



Química: prácticas de laboratorio

Sagrario Torres Cartas
Susana Meseguer Lloret
Mónica Catalá Icardo
Carmen Gómez Benito



EDITORIAL
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Sagrario Torres Cartas
Susana Meseguer Lloret
Mónica Catalá Icardo
Carmen Gómez Benito

Química

prácticas de laboratorio

EDITORIAL
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Los contenidos de esta publicación han sido revisados por el Departamento de Química de la Universitat Politècnica de València

Colección Académica

Para referenciar esta publicación utilice la siguiente cita: TORRES CARTAS, S., MESEGUER LLORET, S., CATALÁ ICARDO, M. y GÓMEZ BENITO, C. (2015). *Química: prácticas de laboratorio*. Valencia: Universitat Politècnica de València

Primera edición, 2015 (versión impresa)
Primera edición, 2015 (versión electrónica)

© Sagrario Torres Cartas
Susana Meseguer Lloret
Mónica Catalá Icardo
Carmen Gómez Benito

© de la presente edición: Editorial Universitat Politècnica de València
distribución: Telf.: 963 877 012 / www.lalibreria.upv.es / Ref.: 6266_01_01_01

ISBN: 978-84-9048-414-2 (versión impresa)
ISBN: 978-84-9048-423-4 (versión electrónica)

Queda prohibida la reproducción, distribución, comercialización, transformación y, en general, cualquier otra forma de explotación, por cualquier procedimiento, de la totalidad o de cualquier parte de esta obra sin autorización expresa y por escrito de los autores.

Resumen

El objetivo de este texto es ofrecer un material completo que permita al lector comprender y desarrollar alguna de las técnicas más usuales en el laboratorio de Química. De esta manera, está especialmente indicado para el estudiante universitario de los primeros cursos. Cada uno de los capítulos del libro comienza con una introducción al marco teórico que se va a tratar, que desemboca en la resolución de un caso práctico en el laboratorio. Junto con esto, al finalizar cada capítulo se plantea al lector una serie de cuestiones que le permiten constatar tanto si es capaz de extraer conclusiones a partir de los experimentos desarrollados, como si ha comprendido el porqué de los pasos seguidos.

Las autoras han considerado que la validez del texto, como buena herramienta de laboratorio, depende de que haya tanto un tratamiento teórico suficiente, como una descripción minuciosa de los reactivos y materiales necesarios y de los pasos a seguir.

La comprensión de los temas no requiere que el usuario disponga de habilidades previas, ya que comienza tratando las operaciones básicas de laboratorio (pesada y medida de volumen), y se describe el material de laboratorio y su adecuado manejo.

El orden en que se presenta el texto es el que se ha considerado más adecuado con la forma en que se suelen tratar los temas en los cursos habituales de química general, pero se pueden alterar en función de la formación de los estudiantes.

Además de los temas básicos iniciales, vertebrados alrededor de la preparación de disoluciones, se proponen aplicaciones prácticas relacionadas con la velocidad con la que se desarrolla una reacción. A continuación se trata la idea del equilibrio químico y la forma habitual de expresarlo con la constante de equilibrio. Dentro de las distintas clases de reacciones, se abordan las que se dan entre ácidos y bases, dedicando atención a las formas en que se mide un parámetro asociado a este tipo de compuestos, el pH, y a las disoluciones amortiguadoras del pH.

También es importante conocer técnicas de medida de la concentración de un compuesto en una muestra. Se introducen las volumetrías, mediante dos aplicaciones prácticas, y la técnica del calibrado. Ésta última permite determinar la concentración de un compuesto en una muestra a través, por ejemplo, de la medida de la cantidad de color de una disolución.

La intención de poner al alcance en un solo texto toda la información necesaria para el manejo en el laboratorio ha requerido la incorporación de unos anexos que complementan alguna de las prácticas, con las normas de seguridad y gestión de residuos, un ejemplo de disoluciones amortiguadoras de pH básico e instrucciones para el uso de una hoja de cálculo.

Ante todo, el interés más profundo de las autoras al preparar el texto ha sido transmitir el gusto por el trabajo de laboratorio, ése que ha permitido a lo largo del tiempo medir, verificar y, en definitiva, hacer de la química una herramienta útil para otras disciplinas.

10 de septiembre de 2015

Sagrario Torres Cartas
Susana Meseguer Lloret
Mónica Catalá Icardo
Carmen Gómez Benito

Índice general

Resumen	III
Índice general	V
1 Preparación de disoluciones	1
1.1 Objetivos	1
1.2 Introducción	2
1.2.1 Normas de seguridad y gestión de residuos	2
1.2.2 Reactivos de laboratorio y disoluciones.	2
1.2.3 Material de laboratorio para la preparación de disoluciones	5
1.2.4 Operaciones básicas del laboratorio.	9
1.2.5 Cálculos habituales en la preparación de disoluciones	17
1.3 Caso práctico.	25
1.3.1 Material y reactivos	25
1.3.2 Disoluciones que se han de preparar en el laboratorio.	26
1.3.3 Cuestiones y resultados	29
2 Cinética de los procesos químicos	31
2.1 Objetivos	31
2.2 Introducción	32
2.2.1 Velocidad de una reacción	32
2.2.2 Ecuación diferencial de velocidad	33
2.2.3 Deducción de la ecuación diferencial de velocidad a partir de datos experimentales	33
2.2.4 Determinación de la energía de activación de una reacción química	36

2.3 Caso práctico	37
2.3.1 Material y reactivos	38
2.3.2 Determinación de la velocidad media de reacción. Factores que afectan a la velocidad	39
2.3.3 Determinación de los parámetros de la ecuación diferencial de velocidad para la reacción entre bisulfito y yodato.	41
2.3.4 Determinación de la energía de activación	44
2.3.5 Cuestiones y resultados	46
3 Equilibrio ácido-base: medida de pH y determinación de constantes de equilibrio	49
3.1 Objetivos	49
3.2 Fundamento teórico	50
3.2.1 Definición de pH	50
3.2.2 Ácidos y bases fuertes y débiles. Equilibrios ácido-base	52
3.2.3 Determinación experimental de la constante de equilibrio	55
3.2.4 Medida del pH: indicadores químicos, papel indicador y pH-metro	58
3.3 Caso práctico	64
3.3.1 Material y reactivos	64
3.3.2 Medida del pH mediante indicadores químicos, papel indicador y pH-metro	65
3.3.3 Determinación de las constantes de equilibrio del ácido acético y del amoníaco	67
3.3.4 Cuestiones y resultados	68
4 Comportamiento ácido-base de las sales y de las disoluciones tampón	71
4.1 Objetivos	71
4.2 Introducción	72
4.2.1 Disolución e hidrólisis de las sales	72
4.2.2 Clasificación de las sales.	72
4.2.3 Ejemplos de sales y sus reacciones de hidrólisis.	74
4.2.4 Disoluciones amortiguadoras del pH	76
4.2.5 Ejemplo de tampón de pH ácido.	78
4.2.6 Preparación experimental de una disolución amortiguadora	82
4.2.7 Capacidad amortiguadora.	83
4.3 Caso práctico	84
4.3.1 Material y reactivos	84

4.3.2 Comportamiento de las sales en disolución	85
4.3.3 Preparación de la disolución amortiguadora del pH	86
4.3.4 Capacidad amortiguadora.	87
4.3.5 Cuestiones y resultados	88
5 Determinación de la concentración por espectroscopía	91
5.1 Objetivos	91
5.2 Introducción	92
5.2.1 El espectrofotómetro: medida de la absorbancia	92
5.2.2 Relación entre concentración y absorbancia (color)	93
5.2.3 Espectro de absorbancia.	94
5.2.4 Obtención de la recta de calibrado mediante el espectrofotómetro	95
5.3 Caso práctico.	100
5.3.1 Material y reactivos	100
5.3.2 Determinación de la concentración de una disolución problema de dicromato	100
5.3.3 Preparación de la disoluciones patrón de $K_2Cr_2O_7$ del calibrado.	101
5.3.4 Preparación de la disoluciones problema dicromato	102
5.3.5 Medida de la absorbancia.	102
5.3.6 Cuestiones y resultados	103
6 Determinación de la constante de equilibrio	105
6.1 Objetivos	105
6.2 Introducción	106
6.2.1 El equilibrio químico.	106
6.2.2 Determinación de la constante de equilibrio.	108
6.2.3 Ejemplo de determinación de la constante de equilibrio.	109
6.3 Caso práctico.	113
6.3.1 Material y reactivos	113
6.3.2 Preparación de los patrones de calibración	114
6.3.3 Preparación de las disoluciones problema	114
6.3.4 Proceso a seguir para determinar la constante de equilibrio	115
6.3.5 Cuestiones y resultados	116

7	Volumetría de formación de complejos: determinación de la dureza del agua	119
7.1	Objetivos	119
7.2	Introducción	120
7.2.1	Concepto de volumetría	120
7.2.2	Procedimiento general de valoración	122
7.2.3	Características del reactivo valorante	124
7.2.4	Equilibrios de formación de iones complejos	125
7.2.5	Dureza del agua	126
7.2.6	Determinación de la dureza del agua mediante una valoración complejométrica	127
7.3	Caso práctico	131
7.3.1	Material y reactivos	132
7.3.2	Determinación de la dureza en Ca^{2+} : dureza parcial	132
7.3.3	Determinación de la dureza en Ca^{2+} y Mg^{2+} : dureza total	133
7.3.4	Cuestiones y resultados	133
8	Volumetría redox: análisis de hierro (II)	137
8.1	Objetivos	137
8.2	Introducción	138
8.2.1	Reacciones redox	138
8.2.2	Ajuste de reacciones redox	138
8.2.3	Valoraciones redox	141
8.2.4	Valoración redox para la determinación de la concentración de Fe(II) en una muestra de fertilizante	141
8.3	Caso práctico	145
8.3.1	Material y reactivos	145
8.3.2	Preparación de una disolución problema de fertilizante	146
8.3.3	Determinación de la concentración de Fe^{2+} con MnO_4^-	146
8.3.4	Determinación de la concentración de Fe^{2+} con $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	147
8.3.5	Cuestiones y resultados	147
A	Normas de seguridad y gestión de residuos	149
A.1	Normas de seguridad	149
A.1.1	Procedimientos de actuación en caso de accidente	151
A.2	Gestión de residuos	152

B	Ejemplo de disolución amortiguadora de pH básico	155
B.1	Disolución amortiguadora de ión amonio/amoniaco	155
B.1.1	Efecto de la adición de una base a la disolución tampón de ión amonio/amoniaco	157
B.1.2	Efecto de la adición de ácido a la disolución de ión amonio/amoniaco . . .	158
C	Ajuste por mínimos cuadrados	161
C.1	Ejemplo práctico	162
	Bibliografía	169
	Índice alfabético	171

Práctica 1

Preparación de disoluciones

En esta práctica se describen los tipos de reactivos químicos que existen en el laboratorio en función de la calidad, y se detalla el material de laboratorio más común. Además, se describen las operaciones básicas y los cálculos necesarios para la preparación de disoluciones aproximadas y exactas.

1.1 Objetivos

Los objetivos de esta práctica son los siguientes:

- Distinguir distintos tipos de reactivos químicos según su calidad.
- Aprender qué es una disolución.
- Identificar el material más adecuado para la preparación de disoluciones de concentración aproximada y exacta.
- Manejar el material adecuado para la preparación de disoluciones de concentración aproximada y exacta, a partir de reactivos sólidos, reactivos líquidos y disoluciones.
- Realizar los cálculos relacionados con la preparación de disoluciones

1.2 Introducción

1.2.1 Normas de seguridad y gestión de residuos

Los organismos públicos establecen normas de seguridad y gestión de residuos. A modo de ejemplo, se resumen en el Apéndice A las Normas de seguridad y Gestión de Residuos en los laboratorios de la UPV. Es muy importante leer esta información antes de iniciar el trabajo en el laboratorio.

1.2.2 Reactivos de laboratorio y disoluciones

Un *reactivo* químico es una sustancia que se comercializa con diferentes grados de pureza (o riqueza).

Hay reactivos sólidos (figura 1.1) y líquidos (figura 1.2), y un mismo producto puede comercializarse con diferentes calidades. Los grados de calidad, en orden creciente de pureza, son los siguientes:

- Puro (PR)
- Purísimo (PRS)
- Para análisis (PA)

Además, se pueden encontrar calidades específicas para algunas técnicas analíticas, como: Cromatografía Líquida (grado HPLC), Ultravioleta Infrarrojo (grado UVIR), etc.

Existe un grupo de compuestos de alta pureza denominados *sustancias patrón tipo primario (sptp)* que se utilizan como patrones en técnicas de análisis químico como, por ejemplo, las volumetrías y las colorimetrías. Estos compuestos tienen unas características especiales: son reactivos sólidos de composición conocida (se conoce su estructura y elementos que lo componen), con elevada pureza (cercana al 100%), estables a temperatura ambiente, poco higroscópicos y con un peso equivalente grande. En el laboratorio estos reactivos se conservan normalmente protegidos de la humedad ambiente en el desecador. Algunos de los sólidos empleados como sptp son el dicromato potásico, carbonato sódico, ftalato ácido de potasio y el ácido etilendiamino tetraacético (EDTA).

A partir de los reactivos comerciales se suelen preparar *disoluciones*. Una disolución es una mezcla homogénea de dos o más compuestos. Se denomina *soluto* al compuesto (o compuestos) de interés, que normalmente es minoritario en la disolución, y *disolvente* al compuesto (o compuestos) que se emplean como medio para disolver el soluto, que generalmente será agua destilada o desionizada.



Figura 1.1: reactivos sólidos



Figura 1.2: reactivos líquidos

La *concentración* de la disolución expresa la cantidad de soluto que hay en un volumen o masa de disolución o disolvente .

Si bien se comercializan algunas disoluciones ya preparadas (disoluciones valoradas, disoluciones tampón, etc.), la *preparación de una disolución* es una de las operaciones que se realizan con mayor frecuencia en un laboratorio químico (1.2.4).

En función de las necesidades del experimento, se decidirá qué disolución se ha de preparar y cuál es la calidad de reactivo apropiada en cada caso, con el objetivo de obtener el mejor resultado al menor coste posible.

La etiqueta de un reactivo

En la etiqueta de un frasco de reactivo aparece la riqueza del mismo y otra información de interés. En la figura 1.3 se muestra un ejemplo de la etiqueta de un frasco de reactivo con la siguiente información:

- Nombre del compuesto, calidad y aplicaciones
- Fórmula química
- Masa molecular
- Riqueza (o Pureza)
- Impurezas
- Densidad (sólo en los reactivos líquidos)

- Pictogramas de seguridad [Agencia Europea para la Seguridad y la Salud en el Trabajo.]
- Frases de Riesgo (R) y de Seguridad (S) [Instituto Nacional para la Salud e Higiene en el Trabajo]



Figura 1.3: ejemplo de la etiqueta de un reactivo sólido de la casa comercial Panreac. Imagen extraída de la ‘Guía de Operaciones Básicas en Análisis Químico, Farmacéutico y Medioambiental’ de la Universidad de Valencia (www.uv.es/gammmmm/)

De toda la información que aparece en la etiqueta de un reactivo, la *masa molecular*, la *riqueza* y la *densidad* (esta última sólo en el caso de un reactivo líquido) son los datos necesarios para la realización de los cálculos previos a la preparación de una disolución.

Manejo de los reactivos

Cuando se trabaja con un reactivo se deben tomar una serie de precauciones. Para saber qué tipo de precauciones hay que tomar relacionadas con la seguridad se deben mirar las frases de riesgo y seguridad en la etiqueta de los reactivos.

Además, existen otras precauciones que se han de tener en cuenta para evitar que exista contaminación de los reactivos y obtener buenos resultados. Entre ellas se encuentran las siguientes:

- Una vez se ha sacado una cantidad de reactivo de su frasco, *nunca se devuelve al frasco original*, para evitar que se contamine el contenido del mismo: *¡Nunca podemos estar 100 % seguros de la limpieza de la espátula o del resto de material empleado!*

- Se ha de tapar el recipiente del reactivo inmediatamente después de usarlo, para evitar que se contamine o que se degrade. También es importante no intercambiar las tapas de los botes de reactivos.
- Se han de *mantener limpios* los *estantes* en los que se almacenan los reactivos y las *balanzas*, tanto para alargar la vida del material de laboratorio como para obtener buenos resultados. Por tanto, cualquier producto derramado *se ha de limpiar inmediatamente*.

1.2.3 Material de laboratorio para la preparación de disoluciones

El material de laboratorio empleado para la preparación de una disolución varía en función de si se desea preparar una disolución de concentración exacta o aproximada. El material de laboratorio se clasifica como:

- Material no volumétrico
- Material volumétrico
 - Aproximado
 - Exacto

Material no volumétrico

El material no volumétrico se emplea cuando no se requiere medir un volumen. Algunos de los utensilios de laboratorio no volumétricos son:

- *Vidrio de reloj* (figura 1.4) y *pesa sustancias* de vidrio (figura 1.5) o de plástico (figura 1.6) para pesar sólidos en una balanza.
- *Espátulas* (figura 1.7) para extraer los reactivos sólidos de los frascos contenedores.
- *Cuentagotas* (figura 1.8) para añadir pequeñas cantidades de un líquido.
- *Frasco lavador* (figura 1.9) que contiene el agua destilada.
- *Varillas de vidrio* (figura 1.10) o *Imanes agitadores* (figura 1.11) para agitar disoluciones y disolver reactivos sólidos en el disolvente.
- *Propipetas* (figura 1.12) para succionar un líquido con la pipeta.



Figura 1.4: vidrio de reloj.



Figura 1.5: pesa sustancias de vidrio.



Figura 1.6: pesa sustancias de plástico.



Figura 1.7: espátulas.



Figura 1.8: cuentagotas.



Figura 1.9: frasco lavador.



Figura 1.10: varillas.



Figura 1.11: imanes agitadores.



Figura 1.12: propipetas.



Figura 1.13: vasos de precipitados de vidrio pyrex.



Figura 1.14: probetas.



Figura 1.15: matraz Erlenmeyer.

Material volumétrico aproximado

El material volumétrico *aproximado* se utiliza para medir volúmenes con una precisión baja. Éste incluye *vasos de precipitados* (figura 1.13), *probetas* (figura 1.14) y *matraces Erlenmeyer* (figura 1.15), que tienen unas marcas que indican el volumen de forma aproximada.

Los vasos de precipitados pueden ser de vidrio o plástico, y tener forma alta o forma baja. Se utilizan para preparar disoluciones aproximadas y también para medir volúmenes aproximados con una precisión baja. Los vasos de vidrio pyrex se pueden calentar.

Las probetas son tubos cilíndricos acabados en un pico, que facilita el vertido de los líquidos, y con una amplia base, que les permite mantenerse verticales. En una probeta no deben verterse líquidos calientes, ni calentarse por encima de la temperatura ambiente ya que se dilatan si son de vidrio o se deforman si son de plástico, y pierden el calibrado. La precisión de las probetas es mejor que la de los vasos de precipitados, aunque se considera material volumétrico de precisión baja.

Los matraces Erlenmeyer son recipientes de vidrio de forma troncocónica. La precisión para la medida de un volumen con este material es muy baja. Sin embargo, debido a su forma, son muy útiles para realizar la evaporación controlada de un líquido o para realizar mezclas con agitación minimizando el riesgo de pérdidas, por lo que se utilizan en las volumetrías (ver capítulo 7).

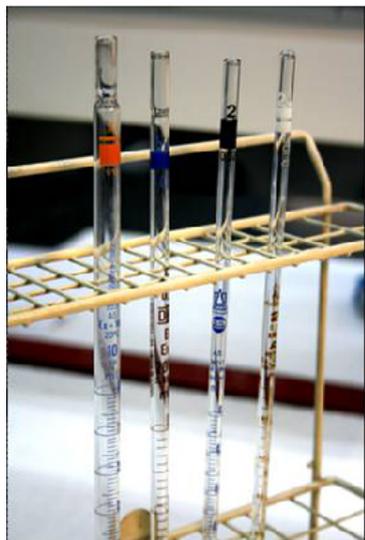


Figura 1.16: pipetas graduadas.



Figura 1.17: pipetas aforadas.

Material volumétrico exacto

El material volumétrico *exacto* es generalmente de vidrio, y se utiliza para la medida de volúmenes con una precisión elevada. Este material incluye *pipetas graduadas* (figura 1.16), *pipetas aforadas* (figura 1.17), *micropipetas* (figura 1.18) y *matraces aforados* (figura 1.19), y su precisión viene impresa en el mismo material.

Mientras que las pipetas graduadas se emplean para medir cantidades variables de líquidos, las pipetas aforadas sólo permiten medir un volumen fijo.

Un matraz aforado es un recipiente de fondo plano con forma de pera que tiene un cuello largo y delgado, y se utiliza para preparar volúmenes exactos de disoluciones de concentración conocida. La marca grabada en el cuello, denominada *línea de enrase*, indica el volumen de líquido contenido a una temperatura definida, y señala la cantidad de disolvente que se ha de añadir para alcanzar el volumen indicado en el matraz.

Se ha de resaltar que el material volumétrico está calibrado para trabajar a temperatura ambiente, y no se puede calentar ni enfriar porque se descalibra.

Para seguir leyendo haga click aquí