

IES	PG / OBL / 001	Hoja 1 de 8	
Manuel Antonio	CALIBRADO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO	Ed. 0	
C.M.			Fecha:
Laboratorio			11-01-2001

1.- OBJETO:

El objeto del presente documento es establecer los criterios y la metodología que se utilizarán para el calibrado del material volumétrico.

2.- ALCANCE:

Este procedimiento podrá aplicarse para el calibrado de aparatos volumétricos, especialmente material de precisión (Material aforado).

3.- REFERENCIAS:

- E. RODRIGUEZ SANTOS. *Técnica química de laboratorio*. Ed. Gustavo Gili.
- F. BERMEJO MARTINEZ. *Química analítica*. Ed. Universidad de Santiago de Compostela. (USCO).
- C. SABATA. *Técnicos del laboratorio químico*. Ed. Bruño. (2ºFP II).

4.- GENERAL:

El material volumétrico se calibra por pesada del agua que contiene (matraz aforado) o del agua que emite (pipetas y buretas) a una temperatura determinada.

A cada temperatura un gramo de agua ocupa un volumen determinado que se consulta en tablas (anexo).

Calculando el paso del agua contenida o vertida para cada aparato volumétrico a la temperatura T, se determina el volumen exacto que mide el aparato.

5.- MATERIAL Y PRODUCTOS:

MATERIAL	Nº	PRODUCTOS
Balanza analítica	1	
Termómetro	1	
Matraz aforado 25 ó 50 ml	1	Agua destilada
Pipeta aforada 5 ó 10 ml	1	Acetona
Bureta 25 ml	1	
Pesa sustancias de vidrio o Matraz Erlenmeyer pequeño	1	

IES	PG / OBL / 001	Hoja 2 de 8	Fecha: 11-01-2001
Manuel Antonio	CALIBRADO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO		
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			

6.- PROCEDIMIENTO:

6.1.- Método operatorio:

CALIBRADO DEL MATRAZ

- Lavar y secar (con acetona) perfectamente el matraz aforado.
- Pesar el matraz con la balanza analítica y anotar el valor. (P1)
- Llenar con agua destilada a temperatura ambiente, enrasar y pesar el matraz lleno de agua destilada.
- Anotar la pesada.(P2)
- Medir la temperatura del agua y anotarla.

CALIBRADO DE LA PIPETA

- No pesamos la pipeta, la lavamos. No la secamos.
- Lavar el pesa sustancias, vaso de precipitados o Erlenmeyer.
- Secarlo y pesarlo (P1)
- Llenar la pipeta con agua destilada y enrasar.
- Vaciar el agua en el Erlenmeyer
- Pesarlo con el agua (P2). En donde P2 – P1 son los gramos de agua vertida por pipeta.
- Medir la temperatura del agua.
- Ir a tablas y hacer los cálculos.

CALIBRADO DE LA BURETA

- Limpiarla perfectamente.
- Llenar la bureta con agua y abrir para sacar las burbujas, medir la temperatura del agua en un vaso grande de precipitados, llenar otra vez y enrasar. Medir 50cc de agua.
- Pesar el vaso y apuntar la pesada. (P1)
- Con la bureta enrasada dejamos caer 5cc y recoger en el vaso de precipitados la gota pendiente.
- Pesar el vaso con el agua y anotarlo. (P2)
- Otra vez dejamos caer 5cc y pesamos el vaso con el agua. P2 – P1 es el peso del agua.

IES	PG / OBL / 001	Hoja 3 de 8	Fecha: 11-01-2001
Manuel Antonio	CALIBRADO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO		
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			

6.2.- Diagrama de flujo:

CALIBRADO DEL MATRAZ AFORADO

	Pesar vacío	
--	-------------	--

Enrasar

	Pesar lleno	
--	-------------	--

Medir T^a

IES	PG / OBL / 001	Hoja 4 de 8	Fecha: 11-01-2001
Manuel Antonio	CALIBRADO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO		
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			

CALIBRADO DE LA PIPETA

IES	PG / OBL / 001	Hoja 5 de 8	Fecha: 11-01-2001
Manuel Antonio	CALIBRADO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO		
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			

CALIBRADO DE LA BURETA

IES	PG / OBL / 001	Hoja 6 de 8	Fecha: 11-01-2001
Manuel Antonio	CALIBRADO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO		
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			

7.-CÁLCULOS E INCERTIDUMBRES:

CALIBRADO DEL MATRAZ

Peso del matraz vacío P1 = 37'9126

Peso del matraz lleno P2 = 87'6402

P1-P2 es el peso del agua contenida en el matraz (g) = 87'6402 - 37'9126 = 49'7276g

T^a del agua = 15'2 " 15°C En la tabla se ve el volumen que le corresponde a 1g de agua a dicha T^a. Sería:

1'0021ml.

Volumen real del matraz = $(P1 - P2)g \times \text{Dato tablas ml/g} = \text{ml}$

Volumen real del matraz = $49'7276g \times 1'0021\text{ml/g} = 49'8320\text{ml} = \text{VR}$

Siendo un matraz de $50\text{ml} = \text{VT}$

Volumen real - Volumen teórico = $\text{VR} - \text{VT}$

$\text{VR} - \text{VT} = 50 - 49'8320 = \pm 0'1679$ Este dato se mira en la tabla de tolerancias.

CALIBRADO DE LA PIPETA

Erlenmeyer vacío $P1 = 30'2157$

Erlenmeyer con el agua de la pipeta $P2 = 35'1905$

$P2 - P1 = 4'9748$ son los gramos vertidos de agua por la pipeta.

T^a del agua = $16'4^{\circ}\text{C}$ volumen de un gramo de agua = $1'0022\text{ml}$

Volumen real (vr) de la pipeta = $4'9748g \times 1'0022\text{ml/g} = 4'9857$ siendo de 5ml (vt)

$\text{Vr} - \text{vt} = 5 - 4.9857 = 0'0143$ vamos a la tabla de tolerancias y sería: tolerancia pipeta $5\text{ml} = \pm 0'015$ entonces es de clase A.

CALIBRADO DE LA BURETA

$P1$ = recipiente vacío y seco

$P2$ = recipiente con 2cc y en el último 3cc

T^a del agua = 17°C Volumen de un gramo de agua a $17^{\circ}\text{C} = 1'0023\text{ml}$

Para una bureta de 25ml : $0'03$ clase A y $0'05$ clase B.

IES	PG / OBL / 001	Hoja 7 de 8	Ed. 0	Fecha: 11-01-2001
Manuel Antonio	CALIBRADO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO			
C.M.				
Laboratorio				

$P2 - P1$	(g)	$(P1 - P2) \times 1'0023 =$	$= \text{Vt} - \text{Vr}$	$=$
$32'3993 - 30'3916$	$= 2'0077$	$2'0123$	$2 - 2'0123$	$0'0123$
$34'3422 - 32'3993$	$= 1'9429$	$1'9473$	$2 - 1'9473$	$-0'0527$

36'3608-34'3422	= 2'0186	2'0232	2 - 2'0232	0'0232
38'3216-36'3608	= 1'9608	1'9653	2 - 1'9653	-0'0347
40'3630-38'3216	= 2'0414	2'0460	2 - 2'0460	0'0460
42'3472-40'3630	= 1'9842	1'9887	2 - 1'9887	-0'0113
44'3426-42'3472	= 1'9954	1'9999	2 - 1'9999	-0'0001
46'3090-44'3426	= 1'9664	1'9709	2 - 1'9709	-0'0291
48'3618-46'3090	= 2'0528	2'0575	2 - 2'0575	0'0575
50'3165-48'3618	= 1'9547	1'9544	2 - 1'9544	-0'0456
52'3604-50'3165	= 2'0439	2'0486	2 - 2'0486	0'0486
55'2980-52'3604	= 3'0376	3'0445	2 - 3'0445	1'0445

$V_t = V_{real} - 25\text{ml} = 25'0586 - 25 = 0'0586$. Es de tipo B la bureta.

P1 = recipiente vacío y seco

P2 = recipiente con 5cc.

T^a del agua = 17°C Volumen de un gramo de agua a 17°C = 1'0023ml

Para una bureta de 25ml: 0'03 clase A y 0'05 clase B.

P2 - P1	(g)	(P1-P2) x 1'0023 =	= $V_t - V_r$	=
49'5034-44'5479	= 4'9555	4'9668	5 - 4'9668	0'0332
54'4980-49'5034	= 4'9946	5'0060	5 - 5'0060	-0'006
59'5336-54'4980	= 5'0356	5'0471	5 - 5'0471	-0'0471
64'4841-59'5336	= 4'9505	4'9618	5 - 4'9618	0'0382
69'5150-64'4841	= 5'0309	5'0424	5 - 5'0424	-0'0424

$V_t = V_{real} - 25\text{ml} = 25'0241 - 25 = 0'0241$. Es de tipo A la bureta.

IES	PG / OBL / 001	Hoja 8 de 8	
Manuel Antonio	CALIBRADO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO	Ed. 0	
C.M.			Fecha:
Laboratorio			11-01-2001

8.- INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS:

Con el dato de VR –VT se va a la tabla de tolerancias y con esto vemos si el material es de clase A o de clase B.

Este matraz de 50ml tiene una tolerancia de $\pm 0'06$. Sabiendo que nos dio de resultado $\pm 0'1679$ es de clase B, serviría para la industria, no es preciso.

Esta pipeta de 5ml tiene una tolerancia de $\pm 0'015$ ml para la clase A, y una tolerancia de $\pm 0'03$ para la clase B. Sabiendo que nos dio de resultado 0'0143 es de clase A, serviría para los laboratorios de precisión.

Esta bureta de 25 ml tiene una tolerancia de $\pm 0'03$ para la clase A y una tolerancia $\pm 0'05$ para la clase B. Sabiendo que nos dio de resultado en la primera 0'0586 es de clase B, serviría para la industria. En la segunda bureta nos da 0'0241 es de clase A.

9.- ANEXOS:

Se repetirá todo el proceso para la pipeta y para la bureta.

En el caso de la pipeta, llenamos hasta el enrase, vaciamos en un pesa sustancias, en un pesa sustancias de líquidos, en un pequeño matraz erlenmeyer o un pequeño vaso de precipitados, que tienen que estar secos y tarados. Esto nos da el peso del agua vertida.

Para la bureta vaciamos 2cc sobre el pesa sustancias seco y tarado y volvemos a pesar el agua vertida. Se seca otra vez el pesa sustancias y se vuelven a vaciar 2cc.

IES	PG / OBL / 002	Hoja 1 de 4 Ed. 0	Fecha: 12-02-2001
Manuel Antonio	PREPARACIÓN DE LA MUESTRA. REDUCCIÓN DEL TAMAÑO DE MUESTRA		
C.M.			
Laboratorio			

1.-OBJETO:

El objeto del presente documento es preparar un procedimiento para la reducción del tamaño de la muestra por cuarteo.

2.-ALCANCE:

Este procedimiento se podrá aplicar para muestras sólidas formadas por partículas o trozos de diferente tamaño o composición.

3.-REFERENCIAS:

- E. RODRIGUEZ SANTOS. *Técnica química de laboratorio*. Ed. Gustavo Gili.
- F. BERMEJO MARTINEZ. *Química analítica*. Ed. Universidad de Santiago de Compostela. (USCO).
- C. SABATA. *Técnicos del laboratorio químico*. Ed. Bruño. (2ºFP II).
- SKOOG-WEST. *Química analítica*. Ed.

- AYRES. *Análisis químico cuantitativo*. Ed.
- W. F. PICKERING. *Química analítica moderna*. Ed.
- R: CASARES. *Tratado de análisis químico*. Ed.
- VALCÁREL y RÍOS. *La calidad en los laboratorios analíticos*. Ed. Reverté.

4.-GENERAL:

Se pueden cometer errores en la toma de muestra, además tendríamos que ser cuidadosos en: el transporte de la muestra, su conservación y su almacenaje, para después poder hacer una buena preparación de esta para el análisis.

Los pasos de este proceso serían:

- Trituración hasta obtener un tamaño de partícula adecuado. (PG / OBL / 003).
- Homogeneizar: se homogeneiza si el tamaño de la muestra lo permite.
- Reducción del tamaño de la muestra por cuarteo que es lo que se utilizará en esta práctica.
- Disolución de la muestra.

IES	PG / OBL / 002	Hoja 2 de 4 Ed. 0	Fecha: 12-02-2001
Manuel Antonio	PREPARACIÓN DE LA MUESTRA. REDUCCIÓN DEL TAMAÑO DE MUESTRA		
C.M.			
Laboratorio			

5.-MATERIAL Y PRODUCTOS:

Depende del material que se quiera tomar como muestra. En este caso sería:

MATERIAL	Nº	PRODUCTOS
Cono de papel	1	Muestra
Superficie plana para aplanar	1	

6.- PROCEDIMIENTO:

6.1.-Método operatorio:

- Reducir el tamaño de partícula.
 - Homogeneizar.
 - Reducir el tamaño de muestra.
- Se prepara el embudo
- Hacemos un montón del material en forma de pirámide.
- Se aplanar con una superficie.
- Lo dividimos en 4 partes

– Dos partes opuestas las uno y las rechazo, con las otras dos partes que quedan sigo haciendo todos los pasos anteriores hasta que me quede el tamaño de muestra deseado.

- Introducir aproximadamente a la mitad en un tubo y etiquetar.
- Lo mismo en otro tubo.

IES	PG / OBL / 002	Hoja 3 de 4	Fecha: 12-02-2001
Manuel Antonio	PREPARACIÓN DE LA MUESTRA. REDUCCIÓN DEL TAMAÑO DE MUESTRA	Ed. 0	
C.M.			
Laboratorio			

6.2.–Diagrama de flujo:

IES	PG / OBL / 002	Hoja 4 de 4	Fecha: 12-02-2001
Manuel Antonio	PREPARACIÓN DE LA MUESTRA. REDUCCIÓN DEL TAMAÑO DE MUESTRA	Ed. 0	
C.M.			
Laboratorio			

7.–CÁLCULOS E INCERTIDUMBRES:

Al no contemplarse cálculos no procede estimar incertidumbres.

8.–INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS:

9.–ANEXOS:

IES	PG / OBL / 003	Hoja 1 de 2	Fecha: 15-02-2001
Manuel Antonio	PREPARACIÓN DE LA MUESTRA. REDUCCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA	Ed. 0	
C.M.			
Laboratorio			

1.– OBJETO:

El objeto del presente documento es reducir el tamaño de partícula con mortero.

2.– ALCANCE:

Este procedimiento se podrá aplicar a muestras sólidas con tamaño de partícula pequeño (2mm).

3.– REFERENCIAS:

- E. RODRIGUEZ SANTOS. *Técnica química de laboratorio*. Ed. Gustavo Gili.
- F. BERMEJO MARTINEZ. *Química analítica*. Ed. Universidad de Santiago de Compostela. (USCO).
- C. SABATA. *Técnicos del laboratorio químico*. Ed. Bruño. (2ºFP II).
- AYRES. *Análisis químico cuantitativo*. Ed.
- W. F. PICKERING. *Química analítica moderna*. Ed.
- R: CASARES. *Tratado de análisis químico*. Ed.
- VALCÁREL y RÍOS. *La calidad en los laboratorios analíticos*. Ed. Reverté.
- SKOOG–WEST. *Química analítica*. Ed.

4.- GENERAL:

Molienda en el laboratorio:

Para mezclar sustancias o para facilitar su reacción química es conveniente reducir a polvo los cuerpos que intervienen en el proceso. A mayor superficie de ataque, mayor facilidad en reaccionar.

Por ejemplo tenemos esta tabla de subdivisión de un material de forma cúbica:

ARISTA CUBO	Nº CUBOS	SUPERFICIE TOTAL
1 cm	1	6 cm
1mm	1.000	60 cm
0'1mm	1.000.000	600 cm
0'01mm	1.000.000.000	6.000 cm

Los morteros que se utilizan serían para el afinado final de las muestras químicas, es decir, después de haber pasado la muestra por el triturador de rodillos y el molino de bolas, ya sean materias primas, sales u otros productos.

Los tipos de morteros más utilizados son:

- De hierro. Para sustancias duras y tenaces: piritas, calcitas, carbones minerales, etc.

IES	PG / OBL / 003	Hoja 2 de 2 Ed. 0	Fecha: 15-02-2001
Manuel Antonio	PREPARACIÓN DE LA MUESTRA. REDUCCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA		
C.M. Laboratorio			

- De porcelana. Sustancias medianamente duras: sulfatos de hierro o de cobre, azufres, etc.
- De vidrio. Sustancias pastosas: lanolina, grasas, colorantes, etc.
- De ágata. Pulverizaciones para análisis químicos, sin rayar excesivamente los granos cristalinos.

5.- MATERIAL Y PRODUCTOS:

MATERIAL	Nº	PRODUCTOS
Mortero y mano de porcelana	1	Silicagel Calcita

6.- PROCEDIMIENTO:

6.1.- Método operatorio:

- Se tomarán pequeñas cantidades de material y se trituran sin golpear el mortero con la mano, sólo se hace un movimiento de rotación y presionado.
- Se tritura la muestra hasta conseguir reunir unos 100g de triturado.
- Se conserva el material para trabajos posteriores.

6.2.- Diagrama de flujo:

No necesita diagrama de flujo.

7.- CÁLCULOS E INCERTIDUMBRES:

Al no contemplarse cálculos no procede estimar incertidumbres.

8.- ANEXOS:

No debe esparcirse material fuera del mortero.

IES	PG / OBL / 000	Hoja 1 de 2	Fecha: 25-01-2001
Manuel Antonio	TOMA DE MUESTRA		
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			

1.- OBJETO:

El objeto del presente documento es preparar un procedimiento para la toma de muestra.

2.- ALCANCE:

Este procedimiento se podrá aplicar para muestras sólidas formadas por partículas o trozos de diferentes tamaños y composición.

3.- REFERENCIAS:

- VARCÁRCCEL Y RIOS. *La calidad de los laboratorios analíticos*. Ed. Reverté.
- F. BERMEJO. *Química analítica*. Ed. Universidad de Santiago.
- JOSE Mª. *Técnicas de laboratorio químico*. Ed. Bruño.

4.- GENERAL:

La operación de la selección de una cantidad parcial de material que corresponda, en cuanto a la composición química o a las propiedades que se desean ensayar, a la medida de la cantidad total u operación de la toma de muestra, requiere técnicas especiales según se trate: de sólidos, de líquidos o de gases, siendo de interés especial para la toma de muestra el lugar o recipiente donde se encuentre el material.

Si se toma en consideración que, en muchos casos, el análisis debe de hacerse sobre materiales constituidos por mezclas de sólidos de diferentes densidades, de sólidos y líquidos, de líquidos no miscibles entre sí, de gases y líquidos, etc., es fácil comprender lo complejo del problema y la gran importancia que tiene el que el analista al emitir su dictamen con los resultados por él obtenidos, haga constar si la muestra fue tomada por él o si le fue entregada y en qué condiciones, con el fin de no hacerse partícipe de los errores cometidos por otros.

5.- MATERIAL Y PRODUCTOS:

En este caso, se toma el material adecuado para cada tipo de muestra y siempre que se utilice debe de estar limpio y seco.

6.- PROCEDIMIENTO:

6.1.- Método operatorio:

Antes de tomar la muestra se debe elaborar un procedimiento de dicha muestra ya elaborado el procedimiento se dirige el muestreador al lugar de la muestra ahí se guía por el procedimiento donde tendrá que hacer los cálculos y varios puntos de muestreo.

IES	PG / OBL / 000	Hoja 2 de 2	
Manuel Antonio	TOMA DE MUESTRA	Ed. 0	
C.M.			Fecha:
Laboratorio			25-01-2001

Ya hecha la muestra utiliza los cálculos para reducir la muestra que llevará al laboratorio para analizar.

6.2.- Diagrama de flujo:

7.- INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS:

x = nº total de embalajes.

y = nº de muestras tomadas.

n = frecuencia de la toma de muestra.

Nº de embalajes	Nº de embalajes tomados	Intervalo
x	$x/2 = y$	$n = x/y$

8.- ANEXOS:

La toma de muestra podrá ser por destrucción, es decir, que no se repondrá se eliminará.

IES	PG / OBL / 004	Hoja 1 de 3	Fecha: 01-03-2001
Manuel Antonio	ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO		
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			

1.- OBJETO:

El objeto del presente documento es el análisis granulométrico de un sólido mediante el tamizado.

2.- ALCANCE:

Este procedimiento se podrá aplicar a cualquier sólido granulado o pulverulento.

3.- REFERENCIAS:

- CASAS SABATA. *Técnicas de laboratorio químico 2.2*. Ed. Bruño-edebe.

4.- GENERAL:

Para hallar el grado de finura obtenido en la molturación de un sólido se utilizan los tamices. Estos constan de una tela metálica con orificios de tamaño característico a cada tipo, bordeados por un molde de latón o acero que hace posible el contenido del sólido.

En innumerables industrias es indispensable efectuar los ensayos de tamizado, para así poder expender un material a tamaño óptimo para su empleo.

Máquinas de tamizar:

Existen para laboratorios, máquinas provistas de un motor y una excéntrica que imprimen un movimiento de vaivén a la serie de tamices colocados en el soporte de la máquina.

Con ello se logra un movimiento constante y regular, facilitando de forma automática lo que antes era manual y consiguiéndose una agitación de las partículas del sólido mucho más rápida y eficaz.

Actualmente se emplean, casi exclusivamente, las tamizadoras electromagnéticas, que transmiten a los tamices unas vibraciones en sentido vertical, producidas por un electroimán. Ello da un movimiento rotatorio a los productos a tamizar, acelerando el tiempo de tamizado y evitando los clásicos taponamientos de las mallas.

El sistema de tamizado que vamos a utilizar es en serie o cascada. La alimentación llega al tamiz de mayor luz de malla dando un primer rechazo R que se retira, y un cernido C que pasa al tamiz siguiente, de menor luz de malla, constituyendo su alimentación; y así sucesivamente. Es el sistema más utilizado e incluso las máquinas se han adaptado a este tipo.

IES	PG / OBL / 004	Hoja 2 de 3	
Manuel Antonio	ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO	Ed. 0	
C.M.			

5.- MATERIAL Y PRODUCTOS:

MATERIAL	Nº	PRODUCTOS
Maquina de tamizar	1	Arena 100g
Vidrio de reloj	6	

6.- PROCEDIMIENTO:**6.1.- Método operatorio:**

- Pesamos 100g de muestra granulada.
- La colocamos en el tamiz superior (mayor L).
- Conectar la máquina de tamizar (tiempo, velocidad)
- Tarar un vidrio de reloj o cápsula de porcelana por cada tamiz.
- Recoger cada rechazo y pesar.
- Calcular el %rechazo y el % de cernido para cada tamiz y hacer una tabla.

6.2.- Diagrama de flujo:

IES	PG / OBL / 004	Hoja 3 de 3	Fecha: 01-03-2001
Manuel Antonio	ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO		
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			

7.- CÁLCULOS E INCERTIDUMBRES:

TAMIZ(mm)	RECHAZO(g)	CERNIDO(g)	RECHAZO ACUMULADO	CERNIDO ACUMULADO
Luz de maya				
2'00	0'2	99'8	0'2	100
0'63	11'0	88'8	11'2	99'8
0'400	17'0	71'8	28'2	88'6
0'2	21'6	50'2	49'8	60'4
Tamizador final	49'6	0'6	99'4	10'6

IES	PG / OBL / 007	Hoja 1 de 3 Ed. 0	
Manuel Antonio	PURIFICACIÓN DE UN SÓLIDO POR CRISTALIZACIÓN		
C.M.			

1.- OBJETO:

El objeto del presente documento es purificar acetanilida bruta por cristalización.

2.- ALCANCE:

Este procedimiento podrá aplicarse para la purificación de cualquier sustancia cristizable que sea muy soluble en el disolvente caliente y poco soluble en frío.

3.- REFERENCIAS:

-
- CASAS SABATA. *Técnicas de laboratorio químico 2.2*. Ed. Bruño-edebé.
- CASAS SABATA. *Técnicas de laboratorio químico 2.1*. Ed. Bruño-edebé.
- BREWSTER. *Curso práctico de química orgánica*. Ed. Alhambra.

4.- GENERAL:

Cristal es la porción homogénea de materia con una estructura atómica ordenada y definida y con forma externa limitada por superficies planas y uniformes simétricamente dispuestas. Los cristales se producen cuando un líquido forma lentamente un sólido; esta formación puede resultar de la congelación de un líquido, el depósito de materia disuelta o la condensación directa de un gas en un sólido. Los ángulos entre las caras correspondientes de dos cristales de la misma sustancia son siempre idénticos, con independencia del tamaño o de la diferencia de forma superficial.

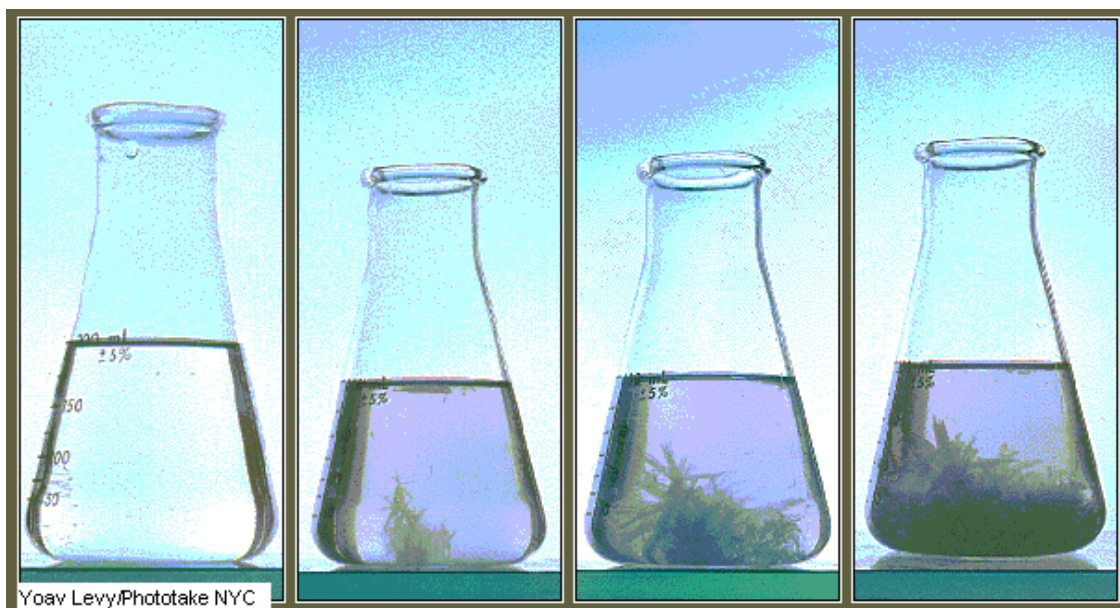
La condición principal para una cristalización es que la sustancia que vamos a cristalizar sea muy soluble en caliente y muy poco soluble en frío.

La mayor parte de la materia sólida muestra una disposición ordenada de átomos y tiene estructura cristalina. Los sólidos sin estructura cristalina, como el vidrio, son amorfos. Debido a su estructura, son más parecidos a un líquido que a un sólido. Se conocen como líquidos superenfriados.

Formación de un cristal (foto).

Si una disolución no es perturbada mientras se enfría, puede superar el punto normal de cristalización y permanecer en un estado superenfriado. Esto también es válido para una disolución que contenga el máximo de soluto; si asimila más, se denomina supersaturado. En ambos casos, si se añade un cristal pequeño, llamado semilla, se produce una reacción en cadena súbita (como se muestra en las fotos) y el crecimiento del cristal es muy rápido.

IES	PG / OBL / 007	Hoja 2 de 3 Ed. 0	Fecha: 15-04-2001
Manuel Antonio	PURIFICACIÓN DE UN SÓLIDO POR CRISTALIZACIÓN		
C.M.			
Laboratorio			



5.- MATERIAL Y PRODUCTOS:

MATERIAL	Nº	PRODUCTOS
Balanza granataria	1	Acetanilida bruta Agua
Vaso de precipitados	1	
Cristalizador	1	
Montaje para filtración a presión reducida	1	
mechero	1	

6.- PROCEDIMIENTO:

6.1.- Método operatorio:

- Pesar 5 ± 0.1 g de acetanilida bruta. Anotar la pesada.
- Introducir en un vaso de precipitados y añadir agua a ebullición.
- Agitar fuerte hasta la completa disolución (solución saturada e caliente).
- Filtrar rápidamente a vacío.
- Pasar las aguas madres a un cristalizador.
- Dejar en reposo.
- Filtrar a presión reducida para separar los cristales de las aguas madres.
- Lavar con agua bien fría los cristales en el buchner.
- Pasar los cristales a un vidrio de reloj y dejar secar.
- Pesar los cristales y calcular el rendimiento en %.

IES

Manuel Antonio

PURIFICACIÓN DE UN SÓLIDO POR CRISTALIZACIÓN

Hoja 3 de 3

Ed. 0

C.M.

Laboratorio

Fecha: 15-04-2001

7.- CÁLCULOS:

peso final peso de acetanilida pura

Rendimiento % = $\frac{\text{peso final}}{\text{peso inicial}} \times 100$

peso inicial peso acetanilida bruta

IES	PNN / OBL / 001	Hoja 1 de 5 Ed. 0	Fecha: 15-04-2001
Manuel Antonio	OBTENCIÓN DE CRISTALES DE ALUMBRE CROMO-POTÁSICO		
C.M.			
Laboratorio			

1.- OBJETO:

El objeto del presente documento es la obtención de cristales por disolución y precipitación.

2.- ALCANCE:

Esta práctica es sólo para este producto en concreto. Se podrá utilizar para la obtención de alumbre Cr-K.

3.- REFERENCIAS:

-
- CASAS SABATA. *Técnicas de laboratorio químico 2.2*. Ed. Bruño-edebé.
- CASAS SABATA. *Técnicas de laboratorio químico 2.1*. Ed. Bruño-edebé.
- BREWSTER. *Curso práctico de química orgánica*. Ed. Alhambra.

4.- GENERAL:

Cristal es la porción homogénea de materia con una estructura atómica ordenada y definida y con forma externa limitada por superficies planas y uniformes simétricamente dispuestas. Los cristales se producen cuando un líquido forma lentamente un sólido; esta formación puede resultar de la congelación de un líquido, el depósito de materia disuelta o la condensación directa de un gas en un sólido. Los ángulos entre las caras

correspondientes de dos cristales de la misma sustancia son siempre idénticos, con independencia del tamaño o de la diferencia de forma superficial.

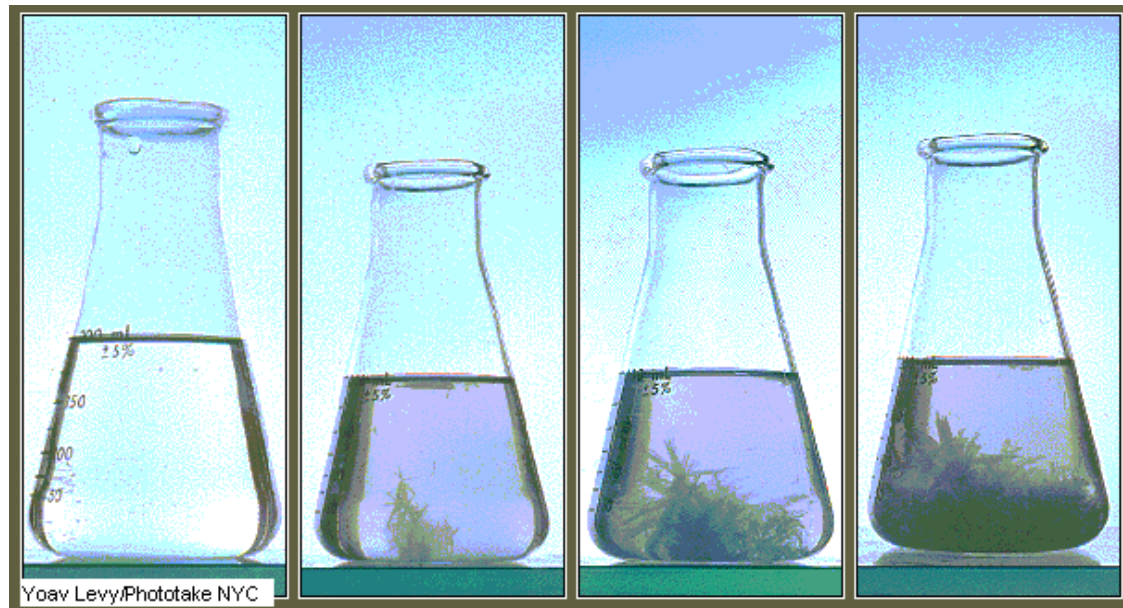
La condición principal para una cristalización es que la sustancia que vamos a cristalizar sea muy soluble en caliente y muy poco soluble en frío.

La mayor parte de la materia sólida muestra una disposición ordenada de átomos y tiene estructura cristalina. Los sólidos sin estructura cristalina, como el vidrio, son amorfos. Debido a su estructura, son más parecidos a un líquido que a un sólido. Se conocen como líquidos superenfriados.

Formación de un cristal (foto).

Si una disolución no es perturbada mientras se enfría, puede superar el punto normal de cristalización y permanecer en un estado superenfriado. Esto también es válido para una disolución que contenga el máximo de soluto; si asimila más, se denomina supersaturado. En ambos casos, si se añade un cristal pequeño, llamado semilla, se produce una reacción en cadena súbita (como se muestra en las fotos) y el crecimiento del cristal es muy rápido.

IES	PNN / OBL / 001	Hoja 2 de 5 Ed. 0	Fecha: 15-04-2001
Manuel Antonio	OBTENCIÓN DE CRISTALES DE ALUMBRE CROMO-POTÁSICO		
C.M.			
Laboratorio			



5.- MATERIAL Y PRODUCTOS:

MATERIAL	Nº	PRODUCTOS
Erlenmeyer	1	Dicromato potásico ($K_2Cr_2O_7$)
Vaso de precipitados	1	Ácido sulfúrico concentrado

Probeta	1	(H ₂ SO ₄)
Balanza	1	Alcohol etílico 96% (CH ₃ -CH ₂ OH)
Equipo de filtración de presión reducida	1	Agua
Vidrio de reloj	1	
Cristalizador	1	

IES	PNN / OBL / 001		
Manuel Antonio	OBTENCIÓN DE CRISTALES DE ALUMBRE CROMO-POTÁSICO	Hoja 3 de 5	
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			Fecha: 15-04-2001

6.- PROCEDIMIENTO:

6.1.- Método operatorio:

- Pesar 20g ± 0'1g de dicromato potásico y pulverizar.
- Introducirlo en un erlenmeyer y añadir 100ml de agua.
- Agitar la disolución y añadir lentamente dejando resbalar por las paredes 20ml de H₂SO₄ concentrado.
- Se deja enfriar.
- A continuación se añade lentamente y agitando 10ml de alcohol etílico.
- Se hecha todo el líquido obtenido en un cristalizador y se deja en reposo absoluto.

IES	PNN / OBL / 001		
Manuel Antonio	OBTENCIÓN DE CRISTALES DE ALUMBRE CROMO-POTÁSICO	Hoja 4 de 5	
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			Fecha: 15-04-2001

6.2.- Diagrama de flujo:

IES	PNN / OBL / 001		
Manuel Antonio	OBTENCIÓN DE CRISTALES DE ALUMBRE CROMO-POTÁSICO	Hoja 5 de 5	
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			Fecha: 15-04-2001

7.- CÁLCULOS:

No hay cálculos.

8.- ANEXOS:

La reacción que tiene lugar es:



El Alumbre (alumbre crómico potásico) es una sal compuesta generalmente formada por sulfato potásico y el sulfato de otro metal, cristalizan con muchas moléculas de agua, quiere decir que estas moléculas de agua forman parte del cristal.

IES	PNN / OBL / 002	Hoja 1 de 3 Ed. 0	Fecha: 10-05-2001
Manuel Antonio	OBTENCIÓN DE CRISTALES DE ALUMBRE ALUMÍNICO-POTÁSICO		
C.M.			
Laboratorio			

1.- OBJETO:

El objeto del presente documento es la obtención de cristales por disolución y precipitación.

2.- ALCANCE:

Esta práctica es sólo para este producto en concreto. Se podrá utilizar para la obtención de alumbre Al-K.

3.- REFERENCIAS:

-
- CASAS SABATA. *Técnicas de laboratorio químico 2.2*. Ed. Bruño-edebé.
- CASAS SABATA. *Técnicas de laboratorio químico 2.1*. Ed. Bruño-edebé.
- BREWSTER. *Curso práctico de química orgánica*. Ed. Alhambra.

4.- GENERAL:

Cristal es la porción homogénea de materia con una estructura atómica ordenada y definida y con forma externa limitada por superficies planas y uniformes simétricamente dispuestas. Los cristales se producen cuando un líquido forma lentamente un sólido; esta formación puede resultar de la congelación de un líquido, el depósito de materia disuelta o la condensación directa de un gas en un sólido. Los ángulos entre las caras correspondientes de dos cristales de la misma sustancia son siempre idénticos, con independencia del tamaño o de la diferencia de forma superficial.

La condición principal para una cristalización es que la sustancia que vamos a cristalizar sea muy soluble en caliente y muy poco soluble en frío.

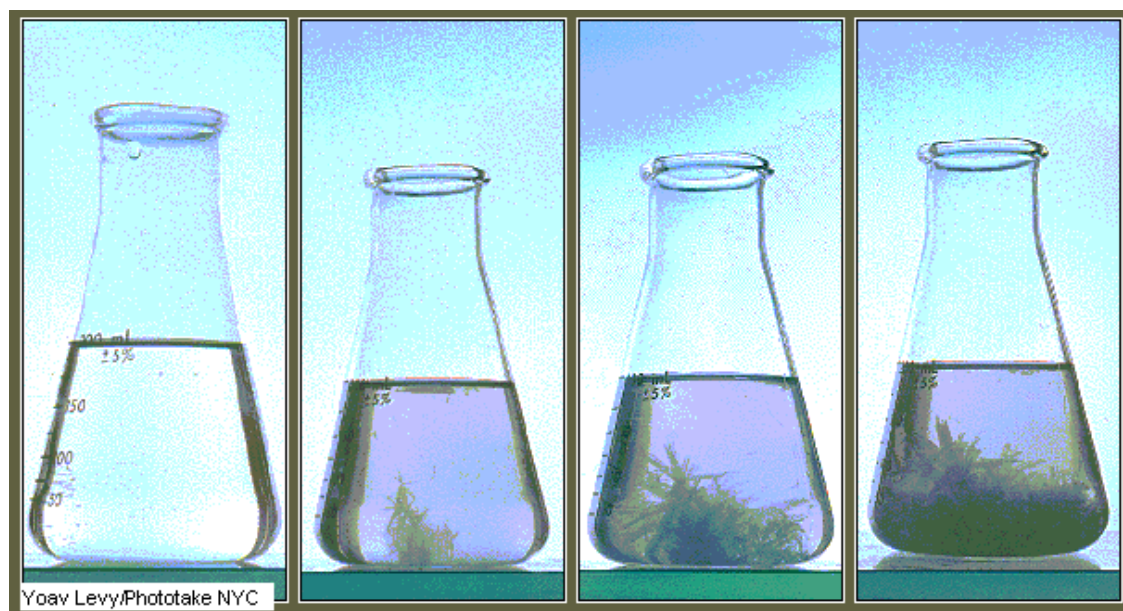
La mayor parte de la materia sólida muestra una disposición ordenada de átomos y tiene estructura cristalina. Los sólidos sin estructura cristalina, como el vidrio, son amorfos. Debido a su estructura, son más parecidos a

un líquido que a un sólido. Se conocen como líquidos superenfriados.

Formación de un cristal (foto).

Si una disolución no es perturbada mientras se enfría, puede superar el punto normal de cristalización y permanecer en un estado superenfriado. Esto también es válido para una disolución que contenga el máximo de soluto; si asimila más, se denomina supersaturado. En ambos casos, si se añade un cristal pequeño, llamado semilla, se produce una reacción en cadena súbita (como se muestra en las fotos) y el crecimiento del cristal es muy rápido.

IES	PNN / OBL / 002		
Manuel Antonio	OBTENCIÓN DE CRISTALES DE ALUMBRE ALUMÍNICO-POTÁSICO	Hoja 2 de 3	
C.M.		Ed. 0	
Laboratorio			Fecha: 10-05-2001



5.- MATERIAL Y PRODUCTOS:

MATERIAL	Nº	PRODUCTOS
Vasos de 250ml	2	
Placa calefactora	1	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$
Balanza	1	K_2SO_4
Cristalizador	1	

6.- PROCEDIMIENTO:

6.1.- Método operatorio:

- Se pesan 15g de sulfato aluminico · 12H₂O.
- Se añaden 25ml de agua a 50°C.
- Se pesan 5g de K₂SO₄ y también se añaden 25ml de agua a 50°C.
- Se disuelven las dos y se le añaden 50ml de agua fría a cada vaso.
- Juntamos las dos disoluciones en el cristizador, se agita para que se mezclen las dos disoluciones.
- Se deja en reposo hasta el día siguiente.
- Los cristales se filtran a presión reducida, se secan a temperatura ambiente.

IES	PNN / OBL / 002	Hoja 3 de Ed. 0	Fecha: 10-05-2001
Manuel Antonio	OBTENCIÓN DE CRISTALES DE ALUMBRE ALUMÍNICO-POTÁSICO		
C.M. Laboratorio			

6.2.- Diagrama de flujo:

7.- CÁLCULOS:

No hay cálculos.

8.- ANEXOS:

La reacción que tiene lugar es:

H₂O

Al₂(SO₄)₃ + K₂SO₄ 2AlK(SO₄)₂·12H₂O

IES	PNN / OBL / 003	Hoja 1 de 4 Ed. 0	Fecha: 24-05-2001
Manuel Antonio	PRÁCTICA DE EXTRACCIÓN SIMPLE Y MÚLTIPLE		
C.M. Laboratorio			

1.- OBJETIVO:

El objetivo de esta práctica es extraer el componente que nos interesa de la disolución problema, mediante la extracción simple y múltiple líquido-líquido con embudo de decantación.

2.- REFERENCIAS:

- CASAS SABATA. *Técnicas de laboratorio químico 2.2*. Ed. Bruño-edebé.
- CASAS SABATA. *Técnicas de laboratorio químico 2.1*. Ed. Bruño-edebé.
- BREWSTER. *Curso práctico de química orgánica*. Ed. Alhambra.

3.- GENERAL:

La extracción es una operación que consiste en transferir a un líquido, llamado disolvente, alguno de los constituyentes de una sustancia ya sea sólida o líquida.

Según el producto a tratar, la extracción puede ser:

- Sólido – líquido. Extracción de sustancias sólidas con líquidos por simple digestión y calentamiento si es preciso.
- Líquido – líquido. Extracción de líquidos en embudo de decantación.

La extracción siempre tiene lugar en dos etapas:

- Contacto del disolvente con el sólido o líquido a tratar, que cede el constituyente soluble al disolvente.
- Lavado o separación de la disolución del resto del sólido.

Extracción de líquidos en líquidos:

Ley del reparto:

Si se añade un soluto a un sistema formado por dos líquidos no miscibles en contacto, se agita y luego se deja en reposo para que los dos líquidos vuelvan a separarse en dos capas; se comprueba que el soluto queda distribuido entre ellas directamente proporcional a sus solubilidades, y depende de una constante o coeficiente del reparto.

SIENDO $C = \text{gramos de soluto disuelto} / \text{volumen en ml de disolvente}$

IES	PNN / OBL / 003	Hoja 2 de 4 Ed. 0	Fecha: 24-05-2001
Manuel Antonio	PRÁCTICA DE EXTRACCIÓN SIMPLE Y MÚLTIPLE		
C.M.			
Laboratorio			

4.- MATERIAL Y PRODUCTOS:

MATERIAL	Nº	PRODUCTOS
Embudo de decantación	1	Violeta cristal o violeta de metilo Agua destilada cloroformo
Vaso de precipitados	1	
Matraces	4	
Probeta de 100ml	1	
Soportes	1	

5.- PROCEDIMIENTO:

5.1.- Método operatorio:

Se disuelven un par de cristales de violeta cristal o violeta metilo en 100ml de agua y esta disolución se divide en dos partes iguales: 1) 50ml de disolución y 2) 50ml de disolución:

- Para la simple:

- Tratamos los primeros 50ml con 30ml de cloroformo u otro disolvente adecuado.
- Lo pasamos a un embudo de decantación y se nos formarán dos capas: una acuosa y otra orgánica. Para saber cual es cada una se le hecha una gota de agua por el borde del embudo, si atraviesa la primera capa esta es orgánica si no es acuosa.
- Agitar para que se mezclen y abrir un poco el tapón, se deja reposar y aflojar un poco la tapa. En cuanto se separan las capas se recoge la parte de abajo por el pico y la parte de arriba por la boca.
- Guardar en dos matraces: 1) producto extraído, 2) producto refinado.

- Para la múltiple:

- Cogemos los otros 50ml de disolución acuosa y los pasamos al embudo de decantación.
- Añadimos 10ml de cloroformo.
- Extraemos.
- Recogemos la capa orgánica (1) y se guarda en un matraz nombrándolo.
- Recogemos la acuosa y la volvemos a meter en el embudo y añadimos otra vez 10ml de cloroformo.
- Extraemos.
- Recogemos la orgánica (2) y la unimos con la (1).

IES

Manuel Antonio

PNN / OBL / 003

PRÁCTICA DE EXTRACCIÓN SIMPLE Y MÚLTIPLE

Hoja 3 de 4

Ed. 0

C.M.

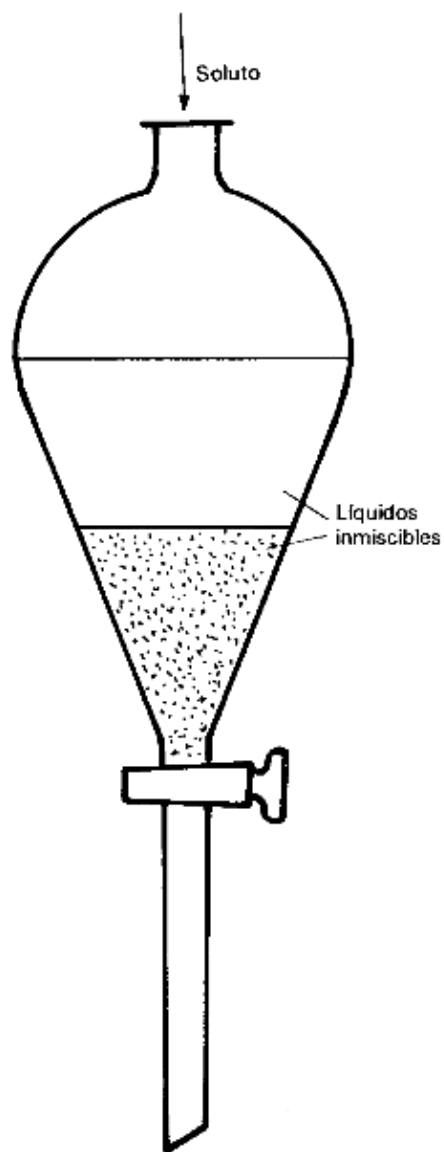
Laboratorio

Fecha: 24-05-2001

- Recogemos la acuosa y la volvemos a meter en el embudo y le añadimos otra vez 10ml de cloroformo.
- Extraemos.
- Recogemos la orgánica (3) y la unimos con la (1) y la (2).
- Recogemos la acuosa.
- Comparamos esta extracción con la simple.

-

5.2.- Diagrama de flujo:



IES	PNN / OBL / 003	Hoja 4 de 4 Ed. 0	Fecha: 24-05-2001
Manuel Antonio	PRÁCTICA DE EXTRACCIÓN SIMPLE Y MÚLTIPLE		
C.M.			
Laboratorio			

6.- INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS:

En el embudo de decantación la capa de arriba es la acuosa y la capa de abajo es la orgánica.

En la extracción múltiple se extrae mucho más producto que en la simple.

IES	PG / OBL / 008	Hoja 1 de 4
-----	----------------	-------------

Manuel Antonio	EXTRACCIÓN CONTINUA SÓLIDO-LÍQUIDO CON SOXHLET	Ed. 0	
C.M.			Fecha: 31-05-2001
Laboratorio			

1.- OBJETO:

El objeto del presente documento es la extracción sólido-líquido continua con Soxhlet.

2.- ALCANCE:

Este procedimiento se puede aplicar a los sólidos en disolventes líquidos (sólido-líquido), y es una extracción continua en la que utilizaremos como extractor el Soxhlet.

3.- REFERENCIAS:

- CASAS SABATA. *Técnicas de laboratorio químico 2.2*. Ed. Bruño-edebé.
- CASAS SABATA. *Técnicas de laboratorio químico 2.1*. Ed. Bruño-edebé.
- BREWSTER. *Curso práctico de química orgánica*. Ed. Alhambra.

4.- GENERAL:

La extracción es una operación que consiste en transferir a un líquido, llamado disolvente, alguno de los constituyentes de una sustancia ya sea sólida o líquida.

Según el producto a tratar, la extracción puede ser:

- Sólido – líquido. Extracción de sustancias sólidas con líquidos por simple digestión y calentamiento si es preciso.
- Líquido – líquido. Extracción de líquidos en embudo de decantación.

La extracción siempre tiene lugar en dos etapas:

- Contacto del disolvente con el sólido o líquido a tratar, que cede el constituyente soluble al disolvente.
- Lavado o separación de la disolución del resto del sólido.

Extracción de sólidos en líquidos:

Proceso continuo en caliente con Soxhlet:

Se evapora el disolvente y al condensarse en el refrigerante caen las gotas sobre el cuerpo a extraer, hasta que llegado a un cierto nivel, por sifón lateral, desciende al matraz de partida, empezando de nuevo el ciclo. Se trata, por tanto, de un extractor con reflujo y de ciclo automático, lo que le da unas características muy prácticas y eficaces.

Hay asimismo baterías calefactoras para equipos soxhlet en los laboratorios donde se necesita mucho esta operación.

IES	PG / OBL / 008	Hoja 2 de 4
Manuel Antonio		

	EXTRACCIÓN CONTINUA SÓLIDO-LÍQUIDO CON SOXHLET		
C.M. Laboratorio			Fecha: 31-05-2001

5.- MATERIAL Y PRODUCTOS:

MATERIAL	Nº	PRODUCTOS
Equipo Soxhlet	1	Éter de petróleo o hexano

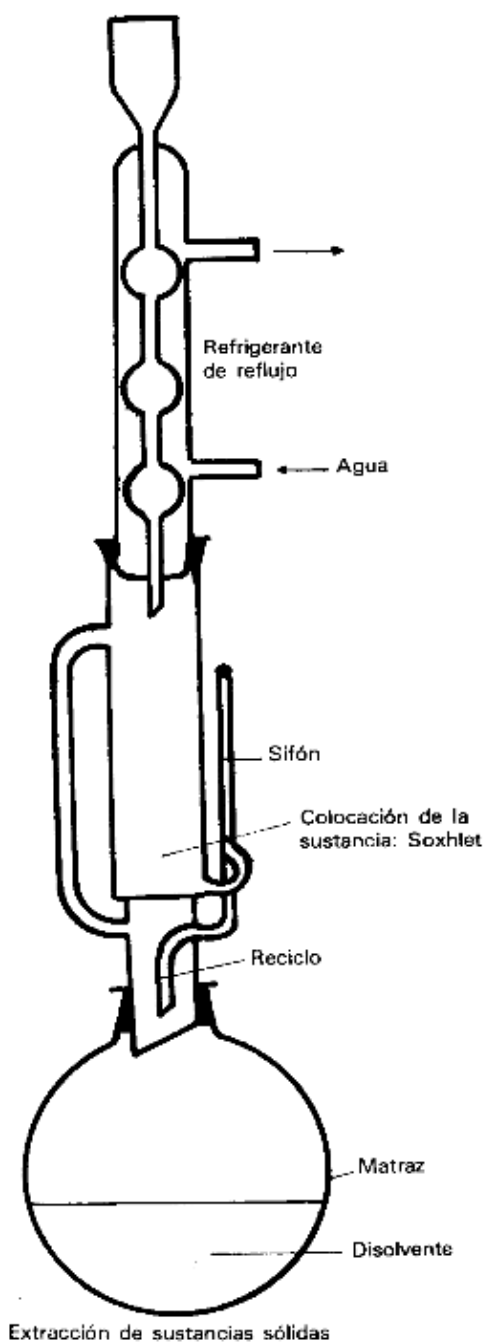
6.- PROCEDIMIENTO:

6.1.- Método operatorio:

- Se introduce en el matraz de fondo redondo el disolvente con las perlas de vidrio. Y no hay que llenarlo más de las $\frac{3}{4}$ partes de su capacidad.
- Se le acopla la pieza que contiene el sólido dentro de un cartucho de celulosa. Hay que tarar el cartucho e introducir la sustancia problema. Poner un trozo de papel de filtro y doblarlo hacia dentro para que el cartucho quede totalmente cerrado.
- Colocar un refrigerante y abrir el grifo.
- Colocar una manta calefactora debajo del matraz de fondo redondo.
- Sifonar unas cuantas veces.
- Secar el cartucho que contiene el producto refinado.
- Utilizar el rotavapor para recuperar el disolvente.

IES	PG / OBL / 008		
Manuel Antonio	EXTRACCIÓN CONTINUA SÓLIDO-LÍQUIDO CON SOXHLET	Hoja 3 de 4	
C.M. Laboratorio		Ed. 0	Fecha: 31-05-2001

6.2.- Diagrama de flujo:



IES	PG / OBL / 008	Hoja 4 de 4 Ed. 0	Fecha: 31-05-2001
Manuel Antonio	EXTRACCIÓN CONTINUA SÓLIDO-LÍQUIDO CON SOXHLET		
C.M.			
Laboratorio			

7.- CÁLCULOS E INCERTIDUMBRES:

Cápsula = 6'5789g

Círculo de filtro = 0'0560g

Suma = 6'6349g

Cápsula + círculo + colacao = 23'6065g

Colacao-(Cápsula + círculo)= 16'9716g

Cápsula de porcelana =

Vidrio de reloj =

8.- ANEXOS:

El punto de ebullición del hexano es 68°C.

EMBUDO DE PAPEL

INTRODUCIR LA SUSTANCIA

APLANAR CON SUPERFICIE PLANA

CUARTEAR

GUARDAR LA MUESTRA REDUCIDA

LAVAR Y NO PESAR LA PIPETA

NO SECARLA

LAVAR EL ERLLENMEYER Y SECARLO

PESARLO P1

LLENAR LA PIPETA CON AGUA DESTILADA Y ENRASAR

VACIAR AGUA EN EL ERLLENMEYER

PESAR CON EL AGUA P2

MEDIR LA Tª

HACER CÁLCULOS

LIMPIARLA, LLENARLA Y ABRIR

MEDIR LA Tª EN UN VASO DE PRECIPITADOS

LLENARLA OTRA VEZ Y ENRASAR 50CC

P1, PESAR VACÍO

DEJAR CAER 5CC EN EL VASO Y COGER LA GOTA PENDIENTE

P2, PESAR CON EL AGUA

OTRA VEZ 5CC Y PESAMOS OTRA VEZ HASTA ACABAR CON LA BURETA

$V_t = 25'0586$

$V_t =$

25'0241

ELABORAR PROCEDIMIENTO

TOMAR MUESTRA

REDUCIR MUESTRA PARA LLEVAR AL LABORATORIO. CÁLCULOS

ANALIZAR

PESAR $20g \pm 0'1g$ DE $K_2Cr_2O_7$

DISOLVER CON 100ML DE AGUA

20ML DE H_2SO_4

ENFRIAR

10ML DE ETANOL

PASAR A UN CRISTALIZADOR

REPOSO

CRISTALES CON COLOR VIOLETA

FILTRAR A PRESIÓN REDUCIDA

SECAR EN DESECADOR

LAVAR

AÑADIR 50ML DE AGUA A 50°C

PESAR 15G DE SULFATO ALUMÍNICO

5G K₂SO₄ Y 25ML DE AGUA A 50°C

DISOLVER LAS DOS Y AÑADIR 50ML DE AGUA FRÍA A CADA VASO

C1 S1

= = K

C2 S2

FILTRARLOS A P REDUCIDA

REPOSO HASTA EL DÍA SIGUIENTE

JUNTAMOS LAS DISOLUCIONES Y AGITAR