

Prácticas de Fundamentos Químicos de la Ingeniería

Practica 1: Valoración de disoluciones. Análisis de acidez de un vinagre.

Introducción: antecedentes

A partir de NaOH en forma sólida(lentejas), supuestamente en estado puro, vamos a construir una disolución acuosa 0,5M utilizaremos mas adelante para poder determinar la concentración de ácido acético en un vinagre comercial.

El NaOH es una sustancia muy soluble en disolventes polares con el agua. En estado sólido se encuentra formando red cristalina cuya estructura depende del radio y carga de los iones y cuya estabilidad depende de la energía reticular de la misma, la cual viene determinada por la siguiente ecuación:

: cargas de los iones

: numero de abogadro

M :constante de Madelung

n :factor de compresibilidad

:constante dieléctrica del medio;

A mayor energía reticular más estable será el cristal, pero como podemos observar, esta es inversamente proporcional a la constante dieléctrica del medio, la cual, en el agua incrementa sustancialmente su valor (agua = 80 x aire).

Este proceso de disolución es exotérmico.

En los pasos a y b se absorbe calor, es decir, se necesita un aporte energético para poder separar los diferentes iones y que se produzca la solución. En el paso c observamos que la energía liberada es superior a la energía absorbida en los pasos a y b, lo que justifica que en un computo global se desprenda energía ($AH < 0$).

En la parte B de la practica hemos utilizado una disolución patrón (concentración conocida) de ácido oxálico para, mediante una volumetria ácido–base, averiguar la moralidad real de nuestra disolución de NaOH. En las volumetrias, para determinar el punto de equivalencia nos servimos de un indicador adecuado(en este caso fenolftaleina).Al llegar al punto de equivalencia podremos observar un cambio de color en la disolución. Cuando lleguemos al punto de equivalencia, anotamos el volumen consumido de la disolución patrón y damos por terminada la valoración.

En la tercera parte repetimos este proceso, tomando ahora nuestra disolución de NaOH como patrón para conocer el grado acético de un vinagre comercial.

La reacción de neutralización será:



Esta reacción esta fuertemente desplazada hacia la derecha. Reaccionan una base fuerte(NaOH)con un ácido débil ($\text{CH}_3\text{--COOH}$), por lo que en el punto de equivalencia tendremos solo moléculas de acetato.

El acetato de sodio es una sal soluble que se hidrolizara de la siguiente manera:



Por lo tanto el punto de equivalencia será básico por lo que usaremos la fenolftaleina.

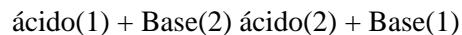
| <u>Material</u> | <u>Reactivos</u> |
|-----------------------------------|------------------------------------|
| -Bureta de 25ml | |
| -Erlenmeyer de 100ml | |
| -Erlenmeyer de 250ml | |
| -Un matraz aforado de 100ml | -NaOH en Lentejas |
| -Pipeta de 10ml | -Disolución de ácido oxálico 0,25M |
| -Pipeteador | -Vinagre comercial 10ml |
| -Frasco lavador de agua destilada | -Disolución de fenolftaleina |
| -Embudo de vidrio | |
| -Cucharilla | |
| -Soporte y pinzas para la bureta | |
| -Papel Blanco | |

Fundamentos

Ácido: Toda especie química, molecular o iónica, capaz de ceder un ion H⁺ a otra.

Base: Toda especie química, molecular o iónica, capaz de recibir un ion H⁺ a otra.

Ácido–Base: El concepto de ácido y base de Brönsted y Lowry ayuda a entender por que un ácido fuerte desplaza a otro débil de sus compuestos (al igual que sucede entre una base fuerte y otra débil).Las reacciones ácido–base se contemplan como una competición por los protones.En forma de ecuación química:



Se produce al transferir un protón el ácido (1) ala base (2).Al perder el protón, el ácido (1) se convierte en su base conjugada, base (1). Al ganar el protón, la base (2) se convierte en su ácido conjugado, ácido(2).La ecuación descrita constituye un equilibrio que puede desplazarse a izquierda o derecha.La reacción efectiva tendrá lugar en la dirección en la que se produzca el par ácido–base mas débil.

Neutralización: reacción entre un ácido–base para formar sal y agua.

Indicador: Sustancia natural o sintética que cambia de color en respuesta a la naturaleza de su medio químico.Los indicadores se utilizan para obtener información sobre el grado de acidez o pH de una sustancia, o sobre el estado de la reacción en una disolución que se esta valorando o analizando.

Punto de equivalencia: Es aquel en el que el numero de equivalentes de reactivo es igual al numero de equivalentes de la sustancia problema.

Volumetria: También llamada valoración química, método químico para medir cuanta cantidad de una disolución se necesita para reaccionar exactamente con otro disolución de concentración y volumen conocidos. Según el tipo de reacción que se produzca la volumetria será, por ejem, volumetria ácido–base, de oxidación–reducción o de precipitación.

Procedimientos

Preparación de una disolución de NaOH 0,5 M

–Calculamos los gramos de NaOH necesarios para preparar 100 ml de una solución 0,5M(suponemos que el NaOH se encuentra en estado puro).

$$m = 0,5\text{mol/l} \cdot 0,11 = 0,05 \text{ mol} \cdot 40 \text{ g/mol} = 2 \text{ g}$$

–Introducimos la cantidad pesada de NaOH en un Erlenmeyer de 100ml y lo disolvemos aproximadamente con 20ml de agua destilada.

–Vertemos la disolución en un matraz aforado de 100ml con ayuda de un embudo.

–Completamos con agua destilada y enrasamos a 100ml.

–Colocamos el tapón y agitamos el matraz para homogeneizar la disolución de NaOH.

Determinación de la concentración real o el factor de corrección de una disolución

–Enjuagamos la bureta varias veces con unos 5ml de la disolución de NaOH para homogeneizar el recipiente.

–Llenamos la bureta con la disolución preparada y desalojamos las posibles burbujas. Enrasamos a cero teniendo en cuenta que la parte mas baja del menisco es la que debe estar en la marca.

–Tomamos 10ml de ácido oxálico 0,25M (disolución patrón)con una pipeta y los vertemos en un Erlenmeyer de 250ml.

–Añadimos un par de gotas de fenolftaleína y unos 30ml de agua destilada.

–Sujetamos la pipeta con unas pinzas y colocamos un papel blanco debajo del Erlenmeyer. Poco a poco vamos añadiendo la disolución de NaOH hasta que la solución comience a adquirir un ligero tono rosado.

–Continuamos añadiendo gota a gota el NaOH hasta que el color rosa perdure unos 15 seg, momento en el que consideraremos alcanzado el punto de equivalencia.

–Repetimos el proceso dos veces para obtener mas valores y poder calcular una media del volumen empleado de NaOH.

Análisis de la acidez de un vinagre

–Tomamos 10ml de vinagre con una pipeta y los vertemos en un Erlenmeyer limpio y seco de 250ml.

–Diluimos la muestra de vinagre con aproximadamente 35 ml de agua destilada para conseguir una disolución

débilmente coloreada y así poder apreciar mejor el cambio de color provocado por la fenolftaleina.

–llenamos la bureta con la disolución de NaOH y enrasamos a cero.

–Añadimos 3 gotas de fenolftaleina a la disolución del vinagre y colocamos un papel de filtro debajo de este para ver mejor el cambio de color.

–Poco a poco añadimos la disolución de NaOH, de nuevo hasta que la solución adquiera un ligero tono rosado.

–Cuando el color perdure durante unos 15 seg. Consideraremos alcanzado el punto de equivalencia y terminada la valoración.

–Repetir el proceso para obtener varios datos y poder calcular una media, reduciendo así el posible error.

Resultados y cuestiones

Parte A y B

1.–Escribir la ecuación estequiométrica de la reacción



2.–Gramos de NaOH en lentejas disueltas

Masa necesaria para conseguir una disolución 0,5M si el NaOH estuviese puro.

$$m = 0,5\text{mol/l} \cdot 0,11 = 0,05 \text{ mol} \cdot 40 \text{ g/mol} = 2 \text{ g de NaOH}$$

3.–Mililitros de NaOH 0,5M problema gastados en cada una de las dos valoraciones y factor de corrección.

Volumen gastados en las dos valoraciones: 11ml y 11,2 ml respectivamente.

Para calcular la verdadera molaridad de la disolución de NaOH podemos utilizar la siguiente expresión: $V_N=V'N'$, ya que se cumple que el numero de equivalentes que participan en la reacción del NaOH de ácido oxálico es el mismo.

$$VN=V'N'; V \text{ M val.} = V'N' \text{ val.}'$$

Despejando la molaridad que queremos averiguar

$$M=0,4505 \text{ mol/L}$$

Y de aquí obtenemos el valor del factor de corrección:

$$\text{Factor} = 0,9010$$

4.–Si en la bureta no elimino las burbujas de aire en el enrasado, y luego desaparecieron en la valoración ¿Cuál sería el error cometido en los cálculos finales? ¿Nos daría mayor, menor, o igual concentración?

Si no hubiésemos eliminado las burbujas hubiéramos cogido mas volumen del necesario (al no acutar el NaOH la totalidad) a la hora de hacer las cuentas, ya que el volumen es inversamente proporcional a la

moralidad, hubiéramos obtenido un valor menor de concentración.

5.–Formula de la reacción que se produce entre el ácido oxálico y el hidróxido sodico. ¿Cuál es el peso equivalente de cada sustancia?



$$\text{Peq} = \frac{\text{Pm}}{\text{Val}}$$

$$\text{Pm}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 90 \text{ g/mol} \quad \text{Peq} (\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 90/2 = 45 \text{ g.}$$

$$\text{Pm}(\text{NaOH}) = 40 \text{ g/mol} \quad \text{Peq} (\text{NaOH}) = 40/1 = 40 \text{ g.}$$

Parte C

1.–Mililitros de solución de problema de vinagre utilizado. Mililitros de NaOH 0,5M (valoración exacta en el ejercicio anterior)

$$V_{\text{vinagre}} = 0,01 \text{ L}$$

$$V_{\text{NaOH}} = 0,0219 \text{ y } 0,021 \text{ L en las dos medidas.}$$

2.–Molaridad del vinagre (en ácido acético), moles de ácido acético en 10 ml de solución de vinagre, gramos de ácido acético de solución vinagre y grado acético de la muestra de vinagre.

Podemos averiguar la molaridad del vinagre en ácido acético ya que conocemos los volúmenes que han reaccionado y la molaridad de la solución de NaOH.

$$M = 0,946 \text{ mol/L}$$

$$M = 0,9663 \text{ mol/L}$$

$$M = 0,9866 \text{ mol/L}$$

Para calcular el numero de moles en un volumen determinado de solución basta con multiplicar la molaridad por dicho volumen:

$$n = 0,9663 \text{ mol/L} \cdot 0,01 \text{ L} = 0,0097 \text{ mol}$$

Y la masa la obtendremos multiplicando el numero de moles por la masa molar:

$$m = 0,0097 \text{ mol} \cdot 60 \text{ g/mol} = 0,582 \text{ g.}$$

El grado acético a partir de estos datos lo obtenemos ya directamente y es: 5,82 °

3.–¿Se puede utilizar el rojo de metilo como indicador? ¿Por qué?

El ácido acético es un ácido débil que en este caso va a reaccionar con el hidróxido sodico, que es una base fuerte. Por tanto, el pH en el punto de equivalencia será básico y para detectarlo necesitaremos un indicador cuyo intervalo de viraje sea también básico entre 8–10.

En el caso del rojo de metilo el intervalo de viraje es ácido 4,8–6 por lo tanto no seria valido para nuestra

experiencia.

4.-Si al valorar 5,932 g de vinagre comercial, se consumen 9,134 ml de NaOH 0,495M, utilizando fenolftaleína de indicador. Calcula:

- **Molaridad de ácido acético en el vinagre (densidad = 1.004 g/L).**

$$V_N = V' N' ; V_M \text{ val.} = V'M' \text{ val}'$$

De esta expresión despejamos la molaridad desconocida en este caso de ácido acético:

$$M' = 0,7627 \text{ mol/L}$$

- **% en peso de ácido acético en el vinagre**

$$(0,76 \text{ mol/L} \cdot 60 \text{ g/mol} \cdot 100) / 1004 \text{ g/L} = 4,54 \%$$

- **Grado acético del vinagre**

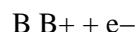
$$0,76 \text{ mol/L} \cdot 60 \text{ g/mol} \cdot 0,1 \text{ L} = 4,56^\circ$$

Practica 2: poder reductor de los metales. Escala electroquímica (1).

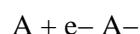
Introducción: **antecedentes**

En esta practica vamos a estudiar fundamentalmente el poder reductor de los metales, por medio de reacciones redox. En este tipo de reacciones hay una especie química que cede electrones y otra que los capta. La especie que cede electrones sufre una semirreaccion de oxidación, y simultáneamente la otra especie química sufre otra semireaccion de reducción. La manera de llamar a las sustancias es:reductor a la que cede electrones y oxidantes a la que los capta.

- Uno es el oxidante, disminuye su número de oxidación, acepta electrones y se reduce.



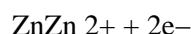
- Otro es el reductor, aumenta su numero de oxidación y se oxida en el proceso al ceder electrones.



Por lo tanto tendrán lugar dos semireacciones, oxidación y reducción, que se relaciona de esta manera:

Agente oxidante + electrones Agente reductor

Los metales suelen actuar de manera general como reductores, por su tendencia a formar cationes. Los distintos metales se pueden ordenar en una tabla atendiendo a su poder reductor, el cual se va incrementando a medida que aumenta su carácter metálico, es decir, conforme nos acercamos hacia el lado izquierdo de la tabla y hacia un periodo mayor, se incrementa el carácter reductor de los metales.



Algunos metales al estar en contacto con disoluciones acuosas de determinados ácidos sufren oxidación, esto significa que el metal tiene mas poder reductor que el hidrogeno. En este caso la semirreaccion es la reducción

del ion hidrónico, que tiende a captar los electrones del metal. Hay que tener en cuenta que esta reacción explicada entre ácido y metal solo ocurre cuando el poder de oxidación del ion hidrónico es mayor que la del metal.

La transferencia de electrones que se da lugar entre los elementos es el fenómeno que vamos a estudiar. Separando las reacciones de oxidación y reducción, obtendremos un flujo eléctrico, produciendo así energía eléctrica de la transferencia de electrones. Hay que tener en cuenta conceptos que guardan relación con el tema como son:

· Ley de energía libre de Gibbs: $\Delta G = -n \cdot F = -RT\ln K$

· Ecuación de Nerst: $E^\circ = \frac{RT}{4F} \ln \left(\frac{P_{O_2}^f}{P_{O_2}^i} \right)$

· Fuerza electromotriz : $E^\circ = \frac{RT}{4F} \ln \left(\frac{P_{O_2}^f}{P_{O_2}^i} \right) = K$

Donde cada fuerza electromotriz corresponde a un elemento y se debe respetar la relación estequimétrica de la reacción general.

· Escala electroquímica

En este apartado vamos a crear varias pilas voltaicas y a medir su potencial. En función del poder reductor/oxidante de cada electrodo podremos deducir de manera experimental la escala electroquímica.

La corriente eléctrica es un movimiento de electrones por un conductor metálico. Así mismo, una reacción redox consiste en el intercambio de electrones entre el agente reductor, que los cede y el oxidante, que los capta.

Si separamos las reacciones de oxidación y reducción que se producen, obtenemos los dos electrodos bien diferenciados: el anión y el catión. Ahora bien, al unir ambos electrodos mediante un conductor habrá un flujo de electrones, ya que los electrones del oxidante tienden a ir hacia el reductor (positivo).

No obstante, además de los electrodos y el conductor externo, necesitamos un polímetro intercalado para medir la diferencia de potencial y un puente salino, para cerrar el circuito y mantener constante la neutralidad eléctrica de las dos disoluciones, anódica y catódica. De esta manera conseguimos una pila voltaica.

La diferencia de potencial entre los dos electrodos de la pila nos da lo que se denomina fuerza electromotriz de la pila (E°):

pila = oxidación - reducción

Pero el único potencial medible es el de la pila en conjunto, por lo que para obtener los potenciales de cada elemento se toma el valor del electrodo del hidrógeno como referencia y apartir de este se averiguan los valores de los demás potenciales.

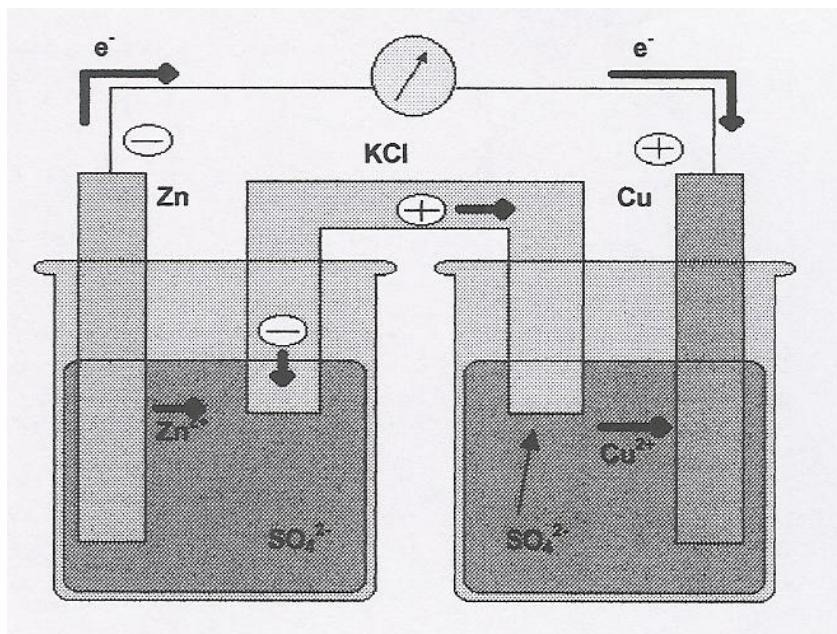
El criterio de los signos de los potenciales depende del sentido de la reacción, es decir:

Electrodo A: oxidación - A

Electrodo B: reducción + B

Pila A/B: pila = B - A

Esquema de una pila:



Poder reductor de los metales

Material

- Gradilla con 8 tubos de ensayo
- Pipeta de 10ml
- Varilla de vidrio
- Cables eléctricos con pinzas
- Voltímetro
- Papel de lija
- Papel de filtro
- Rotuladores
- Frasco lavador de agua destilada
- Vaso precipitación de 100ml

Reactivos

- solución de ácido sulfúrico al 25%
- solución de nitrato sodico al 4%
- solución de cloruro de mercurio 4%
- solución de nitrato de cobre 4%
- solución de sulfato de cinc al 4%
- 4 Barras de Zn
- 4 Barras de Cu

Escala electroquímica

Materiales

- Vasos de precipitados
- Voltímetro
- Tira de papel de filtro

Reactivos

- solución de sulfato cuprico 1M
- solución de sulfato de Zn 0,5M
- solución de nitrato plumboso 1M

| | |
|-----------------------------|--|
| -Papel de lija | -solución de sulfato de magnesio 1M |
| -Papel de filtro | -solución de sulfato ferroso 1M |
| -Cable eléctrico con pinzas | -Disolución al 30% de Nitrato potásico |
| -Frasco lavador | -Cinta de magnesio |
| -Un embudo pequeño | -1 Clavo de hierro |
| -Etiquetas | -1 Barra de plomo |

Fundamentos

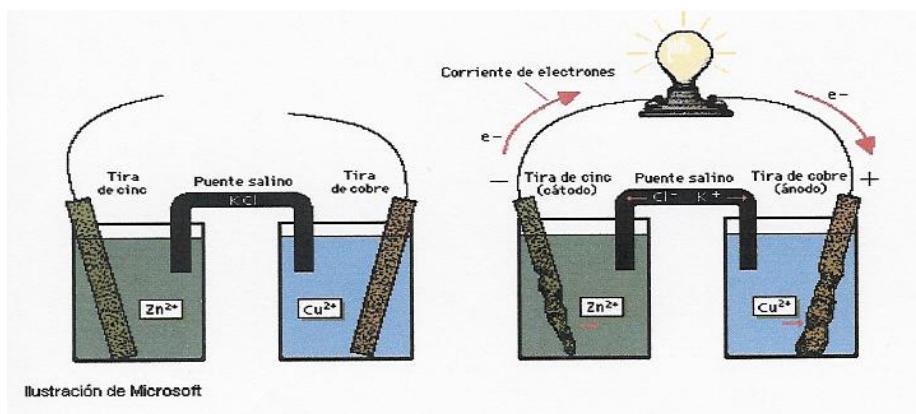
Reacción de oxidación–reducción: proceso en el que un reactivo se oxida(pierde uno o mas electrones) y otro se reduce(gana uno o mas electrones) la especie que cede electrones es el agente reductor, y la que los capta es el oxidante. Las reacciones redox pueden existir en fase sólida, liquida y gaseosa.

Cation: Ion positivo, el átomo pierde uno o más electrones.

Anion: Ion negativo, el átomo que capta uno o mas electrones.

Puente salino: Tabique poroso de porcelana o vidrio formado por un tubo en forma de U invertida taponado por algodón o lana de vidrio en los extremos y que contiene una sal inerte(en nuestro caso usamos una tira de papel de filtro empapada en Nitrato potásico al 30%)Este sistema permite la difusión de los iones de una solución a otra para igualar la carga neta de ambos.

Pila voltaica: Una pila voltaica aprovecha la electricidad de una reacción química espontánea para encender una bombilla(foco).Las tiras de Zn y Cu dentro de disoluciones de ácido sulfúrico diluido y sulfato de cobre respectivamente, actúan como electrodos.El puente salino permite a los electrones fluir entre las cubetas sin que se mezclen las disoluciones. Cuando el circuito entre los dos sistemas se completa, la reacción produce corriente eléctrica y la bombilla se enciende (en lugar de una bombilla podría tratarse de cualquier otro dispositivo).



Ecuación de Nerst: Es la ecuación usada para calcular tanto el potencial de un electrodo como el potencial de la pila. Esto se hace por que los componentes de una pila voltaica no se encuentran siempre en condiciones estándar.

$$\text{Ecuación de Nerst: } = {}^{\circ} -\log$$

=potencial en condiciones no estándar

°=potencial en condiciones estándar

n=electrones transferidos en la reacción

Procedimientos

Podemos dividir la práctica en dos partes:

1. Poder reductor de distintos metales

–Identificamos cada tubo de ensayo con la sustancia que obtendrá.

–Rellenamos dichos tubos con uno o dos centímetros de las respectivas soluciones mediante una pipeta.

–Lijamos las barras de Cu con una lija y las barras de Zn con otra lija diferente para que no se mezclen las diferentes virutas obtenidas, e introducimos estas en los tubos de ensayo, teniendo en cuenta su serie.

| Serie 1 (Zn) | Serie 2 (Cu) |
|-------------------------------------|-------------------------------------|
| –solución de ácido sulfúrico al 25% | –solución de ácido sulfúrico al 25% |
| –solución de nitrato sodico al 4% | –solución de nitrato sodico al 4% |
| –solución de cloruro de mercurio 4% | –solución de cloruro de mercurio 4% |
| –solución de nitrato de cobre 4% | –solución de sulfato de cinc al 4% |

–Observamos que ocurre en cada uno de los tubos de ensayo, y anotamos los cambios que se han dado tras esperar un determinado tiempo:

| | Soluciones | Observaciones |
|-----------------|-------------------------------------|---|
| Serie 1 (Zn) | –solución de ácido sulfúrico al 25% | El ácido sulfúrico deshace la barra de Zn y aumenta la temperatura y salen burbujas |
| | –solución de nitrato sodico al 4% | No se observan cambios aparentes |
| | –solución de cloruro de mercurio 4% | El Zn se oscurece(se recubre de mercurio) |
| | –solución de nitrato de cobre 4% | La barra de Zn se vuelve negra, y la solución se aclara |

| | Soluciones | Observaciones |
|-----------------|-------------------------------------|---|
| Serie 2 (Cu) | –solución de ácido sulfúrico al 25% | No se observan cambios aparentes |
| | –solución de nitrato sodico al 4% | No se observan cambios aparentes |
| | –solución de cloruro de mercurio 4% | El Cu se oscurece(se recubre de mercurio) |
| | –solución de sulfato de cinc al 4% | No se observan cambios aparentes |

–Sacamos el Zn y el Cu de los respectivos tubos de ensayo con sumo cuidado ayudándonos de una cucharilla, y lo depositamos en un papel de filtro, y observamos el estado de los metales:

| | Soluciones | Observaciones |
|-------------------------|-------------------------------------|-----------------------------------|
| Serie 1 (Zn) | –solución de ácido sulfúrico al 25% | No hay Zn se a disuelto |
| | –solución de nitrato sodico al 4% | El Zn esta igual que al principio |
| | –solución de cloruro de mercurio 4% | El Zn esta mas oscuro |
| | –solución de nitrato de cobre 4% | El Zn esta negro |

| | Soluciones | Observaciones |
|-------------------------|-------------------------------------|-----------------------------------|
| Serie 2 (Cu) | –solución de ácido sulfúrico al 25% | El Cu esta igual que al principio |
| | –solución de nitrato sodico al 4% | El Cu esta igual que al principio |
| | –solución de cloruro de mercurio 4% | El Cu esta mas oscuro |
| | –solución de sulfato de cinc al 4% | El Cu esta igual que al principio |

Comparamos nuestras observaciones con las cuestiones teóricas:

Serie 1:

solución de ácido sulfúrico al 25%

Tiene lugar la reacción: $Zn + H_2SO_4 \rightarrow ZnSO_4 + H_2$

El Zn se oxida, desplazándose el hidrógeno, que se reduce. Las burbujas se debían a la emisión de H_2 gas. Por lo tanto el poder reductor del Zn es mayor que el del H_2 .

solución de nitrato sodico al 4%

No se ha producido ninguna reacción en el tubo de ensayo de aquí deducimos que el poder reductor del Na es mayor que el del Zn

solución de cloruro de mercurio 4%

Tiene lugar la reacción: $Zn + HgCl_2 \rightarrow ZnCl_2 + Hg$

El Zn se oxida y el Hg se reduce. Por lo tanto el Zn es mayor que el del Hg

solución de nitrato de cobre 4%

Tiene lugar la reacción: $Zn + Cu(NO_3)_2 \rightarrow Zn(NO_3)_2 + Cu$

Como ocurría con el cloruro de mercurio el Zn se oxida(deshaciéndose parte de este) y el Cu se reduce.

Serie 2:

solución de ácido sulfúrico al 25%

No se ha producido ninguna reacción en el tubo de ensayo de aquí deducimos que el poder reductor del H₂ es mayor que el del Cu

solución de nitrato sodico al 4%

No se ha producido ninguna reacción en el tubo de ensayo de aquí deducimos que el poder reductor del Na es mayor que el del Cu

solución de cloruro de mercurio 4%

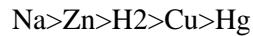
Tiene lugar la reacción: Cu + HgCl₂ CuCl₂ + Hg

El Cu se oxida y el Hg se reduce. Por lo tanto el Cu es mayor que el del Hg

solución de sulfato de cinc al 4%

No se ha producido ninguna reacción en el tubo de ensayo de aquí deducimos que el poder reductor del Zn es mayor que el del Cu

Tras analizar los resultados podemos ordenar dichos metales según su poder reductor, de la siguiente manera:



Mirando la reacción se ve que el sodio resulta ser el agente mas reductor y por lo tanto el que mayor capacidad tiene para oxidarse, perder electrones. Por el contrario, el Mercurio es el que tiene mayor facilidad para captar electrones, reducirse.

Procedimientos de separación de semireacciones

Vamos a separar dos semireacciones en dos electrodos metálicos, y así podremos apreciar la transferencia de electrones. Separaremos las dos semireacciones en dos electrodos metálicos, mostrando la transferencia de electrones en la oxidación de metales.

–Vertemos en un vaso de precipitados de 100ml, 10ml de solución H₂SO₄ al 25% y añadimos agua hasta aproximadamente las tres cuartas partes del vaso.

–Conectamos dos cables al polímetro. Los extremos libres los conectamos a los electrodos mediante las pinzas.

–Introducimos en el vaso con ácido sulfúrico el Zn y el Cu de manera que los metales no se toquen ni queden totalmente en el ácido diluido.

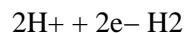
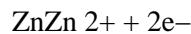
–Observamos y anotamos si ocurre algo en las proximidades de las piezas:

Se desprenden burbujas de Hidrógeno entorno al Zn alrededor del Cu nada.

–Conectamos la barra de Cu a uno de los cables que está unido al polímetro y no sucede nada.

–Ahora conectamos la barra de Zn al otro cable de manera que el circuito quede cerrado(gracias al polímetro y ala disolución).

–Observamos que hay una transferencia de electrones y se produce la reacción redox.



Además se sigue desprendiendo Hidrogeno gas y el polímetro marca una diferencia de potencial de 0,940 voltios. Observamos que la diferencia de potencial disminuye con el tiempo debido a que la barra de Zn se va descomponiendo.

–Al desconectarlo el voltímetro marca 0(el circuito ya no es cerrado) y se desprenden menos burbujas. Al volver a conectar se desprende Hidrogeno en mayor cantidad y el voltímetro vuelve a marcar.

Resultados y cuestiones: 1. Poder reductor de distintos metales

1.–¿Qué procesos químicos son los que ocurren cuando el circuito esta cerrado?¿Y cuando esta abierto?

Los procesos químicos que se desarrollan son los mismos, en uno la reducción y entro la oxidación. La diferencia que existe entre circuito abierto y circuito cerrado, es que en el circuito cerrado hay movimiento de electrones a través de un conductor metálico, mientras que en el abierto es imposible que exista circulación de electrones de uno a otro debido aque no están conectadas.

2.–Explique que camino siguen los electrones del proceso redox en cada uno de los dos casos.

Con el circuito abierto los electrones son captados por el ácido sulfúrico directamente del Zn, el Cu no interviene.

Con el circuito cerrado los electrones pasan del Zn(negativo) al Cu(positivo) a través del conductor. Los electrones que ahora están en el Cu los capta el ácido para dar Hidrogeno gas.

3.–¿Qué ventaja se puede obtener utilizando un circuito con dos electrodos?

Desde el punto de vista de la ingeniería es la obtención de energía eléctrica. Usando un circuito con dos electrodos podemos hacer pasar los electrones a través de un hilo conductor obteniendo así un flujo de electrones. De manera que obtenemos energía eléctrica a partir de energía química que podrá ser aprovechada para producir trabajo (luz, motores, etc.)

4.–¿Por qué es necesario que la superficie de los metales este limpia y brillante?¿A que se debe que con el tiempo puedan haber perdido brillo?

Los metales se lijan para eliminar las posibles impurezas que podrían contaminar la reacción y así nos aseguramos de que sean puras, evitando que se produzcan otras reacciones paralelas y que la reacción deseada sea más lenta.

La perdida de brillo se debe a que muchos de ellos reaccionan con el oxigeno del aire (muy electro negativo) y con otros agentes oxidantes, formando un oxido que se adhiere a la superficie del metal.

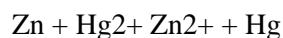
5.–En la parte primera del experimento habrá observado que la disolución de Cu(NO₃)₂ es coloreada,

**pero que se vuelve incolora al cabo del tiempo en el t.e. en el que se a sumergido la barra de Zn.
Justifique esta perdida de color.**

La disolución de Cu(NO₃)₂ posee un color azulado que se debe a la presencia del Cu. Pero al sumergir la lámina de Zn que tiene mayor poder reductor) desplaza al Cu con lo que el color de la disolución será el característico del Zn, incoloro.

6.–El mercurio es un metal líquido. Con otros metales forma disoluciones sólidas llamadas amalgamas. ¿Se ha formado mercurio líquido en el alguno de los t.e. contenido disolución de HgCl₂? ¿Se ha formado amalgama? Explique la reacción que a tenido lugar

No se ha formado mercurio líquido en ninguno de los t.e. según nuestra apreciación, pero se han formado amalgamas en las barras de Cu y Zn que estuvieron en contacto con el HgCl₂ ya que han aparecido recubiertas de una sustancia oscura, esto se justifica debido a la siguiente reacción:



7.–Si el circuito de la Parte Segunda del Experimento lo dejáramos cerrado permanentemente, ¿Marcaría diferencia de potencial el voltímetro indefinidamente? ¿Por qué?

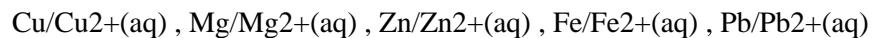
No ya que solo marca diferencia de potencial cuando pasan los electrones de un electrodo a otro(mientras se produzca la reacción redox) como la barra de Zn se va disolviendo poco a poco solo marcaría diferencia de potencial durante el tiempo que tarde en disolverse completamente.

8.–Al cerrar el circuito descrito en la parte segunda del experimento se produce burbujeo sobre la pieza de cobre. Sin embargo, el cobre no es atacado por el ácido diluido, según observó en la parte primera del experimento. ¿Cómo justifica este comportamiento?

El burbujeo sobre la barra de Cu se debe a la reducción de los iones H⁺ que captan los electrones del Zn que se oxidan y que llegan al electrodo a través del cable del circuito. así se forma H₂ en forma de burbujas.

2. Escala electroquímica

–Preparamos en cinco vasos de precipitados los siguientes electrodos:



Añadimos en cada vaso 30ml de disolución de ZnSO₄ 0,5M, FeSO₄ 1M, MgSO₄ 1M, Pb(NO₃)₂ 1M y CuSO₄ 1M. En cada electrodo.

–Introducimos cada metal(Cu,Mg,Zn,Fe,Pb)en el vaso correspondiente a su sal, dichas piezas deben estar limpias y brillantes(lijadas).

–Preparamos un puente salino sumergiendo una tira de papel de filtro en una disolución de nitrato potásico saturada en agua. Dicho puente debe conectar cada pareja de vasos.

–Tomamos un electrodo como referencia(Mg) y lo comparamos con los otros cuatro anotando la diferencia de potencial de cada pila.

Resultados y cuestiones: 2 . Escala electroquímica

1.-¿Por qué los polos de la pila han de conectarse al voltímetro de forma que la aguja señale siempre hacia un mismo lado?

En la práctica el voltímetro era digital, por lo que suponemos que la pregunta se refiere al signo del potencial.

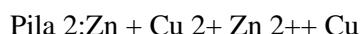
Es conveniente colocar los polos de la misma forma para así saber claramente cual es el electrodo que se reduce y cual el que se oxida, así como el sentido de circulación de los electrones, según el signo.

2.-¿En que se diferencia la pila formada por los electrodos de Zn y Cu que a montado ahora de la que monto con dichos metales en la primera parte de la práctica?;Son las reacciones diferentes o iguales?

–La diferencia mas obvia es que en la primera prueba los electrodos estaban en un mismo vaso, mientras que en la segunda están en recipientes separados. Además, están comunicados con un puente salino para evitar la descompensación iónica.

–El electrodo en el cual se da la reacción de reducción es distinto con cada una de las pilas(electrodo Cu en la pila segunda).

–Las reacciones que se llevan a cabo son diferentes:



3.-Las disoluciones preparadas en este experimento son 1M.Por tanto, Los potenciales que se miden son potenciales normales, E°.¿Verdadero o falso?;¿Por que?

Para que un potencial se considere normal, las condiciones normales son: concentración 1M; Presión 1atm. ; y Temperatura 25°C. Por lo tanto podremos afirmar que los potenciales que se miden son normales por que cumplen las condiciones, si estas no se cumplieran tendríamos que hacer uso de la ecuación de Nerst, como ocurre para el ZnSO₄ debido a que su concentración es de 0,5M

4.-Escriba las reacciones que tienen lugar en los electrodos de cada pila. Recuerde que el polo negativo es en el que ocurre la oxidación, y el positivo en el que ocurre la reducción. Construye una tabla similar a esta:

| Reacción Global de la pila | Electrodo(–)reacción de oxidación | Electrodo (+)reacción de reducción | Potencial(mV) |
|--|--|--|---------------|
| Mg/Mg ²⁺ // Zn/Zn ²⁺ | Mg ²⁺ /Mg ²⁺⁺ +2e ⁻ | Zn ²⁺⁺ +2e ⁻ /Zn | 912 |
| Mg/Mg ²⁺ // Cu/Cu ²⁺ | Mg ²⁺ /Mg ²⁺⁺ +2e ⁻ | Cu ²⁺⁺ +2e ⁻ /Cu | 1933 |
| Mg/Mg ²⁺ // Fe/Fe ²⁺ | Mg ²⁺ /Mg ²⁺⁺ +2e ⁻ | Fe ²⁺⁺ +2e ⁻ /Fe | 1402 |
| Mg/Mg ²⁺ // Pb/Pb ²⁺ | Mg ²⁺ /Mg ²⁺⁺ +2e ⁻ | Pb ²⁺⁺ +2e ⁻ /Pb | 1497 |

5.-Calcular ahora los potenciales de electrodo referidos al Cu²⁺(aq)/Cu y escriba los resultados en su cuaderno de laboratorio en la forma que indica la tabla siguiente.

| Electrodo enfrentado al de Cu ²⁺ (aq)/Cu | Polaridad | Potencial de la pila(mV) | Potencial del electrodo referido al de Cu ²⁺ (aq)/Cu |
|---|-----------|--------------------------|---|
| Zn ²⁺ / Zn | Negativo | 1071 | -1071 |
| Mg ²⁺ /Mg | Negativo | 1933 | -1933 |

| | | | |
|-----------------------|----------|-----|------|
| Fe ²⁺ /Fe | Negativo | 543 | -543 |
| Pb ²⁺ / Pb | Negativo | 530 | -530 |

6.–Utilice los potenciales de electrodo de la tabla anterior para establecer una escala electroquímica que exprese la gradación de poder reductor de poder reductor creciente de los metales ensayados.



Según esto el Mg es el de mayor poder reductor, es el que tiene mayor tendencia a ceder los electrones, por lo tanto a oxidarse.

7.–Calcular los potenciales de electrodo de los 5 metales en estudio de los referidos al electrodo de H⁺(aq)/H₂. Para ella a de tener en cuenta que el potencial de la pila H⁺(aq)/H₂// Cu²⁺(aq)/Cu es 0,34V.

Compare los valores a si determinados para los potenciales normales de electrodo con lo tabulados en los libros. ¿Es satisfactoria la concordancia?

Para hacer estos cálculos tendremos en cuenta la siguiente ecuación:

$$(\text{Ánodo}) = (\text{Cátodo}) - (\text{Pila}) \quad (\text{Ánodo}) = 0'34\text{V} - (\text{Pila})$$

| Metal | Ánodo (según la práctica) | ºAnodo (según las tablas) |
|-------|---------------------------|---------------------------|
| Zn | 0'34V - 1'071 = -0'731 | -0'76V |
| Mg | 0'34V - 1'933 = -1,593 | -2'38V |
| Fe | 0'34V - 0'543 = -0,203 | -0'4V |
| Pb | 0'34V - 0'53 = -0,19 | -0'13V |

En el caso del Zn y Pb si que es satisfactoria la concordancia, mientras que en el caso del Mg y Fe no.

8.–Se afirma que no es necesaria mucha exactitud en las concentraciones a la hora de construir un electrodo. Haciendo uso de la ley que dice como varia el potencial con la concentración(Ley de Nerst) justifique esta afirmación:

Ecuación de Nerst:

$$= ^{\circ} - \frac{0,059}{n} \log \frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b}$$

Como las concentraciones solo influyen bajo la función de logaritmo, la ecuación varía muy poco con estas, a no ser que sean grandes diferencias.

9.–¿Qué potencial se leería en el voltímetro si, estando los dos electrodos de la pila conectados a el, sacáramos el puente salino fuera de las disoluciones de los elementos?

En principio el voltímetro debería marcar el mismo potencial pero lo que ocurre es que con el paso del tiempo, las disoluciones en ambos electrodos se cargarían positiva y negativamente cada uno, hasta que la reacción se anulase.

10.-Calcule el tiempo que debe durar la电解sis de FeCl₃ para obtener un gramo de Fe pasando una corriente de 2'5A. Calcúlese además el potencial necesario mínimo para producir la电解sis.

Primero vamos a calcular el número de culombios, por medio de:

$$Q = I \cdot t$$

Por medio de la ecuación de la masa calculamos el tiempo donde ,n,es el número de electrones que entran en juego; Fe³⁺ + 3e⁻ Fe :

$$m = (M / nF) \cdot (I \cdot t)$$

$$1 = (55'85 / 3.96500) \cdot 2'5 \cdot t$$

$$t = 2073 \text{ s}$$

11.-¿Qué electrodo tendrá mayor potencial de reducción: uno formado por una barra de cobre sumergido en una disolución de Cu⁺² 0'01M, u otro formado por otra barra de Cu sumergida en Cu⁺² 1,00M?

Según la ecuación de nerst

$$\begin{aligned} &= {}^\circ - \frac{0,059}{n} \\ \log \frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b} \end{aligned}$$

podemos observar que una concentración de 1M hará que el logaritmo sea menor que una de 0,01M. Por lo tanto el de 1M tendrá mayor potencial.

12.-¿Qué electrodo de Zn sería preferible para obtener mayor potencial en una pila Daniel, una barra de Zn sumergida en Zn⁺² 0,01M es sumergida en 1M?

El potencial de la pila Daniel esta definido por la ecuación:

$$(Pila) = (\text{Cátodo}) - (\text{Ánodo})$$

Como ya hemos dicho anteriormente el electrodo de Zn actúa como ánodo y el de Cu como cátodo, por lo tanto el ° del Cu va a ser positivo mientras que ° del Zn va a ser negativo. así pues debemos hacer que el potencial del Zn sea lo mas negativo posible.

$$\begin{aligned} &= {}^\circ - \frac{0,059}{n} \\ \log [Zn^{+2}] / [Cu^{+2}] \end{aligned}$$

Para que sea lo mas negativo posible debemos conseguir que $\frac{0,059}{n}$

$\log [Zn^{+2}] / [Cu^{+2}]$ sea lo mas grande posible. Luego la mas conveniente es la concentración de 0,01 M.

Practica 3: Solubilidad, precipitación y cristalización

Introducción: antecedentes

La objetivo de esta práctica es la de separar varias sales por su distinta solubilidad en agua apoyándonos para esto en diferentes operaciones físicas como son los conceptos de solubilidad, precipitación y cristalización. Para ello vamos a estudiar con disoluciones las diferencias entre unas sustancias y otras dependiendo de su naturaleza, es decir, de sus propiedades físicas, o de factores externos como la temperatura, cuyo conocimiento nos permitirá separar los compuestos de las disoluciones en cuestión.

En un proceso de disolución la velocidad de disolución es mayor que la velocidad de recristalización hasta que se alcanza el punto de saturación, momento en el cual las dos velocidades se igualan ($V_1 = V_2$), estableciéndose así el equilibrio. Entre los factores que influyen en la solubilidad cabe destacar la temperatura, la presión, el tipo de sustancia que se someta a ella, y otros factores como la constante dieléctrica del disolvente y la carga de los iones.

Se toma como referencia la solubilidad de centésimo molar, de modo que si:

$S < 10^{-2}$ M sustancia insoluble

$S > 10^{-2}$ M sustancia soluble

Como vemos en la expresión de la energía libre de Gibbs: " $G = H - T S$ (Espontáneo si $G < 0$) un aumento de la entropía favorece la espontaneidad (para la mayoría de los sólidos iónicos y moleculares), mientras que la variación de entalpía positiva se opone. Otra forma de expresar la ecuación de Gibbs es:

$$G = -RT \ln K \quad K = [Productos] / [Reactivos]$$

En cambio para los gases un aumento de temperatura casi siempre significa una disminución de solubilidad.

La presión afecta poco a la solubilidad de sólidos o líquidos, pero influye mucho en la de los gases, ya que un aumento de presión corresponde a un incremento de la velocidad donde las moléculas del gas chocan con la superficie del disolvente y logrando así mayor solubilidad. Así, la ley de Henry describe este aumento:

$$S = K_H P$$

P: presión parcial

S: solubilidad molar

K_H: constante de Henry (función del gas, del disolvente y de la temperatura)

Otro factor fundamental a tener en cuenta es el tipo de disolvente y el de la molécula de soluto. Es evidente el hecho de que cuando se forma una disolución, las atracciones entre las moléculas de soluto y algunas de las que se dan entre las moléculas de disolvente deben ser reemplazadas por atracciones entre soluto-disolvente. Si un compuesto se disuelve más fácilmente a mayor temperatura quiere decir que las atracciones entre soluto y disolvente necesitan más energía que las que ya había entre soluto – soluto y disolvente – disolvente y viceversa.

| Material | Reactivos |
|----------------------|-------------------|
| -2 Tubos de ensayo | -Nitrato potásico |
| -1 erlenmeyer 250 ml | -Cloruro sódico |

| | |
|---------------------------------|---------------------------------|
| -1 embudo cónico | -Carbonato cálcico |
| -1 vaso de precipitado de 100ml | -Disolución de acetato de plomo |
| -1 embudo buchner | |
| -1 Quitasatos | |
| -1 goma cónica | |
| -papel de filtro | |

Fundamentos

Disolución: Mezcla homogénea a nivel molecular de varias sustancias que se pueden hallar en proporciones variables.

Solubilidad: de un soluto en un disolvente es la cantidad máxima de soluto que podrá disolverse en una cantidad de disolvente a una determinada temperatura. Se puede expresar de diversas maneras: kilogramos de soluto por litro de disolvente(molalidad) , moles de soluto por cada litro de disolución (molaridad) etc. Segun la cantidad de soluto las disoluciones pueden ser saturadas, sobresaturadas e insaturadas, o también concentradas y diluidas.

Tabla de sustancias solubles/insolubles: son aquellas cuya solubilidad es menor o igual a $S < 10^{-2} \text{ M}$ sustancia insoluble ; $S > 10^{-2} \text{ M}$ sustancia soluble

Jos y de pequeño tamaño. (veras)

Solubilidad en agua de algunos compuestos iónicos
(soluble $\geq 0,1\text{M}$; insoluble $\leq 0,01\text{M}$)

| aniones | cationes | solubilidad |
|--|--|------------------------|
| todos | alcalinos y NH_4^+ | solubles |
| nitrato, NO_3^- clorato, ClO_3^- acetato, $\text{CH}_3\text{—COO}^-$ | casi todos | solubles |
| cloruro, Cl^- bromuro, Br^- yoduro, I^- | Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} , Cu^+ , Tl^+ los demás | insolubles solubles |
| sulfato, SO_4^{2-} | Sr^{2+} , Ba^{2+} , Pb^{2+} los demás | insolubles solubles |
| sulfuro, S^{2-} | alcalinos, NH_4^+ , alcalinotérreos los demás | solubles insolubles |
| hidroxilo, OH^- | alcalinos, NH_4^+ , Sr^{2+} , Ba^{2+} los demás | solubles insolubles |
| carbonato, CO_3^{2-} fosfato, PO_4^{3-} | alcalinos y NH_4^+ los demás | solubles insolubles |

Iones complejos: son los iones resultantes de la formación de enlaces covalentes coordinados entre iones sencillos y otros iones o moléculas.

Reacción de precipitación: formación de un precipitado(compuesto ligeramente soluble)que se obtiene al mezclar dos disoluciones, aportando cada una de ellas un ion a dicho compuesto.

Procedimientos

Experiencia A y B:

- Tomamos dos tubos de ensayo e introducimos una pequeña cantidad de NaCl. y KNO₃ hasta llegar a una altura de 2 cm aproximadamente.
- Añadimos agua destilada y agitamos la muestra.
- Calentamos sobre una placa eléctrica, para ello sujetamos los tubos de ensayo con unas pinzas de madera, lo inclinamos sin apuntar, lo movemos sobre la placa para evitar posibles proyecciones.
- Añadir el agua destilada necesaria para ir disolviendo el soluto
- Cuando el NaCl. el KNO₃ se ha disuelto en el agua, retiramos el tubo de ensayo y dejamos que se enfríe

Separación de una mezcla NaCl y el CaCO₃

- Vamos a separar los componentes de una muestra de NaCl y CaCO₃ gracias a su distinta solubilidad en agua fría.
- Tomamos 10g de NaCl y 3g de CaCO₃ en un erlenmeyer
- Añadimos el agua (destilada) necesaria para que el cloruro sódico quede totalmente disuelto. Suponiendo una temperatura de unos 20°C y según los datos de la siguiente tabla:

solubilidad g/100 ml de agua

| Compuesto/Temperatura | 0°C | 20°C | 100°C |
|-----------------------|-----|--------|--------|
| KNO ₃ | 13 | 32 | 247 |
| NaCl | 35 | 36 | 39 |
| CaCO ₃ | | 0.0014 | 0.0018 |

- Por una regla de tres: 36g NaCl/ 100 ml agua = 10 g NaCl/ x ml de agua, donde despejando, obtenemos que, x= 1000/36=27,78 ml de agua necesitamos para que la disolución sea saturada.
- Después de añadir el agua, pasamos a filtrar el sistema sólido–líquido que hemos obtenido, pues aunque el NaCl se ha disuelto, el CaCO₃ sigue en estado sólido (se ha disuelto una cantidad despreciable se necesitarían 214'285 L)Vamos a separarlos por filtración.
- Hacemos un cono con papel de filtro de forma que éste se ajuste lo mejor posible a un embudo, lo colocamos y humedecemos con un poco de agua, haciendo así que el papel quede pegado al embudo.

–Vertemos la muestra sobre el embudo y observamos que el sólido queda en el papel de filtro, mientras que la disolución de cloruro sódico lo atraviesa y pasa al vaso de precipitados. Comprobamos que al echar acetato de plomo al filtrado nos sale un color blanco (el acetato de plomo reacciona con el Cl⁻). Esto es evidente, puesto que el agua filtrada contenía NaCl. En otro momento de la práctica explicaremos este proceso cuando tenga más sentido.

Purificación de nitrato potásico:

En esta parte de la práctica vamos a separar estos dos compuestos para ello nos valdremos de la cristalización fraccionada, es un proceso que consiste en la disolución de un sólido impurificado con la mínima cantidad de disolvente requerida para disolver la impureza, en este caso NaCl.

–Pesamos en la balanza electroquímica 20g de KNO₃ y 2g de NaCl se depositan en un Erlenmeyer de 50–100 ml

–Se echa agua suficiente para disolver la muestra total en ebullición, añadiendo dos ml de agua en exceso para que las perdidas no sean apreciables. Valiéndonos de la tabla anterior obtenemos los datos necesarios:

- 247g KNO₃/100 ml agua=20 g KNO₃/x ml agua; x=8,097
- 39g NaCl/100 ml agua= 2 g NaCl/x ml agua; x=5,128

Vemos que con 8,1 ml quedan disueltas ambas sustancias. A esta cantidad le añadimos unos 2ml para compensar las pérdidas de líquido en los recipientes por los que pasa. (obteniendo 10.097ml)

–Se calienta la disolución hasta conseguir que el soluto esté prácticamente disuelto.

–Enfriamos bruscamente colocando el recipiente debajo del chorro de agua fría sobre las paredes externas del erlenmeyer.

–Filtramos la disolución mediante un embudo Bücher.

–Al enfriar bruscamente se ha formado un sólido en el interior del recipiente, quedando adherido a sus paredes. Ayudándonos de la varilla de vidrio y enjuagándolo con el líquido ya filtrado conseguimos sacar la mayor parte.

–Pesamos el sólido filtrado obteniendo 19,2g aproximadamente.

–Comprobamos que el líquido filtrado contiene NaCl al añadir una gota de cloruro de plomo y ver que se forma un precipitado blanquecino (PbCl₂)



En caso de que este precipitado desapareciese rápidamente sería porque en presencia de gran cantidad de cloruros se produce una redissolución:



–Después calentamos a temperaturas cercanas a ebullición y observamos que el PbCl₂ queda disuelto, osea, es soluble a altas temperaturas pero no en frío.

–Del mismo modo, comprobaremos que no quedan restos de cloruro sódico entre el nitrato potásico sólido obtenido.

–Tomamos un poco del mismo, añadimos agua y unas gotas de (CH₃COO)₂Pb. Observamos que no se produce precipitación de PbCl₂ por tanto no queda cloruro sódico y la purificación ha sido correcta.

Resultados y cuestiones

1. Interpretar los resultados de la experiencia A

En esta experiencia hemos podido comprobar como la temperatura es un factor determinante de la solubilidad.

A temperatura ambiente no conseguimos que el KNO₃ se disolviese en agua destilada sin embargo, al calentar la mezcla en seguida se disolvió completamente, pues la solubilidad del KNO₃ varía mucho con la temperatura.

Al enfriar la mezcla se han creado una serie de cristales en el tubo de ensayo por que al disminuir la temperatura también disminuye la solubilidad, y el compuesto precipita.

2.- Interpretar los resultados de la experiencia B

En la segunda experiencia, al mezclar NaCl con agua y agitar no conseguimos que el soluto se disuelva completamente, ni siquiera al calentar la mezcla, a pesar de haber estado mucho tiempo calentando. Esto quiere decir que las fuerzas intermoleculares que tiene el NaCl son muy fuertes y el agua no puede romperlas (E.Hidratación<E.Reticular)

3.- ¿Por qué se pueden separar por disolución en agua fría NaCl y CaCO₃?

Se pueden separar debido a su diferencia de solubilidades a una misma temperatura, siendo la del NaCl considerablemente mayor que la de CaCO₃ (36g/100ml frente a 0.0014g/100ml a 20°C(temperatura ambiente)).

Así pues CaCO₃ permanece sin disolverse y podemos filtrarlo, separándolo de la disolución de NaCl.

4.- ¿Cuál es el fin de lavar el sólido que se encuentra en el filtro después de la filtración?

Se lava el embudo y el Erlenmeyer para que no queden restos de CaCO₃ pegados a sus respectivas paredes. A su vez hay que lavar el filtro por si queda alguna pequeña cantidad de impurezas de NaCl sin haberse disuelto.

Para comprobar si el sólido está realmente libre de NaCl probaremos una pequeña muestra y añadiremos agua destilada y unas gotas de acetato de plomo si no se forma ningún precipitado podremos asegurar que no queda NaCl en la mezcla.

5.- ¿Cuántos gramos de KNO₃ podremos purificar con este método?

No se puede purificar la totalidad de KNO₃ de esta manera ya que si bien es cierto que la mayor parte precipitará al enfriar, también hay que tener en cuenta que una pequeña cantidad permanecerá disuelta a esa temperatura.

En nuestro caso concreto disponíamos de 10 ml en los que disolvíamos 20g de KNO₃ a 100°C. Al rebajar la temperatura posteriormente la mayor parte del KNO₃ precipitará pero 3.2g seguirán disueltos a temperatura ambiente a si pues, como máximo podremos obtener 16.8g

Nosotros obtuvimos 16,3g lo que supone un rendimiento del 97% sobre el máximo posible a temperatura ambiente.

6.- ¿En qué situación será mayor la solubilidad del KNO₃, en agua pura o en una disolución de NaCl 0,1M?

En una disolución de NaCl 0,1M debido al efecto salino, ya que los iones del NaCl atraen a los del KNO₃

aumentando la solubilidad de este.

7.-¿Cómo podríamos aumentar la solubilidad del CaCO₃?

Tal como hemos visto al principio del tema, la solubilidad está influenciada por los factores que alteran G, es decir H, S y T (al aumentar la temperatura aumenta la solubilidad)

Además podemos hacer que la solubilidad aumente por:

–El efecto de ion común:



Si a esta reacción le disminuimos la concentración de CO₃²⁻ del medio entonces el desplazamiento del equilibrio de CaCO₃ es hacia los productos, por lo que la solubilidad aumenta.

–El efecto salino:

Disolviéndolo en una sal cargada con iones positivos , de manera que los iones de la sal atraigan a los del CaCO₃ aumentando su solubilidad.

–Formación de iones complejos:



Tenemos que tratar de formar un complejo con el Ca (por ejemplo Ca(NH₃)₂⁺) con lo que quitamos iones Ca⁺ del medio y desplazándose el equilibrio hacia los productos(aumentando la solubilidad)

–Reacciones redox

–Reacciones ácido–base

8.-¿Cómo podríamos disminuir la solubilidad de KNO₃?

En relación a la pregunta 7 podemos hacer que la solubilidad disminuya haciendo lo contrario, es decir:

–Disminuyendo la temperatura

–En el caso del ion común aumentando la concentración de NO₃[–]

–En el del efecto salino con una sal cargada can iones positivos

–Formando un ion complejo que aumente el numero de iones K⁺ de forma que el equilibrio se desplace hacia los reactivos

–Reacciones redox

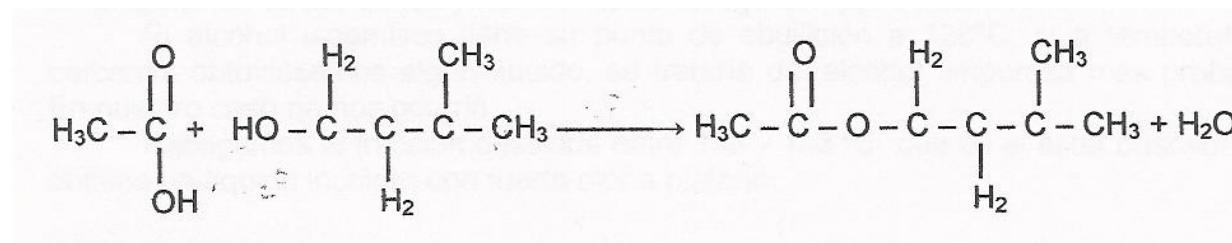
–Reacciones ácido–base

Practica 4: preparación del acetato de isoamilio. Purificación de compuestos orgánicos por destilación

Introducción: **antecedentes**

En esta práctica pretendemos conseguir acetato de isoamilo a partir de ácido acético y de alcohol isoamilico mediante una reacción de condensación como la esterificación. En ella reacciona un ácido común con un alcohol para formar un ester más agua, siendo la reacción inversa a la hidrólisis o saponificación. El equilibrio se desplaza hacia uno u otro sentido según las condiciones en las que tenga lugar la reacción.

En este experimento vamos a hacer uso de la llamada Esterificación de Fischer, cuyo efecto neto es la sustitución de un grupo $-OH$ por un $-OR$.



La formación de esteres es un ejemplo de reacción de condensación, solo que en este caso la molécula eliminada es la del agua. La esterificación parece que está relacionada con la neutralización clásica de ácido-base, donde el alcohol actúa como una base, mientras que el producto, el ester se nombra como sal. Sin embargo, es muy importante que esta analogía no es cierta a pesar de que se sigan nombrando los esteres como si fuesen sales de alquino de los esteroides carboxílicos.

Los ácidos carboxílicos poseen olores picantes o muy desagradables a diferencia de los esteroides sencillos, que son sustancias de olor agradable: originan los aromas y fragancias de la mayoría de las flores, así como de muchos de los olores de frutas utilizadas en caramelos, pasteles... Los esteroides de bajo peso molecular son excelentes disolventes apolares, muchos quitaesmaltes de uñas contienen acetato de etilo.

No tardaríamos mucho en darnos cuenta que el olor característico del isoamilo es el del plátano.

| Material | Reactivos |
|------------------------------------|---------------------|
| -1 Matraz esférico de 250ml | -Alcohol isoamílico |
| -1 Refrigerante | -Ácido acético |
| -1 Manta eléctrica | -Bicarbonato sódico |
| -1 Embudo de decantación de 250 ml | -Ácido sulfúrico |
| -1 Erlenmeyer de 100ml | -Porcelana porosa |
| -1 Cabeza de destilación | -Cloruro sódico |
| -1 Colector | |
| -1 Termómetro | |

Fundamentos

Filtración: proceso que se emplea para separar un líquido de un sólido y también, para la separación de dos sólidos de muy diferente solubilidad en un determinado disolvente. Puede emplearse para purificar una sustancia.

Esterificación: Reacción de formación de esteres orgánicos por reacción de los alcoholes con ácidos carboxílicos.

Condensación: estas reacciones tienen lugar cuando dos o mas moléculas orgánicas se unen mediante eliminación de una molécula, generalmente mas simple que ellas.

Destilación: proceso que consiste en calentar un líquido hasta que sus componentes más volátiles pasan a una fase de vapor, y a continuación enfriar el vapor para recuperar dichos componentes en forma líquida por medio de la condensación.

Su finalidad principal es separar una mezcla de varios componentes aprovechando sus distintas volatilidades , o bien, separar los materiales volátiles de los no volátiles; componente más volátil(casi siempre agua)se desecha , sin embargo el objetivo básico de la destilación es obtener el componente más volátil en forma pura.

Destilación fraccionada: Separación sucesiva de los líquidos de una mezcla, aprovechando la diferencia entre sus puntos de ebullición.

Procedimientos

Para preparar el acetato de isoamilo a partir de alcohol isoamilico y ácido acético llevamos a cabo un proceso dividido en dos partes:

Reflujo

–Colocamos en un matraz esférico de 250ml 18ml de ácido acético y 15 ml de alcohol isoamilico. Se agita para mezclar ambos compuestos.Para esterificar el ácido se puede utilizar un exceso de alcohol o bien, eliminando el agua de la reacción, de forma que se favorece la formación del ester.

–LA esterificación es una reacción muy lenta que suele activarse canalizándola con ácidos muy fuertes, por eso añadimos 2ml de ácido sulfúrico concentrado de manera que disminuya la energía de activación y aumente la velocidad de la reacción.(Este compuesto es muy corrosivo por lo que se debe tener mucha precaución).

–Mientras se añade dicho ácido, se agita el matraz con cuidado, pues se desprende calor.

–Se coloca un trocito de porcelana porosa que aumenta la formación de pequeñas burbujas y evita así que se produzcan proyecciones durante la ebullición.

–Se acopla el refrigerante de reflujo y lo calentamos sobre la manta eléctrica hasta la ebullición manteniéndolo así durante unos 40 minutos.

–El olor característico del acetato de isoamilo se desprende durante el proceso.

–Se enfría el matraz hasta temperatura ambiente colocándolo bajo un chorro de agua fría. Durante el enfriamiento no debe quitarse el refrigerante para evitar desprendimientos de gases.

–A continuación, preparamos una disolución de 50ml de agua saturada con NaCl y la echamos en un embudo de decantación junto al líquido refrigerado. Se agita suavemente, se deja decantar y se elimina la capa inferior acuosa. La fase orgánica se vuelve a tratar con otra porción de 50ml de disolución saturada de NaCl. Finalmente la capa orgánica se lava en 50ml de una disolución saturada de carbonato calcico así extraemos el posible exceso de ácido acético. Tendrá lugar una reacción ácido–base ya que el bicarbonato(base débil)neutraliza el ácido acético formándose de esta forma una sal que desplaza el ácido.

- Hay que tener un cuidado especial durante la extracción ya que puede desprenderse dióxido de carbono.
- Se deja caer una gota de líquido sobre el papel indicador para determinar el pH, este debe tener un tono verde oscuro. Corresponde a un pH entre 7–9. En caso de que fuese menor que 7 la capa orgánica debería tratarse otra vez con bicarbonato sodio.
- Una vez eliminadas las fases acuosas, se pasa a la fase orgánica a un Erlenmeyer y se secas sobre MgSO₄. Despues del secado, la capa orgánica exenta de sólidos se deposita sobre un matraz esférico para proceder a su destilación.

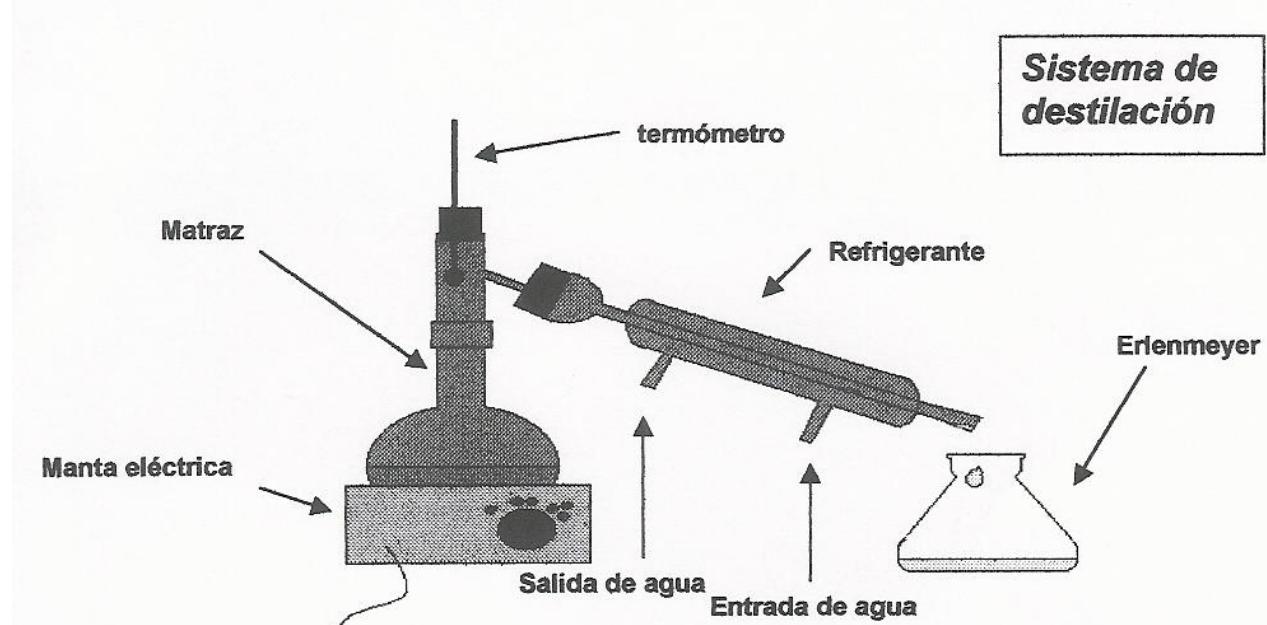
Destilación

Esta segunda fase se realizo con la otra pareja de laboratorio.

–Separamos los diferentes componentes de una mezcla atendiendo a la diferente temperatura de ebullición. Con lo que conseguimos líquidos puros. Se realizan de la siguiente manera:

- Se evapora la sustancia por calentamiento
- Se condensa el vapor producido mediante un refrigerante
- Se recoge el líquido destilado en un recipiente a parte

–Calentamos el matraz sobre la manta eléctrica, añadiendo antes un trozo de porcelana. Se toman dos recipientes en uno se va a recoger la fracción que se va a 135°C y en el otro la que se destila a 143°C el líquido incoloro obtenido se pesa y se calcula su rendimiento a partir de la cantidad de alcohol utilizado. Como impureza más probable habrá que considerar la presencia de alcohol isoamílico.



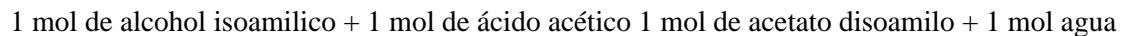
Resultados y cuestiones

1.– Peso y rendimiento obtenidos (tener en cuenta que antes de la destilación se juntaron los extractos obtenidos por dos parejas). Suponer que se partió de doble cantidad de los reactivos.

La cantidad obtenida entre las dos parejas a sido 20,2g. Partíamos de 32ml de alcohol isoamílico(0,294mol) y 36ml de ácido acético(0,628mol)

El ácido sulfúrico no se tiene en cuenta ya que actúa como catalizador acelerando la reacción pero sin consumirse.

La reacción de condensación que se a producido puede representarse como:



Como la reacción es mol a mol, el reactivo limitante es el alcohol isoamilico. Por tanto, el numero de moles que deberíamos de haber obtenido de acetato isoamilico era de 0,294 mol.

$$0,294 \text{ moles} \cdot 130\text{g/mol} = 38,22 \text{ g de ester}$$

- Tras la destilación obtuvimos 20,2 g de acetato isoamilo por lo que el rendimiento que hemos obtenido es de 53 % aproximadamente ($20,2 \text{ g} \cdot 100/38,22 = 52,85 \%$)

2.-¿Cuál es el nombre sistemático del alcohol isoamilico?

El nombre sistemático del alcohol isoamilico es 3–metil–1–butano

3.-¿Por qué las cantidades en moles de ácido y alcohol no son iguales? ¿Por qué se pone exceso de ácido acético? ¿Qué otras posibles modificaciones al método de Fischer se pueden proponer para que aumente la reacción de esterificación?

Añadimos mas cantidad de ácido acético que de alcohol para que este ultimo actue como limitante.

Como queremos obtener la mayor cantidad posible de productos, añadimos mas cantidad de uno de los reactivos para que la reacción se desplace hacia los productos según el principio de Le Chatelier.

Posibles modificaciones:

- Eliminar el agua a medida que se va formando para evitar que el ester sufra una reacción de hidrólisis
- Utilizar un halogenuro o anhidrido derivado de dicho ácido en vez del ácido
- Catalizar la reacción con ácidos minerales fuertes para que no sean tan lentos.

4.-¿Qué papel desempeña el ácido sulfúrico?

El ácido sulfúrico actúa como catalizador, disminuyendo la energía de activación de los reactivos facilitando de esta manera el choque de sus moléculas y así aumentar la velocidad de la reacción. En este caso es un catalizador homogéneo que hace que el ácido sea mucho mas reactivo y elimine el agua que se obtiene en la reacción.

En realidad su papel consiste en favorecer la formación de agua aportando un proton H⁺ cuando se desprende el OH⁻ del ácido acético.

actúa en cantidad muy pequeña como no experimenta cambios químicos permanentes y se recupera al final, no se consume.

5.-¿Cuál es la temperatura de ebullición del acetato de isoamilo?

La temperatura de ebullición del acetato de isoamilo debe estar entre 135°C y 143°C. En el proceso de destilación van saliendo los distintos compuestos en función de su distinto punto de ebullición, en nuestro caso, primero sale alcohol y luego el acetato de isoamilo.nuestro.

6.-¿Por qué se procede a la separación de una fase acuosa y de una fase orgánica por decantación? ¿Qué sustancia queda disuelta en la fase acuosa?

La separación de la fase orgánica y la acuosa se realiza con facilidad mediante el proceso de decantación porque ambas fases son inmiscibles, la decantación es un método físico que utilizamos para separar líquidos inmiscibles basándonos en sus distintas densidades. La sustancia queda disuelta en la fase acuosa es el ácido acético. Añadiendo NaCl logramos que se ionice el agua facilitando la disolución del ácido provocando que se repelan ambas fases de forma casi total haciendo fácil la separación por decantación. En la fase acuosa quedara el ácido sulfúrico utilizado como catalizador, el agua saturada con NaCl el ácido acético y una pequeña parte de alcohol.

7.-¿Que proporción de ester se obtiene en esta reacción con respecto a la máxima posible, sabiendo que la constante de equilibrio es K=4?



CH₃OCH₃

1-x 1-x x x

$$K = [\text{Productos}] / [\text{Reactivos}] = [\text{Ester}][\text{H}_2\text{O}] / [\text{ácido}][\text{Alcohol}] =$$

$$= x^2 / (1-x)^2 = x^2 / 1 + x^2 - 2x \Rightarrow 3x^2 - 8x + 4 = 0$$

12/6=2 1-2=-1 La concentración no puede ser negativa(-).

x =

4/6=0,67

Entonces se obtiene una proporción de ester es de 0,67 con respecto a la máxima posible, donde la constante era K= 4.

Practica 5: Preparación de la aspirina(ácido acetilsalicílico)

Introducción: antecedentes

La aspirina o ácido acetilsalicílico, es el fármaco de uso más extendido en la actualidad. La primera descripción de la aspirina en medicina en apareció en 1899 y se refería al tratamiento de la fiebre reumática. El ácido salicílico, sin embargo, ya había sido descrito (1876) como eficaz para controlar la fiebre y tratar la gota y la artritis.

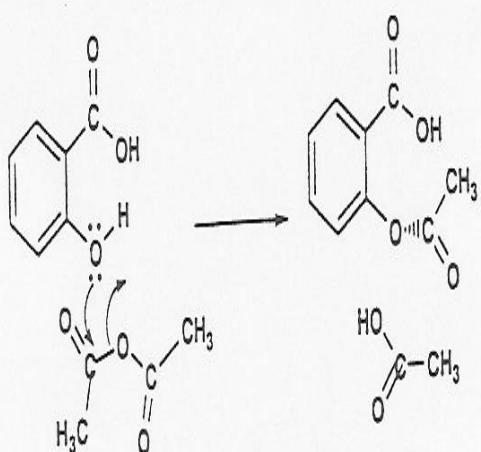
Es por tanto un compuesto artificial (que no existe en la naturaleza) con gran variedad de usos, por ejemplo: contra la fiebre, como antiinflamatorio proporcionando algún alivio a la inflamación asociada con la artritis y heridas menores, aunque su mayor empleo es para reducir el dolor (casi siempre de cabeza) además es un compuesto que reduce la fiebre.

En un principio el fármaco se administraba en forma de sal sódica, sin embargo debido a sus molestos efectos secundarios pronto se pasó a tratar el ácido salicílico con anhídrido acético obteniéndose el tan empleado y eficaz ácido acetilsalicílico. Este es igual de eficaz que la primitiva sal pero sin los malos efectos.

Fue en s.XIX cuando su nombre empezó a conocerse por todo el mundo y pasó a popularizarse su uso.

El objetivo de esta práctica es el conseguir sintetizar ácido acetilsalicílico. Para ello hacemos reaccionar ácido salicílico y anhídrido acético, en presencia de ácido sulfúrico según la siguiente reacción:

Reacción:



| <u>Material</u> | <u>Reactivos</u> |
|------------------------|--------------------|
| -1 erlenmeyer de 50 ml | -Ácido salicílico |
| -1 pipeta de 10 ml | -Anhídrido acético |
| -1 pipeta de 1 ml | -Cloruro férrico |
| -1 Embudo buchner | -Ácido sulfúrico |
| -1 Kitasatos | |

Procedimiento

–En un erlenmeyer de 100 ml depositamos en primer lugar 5,8g de ácido salicílico, junto a 10 ml de anhídrido acético y 0,2 ml de ácido sulfúrico concentrado. El H₂SO₄ catalizará la reacción, al igual que en la esterificación de Fischer, polarizando la molécula.

–Agitamos la muestra durante 30 minutos de modo que el ácido se disuelve y obtenemos un sólido blanco. Entonces, para eliminar impurezas, agregamos 50ml de agua fría y volvemos a agitar.

– La mezcla se filtra sobre un buchner. El sólido que obtenemos se lava con abundante agua destilada para eliminar por completo al sulfúrico mientras se filtra. Es bueno presionar con una cuchara para secarlo lo máximo posible.

–Por ultimo depositamos la aspirina sobre un papel de filtro para que termine de secarse y pesamos. Obteniendo 4,25 g

Resultados y cuestiones

1.–Peso de la aspirina obtenida. Rendimiento de la reacción.

Hemos obtenido 4,25 g de ácido acetilsalicílico.

Para obtener el rendimiento primero es necesario conocer cual es la cantidad máxima que podemos obtener:

Partimos de 5,8 g (ácido salicílico). $1\text{mol}/138\text{g} = 0,042$ moles de ácido salicílico, siendo este el reactivo limitante debido a que la cantidad de anhídrido acético utilizada está en exceso. Entonces, la máxima cantidad de aspirina que podemos obtener son 0,042 moles, que en gramos son:

$0,042 \text{ moles (ac. Acetilsalicílico)} \cdot 180\text{g}/1 \text{ mol} = 7,56 \text{ g}$ de aspirina

Comparando las dos masas obtenemos el rendimiento de la forma:

$$4,25 \cdot 100 / 7,56 = 56,21 \%$$

Tal bajo rendimiento puede ser debido a las perdidas producidas al pasar varias veces de un recipiente a otro, y al lavarlo con abundante cantidad de agua sobre el buchner.

2.–Colocar en un erlenmeyer una punta de espátula de ácido salicílico con un poco de agua y añadir a la suspensión unas gotas de cloruro férrico. Observar la coloración que se forma e indicar a qué es debido.

Nos queda un color morado casi negro, que se debe a que al añadir cloruro férrico los iones Fe^{3+} reaccionan con los $-\text{OH}$ del ácido salicílico.

3.–Tomar 0,5 g de aspirina sintetizada y recristalizarla en tolueno. Volver a repetir el ensayo del cloruro férrico. Anotar las diferencias y postular alguna razón que las justifique.

Para purificar aun mas la aspirina la recristalizamos con tolueno. Tomamos una muestra de la aspirina disolviéndola en agua destilada añadimos tolueno y calentamos. Después la filtramos y esperamos a que recristalice, observamos que el tamaño de los cristales aumentado. Esto es debido a que la aspirina recristaliza y ácido salicílico queda disuelto en el tolueno.

Una vez separados los pequeños cristales obtenidos, tomamos una muestra y añadimos nuevamente unas gotas de cloruro férrico y esta vez el tono es rosáceo. Debido a que no hay impurezas de reactivo en la muestra.

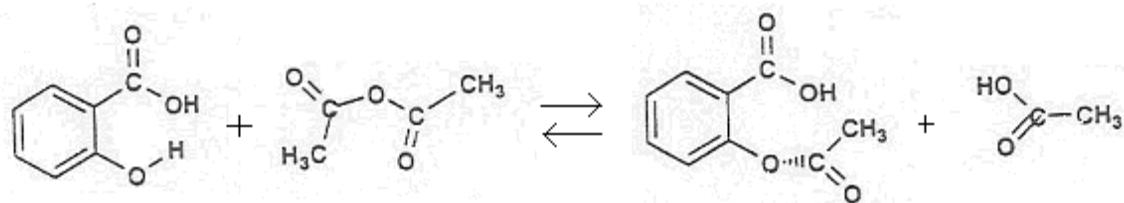
4.–Plantea otras formas diferentes de obtener la aspirina a partir de los reactivos que quieras.

–A partir de la reacción del ácido salicílico con cloruro de acetilo, obteniendo el ácido acetilsalicílico

–De forma mas compleja y por medio de dos fases:

- Se calienta el silicato de metilo y se le añade agua y un catalizador ácido.
- Tratando el producto obtenido con $(\text{CH}_3-\text{CO})_2$ para obtener así el ácido acetilsalicílico

5.–Suponiendo que la constante de equilibrio en la síntesis de la aspirina sea $K=6$ ¿Cuál seria la máxima cantidad de aspirina que se podía obtener en las condiciones experimentales de la práctica realizada?



Ácido salicílico: C₇H₆O₃ (MM = 138 gr/mol; m = 5.8 gr.; n = m/MM = 5.8/138 = 0.042 moles)

Anhídrido acético: C₄H₆O₃ (MM = 102 gr/mol; V = 10 ml; d = 1.082 gr/ml.; m = d·V = 1.082·10 = 10.82 gr.; n = m/MM = 10.82/102 = 0.106 moles)

El reactivo limitante de la reacción es el Ácido salicílico, y por tanto, el reactivo en exceso es el Anhídrido acético. A continuación calculamos cuanto Anhídrido acético ha reaccionado (lo restante habrá sobrado):

Llegamos a la conclusión de que de los 10.82 gr. que había de Anhídrido acético inicialmente, sólo 4.287 han reaccionado (el resto ha sobrado), lo cual equivale a 0.042 moles (los mismos que de Ácido salicílico).

Ácido salicílico + Anhídrido acético → Aspirina + Ácido acético

Inicio 0.042 mol 0.042 mol --

Reaccionan X X --

Se forman -- X X

Equilibrio 0.042 - X 0.042 - X X X

$$K = 6 = \frac{[\text{Productos}]}{[\text{Reactivos}]} = \frac{[\text{Aspirina}] \cdot [\text{Ac.acético}]}{[\text{Ac.salicílico}] \cdot [\text{Anh.acético}]} = \frac{x \cdot x}{(0.042 - x)^2} = \frac{x^2}{x^2 - 0.084x + 0.0017} = 6$$

$$x^2 = 6x^2 - 0.5x + 0.01 \rightarrow 5x^2 - 0.5x + 0.01 = 0$$

$$x = 0.5 \pm (0.52 - 0.2)1/2 / 10 = 0.5 \pm 0.223 / 10$$

$$x_1 = 0.072 \text{ moles} \quad (\text{no se puede porque sale negativo})$$

$$x_2 = 0.027 \text{ moles} \quad 4.975 \text{ gr. de Aspirina}$$

La masa máxima de aspirina que puede obtenerse es de 12.96 gr. con K=6.

Conclusión

Tras una semana de prácticas de química en el laboratorio y otra realizando los correspondientes informes de las prácticas hemos llegado a varias conclusiones como:

Es mucho más didáctico estudiar las reacciones, disoluciones, pilas...de modo teórico y práctico (viéndolas en el laboratorio) que solamente práctico ya que así es más fácil creerse algo tan complejo como la química.

También dentro de las 5 prácticas a habido unas que nos han sorprendido más que otras como por ejemplo: que hallamos credo algo tan útil como la electricidad mediante una reacción redox así como la mundialmente

conocida aspirina. También nos han maravillado la formación de cristales o los variados colores formados

Bibliografía

- Química General, 5º Edición
- J. Morciullo. Temas Básicos de química
- Química 2º Bach. Anaya
- Enciclopedia Encarta 97
- Cuadernillo de laboratorio rosa
- Varias páginas web

•