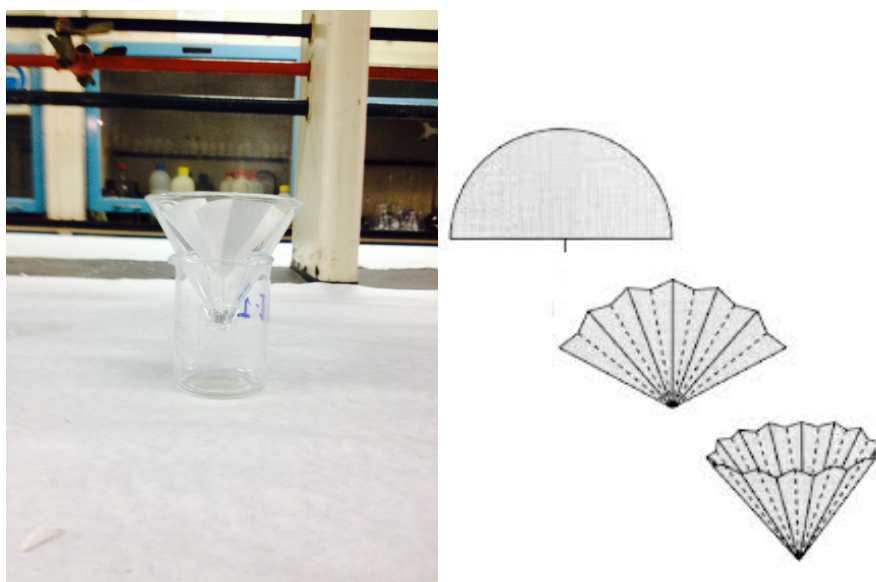
vidrio con tallo al cual se le coloca el papel, especialmente doblado. En las figuras a continuación se presentan imágenes del montaje de filtración sencilla y la forma de transferir la suspensión a filtrar. La suspensión se añade lentamente al embudo y por gravedad el líquido va fluyendo a través del papel y recolectándose en un recipiente colocado para recibirlo. Es un proceso lento, pero muy eficiente para recuperar la mayor cantidad de sólido y obtener una solución cristalina.



Filtración simple

Filtración por Pliegues

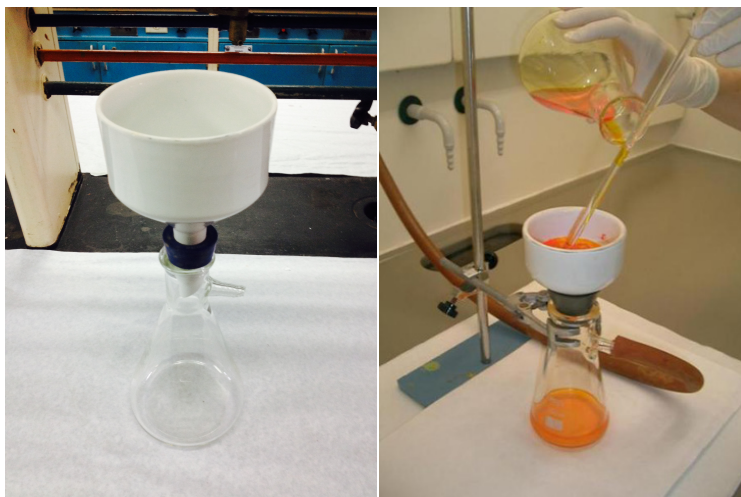
En algunas ocasiones se requiere una mayor velocidad de filtración. En algunos casos nos interesa mantener en solución algún compuesto elevando la temperatura de solución a filtrar y eliminar así algunas sustancias no solubles en esas condiciones. En este caso el tiempo es primordial, ya que al enfriarse la suspensión a filtrar puede precipitar parcialmente el compuesto que nos interesa mantener en solución. En estos casos se usa la filtración por pliegues, que 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 simple. Se usa un embudo sin tallo para acelerar aún más el proceso de recolección del líquido y disminuir los riesgos de enfriamiento de la solución. En la figuras a continuación se presentan imágenes correspondiente a la filtración por pliegues.



Montaje de beaker y embudo sin tallo para filtración por pliegues y esquema de doblaje de papel de filtro-

Filtración por Succión

En los casos que las dimensiones del material sólido a filtrar así lo permita se puede aplicar un fuerza de succión (vacío) al filtro, de forma de acelerar el paso del líquido a través del filtro. Para hacer esto se quiere que el sólido posea un tamaño lo suficiente mente grande que nos asegure que no va a traspasar los poros del papel o medio filtrante. Para ello se utiliza un embudo de porcelana llamado Buchner y un fiola o matrás kitasatos, como los mostrados en la figura a continuación. Para generar la succión se utilizan bombas de vacío mecánicas o de agua.



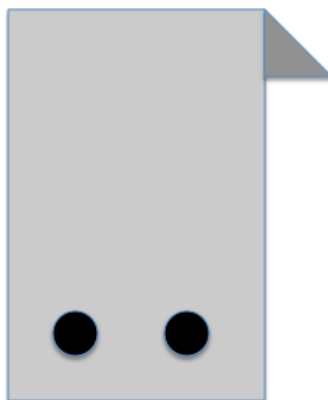
Kitasatos y Buchner

Filtración al vacío

Parte experimental:

Experiencia 1: Cromatografía en papel

Corta dos tiras de papel de filtro , cada una con dimensiones de 4cmx10cm. Usando dos marcadores distintos, aplica dos puntos muy pequeños de tinta hacia uno de los extremos, con separaciones de 1 cm entre sí y con respecto a los bordes, aproximadamente como se muestra en la figura a continuación.



Debes evitar que las manchas sean muy gruesas. Créalas muy rápidamente dejando caer el marcador y retirándolo de inmediato. Dobla unos 5 mm del borde superior de las tiras de papel.

En un vaso de precipitado de 250 mL, vierte agua destilada hasta que el líquido tenga aproximadamente 5 mm de profundidad. Ubica un clip estirado en la parte superior del vaso de precipitado, de manera que repose diametralmente sobre el borde del vaso. Usando el clip para sostener la tira de papel, introduce una de

las dos tiras en el vaso de precipitado de manera tal que el líquido esté en contacto directo con el papel pero no con las manchas de marcador. ¿ Por que es necesario evitar que la tinta entre en contacto directo con el disolvente del fondo?

Mientras corre esta cromatografía, monta en un segundo recipiente una cromatografía con la segunda tira de papel, pero esta vez usando como eluyente etanol en lugar de agua. ¿ A que se debe las diferencias entre las corridas con cada eluyente?

Experiencia 2: Filtración simple

Vierta 5 mL de nitrato de plomo 0,1 mol/L en un vaso de precipitado de 250 mL. Añada 5 mL de yoduro de potasio 0,1 mol/L. Anote sus observaciones, describa las características del precipitado. Añada 60 mL de agua destilada y caliente hasta la total disolución del precipitado (es posible que necesite añadir un poco más de agua destilada). Deje reposar y permita enfriar hasta temperatura ambiente.

Mientras se enfría la mezcla, prepara un sistema para filtración simple, recordando rasgar la esquina del papel como habrás aprendido en la preparación del seminario.

Usando una balanza de apreciación 0,01 g, pesa sobre un vidrio de reloj el papel de filtro de poro fino con el cual harás la filtración (házlo después de haber rasgado la esquina del papel). Anota la masa en tu cuaderno.

Cuando se haya enfriado la mezcla en el recipiente de reacción, procede a realizar la filtración simple del precipitado, de acuerdo al procedimiento consultado en la bibliografía y discutido en el seminario.

Usando de 2 a 3 mL de agua fría cada vez, lava tres veces el vaso de precipitado, vertiendo las aguas del lavado en el mismo embudo de la filtración. Estos tres lavados tienen dos propósitos: el primero de ellos es arrastrar todo el precipitado formado; el segundo es eliminar los iones que no reaccionaron, en particular los cloruros, para que no afecten la masa final

Cuando hayas terminado de filtrar las aguas del lavado, retira cuidadosamente el papel de filtro(sin romperlo) ayudándote de una espátula para despegar del embudo y ubícalo nuevamente sobre el vidrio de reloj sobre el cual lo pesaste originalmente. Introduce el vidrio de reloj (con el papel que contiene el precipitado) en la estufa, y permite secar, teniendo cuidado de no permitir la calcinación del papel. Retira de la estufa y permite enfriar en un desecador siguiendo las instrucciones del profesor/preparador. Cuando se haya enfriado, pesa nuevamente el vidrio de reloj con el papel de filtro y obtén la masa del precipitado por diferencia. Con este resultado, y haciendo uso de la ecuación balanceada, calcula el rendimiento de la reacción.

Experiencia 3: Filtración por pliegues

En un vaso de precipitados de 250mL, pesa aproximadamente 1g de ácido benzoico impuro, observa bien el aspecto físico incluyendo color del sólido.

Añade 50 mL de agua y calienta suavemente hasta disolución total de los cristales, agitando constantemente. Añade cuidadosamente 1g de carbón activado y calienta a ebullición. Filtra en caliente usando la técnica de filtración por pliegues. Asegúrate de no permitir que se enfríe la disolución; filtrala inmediatamente luego de retirar el vaso de precipitado del mechero, y caliéntala de nuevo si se enfría. Responde a las siguientes preguntas: ¿Qué resultado esperarías si en lugar de filtración por pliegues empleases filtración simple? ¿Para que se usa carbón activado? Si observas una súbita ebullición al añadir el carbón activado, explica a qué se debe. ¿Cómo afecta la temperatura a la solubilidad del ácido Benzoico? ¿Qué ocurriría si se permite enfriar la disolución antes de filtrar?

Conserva el líquido filtrado, pues lo usarás en la Experiencia 4.

Experiencia 4: Filtración por succión

Calienta para evaporar el filtrado obtenido en la Experiencia 4 hasta aproximadamente la mitad de su volumen. Permite enfriar. Una vez a temperatura ambiente, usa hielo para enfriar aún más. Filtra por succión los cristales obtenidos. ¿Podrías explicar porqué en este caso se emplea filtración al vacío? ¿Cuáles crees tú que son las limitaciones de esta modalidad de filtración?

Experiencia 5: Separación de una mezcla

Teniendo en cuenta la solubilidad de cada sustancia, separa una mezcla formada por naftaleno, nitrato de níquel(II), y arena. Debes preparar previamente al seminario un esquema de separación para esta mezcla, que tome en cuenta la solubilidad de los tres componentes en agua, etanol, el efecto de la temperatura en su solubilidad y las características físicas de cada componente de la mezcla. Recuerda que nos interesa obtener cada uno de los componentes en la forma más pura posible, empleando los métodos aprendidos en la práctica.

Bibliografía

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

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

PRÁCTICA 6 INDICADORES, MEDIDAS DE pH E HIDRÓLISIS.

Objetivo

Familiarizar al estudiante con la medida del pH en soluciones de ácidos, bases y sales, empleando indicadores líquidos y papel indicador. Aprender a acotar en el menor intervalo posible el pH de distintas soluciones empleando una serie indicadores ácido base.

Objetivos parciales

Preparación una solución de un ácido fuerte a partir del ácido comercial concentrado.

Preparación soluciones a partir de diluciones sucesivas a partir de una solución concentrada.

Uso el papel indicador universal de pH e indicadores ácido base líquidos.

Acotar el pH de una disolución acuosa haciendo uso de múltiples indicadores líquidos.

Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica

Previo a la realización del seminario y la práctica debes conocer y dominar con los siguientes conceptos, los cuales forman parte de los contenidos de Principios de Química I y II:

Ácidos y Bases

Propiedades ácido base del agua

pH, pOH, pK (relaciones y cálculos)

Fuerza de los ácidos y de las bases

ácido fuerte / base fuerte

ácido débil / base débil

ácido conjugado / base conjugada

Propiedades ácido bases de las sales

Hidrólisis

Disolución amortiguadora (tampón o buffer)

Introducción

Quizás los procesos mas importantes en los procesos químicos y biológicos involucran reacciones ácido-base en medio acuosos. Es muy grande el número de ejemplos reales en donde la concentración de ácido del medio, en donde se efectúa ya sea una reacción química o un proceso biológico. Algunos ejemplos:

- ❖ Desde el punto de vista ambiental, el valor de la concentración de ácido o acidez de un cuerpo de agua puede ser empleado para evaluar el grado de contaminación, el tipo de roca o suelo por el fluye una determinada corriente de agua o el tipo de seres vivos que allí se desarrollan.
- ❖ La acidez compromete el desempeño de cierto tipos las enzimas, como por ejemplo las enzimas asociadas al proceso de digestión al nivel estomago "funcionan eficientemente" en un pH aproximado a 2, mientras que las que se encuentran en sangre lo hacen a valores de pH 7 aproximadamente. Variaciones del valor de la acidez o pH en esos medios generan un "mal funcionamiento" de dichas enzimas y pudiéndose desencadenar una serie de patologías.
- ❖ La acidez de un suelo determina el tipo de microorganismos que pueden desarrollarse en el, también tiene un efecto determinante en las plantas que allí pueden desarrollarse eficientemente.

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 determinado compuesto en un determinado medio, el crecimiento de una colonia de sistemas biológico, el efecto de la lluvia ácida en una determinada estructura, etc. Es por ello que la presente práctica aborda dos procedimientos de medición y acotación del valor de la acidez o pH de diferentes soluciones que involucra ácidos y bases, fuertes y débiles, soluciones de sales de diferente naturaleza, soluciones buffer. De forma conjunta se demuestran de forma práctica algunas propiedades típicas de diferentes sistemas químicos como lo son las soluciones buffer o tampón, hidrólisis de iones de sales de ácidos y bases débiles, etc.

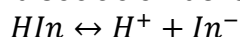
Fundamentos básicos de los Indicadores ácido base

Los indicadores ácido base en general son ácidos o bases débiles orgánicas de estructura compleja que involucran anillos aromáticos dobles enlaces conjugados, átomos de nitrógeno, azufre u oxígeno. Su principal característica que los lleva a ser de gran utilidad en el análisis químico, es la de presentar un color característico dependiendo de la concentración de ácido en el medio, generándose así un sistema que nos indica la concentración de ácido del medio mediante el color que observemos a simple vista. A continuación describiremos de forma sencilla como "funciona" un indicador ácido base empleando algunos ejemplos específicos.

Un indicador ácido básico típico

El naranja de metilo es uno de los indicadores ácido base comúnmente usado en muchos laboratorio de químicos. El naranja de metilo se dispone como una sal sódica de formula $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$. Pero vamos a prestar nuestra atención específicamente a la "parte" orgánica de esta molécula $C_{14}H_{14}N_3O_3S^-$. Este ión tiene la capacidad de aceptar un protón, es decir es una base, generando un ácido de características débil. Vamos a representar para facilitar la escritura de las ecuaciones a $C_{14}H_{14}N_3O_3S^-$ como In^-

Consideremos entonces el equilibrio de disociación del ácido débil HIn como:

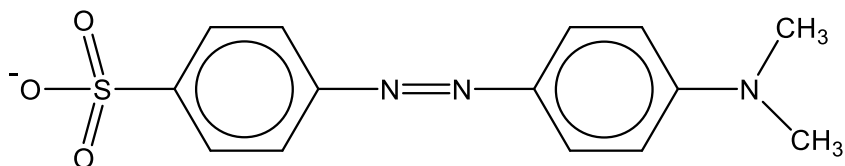


Empleando el principio de Le Chatelier vamos a deducir que pasará con el equilibrio de disociación del ácido HIn al añadir una base (iones OH^-) o ácido (H^+).

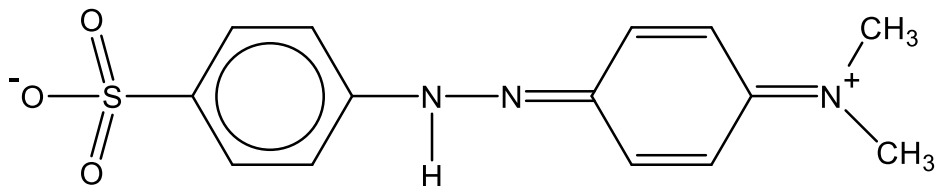
Añadiendo OH^- al medio se va a favorecer la disociación del ácido a consecuencia del consumo de los protones por su reacción con OH^- para generar agua, desplazándose el equilibrio hacia la derecha incrementándose la concentración de In^- y por lo tanto disminuyendo la concentración de la especie protonada HIn .

Añadiendo H^+ al medio se inhibirá la disociación de HIn desplazándose el equilibrio hacia la izquierda aumentando la concentración de la especie protonada HIn y por lo tanto disminuyendo la concentración de la especie In^- .

El naranja de metilo en su forma básica (que estamos representando como In^-) posee un color amarillo. La estructura de la molécula se presenta a continuación:



Cuando se añade el ácido al medio en donde se encuentra disuelto el naranja de metilo, el protón se une al nitrógeno de la izquierda (ver figura a continuación) generándose un cambio de estructura en el anillo aromático de la derecha y carga negativa en el grupo SO_3 y una carga positiva en el grupo $N-(CH_3)_2$.



Este cambio de estructura de la molécula de por la incorporación del protón (HIn) produce un cambio importante del color que presenta, en este caso es de color rojo intenso.

Evaluemos que sucedería añadimos iones OH^- a una solución que contiene naranja de metilo, recordando entonces el equilibrio de disociación ácida del indicador:



se va a generar en el equilibrio de disociación del indicador desplazamiento del equilibrio hacia la derecha, debido a la neutralización de los protones (y por lo tanto una disminución de su concentración) por la reacción con los OH^- añadidos. Esto va a generar la disminución de la concentración de HIn y el incremento de la concentración de In^- . Por lo que $[HIn] \gg [In^-]$ y por lo tanto la coloración de la solución se tornará amarilla, ya que existirá en el medio una elevada concentración de la especie responsable de ese color.

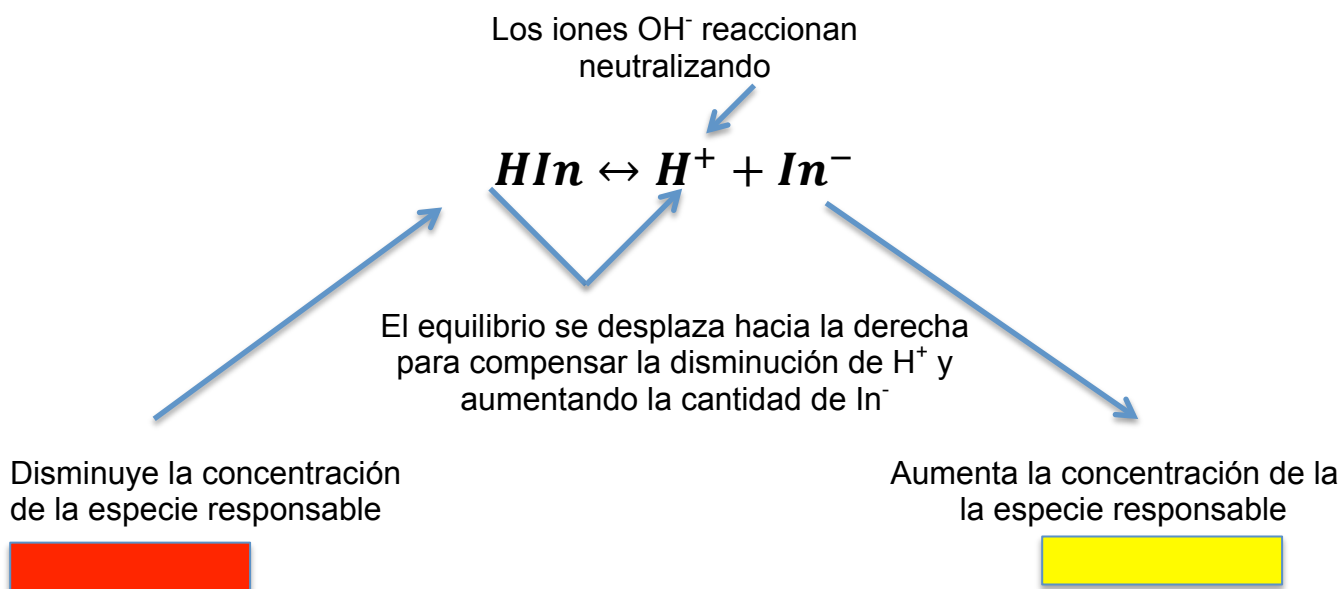
Evaluemos que sucedería si añadimos iones H^+ a una solución que contiene naranja de metilo, tomemos en consideración el equilibrio de disociación:



El incremento de la concentración de protones genera en el equilibrio de disociación del indicador desplazamiento del equilibrio hacia la izquierda aumentándose la concentración de HIn y disminuyendo la concentración de In^- . Por lo que $[HIn] \ll [In^-]$ y por lo tanto la coloración de la solución se tornará roja, ya que existirá una elevada concentración de la especie del indicador responsable de ese color.

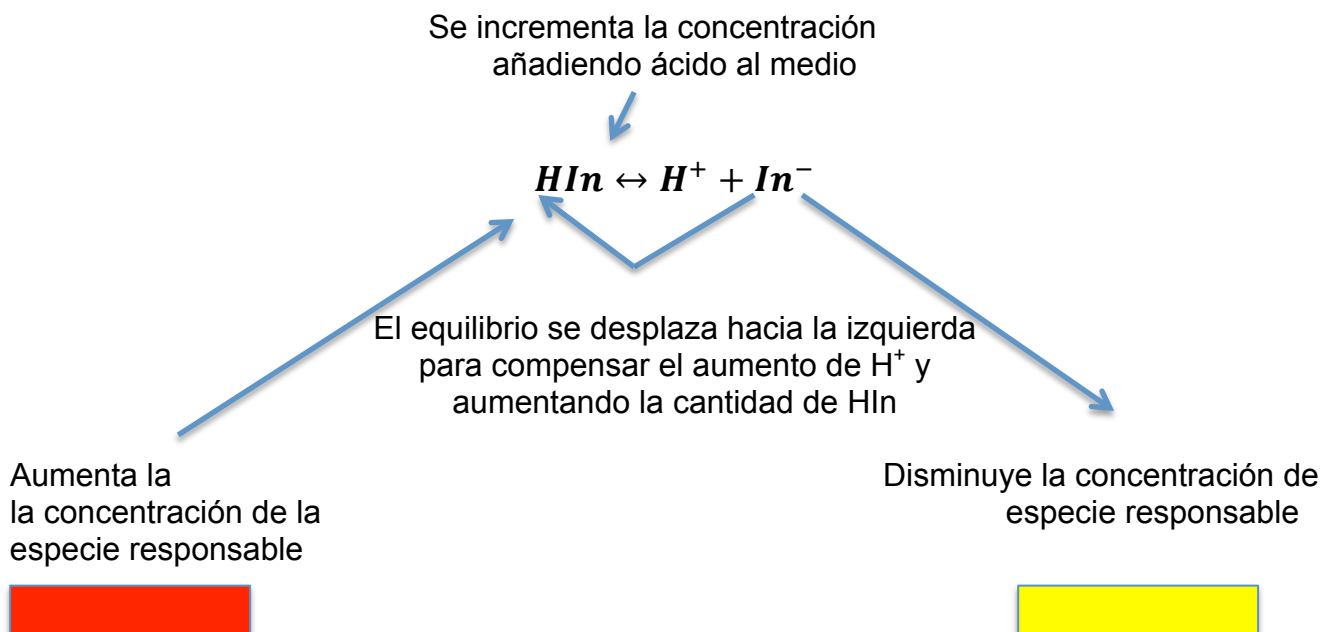
De forma grafica podemos resumir lo antes expuesto de la siguiente forma:

1) Añadiendo base a la solución del indicador ocurre:



El color que predomina en la solución del indicador en medio básico es amarillo, ya que la mayor parte del indicador se encuentra en su forma básica In^- .

2) Añadiendo ácido a la solución del indicador ocurre:



El color que predomina en la solución del indicador en medio ácido es rojo ya que la mayor parte del indicador se encuentra en su forma ácida HIn .

La conclusión que podemos obtener hasta los momentos es: En un medio ácido en donde se logre que la mayor parte del naranja de metilo se encuentre mayormente como especie protonada (esto es: HIn) el color de la solución será rojo. Por el contrario en un medio básico en donde la mayor parte del naranja de metilo se encuentre en su forma básica (esto es: In^-) la coloración de la solución es amarilla.

En el caso que la concentración de ácido presente genere que la concentración de In^- y HIn sean iguales, el color de la solución será:



Esto ocurre a $pH = 3,7$ (ver explicación mas adelante).

Fenoltaleína:

La fenoltaleína es también un indicador muy comúnmente usado, es un ácido orgánico débil que en su forma ácida (protonado, HIn) es incoloro y en su forma básica (In^-) es de color rosado. Usted podrá hacer una deducción similar al de naranja de metilo. En este caso el punto en donde ambas concentraciones son iguales ocurre a $pH 9,3$.

Rango de viraje de un indicador

Como ya hemos explicado un indicador es un ácido débil cuyo equilibrio de disociación lo expresamos como:



$$K_{indicador} = \frac{[H^+][In^-]}{[HIn]}$$

Veamos que sucede en el punto en donde las concentraciones de las especies responsables de la coloración son iguales $[In^-] = [HIn]$, sabemos que este punto el color observado corresponde a la mezcla por partes iguales del color asociado al $[In^-]$ y el color asociado al $[HIn]$ (en el caso del naranja de metilo, estos colores son rojo y amarillo respectivamente, por lo que observaremos un color naranja). En ese punto podemos entonces simplificar la ecuación.

$$K_{indicador} = \frac{[H^+][In^-]}{[HIn]}$$

Eliminando los términos $[HIn]$ e $[In^-]$. Lo que nos reduce la expresión a $K_{indicador} = [H^+]$ que podemos expresar en términos del pH si a ambos términos de la ecuación le aplicamos el -Logaritmo, transformando la ecuación:

$$-\text{Log}K_{indicador} = -\text{Log}[H^+]$$

Recordando la definición de $\text{pH} = -\text{Log}[H^+]$ y $\text{p}K_{indicador} = -\text{Log}K_{indicador}$ Podemos escribir que:

$$\text{pH} = \text{p}K_{indicador}$$

Es decir que en el punto en donde el valor del pH de la solución alcance el $\text{p}K_{indicador}$ vamos a observar el color producto de la mezcla de colores de la forma ácida y básica del indicador. Considerando que la $K_{indicador}$ (constante de disociación ácida del indicador) es un valor característico para cada indicador, en el caso de los ejemplos que hemos venido manejando, naranja de metilo y fenoltaleína, estos valores son de 3,7 y 9,3 respectivamente. En la tabla a

continuación se presentan los valores de pK para algunos indicadores ácido base de usos bastante común.

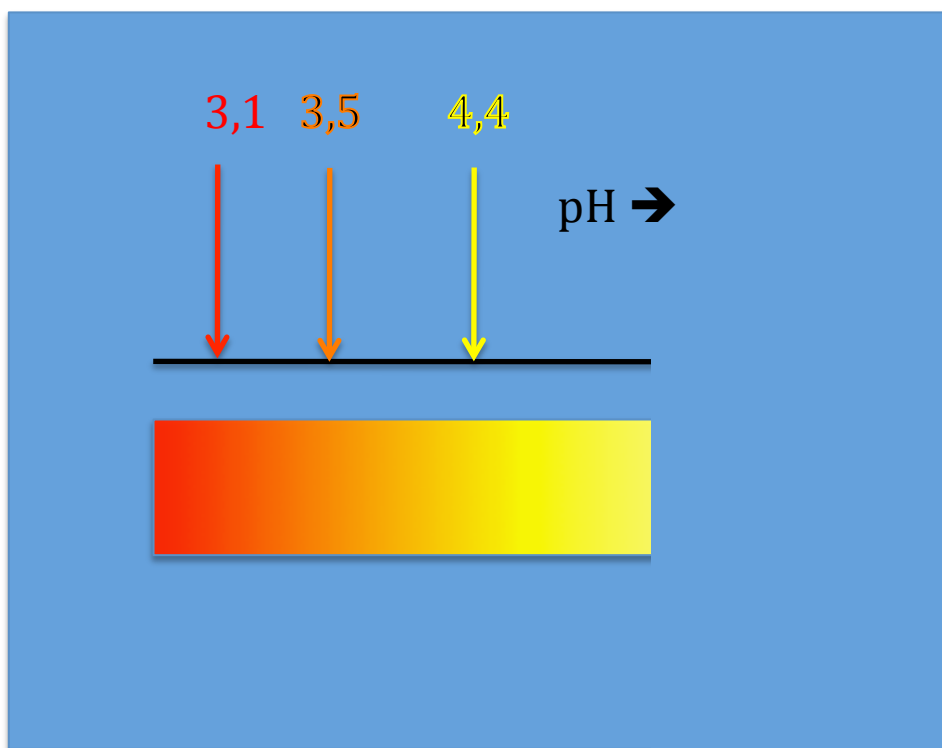
Indicador	pK _{indicador}
Ácido pícrico	0.38
Azul de timol - primera transición	1.5
Naranja de metilo	3.7
Rojo Congo	4.0
Verde de bromocresol	4.7
Rojo de metilo	5.1
p-Nitrofenol	7.15
Azul de bromotimol	7.0
Rojo de fenol	7.9
Rojo de cresol - segunda transición	7.9
Azul de timol - segunda transición	8.9
Fenolftaleína	9.3
Timolftaleína	10.0
Amarillo de alizarina	11.0

Los indicadores no poseen un cambio agudo o puntual del color, es decir no cambian su color drásticamente a un valor específico y único de pH, esto ocurre en un intervalo de pH, aunque este intervalo puede ser bastante estrecho.

En el caso del naranja de metilo, el color que observemos en una solución en donde lo agreguemos ya demostramos que depende del pH de dicha solución. La solución será de color rojo si la concentración de protones es tal que la mayoría del indicador se encuentre en su forma ácida (HIn) y muy poco se encuentre en su forma básica (In^-). Por el contrario la solución será de color amarillo si la concentración de protones es lo suficientemente baja como para que la mayoría del indicador se encuentre en su forma básica y muy poco en su forma ácida. Cualquier valor de la acidez o pH del medio que permita la existencia de concentraciones comparables de ambas especies va a generar que veamos en la solución algún tono de color naranja. Será naranja rojizo si $[HIn] > [In^-]$ o será amarillo naranja si $[HIn] < [In^-]$.

Si tenemos una solución de pH 1 a la cual le añadimos naranja de metilo inmediatamente observaremos que la solución se torna de color roja, a consecuencia de la presencia del indicador en casi un 100% en su forma ácida. Si lentamente vamos agregados gotas de una base, que va ir neutralizando el ácido e incrementando el pH del medio, vamos a observar que va ir desapareciendo el color rojo y “apareciendo” un color naranja hasta que finalmente la solución se torna amarilla. El cambio de color es gradual y en términos generales se da en un intervalos de +/- 1 unidad de pH (este intervalo

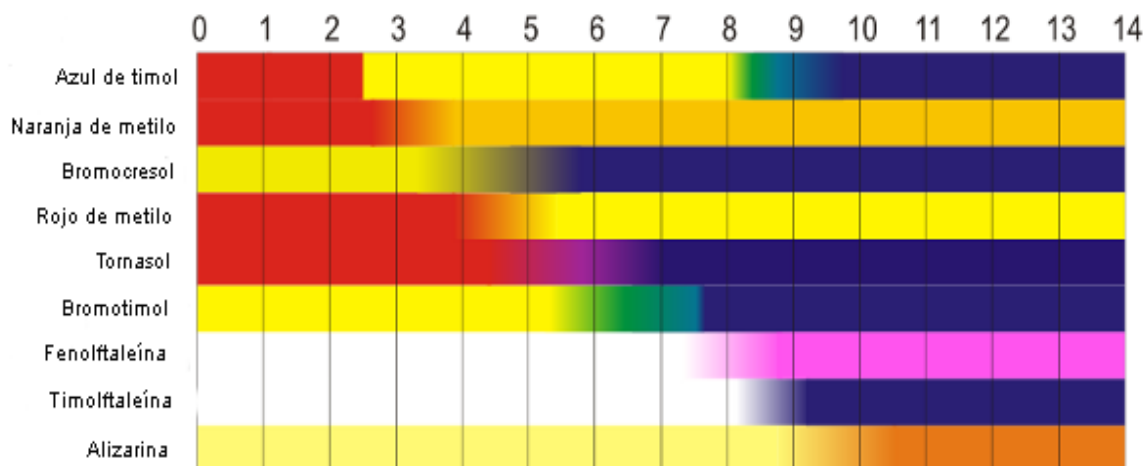
es aproximado). En la figura a continuación se representa de forma cualitativa los resultados de esta experiencia.



La Tabla a continuación presenta una lista de indicadores, el intervalo de viraje y los colores característicos de las formas ácida y básica correspondiente.

Indicador	pH Rango de viraje	Color de la forma ácida	Color de la forma básica
Azul de timol	1.2-2.8	rojo	amarillo
Pentametoxy rojo	1.2-2.3	rojo-violeta	incoloro
Tropeolin 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
naranja de Metilo	3.1-4.4	rojo	naranja
Azul de Bromofenol	3.0-4.6	amarillo	azul violeta
Azul de Tetrabromofenol	3.0-4.6	amarillo	azul
Alizarina de 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	4.0-5.6	amarillo	azul
Rojo de Metilo	4.4-6.2	rojo	amarillo
Purpura de Bromocresol	5.2-6.8	amarillo	purpura
Rojo de Clorofenol	5.4-6.8	amarillo	rojo
Azul de Bromofenol	6.2-7.6	amarillo	azul
p-Nitrofenol	5.0-7.0	incoloro	amarillo
Azolitmin	5.0-8.0	rojo	azul
Rojo de fenol	6.4-8.0	amarillo	rojo
Rojo Neutro	6.8-8.0	rojo	amarillo
Acido Rosolico	6.8-8.0	amarillo	rojo
Rojo de Cresol	7.2-8.8	amarillo	rojo
alfa-Naftolftaleina	7.3-8.7	rosado	verde
Rojo de Timol	8.0-9.6	amarillo	azul
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	10.0-12.0	amarillo	morado
Amarillo Salicilico	10.0-12.0	amarillo	naranja-marron
Diazo violeta	10.1-12.0	amarillo	violeta
Nitramina	11.0-13.0	incoloro	naranja-marron
Azul de Poirrier	11.0-13.0	azul	violeta-rosado
Acido Trinitrobenzoico	12.0-13.4	incoloro	naranja-rojo

En la figura a continuación se representa de forma gráfica los cambios de color asociados a distintos indicadores.



Indicador Universal:

Si procedemos a preparar una solución que contenga una mezcla de indicadores cuidadosamente seleccionados, de forma de contar con distintos indicadores que cambien de color en todo el intervalo de pH (0 – 14) y que sus cambios de color puedan observarse fácilmente, estaremos desarrollando un **indicador universal**. Esto fue inicialmente realizado y patentado por científicos japoneses en 1923. Típicamente el indicador universal está compuesto de una mezcla de fenolftaleína, rojo de metilo, azul de bromotimol y azul de timol, disueltos en una solución acuosa con cierta cantidad de alcohol y otros componentes. Al añadir unas pocas gotas de este indicador a cualquier solución ácida, neutra o básica se va a desarrollar una coloración que dependerá del pH de dicha solución. La concentración de protones va a generar que se modifiquen las concentraciones de las especies responsables del color (ver explicación al inicio del texto) de todos los indicadores allí presentes, generando así un color que será resultado la mezcla de los colores individuales de cada indicador.

De manera sencilla si tomamos los colores en la tabla general de indicadores y los intervalos de pH allí indicados, podremos deducir el color que observaremos dependiendo del valor de pH de la solución que se analiza. En la tabla a continuación se resume los colores que deberíamos observar cuando añadimos el indicador universal en soluciones de diferentes grados de acidez (pH).

Rango de pH de la solución	Descripción de la solución	Color
<3	Fuertemente ácida	ROJO
3-6	Ácida	AMARILLO
7	Neutra	VERDE
8-11	Básica	AZUL
>11	Fuertemente básica	VIOLETA

Debemos de tomar en cuenta que los cambios de color de los indicadores no son agudos, si no que ocurren gradualmente. Entonces observaremos una gama (diversidad) de rojos en soluciones de $\text{pH} < 3$, una diversidad de tonos de naranjas a medida que el pH se acerca a 3, una gama de amarillos verdosos a medida que nos acercamos a 7 y así sucesivamente. En la imagen a continuación se presentan los colores observados cuando se añade un indicador universal a 14 soluciones de pH que van desde el valor 1 al 14, donde se evidencia claramente lo aquí explicado.

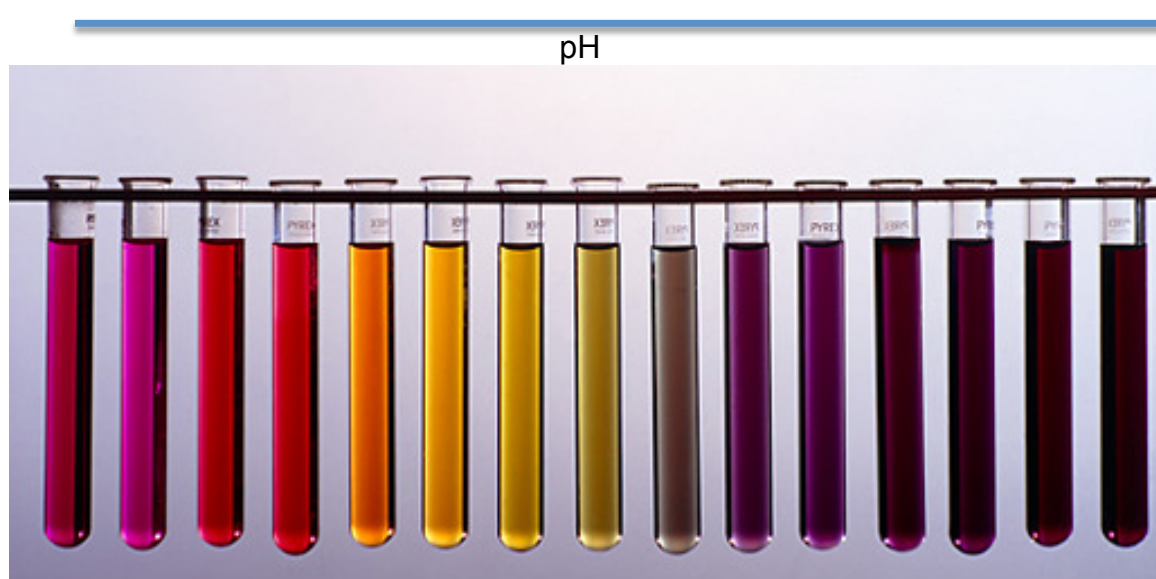


imagen tomada de:

http://www.bbc.co.uk/bitesize/ks3/science/chemical_material_behaviour/acids_bases_metals/revision/4/

Es necesario destacar que las tonalidades de color observadas van a depender fundamentalmente de los indicadores que se seleccionen para la mezcla, la proporción o concentración de cada uno de ellos y el medio en el que se prepare la mezcla de indicadores.

Si el indicador universal se coloca en un material absorbente como una papel poroso y se deja secar, habremos preparado un dispositivo sencillo portátil para medir rápidamente el pH de cualquier solución dentro o fuera del laboratorio. Las cintas de papel indicador son comunes y constituyen la forma mas sencilla de medir con cierta exactitud el valor de pH de soluciones. Para ello sólo debemos humedecer con la solución de pH o acidez desconocida, o introducir la cinta de papel dentro de la solución, de forma instantánea la cinta de papel cambiará su color y por comparación con un escala de colores y pH podremos conocer el valor de pH de la solución.

Existen varias versiones comerciales del papel indicador universal, que varían en la forma de la presentación, indicadores que se emplean, escalas de colores y lo mas importante el grado de exactitud con la cual es posible determinar el pH de una muestra o solución de interés. A continuación algunas de esas presentaciones:



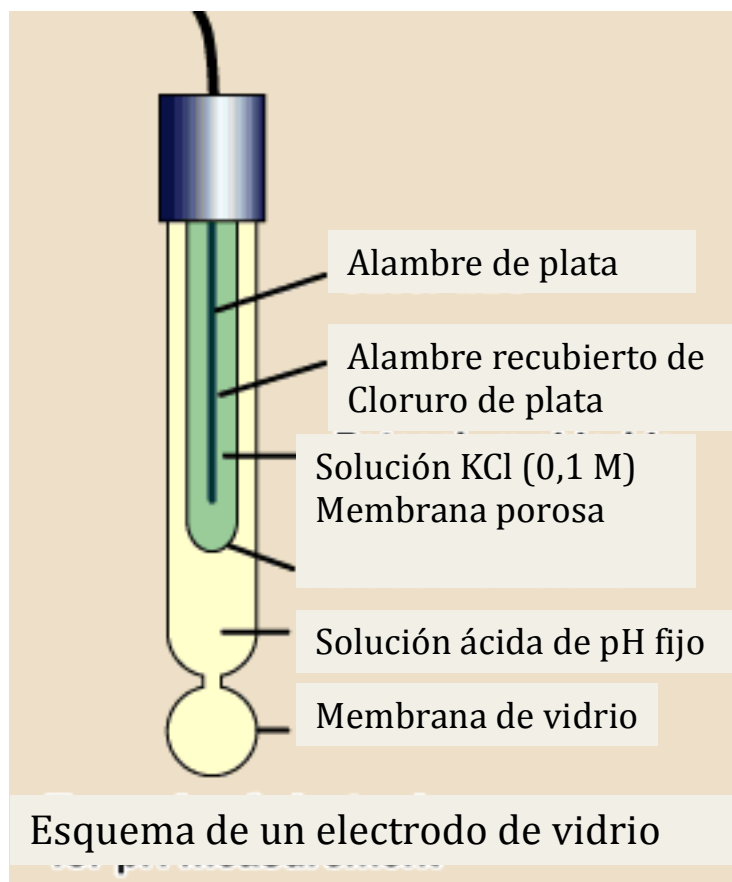
Para la medición más precisa, exacta y rápida del pH se utiliza un instrumento comúnmente conocido como pH-metro Ver figura 1. La medida del pH se hace basada una técnica potenciométrica. De forma sencilla y resumida la técnica se basa en el hecho de que entre dos disoluciones con distinta $[H^+]$ se establece una diferencia de potencial. Esta diferencia de potencial determina que cuando

las dos disoluciones se ponen en contacto se produzca un flujo de H^+ , o en otras palabras, una corriente eléctrica. En la práctica, **la medida del pH es relativa**, ya que no se determina directamente la concentración de H^+ , sino que **se compara el pH de una muestra con el de una disolución patrón de pH conocido**.

Para ello se utiliza un **electrodo de pH conocido también como electrodo de vidrio** (ver figura). Cuando el electrodo entra en contacto con la disolución a la cual se desea medir el pH, se establece un potencial a través de la membrana de vidrio especial que recubre el electrodo. Este potencial varía según el pH. Para determinar el valor del pH se necesita un **electrodo de referencia**, cuyo potencial no varía. El electrodo de referencia puede ser externo o puede estar integrado en el electrodo de pH. Para la calibración del instrumento se emplean soluciones de pH conocido y constantes: soluciones buffer cuidadosamente preparadas.



Figura 1. pHmetro típico. Se muestran electrodos sumergidos en una solución contenida en un beaker, brazo o soporte de electrodos y lector digital de los valores de pH.




En la tabla mostrada a continuación se presentan una lista de productos, componentes y fluidos que nos son comunes acompañados de su valor (aproximado) de pH en donde se evidencia la variedad de valores de la acidez que día a día podemos manipular. Existe una clara relación del uso o función del material y su valor de pH, por ejemplo:

limpiador de hornos, hidróxido de sodio que reacciona con las grasas facilitando su disolución en agua.

Vinagre, dar sabor ácido amargo a los alimentos, constituido por ácido acético al 5% p/v.

Sustancias	pH (aprox)
Ácido de baterías (solución H_2SO_4 al 35%)	0
Ácido muriático (HCl limpiador de baños)	0
Jugos gástricos	1,0
Jugo de limón	2,3
Vinagre	2,9
Vino	3,5
Jugo de tomate	4,1
Café	5,0
Lluvia ácida	5,6
Leche	6,6
Agua destilada	7,0
Sangre	7,4
Pasta de dientes	9,9
Leche de magnesia ($\text{Mg}(\text{OH})_2$)	10,5
Cal suspendida en agua	11,0
Limpiadores a base de NH_3	11,9
Limpiadores de horno (NaOH)	14,0



Parte Experimental

Debes calcular el pH esperado (teórico) de todas las disoluciones a preparar o usar en esta práctica previamente a la realización del seminario.

Experiencia 1: Preparación de soluciones de HCl y determinación de sus respectivos pH

Preparación de cuatro disoluciones de HCl por diluciones sucesivas: A partir del ácido clorhídrico (HCl) concentrado que hay en el laboratorio, la cual tiene especificados los respectivos valores de densidad y concentración del ácido (en porcentaje), realiza los cálculos y prepara 100 mL de una disolución 1,0 mol/L. ¿Qué instrumentos utilizaras para preparar esta disolución?

Realiza un esquema en tu cuaderno y llévalo para ser discutido en el seminario.

Partiendo de la disolución anterior, prepare por diluciones sucesivas 100 mL de HCl de concentraciones 0,1 mol/L; 0,01 mol/L; y 0,001 mol/L.

En el laboratorio se te asignará un único balón de 100 mL ¿ Como prepararás las diluciones sucesivas ? Contempla esta limitación cuando realices tu esquema. Calcula el pH esperado para cada una de estas disoluciones previamente a la realización del seminario.

Determinación del pH de una disolución usando papel indicador: Mide el pH de cada una de las disoluciones preparadas empleando papel indicador universal. Para ello, corta una muy pequeña porción de una tira de papel indicador (no más de 5 mm de largo) y ubícala sobre un vidrio de reloj limpio y seco. Introduce el agitador de vidrio limpio en la disolución de interés, retíralo inmediatamente y toque con la punta el fragmento del papel indicador. Observa el color que toma el papel y compara de inmediato el resultado con el patrón de referencia en la caja del papel indicador.

Acotación del pH de una disolución usando indicadores líquidos: Usando el valor calculado por teoría para el pH así como el determinado con el papel indicador, selecciona los indicadores líquidos apropiados para acotar el pH óptimamente. En cada uno de tres tubos de ensayo limpios y curados con la disolución cuyo pH deseas acotar introduce una pequeña cantidad (1 o 2 mL) de la disolución de interés. En el primero de los tubos de ensayo vierte 1 a 2 gotas del primero de los indicadores seleccionados. Anota el resultado, analiza si coincide con lo esperado, y con ese resultado confirma si es apropiado usar el segundo indicador que habías seleccionado, o decide si ninguno de los indicadores disponibles puede aportarte más información. La intención es ir acotando, hasta el menor intervalo posible el pH de la solución.

Si concluyes que es apropiado, añade de 1 a 2 gotas de un segundo indicador al segundo de los tubos de ensayo. Anote y analiza el resultado, y decide cuál indicador usar con el tercer tubo, si lo consideras apropiado (consulta con el profesor). Tabula tus resultados, compara los valores de pH calculados, los

medidos con el papel indicador y los intervalos obtenido con los indicadores líquidos de cada una de las soluciones. Procede a comparar los valores experimentales con el valor calculado. ¿Qué puedes concluir con respecto a los métodos de medición de pH empleados?

Experiencia 2: Disoluciones amortiguadoras ("tampones" o "buffers")

Vierte 5 mL de cada una de las cuatro disoluciones de ácido clorhídrico preparadas en la Experiencia 1.A en diferentes tubos de ensayo limpios y curados. Rotúlalos. Agrega a cada uno de los tubos 5 mL de disolución amortiguadora o buffer de ácido acético/acetato de sodio, de concentraciones 0,1 mol/L:0,1 mol/L. Agita para mezclar.

Determina usando inicialmente papel indicador universal el pH para la primera de las disoluciones del mismo modo como lo hiciste en la experiencia 2. Procede a distribuir parte del volumen contenido en el tubo de ensayo hacia otros tres tubos de ensayo limpios y secos o curados, de manera tal que puedas realizar tres determinaciones con indicadores, pero que aún te sobre un poco en el tubo original en caso de que necesites repetir alguna determinación o probar con otros indicadores que no habías considerado previamente. Tabula tus resultados, compara los valores de pH calculados, los medidos con el papel indicador y los intervalos obtenido con los indicadores líquidos de cada una de las soluciones. ¿Qué puedes concluir sobre la capacidad de las soluciones buffer de amortiguar el pH del medio? Define capacidad buffer.

Experiencia 3: pH de diversas disoluciones acuosas

Usando papel indicador de pH e indicadores líquidos, determina el pH de las soluciones indicadas en la tabla anexa siguiendo las técnicas descritas previamente. Es fundamental que realices los cálculos exactos de los pH de cada una de las soluciones que emplearás. Tabula tus resultados, compara los valores de pH calculados, los medidos con el papel indicador y los intervalos obtenido con los indicadores líquidos de cada una de las soluciones

Compuesto	Concentración
NaOH	0,1 mol/L
CH ₃ COOH	0,1 mol/L
NH ₃	0,1 mol/L
NaCl	0,1 mol/L
NH ₄ Cl	0,1 mol/L
K ₂ CO ₃	0,1 mol/L
H ₂ O	0,1 mol/L

Bibliografía

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

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

PRÁCTICA 7 TITULACIONES ÁCIDO-BASE

Objetivos

Conocer y poner en práctica las técnicas de titulación de soluciones ácidas y básicas fuertes.

Entrenarse en la determinación de puntos finales con indicadores visuales. Practicar el tratamiento estadístico de datos experimentales.

Determinar la concentración exacta de una solución de HCl preparada a partir de ácido clorhídrico concentrado.

Determinar la concentración de NaOH de una solución problema.

Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica

Previo a la realización del seminario debes dominar los siguientes temas:

- Técnica de titulación o valoración.
- Titulante, titulado.
- Titulaciones ácido base
- Cálculos volumétricos
- Tratamiento de datos de las titulaciones
- Curvas de titulación de ácido fuerte con una base fuerte
- Adicionalmente, debes dominar todos los conceptos discutidos y empleados en la práctica anterior (Hidrólisis y pH).
- pH, pOH y cálculos asociados
- Punto final; punto de equivalencia
- Error de titulación
- Determinación o valor del blanco
- Indicadores líquidos de pH y su uso
- Estándar primario
- Solución Patrón
- Tratamiento estadístico de datos
- Manejo de cifras significativas

Introducción

Titulaciones Ácido Base

En general una titulación es la técnica analítica en la cual se mide cuantitativamente la capacidad de una sustancia para reaccionar con un reactivo específico, basados en la estequiometría de la reacción y en la cantidad de

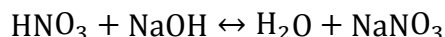
reactivo requerido para reaccionar completamente con la sustancia que se analiza, para determinar con exactitud su masa o concentración.

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 alícuota 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.

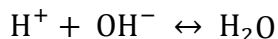
La titulación es un método analítico cuantitativo pues su objetivo es la determinar la masa de una sustancia presente en una muestra.

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 (HNO_3) en una muestra de agua efluente de una industria determinada, para ello nos podremos plantear la titulación de una porción de la muestra de volumen en litros 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 la especies que realmente reaccionan, expresada por la siguiente expresión :



Es decir el añadido de la base va a generar 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 el volumen de base necesario es V_b , la cantidad de moles de base añadidos los podemos calcular como el producto del volumen de base añadido multiplicado por la molaridad de la solución patrón de base, esto es :

$$\text{Moles de base añadidos} = V_b \times M_b$$

Que de acuerdo a la estequiometría reacción de neutralización, es igual a los moles de ácido presente en la alícuota V_a de muestra. La concentración molar (M_a) de ácido en la muestra será entonces igual a los moles de ácido entre el volumen de la alícuota de muestra.

Moles de base añadidos en el punto de equivalencia = Moles de ácido presentes en la muestra,

$$V_b \times M_b = V_a \times M_a \text{ que despejando } M_a \text{ nos queda:}$$

$$M_a = \frac{V_b M_b}{V_a}$$

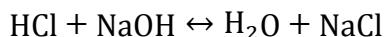
Lo que nos permite conocer la concentración del ácido nítrico a partir de la determinación del volumen de una solución patrón de base necesaria para neutralizar el ácido presente en una alícuota de la muestra de agua. **Nota: Esta expresión es sólo válida en el punto de equivalencia y para reacciones en donde la reacción involucre un mol titulante y un mol de titulado.**

Como se puede concluir, en una titulación tiene el objetivo de la determinación del 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 involucrada (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 realizamos 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).

Podría pensarse que el único cálculo estequiométrico de interés es el realizado en el punto de equivalencia, nada más alejado de la realidad ya que gracias a la fuerte variación del pH del medio como producto de la reacción de neutralización es que podemos contar con métodos visuales e instrumentales de detección del progreso de la reacción y la determinación del punto final.

Supongamos que vamos a titular una alícuota de 25,00 mL de HCl 0,100 M con NaOH 0,100 M. Primero que nada dada la reacción de neutralización:



En el punto de equivalencia debe cumplirse que:

el nº de moles de base añadido = nº moles de ácido presentes o

$V_b \times M_b = V_a \times M_a$ que despejando V_b :

$$V_b = \frac{V_a M_a}{M_b}$$

Sustituyendo los valores nos da que el volumen de base para alcanzar el punto de equivalencia es 25,00 mL. Preguntaremos:

- ¿Cuál es el pH de la solución a titular antes de iniciar el añadido de la base?
- ¿Cuál es el pH de la solución titulada al añadir 1 mL de la base?
- ¿Cuál es el pH de la solución titulada al añadir 25 mL de base (pto de equivalencia)?
- ¿Cuál es el pH de la solución cuando se han añadido 26 mL de base (1 mL en exceso al punto de equivalencia)?

Es claro que a medida que se añade el titulante (base) a la solución titulada (ácido) ocurre una neutralización y por lo tanto el pH de la solución titulada se va incrementando. Esa variación de pH es la que nos permitirá detectar el progreso de la reacción. En este punto es claro la utilidad que tiene lo aprendido en la práctica 6.

Parte Experimental

Materiales y Reactivos

Bureta de 50,0 mL, con incrementos de 0,1 mL

Balón aforado de 500 mL con tapón

Vaso de precipitado de 100 mL

Agitador de vidrio

Pera de succión (propipeta)

Pipeta volumétrica de 25 mL

Pipeta graduada de 10 mL

4 fioles (matraces Erlenmeyer) de 250 mL

Vidrio de reloj

Disolución patrón de NaOH, concentración conocida cercana a 0,1 mol/L (el valor exacto le será suministrado en el laboratorio).

Disolución concentrada de ácido clorhídrico

Fenolftaleína

Agua destilada

Experiencia 1: Preparación de la disolución de ácido clorhídrico

A partir del ácido clorhídrico que hay en el laboratorio, el cual tiene especificados los valores de concentración y densidad, prepara 500 mL de una disolución de concentración aproximadamente 0,1 mol/L. Realiza los cálculos con antelación sabiendo que la concentración del HCl comercial suele ser 37 % peso/peso y su densidad 1,19 g/mL. Al llegar al laboratorio verifica si los datos del HCl concentrado disponible coinciden con tus cálculos, y de no ser así realiza las modificaciones pertinentes. Emplea para ellos un cilindro graduado y balón volumétrico. Tomando en cuenta la apreciación de cada instrumento y las cifras significativas descritas en la etiqueta del HCl para la pureza y la densidad, determina mediante propagación de errores el valor de la incertidumbre asociada a la concentración de la solución preparada de HCl.

Experiencia 2: Determinación de la concentración de la solución de HCl

Se le suministrará una solución de NaOH de concentración exactamente conocida (tome nota del valor con el número de cifras significativas que se indican). Esta solución fue cuidadosamente preparada y titulada frente a un estándar primario como el ftalato ácido de potasio, por lo que su concentración se puede expresar con cuatro decimales y emplearse como solución patrón. Limpia y acondiciona la bureta, pipetas (graduada de 10 mL y volumétrica de 25 mL), fioles y balón aforado siguiendo el procedimiento investigado y discutido en el seminario con anterioridad. Debes de tomar en cuenta que cualquier dilución con agua o contaminación de la solución patrón de NaOH va a ocasionar que los experimentos que realices tomando el valor de la concentración que se te suministre estará errado, es por ello que deber prestar especial atención en su manipulación.

¿Cuáles instrumentos deben ser curados con el ácido, cuáles con la base y cuales no deben ser curados?

Llena la bureta usando la disolución de NaOH patrón disponible en el laboratorio. Asegúrate de que no quedan burbujas de aire atrapadas en la punta o tallo de la bureta. Enrasa la bureta.

Determinación del Blanco: Se entiende como blanco de una titulación al volumen del titulante requerido para hacer virar al indicador en presencia solamente del solvente (en este caso agua). Mide exactamente y transvasa a una fiola un volumen de agua destilada igual que el volumen de la alícuota de ácido emplearas. Añade dos gotas del indicador y homogeneiza. Procede a añadir gota a gota el titulando hasta observar el primer tono rosado en la solución titulada. Debes de hacer el añadido de una gota de titulante a la vez, agitar y observar si hay la aparición de un color rosado. Toma nota del volumen necesario de base para hacer virar al indicador, de ser una valor medible por la bureta procede a registrarlo. El blanco no es mas que el volumen de base

necesario que es consumido por el medio (solvente + indicador) antes de observar el cambio de color del indicador, este valor de ser medible deberá ser sustraído del volumen medido en todas las determinaciones a fin de conocer exactamente la cantidad de base que se requiere para neutralizar el ácido de la solución titulada.

Procede a medir y transvasar cuantitativamente, usando la pipeta volumétrica de 25 mL, una alícuota de la solución de HCl preparada. Añade dos gotas de fenolftaleína. Agita cuidadosamente para homogeneizar.

Procede a valorar (titular) la disolución de HCl por cuadruplicado, recordando volver a llenar la bureta hasta 50,0 mL cada vez que realices la valoración. Registra los resultados de cada réplica en una tabla que deberás diseñar previamente.

Analiza los resultados numéricos obtenidos, verifica la reproducibilidad. ¿Cuál crees tu que debería ser la máxima variación de volumen admisible? ¿es posible determinar la existencia de errores sistemáticos? aleatorios? Debes reportar al menos 4 réplicas, en caso de sospechar de que alguno(s) no concuerdan con el resto de la serie debes realizar otra(s) réplica(s). Se espera que la diferencia entre réplicas no supere significativamente lo estimado empleando la apreciación de los instrumentos de medida.

Calcula la concentración del HCl, promedia los 4 valores calculados y realiza el correspondiente tratamiento estadístico de los datos. Compara el valor experimental con el valor calculado empleando los datos de la pureza y densidad del ácido concentrado. ¿A que se atribuye la diferencia entre ambos valores?

¿Cuál es el valor del pH del punto de equivalencia de la titulación del HCl y del NaOH empleado?

Si el intervalo de viraje de la fenolftaleína comienza en $\text{pH} = 8,2$, ¿Porqué es adecuado el uso de este indicador en este experimento?

¿ Se corre el riesgo de añadir mas NaOH del necesario en la titulación? ¿ Por que?

¿ Por que se usa Fenolftaleina como indicador?

Experiencia 3: Realización de la curva de titulación de HCl preparada

Tomando el valor promedio de concentración del HCl obtenido en la experiencia 2, la concentración del NaOH suministrada, el volumen de la alícuota de ácido usada, calcule los valores de pH de la solución de HCl con los volúmenes añadidos de base de 0, 1,2,3,4,5,6,..... mL de forma de cubrir todo el rango 0 a 50 mL de base, aumente la densidad de puntos muy cercanos al punto de equivalencia (+/- 1 mL) empleando incrementos menores (por ejemplo 0,1 mL). Represente en una grafica de pH en función del volumen de base añadido (curva de titulación). Indique en la gráfica el punto de equivalencia calculado y el punto final obtenido (volumen de base añadido para observar el viraje del

indicador) así como los valores del volumen del punto de equivalencia y el volumen del punto final calculado. Determinen la diferencia (error absoluto). Indique también el rango de viraje del indicador empleado. Cree usted que es posible seleccionar un mejor indicador. Definiendo como mejor indicador a aquel cuyo rango de viraje se encuentre más cercano del punto de equivalencia. Proponga cual o cuales indicadores seleccionaría usted de los disponibles en el laboratorio (ver lista de la práctica 6)

Experiencia 4: Valoración de una muestra problema de hidróxido de sodio.

Este experimento tiene por objeto la determinación de la concentración de hidróxido de sodio en una muestra problema, empleando ahora como referencia la solución de ácido clorhídrico preparada y titulada por usted. Selecciona una muestra problema y anota el número de la misma. Vacía la bureta hasta descartar toda la disolución patrón de hidróxido de sodio patrón. Enjuaga un par de veces la bureta con pequeñas cantidades de la muestra problema de NaOH. Llena la bureta con la muestra problema. Usando alícuotas de 25 mL de la solución de HCl preparada y titulada, valora por cuadruplicado la disolución problema de NaOH y procede a calcular y reportar su concentración. ¿Por qué no se recomienda colocar el HCl en la bureta?

Tablas para reporte e informe

Experimento 1.

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* =

(*) indique las formulas empleadas para el cálculo y su deducción.

Experimento 2.

Molaridad de la Solución de NaOH a emplear =

Volumen de la alícuota de HCl a emplear =

Determinación del blanco.

Volumen de NaOH del blanco =

Apreciación de la bureta empleada =

Resultados obtenidos de la titulación de la solución de ácido clorhídrico, debes reportar todos los resultados obtenidos e indicar cuales se emplearon para el cálculo final. Indicar también formulas empleadas en cada cálculo.

Experimento	Volumen de la alícuota de ácido (mL)	Volumen de NaOH para el punto final (mL)	Molaridad del ácido
1			
2			
3			
4			
5			
6			

Molaridad promedio de solución de HCl =

Desviación promedio =

Desviación estándar =

Explique y justifique la variabilidad del resultado obtenido

Experimento 3.

Realice los cálculos correspondientes, anexe tabla de resultados y gráfica correspondiente indicando la información solicitada.

Indique:

Volumen del punto final empleando fenoltalína:

Volumen del punto de equivalencia (según gráfica):

Error de titulación porcentual empleando fenoltaleína:

Indicador seleccionado como indicadores más adecuado:

Volumen del punto final con el indicador propuesto:

Error de titulación con el indicador propuesto:

Experimento 2.

Identificación de la muestra de NaOH :

Molaridad de la Solución de HCl a emplear :

Volumen de la alícuota de HCl a emplear:

Determinación del blanco.

Volumen de NaOH del blanco:

Apreciación de la bureta empleada:

Resultados obtenidos de la titulación de la solución de ácido clorhídrico, debes reportar todos los resultados obtenidos e indicar cuales se emplearon para el cálculo final.

Experimento	Volumen de la alícuota de ácido (mL)	Volumen de NaOH para el punto final (mL)	Molaridad del NaOH
1			
2			
3			
4			
5			
6			

Molaridad promedio de solución de NaOH =

Desviación promedio =

Desviación estándar =

Explique y justifique la variabilidad del resultado obtenido

Bibliografía

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

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

PRÁCTICA 8 TITULACIONES REDOX

Objetivos

Aplicar la técnica de la titulación empleando reacciones oxido reducción (redox). Afianzar los conocimientos, balanceos y cálculos de reacciones de oxidación-reducción (RedOx).

Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica

Previo a la realización del seminario debes dominar con los siguientes conceptos:

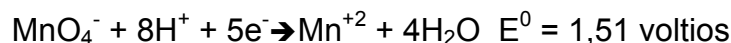
- Reacciones oxido reducción (RedOx)
- Técnica de titulación
- Técnica de valoración por con permanganato de potasio (permanganimetría)
- Reacciones del KMnO_4 según el pH del medio
- Estándar primario
- Tratamiento estadístico de datos
- Agente oxidante, agente reductor
- Autocatálisis
- Obtención del valor del blanco
- Punto final; punto de equivalencia

Introducción

El permanganato de potasio es el agente oxidante mas conocido y ampliamente empleado en las titulaciones oxido reducción, por ser un oxidante fuerte y de bajo costo. Las soluciones de permanganato de potasio poseen un color morado muy intenso que es aprovechado para detectar la finalización de una reacción de oxidación, es decir que la aparición del primer tono morado en el medio nos indica que ya ha sido oxidado todo el compuesto analizado. Esto elimina la necesidad del uso de indicadores visuales. Pero también presenta algunas características que no lo hacen el reactivo ideal: su poder oxidante lo hace inestable frente a cualquier sustancia o material oxidable, como el cloruro, la materia grasa comúnmente presente en recipientes. Además su estabilidad frente a la luz es limitada lo que obliga a ser guardado en recipiente de color ámbar oscuro. Todo ello hace que las soluciones de permanganato deban ser tituladas para conocer su verdadera concentración y empleadas de inmediato para garantizar el valor de la concentración. Cuando se almacenan con el tiempo la concentración va disminuyendo producto de numerosas reacciones de

oxidación que producen e incluso por la descomposición de si mismo catalizada por la luz.

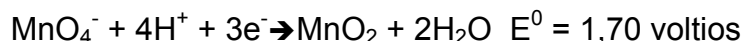
El ión permanganato (MnO_4^-) puede reducirse a los estados +2, +3, +4, +6. Quizás la reacción mas empleada es la de la reducción al estado +2. Esta ocurre en medio ácido (0,1 M o más de ácido) siendo el producto de la reacción el ión manganeso (Mn^{+2}) según la siguiente reacción:



Esta reacción posee la ventaja el cambio de color asociada al progreso de la misma: la coloración de las soluciones del ión MnO_4^- posee un color morado muy intenso aún en bajas concentraciones mientras que el producto de la reducción (Mn^{+2}) genera soluciones prácticamente incoloro en bajas concentraciones. El efecto neto del progreso de la reacción es la desaparición del color morado intenso del ión permanganato, que sólo será visible en el momento que exista un ligero de exceso del mismo.

Esta reacción ocurre de forma rápida con la mayoría de los reductores siendo la excepción el oxalato el cual requiere del calentamiento inicial de la solución a temperaturas superiores a 60°C.

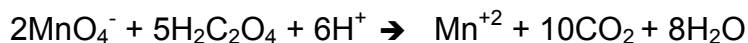
La reacción de reducción al estado +4 tiene aplicación limitada, esta ocurre a pH superiores a 4, soluciones neutras o débilmente alcalinas.



Al poseer un potencial de oxidación mayor posee la ventaja de propiciar la reacción con una gama más amplia de compuestos. El producto de la reacción el MnO_2 es un sólido marrón finamente dividido que no precipita rápidamente, lo que impide ver la aparición del color morado del exceso de permanganato una vez que la reacción ha finalizado, lo que se convierte en una limitación cuando se emplea en las titulaciones redox.

Titulación del permanganato de potasio frente al oxalato de sodio

Se puede emplear una solución patrón de oxalato de sodio ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) o una porción exactamente pesada del sólido para determinar la concentración de soluciones de permanganato de potasio. El oxalato de sodio se disuelve en una solución ácida (generalmente ácido sulfúrico) generando la protonación del ión oxalato.



para que esta reacción ocurra se debe calentar la solución por encima de los 55 °C y una vez iniciada el propio producto de reducción Mn^{+2} actúa como catalizador, por lo que inicialmente se notará el progreso lento de la reacción (desaparición del color morado) que luego se acelerará notablemente.

Nota: tome en cuenta los coeficiente estequiométricos expresados en la reacción, realice el balanceo de la ecuación a partir de las semi reacciones redox del permanganato y ácido oxálico.

Parte Experimental

Materiales y Reactivos

Bureta de 50,0 mL, con incrementos de 0,1 mL .

Vaso de precipitado de 100 mL

Agitador de vidrio

Pera de succión (propipeta) Pipeta volumétrica de 25 mL

Pipeta graduada de 10 mL

4 fioles (matraces) de 250 mL

Vidrio de reloj

Balón aforado de 500 mL

Disolución madre de KMnO_4 , con concentración conocida cercana a 0,2 mol/L

Disolución patrón de Oxalato de Sodio $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Disolución problema de FeSO_4 .

Agua destilada

Nota: Debes realizar previo al seminario los dos balanceos RedOx de interés.

Experiencia 1: Preparación de una dilución de permanganato de potasio

Prepara 500 mL de una disolución de KMnO_4 0,02 mol/L a partir de una disolución de concentración aproximadamente 0,2 mol/L disponible en el laboratorio.

Verifica la concentración de la disolución madre antes de preparar la dilución, normalmente hay varias disoluciones de KMnO_4 en los mesones. ¿ Es necesario en este caso tomar la precaución de agregar agua destilada al balón antes de introducir el KMnO_4 concentrado como se hace con los ácidos?

Experiencia 2: Determinación de la concentración exacta del KMnO_4 preparado.

Debes traer los cálculos teóricos para el volumen de permanganato de potasio 0,02 M necesario para titular los 25 mL de oxalato de sodio, suponiendo que la concentración del oxalato es 0,05 mol/L (el valor exacto te será informado en el laboratorio con el cuál realizaras de nuevo el cálculo).

Lava la bureta y procede a curar y llenar con la disolución preparada de KMnO_4 . Prepara un sistema para calentamiento de la solución a titular (mechero, trípode y rejilla de metal).

Obtención del valor del blanco Determina el volumen de permanganato necesario para colorear con el primer tinte Rosado 25 mL de agua destilada acidificada con 15 mL H_2SO_4 3 mol/L. Emplea una hoja de papel blanco como fondo de forma que puedas detectar tempranamente el primer tinte rosado. Recuerdas que de ser el volumen de permanganato medible debes proceder a corregir los volúmenes de los puntos finales que determines.

Titulación/valoración de KMnO_4 con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Enciende el mechero y prepara para la titulación una fiola de 250 mL añadiendo una alícuota 25 mL de la disolución patrón de oxalato de sodio, empleando la pipeta volumétrica. Añade 15 mL de H_2SO_4 3 mol/L. Vierte desde la bureta en la fiola el 90% del volumen de KMnO_4 calculado para alcanzar el punto de equivalencia. Procede a calentar el líquido contenido en la fiola sin llegar al punto de ebullición (hasta que observes vapor y unas pequeñas burbujas).

Retira del fuego y procede a culminar la titulación hasta llegar al punto final. Repite el proceso tres veces más. Apaga el mechero, no lo usarás en la experiencia siguiente. Realiza el tratamiento estadístico de los datos y determina la concentración promedio del KMnO_4 con al menos 3 cifras significativas

Experiencia 3: Determinación de la concentración de una disolución problema de Fe^{2+}

Mide una alícuota de 25 mL de una disolución problema de sulfato ferroso que te será suministrada en el laboratorio. Recuerda anotar el número de tu muestra, deberás indicarlo en tu informe. Añade a la fiola de 3 a 5 mL de ácido fosfórico concentrado y 15 mL de ácido sulfúrico 3 mol/L. Usando la disolución de KMnO_4 valorada en la Experiencia 2, procede a titular la disolución problema por cuadruplicado. ¿ Porqué en este caso no es necesario calentar? ¿Cuál es el propósito de la adición de ácido fosfórico?

Bibliografía

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

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

PRÁCTICA 9 SERIE ELECTROMOTRIZ DE LOS METALES

Objetivos

Determinar experimentalmente la actividad de algunos metales en reacciones de óxido Reducción y compararla con su ubicación en la Serie Electromotriz.

Conocimientos previos requeridos para la realización de la práctica

- Se espera que para el inicio de las actividades de esta práctica el estudiante domine los siguientes puntos:
- Reacciones Oxido Reducción (Redox). Revisión de las reacciones redox y el balanceo de las ecuaciones químicas que las rigen.
- Celdas galvánicas, puntos básicos
- Potenciales estándar de reducción. ¿Qué significan? ¿Cómo se determinan?. Electrodo estándar de hidrógeno. Cómo utilizarlos para calcular la fuerza electromotriz (f.e.m.) de una celda. Espontaneidad de una reacción redox. Relación entre la f.e.m. y la constante de equilibrio. Termodinámica de las reacciones redox
- Serie electromotriz de los metales

Parte Experimental

Materiales y Reactivos

- 10 tubos de ensayo
- Cilindro graduado de 10 mL
- Vaso de precipitado de 50 mL
- Pinza para tubos de ensayo
- Metales: aluminio, cobre, estaño, hierro, magnesio, plomo, zinc.
- HCl 6 mol/L, agua destilada
- Disoluciones de nitratos 0,05 mol/L de: cobre(II), hierro(III), plata (I), mercurio (II), plomo(II) y zinc (II).

Notas de interés:

Previo a la realización del seminario debes realizar todos los cálculos de potenciales para cada una de las reacciones a realizar en esta práctica.

No debes desechar sólidos en el desagüe, deshazte de ellos en el bote de basura.

Al analizar los distintos experimentos notarás que es sumamente importante todas las observaciones que puedas realizar del aspecto inicial y final de las soluciones y sólidos que emplees en cada experimento, así como observar el desprendimiento de gases, cambios de color aspecto físico (texturas, colores). Investiga previo a la práctica los aspectos físicos de los metales que emplearas, compáralos con los suministrados en el laboratorio. Investiga también el color de las soluciones empleadas y de existir alguna coloración debes investigar que ión es responsable de dicha coloración.

Nota: Al ser todos estos experimentos son netamente cualitativos, no se requieren mediciones exactas del volumen de las soluciones empleadas ni de los pesos de los sólidos, ni el cuidado de curar los recipientes de medida. Es necesario que todo el material esté limpio y evitar la contaminación entre las distintas soluciones y sólidos que se emplean.

Experiencia 1: Reactividad de cobre metálico frente a disoluciones diversas

Vierte aproximadamente 2 mL de las siguientes disoluciones (0,05 mol/L) en diferentes tubos de ensayo limpios (escurridos pero no necesariamente secos): nitrato de cobre(II), nitrato de plata (I), nitrato de mercurio(II), nitrato de zinc (II), nitrato de hierro(III) y nitrato de plomo(II). Introduce un pequeño trozo de cobre metálico en cada uno de los tubos de ensayo, y observa lo ocurrido durante un lapso de al menos 10 minutos, anotando en tu cuaderno los cambios mientras van ocurriendo en una tabla similar a la mostrada.

Descarta toda las soluciones, teniendo el cuidado de extraer los sólidos y desecharlos adecuadamente. Tabula tus observaciones en un formato similar al mostrado a continuación.

Solución	Aspecto inicial del sólido	Aspecto inicial de la solución	Aspecto final del sólido	Aspecto final de la solución	Otras
nitrate de cobre(II)					
nitrate de plata (I)					
nitrate de mercurio(II),					
nitrate de zinc (II)					
nitrate de hierro(III)					
nitrate de plomo(II).					

Debes proceder a explicar cada una de tus observaciones sobre la base de las reacciones redox que pueden ocurrir de forma espontánea en las condiciones de trabajo.

Experiencia 2: Reactividad de zinc metálico frente a disoluciones diversas

Repita la experiencia anterior empleando Zn. Agrega un pequeño trozo de zinc metálico en cada uno de los tubos. Observa los recipientes constantemente durante al menos 10 minutos, anotando los cambios mientras vayan ocurriendo.

Experiencia 3: Reactividad de plomo metálico frente a disoluciones diversas

Repita el experimento anterior empleando Pb. Agrega un pequeño trozo de plomo metálico en cada uno de los tubos. Igualmente, observa lo ocurrido durante al menos 10 minutos, anotando los cambios que ocurran mientras vayan teniendo lugar.

Experiencia 4: Reactividad de hierro metálico frente a disoluciones diversas

Repita el experimento anterior con hierro metálico. Repita la experiencia, agregando en este caso un pequeño trozo de hierro metálico en cada uno de los

tubos, observando lo ocurrido durante al menos 10 minutos, e igualmente anotando los cambios que ocurran mientras vayan teniendo lugar.

Procede a realizar tu discusión y conclusiones sobre las observaciones realizadas de las experiencias 1 a 4.

Experiencia 5: Reactividad de diversos metales frente a ácidos

En siete tubos de ensayo limpios coloca trozos pequeños con masas aproximadamente iguales de los siguientes metales: zinc, estaño, aluminio, cobre, hierro, plomo, magnesio. Añade a cada uno de estos tubos 5 mL de HCl 6 mol/L. Observa cuidadosamente durante 5 minutos, anotando los resultados.

Algunos metales no reaccionan de inmediato con el ácido, continúa observando los tubos de ensayo durante al menos 5 minutos. Toca la zona exterior del fondo de los tubos y detecta si hay alguna variación apreciable de la temperatura.

Calienta suavemente, empleando un baño de agua, aquellas disoluciones que no presentaron reacción a temperatura ambiente.

Procede a ordenar los elementos de acuerdo a su reactividad frente al ácido.

El aluminio es conocido popularmente como un metal que "no se oxida". Sin embargo, observando la tabla de Potenciales de Reducción Estándar se encuentra que el aluminio es más fácil de oxidar que el hierro. ¿Porqué es mucho más común observar hierro oxidado que aluminio oxidado?

Experiencia 6: Reacción de un metal en agua

En dos tubos de ensayo limpios agrega cantidades aproximadamente iguales de magnesio metálico.

Añade 5 mL de agua en cada uno de los tubos. Calienta ligeramente uno de los tubos durante un 3 a 5 minutos, dejando el otro de ellos a temperatura ambiente. Mide el pH en cada uno de los dos tubos usando papel indicador universal. ¿Qué reacción ocurre en este caso?

Bibliografía

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

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