

Práctica N° 1. La Filtración.

La filtración es un proceso por el cual conseguimos la separación de dos componentes de un sistema, uno de los cuales deberá de ser un sólido en suspensión que está en fase líquida.

– Tipos de filtración.

Las filtraciones pueden ser de tres tipos:

1ª.– Filtración ordinaria. Es la que se utiliza tan solo el papel de filtro y el embudo.

2ª.– Filtración en caliente. Se realiza igual que la ordinaria, salvo que se filtran los componentes en caliente para evitar que se separen las sustancias que están disueltas.

3ª.– Filtración por succión. Consiste en producir un vacío que succione a la disolución. Éste es el método más rápido, ya que se utilizan unos embudos especiales, llamados embudo Buchner o crisoles Gooch. Éstos embudos son de porcelana y están provistos de una placa perforada.

1ª.– Filtración ordinaria y en caliente.

Para esta filtración existen dos tipos de filtros: filtro de cono y filtro de pliego.

Para construir un filtro de cono se corta un cuadrado de papel de filtro, que tenga de lado el doble de la profundidad del embudo. Se dobla en cuatro partes, y se corta de modo que se forme un arco de un extremo a otro. Lo abrimos en forma de cono de tal manera que una mitad tenga tres partes del grueso del papel. Ajustamos el cono de papel al embudo. Para que el filtro se quede bien adherido a las paredes del embudo se humedecen con un poco de agua destilada.

El procedimiento para realizar un filtro de pliego es en un principio el mismo que el de cono. Cuando se tenga hecho éste, se dobla por la mitad, lo desdoblamos, con lo que el semicírculo estará dividido en cuatro partes. Doblamos que cuarto a su vez en una nueva mitad, con lo que lo tendremos dividido en ocho partes. Volvemos a repetir dicha operación, y a continuación lo abriremos sin desplegarlo y lo ajustaremos al embudo.

Una vez construido el filtro y colocado en el embudo, lo ponemos en un soporte colocando debajo un Erlenmeyer para recoger el líquido filtrado. Y por último vertemos la solución para comenzar a su filtración.

2ª.– Filtración por succión.

Para que se produzca el vacío utilizamos trompas de agua, que colocadas en un matraz especial, llamado Kitasato, hace succionar el aire del matraz, obligando al líquido que queremos filtrar que baje más rápidamente.

Para la colocación del papel de filtro, basta con recortarlo en forma de círculo (forma del embudo Buchner), y ajustarlo bien a la placa del embudo. Para ello se humedece con agua destilada. Vertimos el líquido a filtrar, y cuando se termine la filtración, cerramos la trompa de agua, para que no entre agua en el matraz.

– Procedimiento.

Hacemos una disolución de 25 c.c. de nitrato de plomo (II) con otros 25 c.c. de yoduro de potasio, con lo que se formará un precipitado de yoduro de plomo (II), en estado sólido de color amarillo, más nitrato de plata:



25 ml 25 ml amarillo

Una vez hecha la disolución, comenzaremos la filtración vertiendo el líquido en el embudo, ya sea con el filtro de cono, de pliegues o con el embudo Buchner.

– Resultados.

Medimos el tiempo que tardaba la disolución en filtrarse:

Tipos de filtro	Tiempo de filtración
F. de cono	06'37''66
F. de pliegues	04'17''81
F. tipo Buchner	00'29''77

Observamos una disminución del tiempo según sea una filtración u otra. La de cono es más lenta ya que la capacidad de superficie de absorción es menor que en la de pliegues. Sin embargo, la filtración por succión es tan rápida debido a que se crea un vacío de aire, por lo que éste absorbe al líquido haciendo que traspase el filtro con mayor rapidez.

– Material y reactivos.

- Probeta graduada. – Kitasato o matraz de filtración.
- Vaso de precipitados. – Nuez.
- Embudo. – $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
- Embudo Buchner – KI
- Papel de filtro
- Matraz Erlenmeyer.
- Soporte.
- Aro.
- Trompa de agua.
- Varilla de vidrio.

Práctica N° 2. Extracción.

La extracción es una operación que tiene por objeto separar una sustancia del material sólido o líquido que la contiene, teniendo así una sustancia más pura mediante el uso de un disolvente inmiscible con el material.

La extracción puede ser continua, que se realiza automáticamente, o discontinua, que se realiza manualmente.

– Ley de reparto.

Cuando la extracción se realiza con dos líquidos, es decir,

$$\frac{C_B}{C_A} = K$$

líquido-líquido, el compuesto se encuentra disuelto en un disolvente A y para extraerlo se emplea un disolvente B, los cuales deben ser inmiscibles. A y B, al ser agitados, se distribuyen entre ambas capas de acuerdo con sus respectivas solubilidades. A la relación que guardan las concentraciones de soluto de cada disolvente se le denomina coeficiente de distribución. Con lo que si C_A es la concentración en gramos del compuesto en el disolvente A, y C_B es la concentración del mismo en el disolvente B:

donde K es el coeficiente de distribución.

Para un caso general, la fórmula que expresa un proceso de extracción se deduce suponiendo que:

S: gramos de soluto en A.

V_B : volumen de B.

V_A : volumen de A.

$$\frac{X}{V_B} = C_B$$
$$\frac{S - X}{V_A} = C_A$$

X: gramos de soluto extraído.

Después de una extracción la concentración de S en A y en B será:

Con lo que según la relación anterior entre C_A y C_B , tenemos que:

$$X = \frac{K V_B S}{V_A + K V_B}$$

De lo que se deduce que es mejor dividir el disolvente extractor B en varias porciones, en lugar de hacerlo de una sola extracción.

– Tipos de extracciones.

Hay tres tipos de extracciones:

1ª.- Simple.

La extracción simple consiste en hacer la extracción de una sola vez, es decir, decantando todo el volumen del disolvente A con el B. Al terminar la extracción, se comprueba si la disolución todavía contiene disolvente.

2ª.- Múltiple.

Por el contrario, en la extracción múltiple vamos decantando poco a poco el volumen de B con respecto al de A, con lo que según la fórmula anteriormente deducida, tendrá un mayor porcentaje de extracción, que comprobaremos añadiendo un indicador.

3ª.- Sublimación.

Este método se emplea para la separación y purificación de sustancias, consistiendo en calentar sustancias sólidas que pasan directamente al estado de vapor y de nuevo al condensarse los vapores pasan a la forma sólida. Algunas veces se hace la sublimación a presión reducida para que no se descomponga el cuerpo.

– **Procedimiento.**

Tomamos 30 c.c. de Yodo en disolución acuosa y 20 c.c. de Tetracloruro de Carbono, y realizamos la extracción:

1ª.- Simple: Introducimos los 30 y los 20 c.c. de Yodo y Tetracloruro de Carbono en el embudo de decantación. El contenido se vuelve de un color violeta. Decantamos durante 3–4 minutos, dejando escapar los vapores producidos en el interior del embudo cada 20 segundos. Al ponerlo sobre el soporte observamos que ambos líquidos se separan, quedando en la parte superior el Tetracloruro de Carbono con el Yodo, de un color malva intenso, y en la parte inferior agua, algo turbia.

Extraemos el agua, y depositamos la disolución de Tetracloruro de Carbono con Yodo en un Erlenmeyer. Para comprobar si queda o no Yodo en el agua que hemos decantado, le añadimos unas gotas de almidón, con lo que el agua su vuelve de un color azul, lo que nos indica que aún quedaba Yodo en el agua.

2ª.- Múltiple: Realizamos la misma operación anterior, pero en vez de echar todo el volumen de Tetracloruro, vamos añadiéndolo de 5 c.c. en 5 c.c. hasta acabar los 20 c.c. que cogimos en un principio. Cuando vamos extrayendo el tetracloruro de carbono con yodo en los niveles intermedios, observamos que el color de la disolución va desde un color malva intenso (en la primera extracción) hasta un malva muy claro (en la última extracción).

Cuando terminamos de decantar y extraer todo el volumen de Tetracloruro de Carbono, le añadimos unas gotas de almidón al agua que obtenemos y observamos que el color del agua no varía, con lo que se deduce que no queda cloro en ella.

– **Resultados.**

Observamos que la extracción múltiple, a pesar de ser más lenta y más trabajosa, es mucho más efectiva que la extracción simple, obteniendo un mayor porcentaje de resultados.

– **Material y reactivos.**

– Aro. – CCl_4

– Soporte. – I + H_2O

– Embudo de separación – Indicador (almidón).

o de decantación.

– Matraz Erlenmeyer.

– Probeta graduada.

– Nuez.

Práctica N° 3. Destilación.

La destilación es el método más frecuente para la purificación de líquidos. Se utiliza para separar un líquido de sus impurezas no volátiles, o de dos líquidos que tengan diferentes puntos de ebullición.

– Tipos de destilación.

Existen cuatro tipos de destilación: sencilla, fraccionada, al vacío o presión reducida, y por arrastre de vapor:

1ª.- Destilación sencilla.

Este tipo de destilación se utiliza para líquidos que tengan una alta diferencia entre sus puntos de ebullición (más de 80° C de diferencia). Por lo que no será muy efectiva con sustancias que tengan sus puntos de ebullición próximos. Para obtener mejores resultados, es conveniente realizar la destilación repetidas veces, cuando los puntos de ebullición estén entre 80° C y 30° C de diferencia. Para puntos menores se recomienda la destilación fraccionada.

2ª.- Destilación fraccionada.

La destilación fraccionada es el resultado de una serie de pequeñas separaciones sin tener que hacerlas una por una, sino de forma continua. La diferencia con la destilación simple es que posee una columna de destilación, que proporciona una gran superficie para el intercambio de calor, entre el vapor ascendente y el condensado descendente.

Esto da lugar a una serie de condensaciones y evaporaciones parciales a lo largo de la columna, por lo que la temperatura de ebullición del vapor que llega al final de la columna es componente de punto de ebullición bajo puro.

Existen varios tipos de columnas de destilación: la **columna sencilla** rellena, que está rellena de pequeños trozos de cristal para que se condense el vapor ascendente; la **columna de Vigreux**, tiene una serie de hendiduras para aumentar la superficie; el **tubo de Young**, posee una espiral de vidrio o metal enrollados en una varilla vertical; y la **columna de platos**, está provista de pequeños estrechamientos en los que se recoge líquido condensado a intervalos regulares. Estas columnas equivalen a realizar cientos de destilaciones sencillas separadas.

3ª.- Destilación al vacío.

La temperatura de ebullición de un líquido queda influenciada por la presión que soportan. Si la presión disminuye, la temperatura de ebullición también disminuye.

Si se opera a presión reducida se puede destilar a temperaturas más bajas y permite realizar la destilación de sustancias que se descomponen cuando se calientan a su temperatura normal de ebullición.

4ª.- Destilación por arrastre de vapor.

Es una técnica utilizada para la separación de sustancias insolubles en agua y ligeramente volátiles de otros productos no volátiles mezclados con ellas. El arrastre en corriente de vapor hace posible la purificación de muchas sustancias de punto de ebullición elevado mediante una destilación a baja temperatura. Es muy útil para sustancias que hierven por encima de 100° a la presión atmosférica y se descomponen en su punto de ebullición o por debajo de éste..

$$P = p_1 + p_2 + p_3 + \dots + p_n$$

Los vapores saturados de los líquidos inmiscibles, siguen la *Ley de Dalton* sobre las presiones parciales, que demuestra que cuando varios gases o vapores, que no reaccionan entre sí, se mezclan a temperatura constante, cada gas ejerce la misma presión que si estuviera solo y la suma de las presiones parciales de cada uno es igual a la presión total del sistema, es decir:

Al destilar una mezcla de dos líquidos inmiscibles su punto de ebullición será la temperatura a la cual la suma de las presiones de vapor es igual a la atmosférica. Esta temperatura será inferior al punto de ebullición del componente más volátil. Si uno de los líquidos es agua y si se trabaja a la presión atmosférica, se podrá separar un componente de mayor punto de ebullición de 100° C.

Cuando se destila una mezcla de líquidos inmiscibles el punto de ebullición de la mezcla permanece constante hasta que uno de los componentes ha desaparecido completamente. La proporción de los componentes de vapor que destile depende de la presión de vapor de cada uno de ellos.

$$P_t = p_A + p_B$$

La composición del vapor se puede calcular suponiendo que se puedan aplicar las leyes de los gases, tenemos que el número de moléculas de cada componente en el vapor será proporcional a su presión parcial de vapor. Por tanto, si p_A y p_B son las presiones de vapor de dos líquidos A y B en el momento que hierve la mezcla, la presión parcial es:

$$\frac{n_A}{n_B} = \frac{p_A}{p_B}$$

y como la presión de un gas depende del número de moléculas que tiene, entonces la composición del vapor está dada por:

dónde n_A y n_B son el número de moles de las dos sustancias en determinado volumen de la fase de vapor, y siendo:

$$\frac{g_A}{g_B} = \frac{M_A \cdot p_A}{M_B \cdot p_B}$$

$$n_A = \frac{g_A}{M_A}$$

$$n_B = \frac{g_B}{M_B}$$

Dónde g es el peso de la sustancia en un volumen determinado de vapor y M su peso molecular, entonces queda que:

Esta ecuación nos revela la utilidad de la destilación por arrastre de vapor, ya que entre más pequeño sea el producto $M_A \cdot p_A$, mayor será el valor de g_B , y como el agua tiene un peso molecular muy bajo (18) y una presión de vapor moderada, el valor de $M_A \cdot p_A$ es bajo, lo cual permite separar sustancias de peso molecular elevado y baja presión de vapor. Así, se puede incrementar la proporción del componente de mayor punto de ebullición en el destilado, elevando la presión de vapor del agua.

– Procedimiento.

Tomamos 100 c.c. de metanol acuoso. Lo metemos en un matraz con unos trácitos de porcelana porosa para que no haya saltos en el punto de ebullición debido al aumento de presión causado por las burbujas, y lo calentamos:

1ª.- Sencilla:

En la destilación sencilla la temperatura de inicio fue 64°, obteniéndose así 8,5 ml de metanol puro, hasta 73° (aprox.). A partir de esta temperatura se obtiene metanol-agua.

Temperatura	64-72	72-74	74-76	76-78	78-80	80-82	82-84	84-86	86-88	88-90	90-92
Volumen	0	8,5	39	49	51	52	54	54	55	58	59

2ª.- Fraccionada:

La temperatura de inicio de la destilación fue 64° (aprox.), obteniéndose así un volumen de 60 ml de metanol puro, quedando el resto como metanol-agua, y agua.

Temperatura	64-66	66-68	68-70	70-72
Volumen	0	7	40	60

– **Material y reactivos.**

- Plataforma elevadora. – Metanol al 60%.
- Manta de calefacción.
- Matraz esférico.
- Colector acodado.
- Adaptador para termómetro.
- Refrigerante.
- Colector de fracciones.
- Grapas.
- Columna de fraccionamiento (para la destilación fraccionada).
- Termómetro.
- Manguera.
- Probeta graduada.

Práctica N° 4. Preparación de reactivos.

Tenemos que preparar unas soluciones de una determinada concentración, para poder trabajar con ellas en el laboratorio.

– **Preparación de reactivos cuando la sustancia es un sólido.**

- Sabiendo la cantidad y concentración que vamos a necesitar, calculamos la cantidad de reactivo que sería necesario.
- Una vez calculada, se pesa en la balanza.
- Se trasvasa a un vaso de precipitado y se añade algo de agua destilada hasta su disolución total.
- Luego se pasa a un matraz aforado.

- Se lava el vaso de precipitado donde se realizó la disolución con un poco de agua destilada y se añade al matraz aforado.
- Finalmente, se añade agua destilado hasta enrasar el matraz.

– **Preparación de reactivos cuando la sustancia está en disolución.**

- Se calcula la cantidad necesaria de disolución concentrada.
- Se mide la cantidad en una bureta, pipeta o probeta, y se pasa dicho volumen a un matraz aforado.
- Se lava el instrumento de medida con agua destilada y se incorpora al matraz aforado.
- Añadir agua destilada hasta enrasar el matraz.

Problemas.

$$N = M \cdot V \quad M = 3M = \frac{n \text{ moles}}{V(l)} \quad n \text{ moles} = 3 \frac{m}{l} \quad 0.05l = 0.15 \text{ moles}$$

$$n = \frac{g}{P(m)} \quad g = 0.15 \text{ moles} \cdot 63 \frac{g}{m} = 9.45 g \text{ de } HNO_3$$

$$\frac{60g}{9.45g} = \frac{100g}{x}; x = 15.75 g \text{ impuros} \quad d = \frac{m}{V} \quad V = \frac{15.75g}{1.38 \frac{g}{cc}} = 11.41 cc$$

1°. Preparar 50 c.c. de disolución HNO₃ 3N a partir de HNO₃ del 60% de g/cc. Datos: P(m): N= riqueza y d = 1.3814; O=16; H=1.

$$N = M \cdot V \quad M = 0.1M = \frac{n \text{ moles}}{V(l)} \quad n \text{ moles} = 0.1 \frac{m}{l} \quad 0.25l = 0.025 \text{ moles}$$

$$n = \frac{g}{P(m)} \quad g = 0.025 \text{ moles} \cdot 36.5 \frac{g}{m} = 0.9125 g \text{ de } HCl$$

$$\frac{35g}{0.9125g} = \frac{100g}{x}; x = 2.607 g \text{ impuros} \quad d = \frac{m}{V} \quad V = \frac{2.607g}{1.18 \frac{g}{cc}} = 2.209 cc$$

2°. Preparar 250 c.c. de disolución HCl 0.1N a partir de HCl del 35% de riqueza y d = 1.18 g/cc.

– **Material y reactivos.**

– Matraz aforado. – HCl

– Espátulas. – NaOH

– granatorias.

– Balanzas.

– analítica.

– Frasco cuentagotas.

– Probeta.

– Vaso de precipitados.

Esquema de separación del grupo primero

Disolución. Contiene restos de grupos.

Ag + AgCl

Pb 2+ + HNO₃ + HCl PbCl₂ filtrar

Hg₂2+ 2-4 gotas 10-12 gotas Hg₂Cl₂ AgCl

blanco PbCl₂ **Primer grupo.**

Hg₂Cl₂

blanco

Esquema de Identificación del primer grupo

Soluble NaOH

1. + K₂CrO₄ PbCrO₄

Disolución. una gota amarillo Insoluble NH₄OH

(buscar Pb₂+) 2. + H₂SO₄ PbSO₄

AgCl 10-12 gotas blanco

PbCl₂ + H₂O 1. + KI AgI

Hg₂Cl₂ Disolución una gota amarillo claro

blanco AgCl 2. + HNO₃ hasta pH(1-3) AgCl

+ NH₄OH blanco

Hg₂Cl₂ 12-20 gotas

Copos Negros ! Hg₂2+

Práctica N° 5. Reconocimiento de cationes.

La separación de los iones metálicos observa el comportamiento de los iones frente a un reactivo determinado. Éstos reactivos permiten la separación de un grupo de ellos, mientras que los reactivos específicos son propios del catión determinado.

Grupo Primero. Cationes que precipitan con HCl, bajo la forma de sus cloruros respectivamente: Plata (Ag⁺), Plomo (Pb²⁺) y Mercurioso (Hg₂2⁺).

– **Resultados.**

Después de realizar el proceso de separación del grupo primero y de identificación de los cationes, observamos que había presencia de todos los cationes mencionados, es decir, había plata, plomo y mercurioso.

– **Materiales y reactivos.**

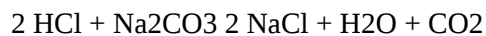
- Filtro de cono. – HNO_3
- Embudo. – HCl
- Tubos de ensayo. – H_2O
- Gradilla. – K_2CrO_3
- Varilla de vidrio. – NH_4OH
- Mechero de alcohol. – KI
- H_2SO_4

Práctica N° 6. Preparación de soluciones valoradas.

Los ácidos clorhídrico y sulfúrico son los más utilizados en los análisis por neutralización. Para obtener una solución valorada de un ácido se prepara una solución de concentración que se desee para valorarla con una sal alcalina tipo, normalmente se usa el carbonato sódico (Na_2CO_3).

El punto final de la valoración se reconoce por el cambio de color que experimenta el indicador, que en este caso es naranja de metilo, ya que en la zona alcalina es amarillo y en un medio ácido es rojo.

– **Valoración del ácido clorhídrico con carbonato sódico.**



Se pesan en una balanza de precisión dos muestras de carbonato sódico puro de un peso aproximado que oscile una entre 0.05 y otra entre 0.1 gramos. Anotaremos la pesada con cuatro cifras decimales. Con una espátula se toma una pequeña cantidad de carbonato que depositaremos en el erlenmeyer.

Disolvemos las muestras en 100 c.c. de agua destilada y añadimos de dos a tres gotas del indicador, naranja de metilo.

Llenamos la bureta con la solución de HCl , cuya normalidad queremos averiguar, y enrasamos. Añadimos lentamente el HCl sobre la disolución de Na_2CO_3 hasta alcanzar el punto de equivalencia que se obtendrá cuando el indicador tome un color anaranjado. Anotamos el volumen obtenido. A continuación, hervimos el matraz, para que se desprenda el anhídrido carbónico, y lo dejamos enfriar. Seguimos añadiendo HCl hasta que se inicie el viraje, cuando la disolución se vuelva roja. Y por último anotamos el volumen de ácido obtenido.

Con la ebullición conseguimos que el anhídrido carbónico se desprenda, ya que de lo contrario reaccionaría con el ácido clorhídrico obtendríamos un volumen erróneo.

Realizamos las mismas operaciones con la segunda muestra.

	Muestra 1	Muestra 2
Gramos: Na ₂ CO ₃	0.0591	0.1020
V: HCl	17.8+0.6=18.4	30.4+1.2=31.6
N HCl	0.0606 N	0.0606 N

– Cálculo de la normalidad.

Muestra 1:

$$n_{eq_{ac}} = n_{eq_{base}}$$

$$V_{ac} N_{ac} = \frac{m_{(g)}}{P_{(m)}/v} \quad N_{ac} = \frac{m_{(g)}}{P_{(m)}/v \cdot V_{ac}} = \frac{0.0591}{\frac{106}{2} \cdot 0.0184} = 0.0606 N$$

$$Pm(Na_2CO_3)=106$$

Muestra 2:

$$n_{eq_{ac}} = n_{eq_{base}}$$

$$V_{ac} N_{ac} = \frac{m_{(g)}}{P_{(m)}/v} \quad N_{ac} = \frac{m_{(g)}}{P_{(m)}/v \cdot V_{ac}} = \frac{0.1020}{\frac{106}{2} \cdot 0.0316} = 0.0609 N$$

$$N_{media} = \frac{N_1 + N_2}{2} = \frac{0.0606 + 0.0609}{2} = 0.0675 N$$

Media:

– Resultados.

Al empezar esta práctica, la normalidad del ácido clorhídrico nos debía de haber salido alrededor de 0.1 N, pero como se observa en los cálculos obtenidos, la normalidad salió mucho menor de lo esperado, lo que significa que esta disolución de HCl estaba mal preparada.

– Materiales y reactivos.

- Bureta. – HCl
- Erlenmeyer. – Na₂CO₃
- Balanza. – Indicador (naranja de metilo).
- Pipeta.
- Soporte.

Práctica N° 7. Volumetrías de neutralización.

El objeto de las volumetrías de neutralización es el de conocer la concentración de un ácido o una base y tiene su fundamento en las reacciones de neutralización. La reacción fundamental es:



Si tenemos una disolución ácida de concentración desconocida mediante la valoración es posible determinar su normalidad. Para ello medimos el volumen de ella que ha hecho falta para neutralizar un volumen determinado de disolución básica de concentración conocida.

Para conocer el punto de neutralización puede utilizarse un indicador como la fenolftaleína, que pasa de ser incolora en una disolución ácida a rosa en solución básica. Si añade progresivamente una disolución ácida a una básica en presencia de fenolftaleína, se toma como punto de neutralización cuando aparece el primer rosa permanente, lo que indica que la disolución está en medio básico.

– Procedimiento.

Para determinar el contenido de NaOH en una disolución medimos en una pipeta los mililitros de capacidad de ésta, 10 ml, de una disolución de NaOH. Lo vertimos en un erlenmeyer y añadimos 100 c.c. de agua destilada y dos o tres gotas de fenolftaleína y observamos el color de la solución.

Enjuagamos la bureta con HCl y la montamos en el soporte cuando esté llena, hasta la posición cero, con HCl. Seguidamente, vamos añadiendo gota a gota la disolución ácida sobre la básica.

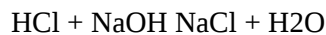
El final de la valoración se manifiesta cuando la disolución adquiere un color rosa débil. Anotamos el volumen de HCl utilizado, y repetimos la medición dos veces más, fijándonos que el volumen obtenido no sobrepase 2 ml por encima o por debajo.

• Resultados.

$$V_1 = 23ml$$

$$V_2 = 22.8ml$$

$$V_3 = 23ml$$



HCl

$$V_{media} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{23 + 22.8 + 23}{3} = 22.92ml$$

$$N = 0.06075 N$$

Datos:

NaOH

$$P_{(m)} = 40$$

$$V_{pipeta} = 10ml$$

$$n_{eq_{ac}} = n_{eq_{base}}$$

$$N_{ac} V_{ac} = N_{base} V_{base} \quad N_{base} = \frac{N_{ac} V_{ac}}{V_{base}} = \frac{0.06075 \cdot 0.02293}{0.01} = 0.1392 N$$

$$N_{base} = \frac{m_{(g)} / P_{eq}}{V_{NaOH}} \quad m_{(g)} = N_{base} P_{eq} V_{NaOH} = 0.1392 \cdot \frac{40}{1} \cdot 0.01 = 0.055 g_{de} NaOH$$

– **Materiales y reactivos.**

- Pipeta. – NaOH
- Erlenmeyer – HCl
- Bureta. – Indicador (Fenolftaleína)
- Soporte.

Práctica N° 8. Gravimetrías.

La gravimetría o análisis gravimétrico consiste en transformar un elemento en un compuesto estable que pueda pesarse. Se calcula el porcentaje a partir de un peso determinado de la sustancia.

Para realizar el análisis gravimétrico se debe de proceder mediante los siguientes pasos: precipitación, filtración, lavado del precipitado, desecación del resultado y cálculo en los análisis gravimétricos.

– **Determinación del cloro en un cloruro.**

El procedimiento a seguir es el anteriormente citado:

1º.– Precipitación: Tomamos de 10 a 15 ml de NaCl y le añadimos 10 ml de AgNO₃, a dicha disolución le agregamos 2 o 3 gotas de HNO₃. Luego lo calentamos al baño maría mientras lo agitamos para que el AgCl formado precipite. Antes de filtrar, miramos si la precipitación ha sido completa, para lo cual añadiremos AgNO₃ hasta que no precipite.

2º.– Filtración: La disolución con el precipitado se filtra, a través de un filtro de cono hecho de papel gravimétrico, varias veces hasta que se quede todo el precipitado en el filtro. Para filtrar nos ayudaremos con una varilla de vidrio para que no se nos caiga nada de precipitado fuera del filtro.

3º.– Lavado del precipitado: Lavamos el precipitado con 10 c.c. de agua destilada que contengan 2 o 3 gotas de HNO₃, para la disolución lo más insoluble que se pueda.

4º.– Secado del precipitado: Se envuelve el papel de filtro y se introduce en un crisol. Lo meteremos en una estufa a 500°C, y una vez frío lo pesaremos. Debemos de haber pesado antes el crisol vacío.

$$F_c = \frac{P_{(A)} Cl}{P_{(m)} AgCl}$$

5º.– Cálculo de porcentajes: Para hallar el peso del Cl obtenido tendremos que saber el factor de corrección del cloro en el compuesto definido que nos da, que es AgCl. Esto se halla mediante:

$$Error = \frac{Valor_{real} + Valor_{obtenido}}{Valor_{real}} 100$$

Para obtener el cálculo de error que se tiene en la práctica, tenemos que:

– **Resultados.**



Pesocrisol vacío = 19.6123 g.

Pesocenizas de papel = $13 \cdot 10^{-5}$.

Datos: VolumenNaOH = 11 ml.

Pesocrisol lleno = 19.6711.

$$Peso_{total} = P_{crisol} + P_{ceniza} + P_{AgCl} \quad P_{AgCl} = 19.6711 - (19.623 + 13 \cdot 10^{-5}) = 0.05867 \text{ g}$$

$$P_{Cl} = P_{AgCl} \cdot F_c = P_{AgCl} \cdot \frac{P_{(A)}Cl}{P_{(m)}AgCl} \quad P_{Cl} = 0.05867 \cdot \frac{35.5}{143.37} = 0.014527 \text{ g}$$

$$Error = \frac{V_r - V_o}{V_r} \cdot 100 = \frac{0.0164 - 0.014527}{0.0164} \cdot 100 = 11.42\%$$

Peso real de Cl = 0.0164 g.

Tuvimos un error del 11.42%, lo que significa que perdimos cloro en alguna parte del proceso.

– **Materiales y reactivos.**

- Crisol. – NaCl.
- Erlenmeyer. – AgNO₃
- Filtro gravimétrico. – HNO₃
- Balanza.
- Embudo.
- Varilla de vidrio.

Práctica N° 9. Determinación del grado de dureza.

Las aguas naturales contienen sales cálcicas y magnésicas que son las que las hacen duras. Esta agua por lo tanto no puede emplearse en la alimentación de las calderas de vapor, no hacen mucha espuma con el jabón, lavan mal, etc., ya que forman incrustaciones. También aquellas que pasen de los 22° hidrotérmicos son malas para la salud.

A escala industrial la determinación de la dureza del agua tiene gran importancia. El método más usado es el *Boutron y Boudet*, cuyo fundamento es el de añadir a un volumen de agua una disolución valorada de jabón, que precipita al estado de los respectivos jabones insolubles todas las sales cálcicas y magnésicas que tengan.

El final de la operación se reconoce porque, al añadir una o dos gotas en exceso de jabón, aparece una espuma persistente y con ello la señal de la existencia de un pequeño jabón alcalino disuelto.

Hay que distinguir las distintas durezas que podemos encontrar: la dureza total, la dureza permanente y la dureza temporal.

– **Dureza total:** Es la que se corresponde a todas las sales cálcicas que contienen en disolución (cloruros, sulfatos, etc.).

Para la práctica medimos 40 ml de agua del grifo en un frasco aforado. Llenamos la bureta hidrométrica con la

solución jabonosa hasta llegar a la posición 0.0, y la añadiremos gota a gota sobre el agua. Mientras vamos añadiendo, agitamos fuertemente el frasco, hasta que en la última gota se forme espuma persistente.

– **Dureza permanente:** Es la que corresponde al agua después de ser hervida, es decir, después de que los bicarbonatos hayan precipitado al estado de los carbonatos:



Para calcular la dureza permanente del agua, primero medimos con la probeta 100 ml de agua del grifo que pasaremos a un vaso de precipitados y la pondremos a hervir de forma suave durante 30 minutos (sin dejar que el volumen se reduzca a más de la mitad). Después de hervir, filtramos y completamos añadiendo agua destilada al volumen que teníamos en un principio. Y finalmente, añadiremos gota a gota la solución jabonosa hasta que se forme espuma persistente.

– **Ablandamiento de aguas.**

La eliminación de las sales cálcicas o magnésicas de las aguas constituyen un método conocido como ablandamiento de aguas.

Como reactivos se emplean Na_3PO_4 , que precipita los iones calcio y magnesio al estado de sus correspondientes fosfatos insolubles, y las zeolitas o permutitas, que reemplazan los iones sodio del silicato por el calcio. Cuando la permutita pierde su actividad se regeneran de nuevo tratándola con una disolución concentrada de cloruro sódico.

– **Resultados.**

Muestra 1 = 17°

Dureza total Media = 17°

Muestra 2 = 17°

Muestra 1 = 10°

Dureza permanente Media = 10.5°

Muestra 2 = 11°

– **Materiales y reactivos.**

Todos los materiales son hidrométricos. La bureta está dividida de forma que cada división sea un grado hidrométrico.

– Bureta. – Na_3PO_4

– Filtro de cono.

– Embudo.

– Vaso de precipitados.

– Placa calorífica.

$$N = 0.06075 N$$

$$n_{eq_{ac}} = n_{eq_{base}}$$

$$N_{ac} V_{ac} = \frac{m_{(g)}}{P_{(m)} / v} \quad N_{ac} = \frac{m_{(g)}}{P_{(m)} / v V_{ac}} = \frac{0.1020}{\frac{106}{2} \cdot 0.0316} = 0.0609 N$$

$$N_{media} = \frac{N_1 + N_2}{2} = \frac{0.0606 + 0.0609}{2} = 0.0675 N$$

$$N = 0.06075 N$$

$$V_1 = 23 ml$$

$$V_2 = 22.8 ml$$

$$V_3 = 23 ml$$

$$V_{media} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = \frac{23 + 22.8 + 23}{3} = 22.92 ml$$

HCl

$$P_{(m)} = 40$$

$$V_{pipeta} = 10 ml$$

NaOH

$$n_{ep_{ac}} = n_{ep_{base}}$$

$$N_{ac} V_{ac} = N_{base} V_{base} \quad N_{base} = \frac{N_{ac} V_{ac}}{V_{base}} = \frac{0.06075 \cdot 0.02293}{0.01} = 0.1392 N$$

$$N_{base} = \frac{m_{(g)} / P_{eq}}{V_{NaOH}} \quad m_{(g)} = N_{base} P_{eq} V_{NaOH} = 0.1392 \cdot \frac{40}{1} \cdot 0.01 = 0.055 g_{de_NaOH}$$

$$F_c = \frac{P_{(A)} Cl}{P_{(m)} AgCl}$$

$$Error = \frac{Valor_{real} + Valor_{obtenido}}{Valor_{real}} \cdot 100$$

$$Peso_{total} = P_{crisol} + P_{ceniza} + P_{AgCl} \quad P_{AgCl} = 19.6711 - (19.623 + 13 \cdot 10^{-3}) = 0.05867 \text{ g}$$

$$P_{Cl} = P_{AgCl} \cdot F_c = P_{AgCl} \cdot \frac{P_{(A)}Cl}{P_{(m)}AgCl} \quad P_{Cl} = 0.05867 \cdot \frac{35.5}{143.37} = 0.014527 \text{ g}$$

$$Error = \frac{V_r - V_o}{V_r} \cdot 100 = \frac{0.0164 - 0.014527}{0.0164} \cdot 100 = 11.42\%$$