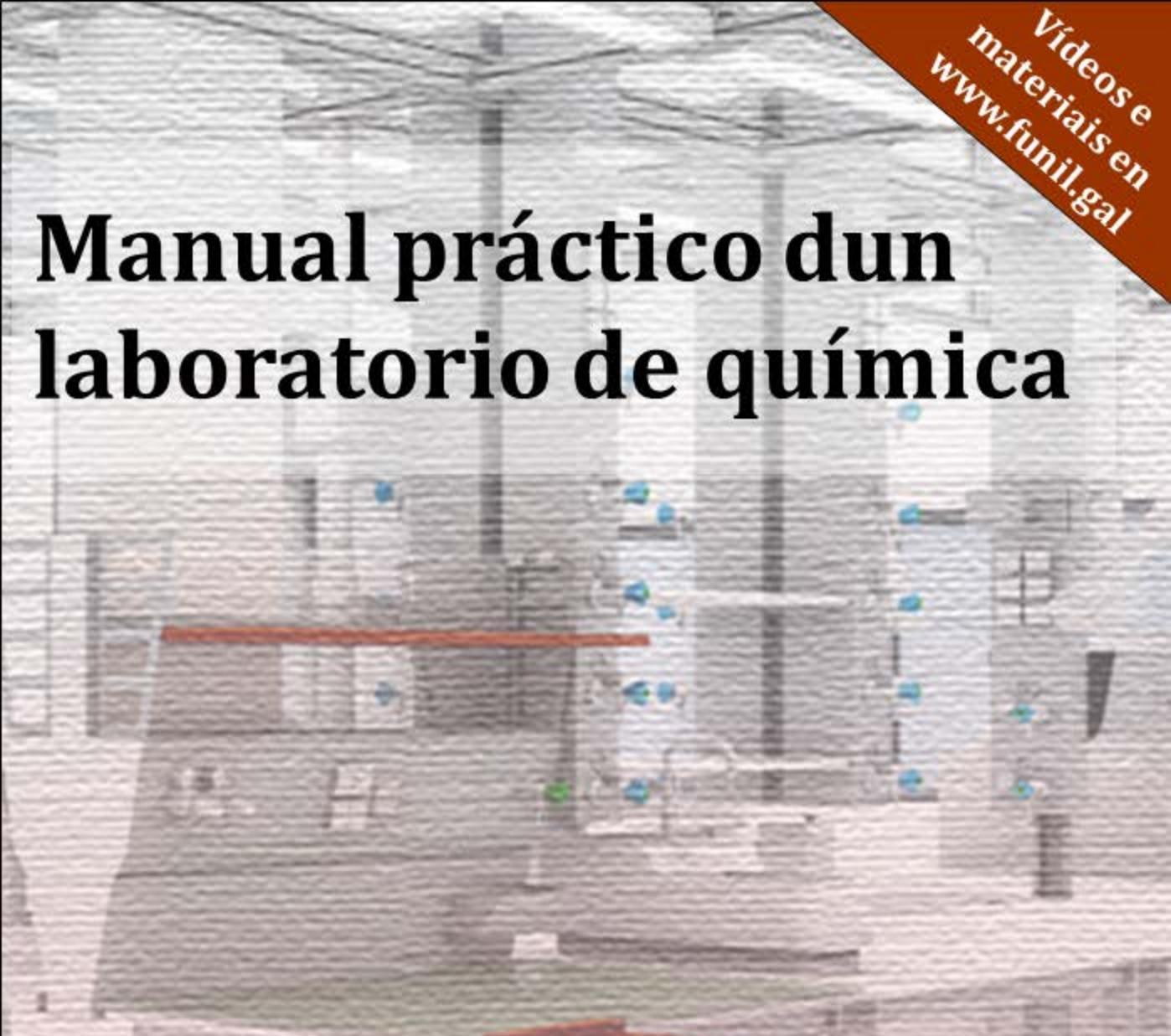


Manual práctico dun laboratorio de química



Manuel R. Bermejo Patiño *Catedrático de Universidad*
Beatriz Fernández Fernández *Profesora de Secundaria*
Mª Isabel Fernández García *Catedrática de Universidad*
Esther Gómez Fórneas *Catedrática de Escola Universitaria*
Ana Mª González Noya *Profesora Titular de Universidad*
Marcelino Maneiro Maneiro *Profesor Titular de Universidad*
Rosa Pedrido Castiñeiras *Profesora Titular de Universidad*
Laura Rodríguez Silva *Profesora Contratada Doutora Universidad*

Edición
CienciaNOSA



Manual práctico dun laboratorio de química

Edición *CienciaNOSA*

Lugo, 2015

Universidade de Santiago de Compostela

88 páxinas

18 x 26 cm.

Índice: páxinas 2-3

ISBN 978-84-608-4668-0

Materia: PN, Química-4G

Autores/as: Manuel Rafael Bermejo Patiño - Beatriz Fernández Fernández - María Isabel Fernández García - Esther Gómez Fórneas - Ana María González Noya - Marcelino Maneiro Maneiro - Rosa Pedrido Castiñeiras - Laura Rodríguez Silva

Revisión lingüística: Xusto Rodríguez Río

Este volume está ao teu disprixio baixo os termos dunha licenza Creative Commons de recoñecemento-compartir igual CC-BY_SA

CONTIDO

1. Diversas táboas periódicas, os nomes e os símbolos dos elementos químicos	5
1.1. Táboa cuadrlingüe	5
1.2. Táboa periódica de isótopos dos elementos químicos	6
1.3. Táboa periódica de espectros electrónicos dos elementos químicos	7
1.4. Os nomes e símbolos dos elementos químicos en 5 linguas	8
 2. Material dun laboratorio químico e normas de traballo e seguridade	12
2.1. Material dun posto de traballo no laboratorio de química	12
2.2. Material dun laboratorio químico: recoñecemento e manexo	13
<i>Material metálico</i>	13
<i>Material de vidro</i>	13
<i>Material de vidro esmerilado</i>	17
<i>Material cerámico</i>	18
<i>Material de caucho</i>	18
<i>Material de plástico</i>	18
2.3. Normas de traballo e seguridade no laboratorio	19
2.3.1. <i>Normas xerais</i>	19
2.3.2. <i>Normas de seguridade no laboratorio</i>	20
2.3.3. <i>Normas sobre preparación de disolucións de ácidos e bases</i>	21
2.3.4. <i>Normas sobre quentamentos</i>	22
2.3.5. <i>Normas sobre a utilización de fornelos ou placas calefactoras</i>	22
2.3.6. <i>Normas sobre as proxeccións</i>	22
2.3.7. <i>Normas sobre posibles intoxicacións</i>	22
2.3.8. <i>Normas sobre a actuación en caso de accidente</i>	23
2.3.9. <i>Pictogramas de seguridade</i>	23
2.3.10. <i>Intoxicacións más frecuentes</i>	25
2.3.11. <i>Eliminación de residuos</i>	26
 3. As operacións básicas en química	27
3.1. Limpeza do material	27
3.2. Manexo dos reactivos e dos disolventes	28
3.3. Manexo dos produtos	28
3.4. Eliminación de residuos	28
3.5. Pesada. Balanzas	28
3.6. Montaxes	29
3.7. Medida de volumes de líquidos	29
3.8. Transferencia de reactivos e produtos	30
 4. As técnicas de separación de substancias	31
4.1. Obxectivos xerais	31
4.2. Separación dunha mestura con substancias sólidas	31
4.2.1. <i>Separación por disolución</i>	31
4.2.2. <i>Separación por sublimación</i>	32
4.3. Separación dunha mestura con substancias líquidas	32
4.3.1. <i>Separación por decantación nun funil</i>	33

4.3.2. Separación por extracción líquido-líquido	33
4.3.3. Separación por destilación	33
4.4. Separación dunha mestura con substancias sólidas en líquidas	34
4.4.1. Separación por decantación	34
4.4.2. Separación por filtración	35
4.4.3. Separación por gravidade	35
4.4.4. Separación ao baleiro	37
4.4.5. Separación por secado	37
4.4.6. Separación por destilación	38
4.4.7. Separación por evaporación	38
4.4.8. Separación por extracción sólido-líquido	38
 5. As prácticas no laboratorio de química	 39
5.1. Prácticas de técnicas de separación	39
<i>Separación dos compoñentes do leite</i>	41
<i>Destilación dun viño: determinación do seu grao alcohólico</i>	44
<i>Destilación por arrastre con vapor</i>	47
<i>Procedementos de separación de substancias por cromatografía en capa fina e en columna</i>	49
5.2. Prácticas para comprender as disolucións	52
<i>Preparación de disolucións</i>	53
<i>Preparación dunha disolución de fertilizante</i>	55
<i>Preparación de caldo bordelés (funxicida)</i>	57
<i>Determinación da condutividade dunha disolución</i>	59
<i>Determinación do contenido de azucré en refrescos</i>	61
5.3. Prácticas para comprender os experimentos básicos da química	63
<i>Determinación do grao de acidez dun vinagre</i>	64
<i>Determinación de carbonato cálcico en pensos</i>	66
<i>Precipitación e separación de carbonato cálcico</i>	68
<i>Preparación de indicadores naturais</i>	70
<i>Determinación da contaminación orgánica dunha auga pola oxidabilidade con permanganato potásico</i>	72
<i>Determinación de SO₂ total en viños. Método Ripper</i>	75
5.4. Prácticas para preparar compostos químicos	78
<i>Síntese dun éster: preparación da aspirina</i>	79
<i>Obtención de biodiésel</i>	81
<i>Saponificación. Preparación dun xabón</i>	83
<i>Obtención de dióxido de carbono gas, CO₂(g)</i>	85

Limiар

Un manual para un laboratorio de química xeral debe ter unhas claras pretensións no tocante á formación básica do alumnado que entra por vez primeira no laboratorio. Así debe tentar que ese alumnado: 1º coñeza o nome e a utilidade do material que existe nun laboratorio; 2º coñeza e comprenda as normas de seguridade para o manexo dese material e dos produtos e reactivos que vai utilizar; 3º recoñeza as diferentes modernas táboas periódicas dos elementos químicos existentes no laboratorio, así como o nome e o símbolo dos elementos químicos; 4º coñeza e saiba utilizar practicamente as técnicas básicas de separación e obtención de produtos químicos; 5º sexa quen de correlacionar conceptos teóricos (disolucións, dispersións, equilibrios, ácido-base, precipitacións redox, etc.) aprendidos na aula coa súa explicitación práctica no laboratorio; 6º estea en condicións de sintetizar algúns produtos sinxelos que lle axuden a comprender para que serve a química e así podela relacionar coa súa vida cotiá.

A realización das prácticas debe tentar mellorar a destreza experimental do alumnado; a seguridade no manexo do material; a presenza no laboratorio e a pulcritude no traballo coa finalidade de mellorar a calidade dos resultados que presente no seu caderno de laboratorio.

Os obxectivos das prácticas son o interese didáctico e o rigor científico. Dende o punto de vista didáctico preténdese que o alumnado adquira a destreza mínima para poder traballar seguro no laboratorio así como que aprenda a traballar e a facer pequenas investigacións. A busca do rigor científico levaranos a que o alumnado sexa capaz de realizar cálculos cuantitativos e, baixo a titoría do profesor/a, aprenda a interpretar os resultados.

Intencionadamente omítense gran parte dos fundamentos teóricos de cada práctica. Tal decisión pretende incitar ao alumnado a asistir con regularidade ás clases de teoría; esa formación será a que lle permita acadar os coñecementos suficientes para comprender a metodoloxía, afrontar a realización dos cálculos experimentais e realizar a interpretación dos resultados.

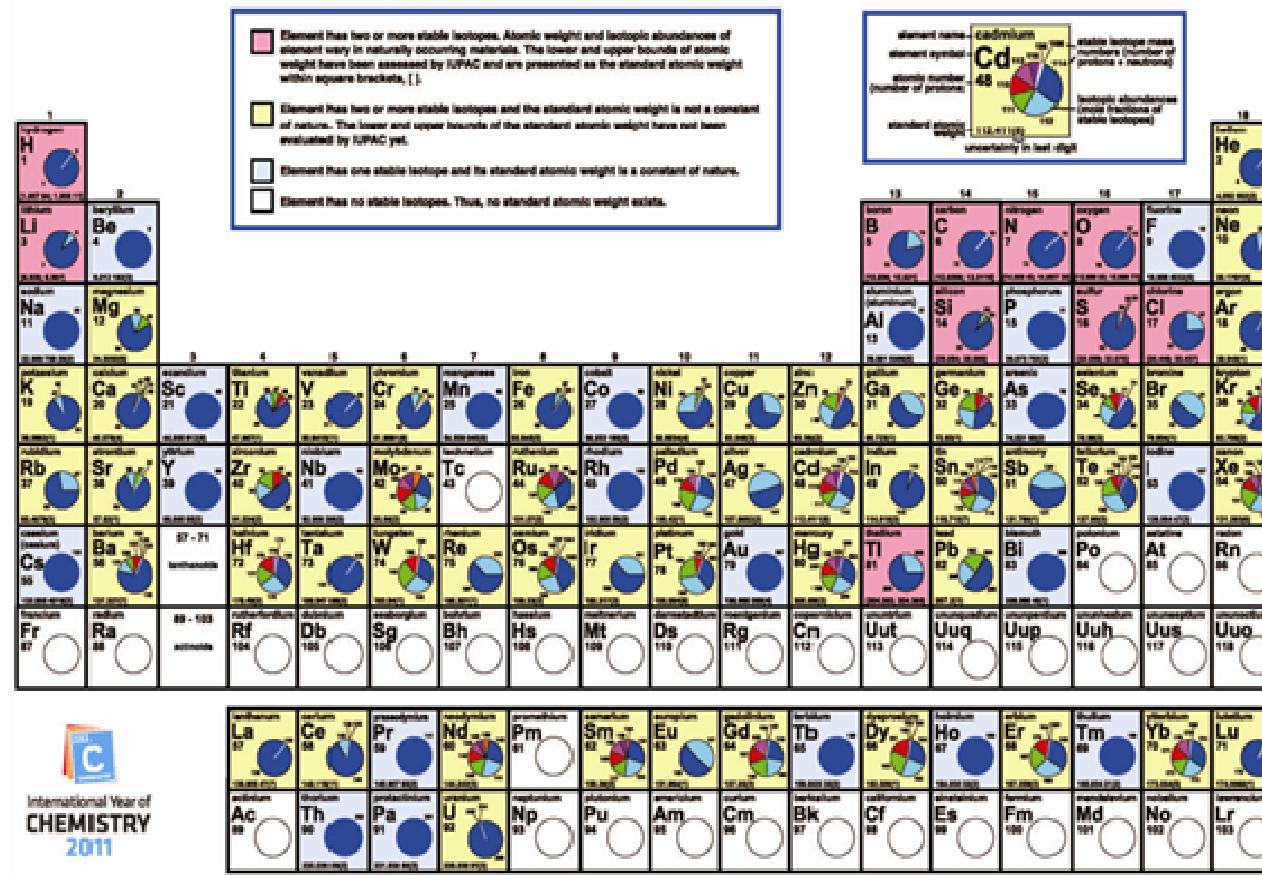
As prácticas propostas son sinxelas, pero axustadas a unha titulación práctica que ten unha directa conexión co mundo actual: o viño, o vinagre, os fertilizantes, o leite, os funxicidas, o biodiésel, o carbonato cálcico dos pensos, as augas contaminadas etc., serán obxecto das investigacións propostas nestas prácticas.

Somos conscientes de que estas prácticas se deben impartir a un número elevado de alumnos/as, con limitados medios económicos e reducidos recursos humanos. Todo iso obrigará ao profesorado a unha enorme economía (tempo de realización, reactivos, material etc.) pero tal situación non poderá ir nunca en menoscabo dos obxectivos previstos.

Rematamos indicándolle ao alumnado que este manual pretende ser útil máis aló dun curso de facultade, pretende ser compañoiro para o futuro da vosa profesión. Gardar este manual con todas cantas notas tomedes durante a realización das prácticas poderavos servir de axuda cando máis adiante na vida vos faga falla.

1.2 TÁBOA PERIÓDICA DE ISÓTOPOS DOS ELEMENTOS QUÍMICOS

IUPAC Periodic Table of the Isotopes



International Year of
CHEMISTRY
2011

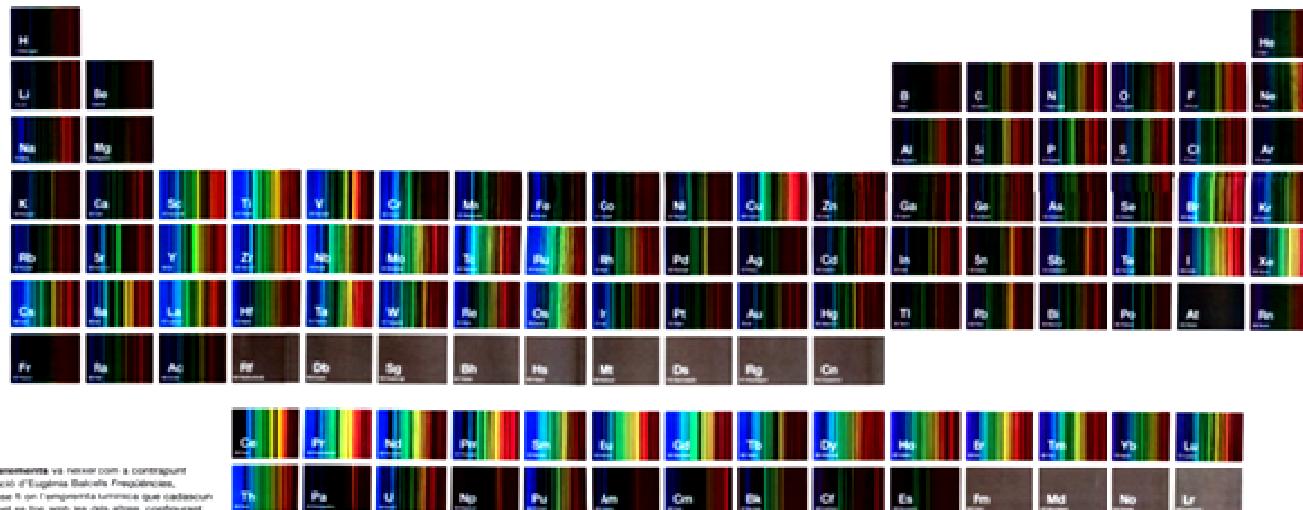
Chemistry International July-August 2011 Vol. 30 No. 4, Supplement

www.iias.org

1.3 TÁBOA PERIÓDICA DE ESPECTROS ELECTRÓNICOS DOS ELEMENTOS QUÍMICOS

Homenatge als elements

Eugènia Balcells



1.4 OS NOMES E SÍMBOLOS DOS ELEMENTOS QUÍMICOS EN 5 LINGUAS

Símbolo	Número atómico	Castelán	Portugués	Francés	Inglés	Galego
Ac	89	Actinio	Actínio	Actinium	Actinium	Actinio
Al	13	Aluminio	Alumínio	Aluminium	Aluminium	Aluminio
Am	95	Americio	Amerício	Américium	Americium	Americio
Sb	51	Antimonio	Antimônio	Antimoine	Antimony	Antimonio
Ar	18	Argón	Árgon	Argon	Argon	Argon
As	33	Arsénico	Arsénico	Arsenic	Arsenic	Arsénico
At	85	Ástato	Astato	Astate	Astatine	Ástato
Au	79	Oro	Ouro	Or	Gold	Ouro
B	5	Boro	Boro	Bore	Boron	Boro
Ba	56	Bario	Bário	Baryum	Barium	Bario
Be	4	Berilio	Berílio	Béryllium	Beryllium	Berilio
Bi	83	Bismuto	Bismuto	Bismuth	Bismuth	Bismuto
Bk	97	Berkelio	Berquélio	Berkélium	Berkelium	Berquelio
Br	35	Bromo	Bromo	Brome	Bromine	Bromo
C	6	Carbono	Carbono	Carbone	Carbon	Carbono
Ca	20	Calcio	Cálcio	Calcium	Calcium	Calcio
Cd	48	Cadmio	Cadmio	Cadmium	Cadmium	Cadmio
Ce	58	Cerio	Cério	Cérium	Cerium	Cerio
Cl	17	Cloro	Cloro	Chlore	Chlorine	Cloro
Cm	96	Curio	Cúrio	Curium	Curium	Curio
Co	27	Cobalto	Cobalto	Cobalt	Cobalt	Cobalto
Cr	24	Cromo	Cromo	Chrome	Chromium	Cromo
Cs	55	Cesio	Césio	Césium	Caesium	Cesio
Cu	29	Cobre	Cobre	Cuivre	Copper	Cobre
Dy	66	Disprosio	Disprósio	Dysprosium	Dysprosium	Disprosio
Er	68	Erbio	Érbio	Erbium	Erbium	Erbio

Es	99	Einstenio	Einstéinio	Einsteinium	Einsteinium	Einsteinio
Eu	63	Europio	Európio	Europium	Europium	Europio
F	9	Flúor	Flúor	Fluore	Fluorine	Fluor
Fe	26	Hierro	Ferro	Fer	Iron	Ferro
Fm	100	Fermio	Férmino	Fermium	Fermium	Fermio
Fr	87	Francio	Frâncio	Francium	Francium	Francio
Ga	31	Galio	Gálio	Gallium	Gallium	Galio
Gd	64	Gadolino	Gadolíño	Gadolinium	Gadolinium	Gadolino
Ge	32	Germanio	Germânio	Germanium	Germanium	Xermanio
H	1	Hidrógeno	Hidrogênio	Hydrogène	Hydrogen	Hidróxeno
He	2	Helio	Hélio	Hélium	Helium	Helio
Hf	72	Hafnio	Háfnio	Hafnium	Hafnium	Hafnio
			Mercúrio			Mercurio
Hg	80	Mercurio	Hidrargírio	Mercure	Mercury	Azougue
			Azougue			
Ho	67	Holmio	Hólmino	Holmium	Holmium	Holmio
I	53	Yodo	Iodo	Iode	Iodine	Iodo
In	49	Indio	Índio	Indium	Indium	Indio
Ir	77	Iridio	Irídio	Iridium	Iridium	Iridio
K	19	Potasio	Potássio	Potassium	Potassium	Potasio
Kr	36	Kriptón	Crípton	Krypton	Krypton	Cripton
La	57	Lantano	Lantânio	Lanthane	Lanthanum	Lantano
Li	3	Litio	Lítio	Lithium	Lithium	Litio
Lr	103	Laurencio	Laurêncio	Lawrencium	Lawrencium	Laurencio
Lu	71	Lutecio	Lutécio	Lutécium	Lutetium	Lutecio
Md	101	Mendelevio	Mendelévios	Mendélévium	Mendelevium	Mendelevio
Mg	12	Magnesio	Magnésio	Magnésium	Magnesium	Magnesio
Mn	25	Manganeso	Manganésio	Manganèse	Manganese	Manganeso
Mo	42	Molibdeno	Molibdêno	Molybdène	Molybdenum	Molibdeno

N	7	Nitrógeno	Nitrogênio	Azote	Nitrogen	Nitróxeno Azote
Na	11	Sodio	Sódio	Sodium	Sodium	Sodio
Nb	41	Niobio	Níobio	Niobium	Niobium	Niobio
Nd	60	Neodimio	Neodímio	Néodyme	Neodymium	Neodimio
Ne	10	Neón	Neon	Néon	Neon	Neon
Ni	28	Níquel	Níquel	Nickel	Nickel	Níquel
No	102	Nobelio	Nobélío	Nobelium	Nobelium	Nobelio
Np	93	Neptunio	Neptúnio	Neptunium	Neptunium	Neptunio
O	8	Oxígeno	Oxigênio	Oxygène	Oxygen	Osíxeno
Os	76	Osmio	Ósmio	Osmium	Osmium	Osmio
P	15	Fósforo	Fosforo	Phosphore	Phosphorus	Fósforo
Pa	91	Protactinio	Protactínio	Protactinium	Protactinium	Protactinio
Pb	82	Plomo	Chumbo	Plomb	Lead	Chumbo
Pd	46	Paladio	Paládio	Palladium	Palladium	Paladio
Pm	61	Prometio	Prometeu	Prométhium	Promethium	Prometio
Po	84	Polonio	Polônio	Polonium	Polonium	Polonio
Pr	59	Praseodimio	Praseodímio	Praséodyme	Praseodymium	Praseodimio
Pt	78	Platino	Platino	Platine	Platinum	Platino
Pu	94	Plutonio	Plutônio	Plutonium	Plutonium	Plutonio
Ra	88	Radio	Rádio	Radium	Radium	Radio
Rb	37	Rubidio	Rubídio	Rubidium	Rubidium	Rubidio
Re	75	Renio	Rênio	Rhénium	Rhenium	Renio
Rh	45	Rodio	Ródio	Rhodium	Rhodium	Rodio
Rn	86	Radón	Rádon	Radon	Radon	Radon
Ru	44	Rutenio	Rutênio	Ruthénium	Ruthenium	Rutenio
S	16	Azufre	Enxofre	Soufre	Sulphur	Xofre
Sc	21	Escandio	Escândio	Scandium	Scandium	Escandio
Se	34	Selenio	Selênio	Sélénum	Selenium	Selenio

Si	14	Silicio	Silício	Silicium	Silicon	Silicio
Sm	62	Samario	Samário	Samarium	Samarium	Samario
Sn	50	Estaño	Estanho	Etain	Tin	Estaño
Sr	38	Estroncio	Estrôncio	Strontium	Strontium	Estroncio
Ta	73	Tántalo	Tântalo	Tantale	Tantalum	Tántalo
Tb	65	Terbio	Térbio	Terbium	Terbium	Terbio
Tc	43	Tecnecio	Tecnécio	Technétium	Technetium	Tecnecio
Te	52	Telurio	Telúrio	Tellure	Tellurium	Telurio
Th	90	Torio	Tório	Thorium	Thorium	Torio
Ti	22	Titanio	Titânio	Titane	Titanium	Titanio
Tl	81	Talio	Tálio	Thallium	Thallium	Talio
Tm	69	Tulio	Tulio	Thulium	Thulium	Tulio
U	92	Uranio	Uranio	Uranium	Uranium	Uranio
V	23	Vanadio	Vanádio	Vanadium	Vanadium	Vanadio
W	74	Volframio	Volfrâmio Tungstênio	Tungstène	Tungsten	Volframio Tungsteno
Xe	54	Xenón	Xênon	Xénon	Xenon	Xenon
Y	39	Itrio	Ítrio	Yttrium	Yttrium	Itrio
Yb	70	Yterbio	Itérbio	Ytterbium	Ytterbium	Iterbio
Zn	30	Zinc	Zinco	Zinc	Zinc	Cinc Zinc
Zr	40	Circonio	Zircônio	Zirconium	Zirconium	Circonio Zirconio

CAPÍTULO 2

MATERIAL DUN LABORATORIO QUÍMICO E NORMAS DE TRABALLO E SEGURIDADE NO LABORATORIO

CAPÍTULO 2

2.1 MATERIAL POSTO DE TRABALLO NO LABORATORIO DE QUÍMICA

Material metálico

Sopores
Fornelo
Pota
Aro con noz
Noz dobre
Pousatubos
Pinzas

Material cerámico

1 Funil Büchner

Material de vidro esmerilado

1 Matraz de fondo redondo de 250 mL
2 Matraz de fondo redondo de 50mL
1 Cabeza de destilación
1 Adaptador para termómetro
1 Refrixeante
1 Colector
1 Funil de decantación de 250 mL

Material de vidro

1 Matraz erlenmeyer de 250 mL
1 Matraz erlenmeyer de 100 mL
2 Matraces erlenmeyer de 50 mL
2 Vasos de precipitados de 250 mL
1 Vidro de reloxo
10 Tubos de ensaio
1 Funil
1 Matraz kitasato
1 Matraz volumétrico de 100 mL
1 Termómetro
1 Bureta
1 Pipeta volumétrica de 10 mL
1 Pipeta graduada de 10 mL
1 Probeta de 100 mL
1 Vareta

Material de caucho e cortiza

Conos para funís.
Soportes para balóns.

2.2 MATERIAL DUN LABORATORIO QUÍMICO: RECOÑECEMENTO E MANEXO

MATERIAL METÁLICO

Soporte	Aro (con noz)	Espátula

Reixa	Pousatubos	Placa calefactora ou axitadora

Noz dobre	Pinza	Queimador Bunsen

MATERIAL DE VIDRO

O vidro é un material que se obtén por fusión dunha mestura de óxidos de silicio, boro, calcio, magnesio, sodio e aluminio. Segundo a porcentaxe destes elementos obtéñense distintos tipos de vidro.

Para que un material de vidro poida ser usado no laboratorio químico debe ter boas propiedades de resistencia mecánica, química e estabilidade térmica. Os vidros más usados que cumplen estas especificacións son os que responden ás marcas comerciais Pirex e Jena. O primeiro, de alto punto de fusión, utilízase para todo tipo de recipientes de laboratorio. O segundo, que presenta unha gran resistencia aos cambios bruscos de temperatura, emprégase para termómetros, erlenmeyers, vasos, matraces de destilación etc.

O material de vidro más usual no laboratorio é o que de seguido se indica:

Vaso de precipitados	Tubo de ensaio	Matraz de fondo plano
Funil de adición	Funil de decantación	Funil de presión compensada
Vidro de reloxo	Matraces de fondo redondo	Deseccador
Caixa Petri	Matraz kitasato	Termómetro

Matraz erlenmeyer

Recipiente troncocónico no que se poden disolver solutos, quentar disolucións, realizar reaccións moi sinxelas etc. Nalgúns casos aparece con graduacións que só son aproximadas.

**Funil**

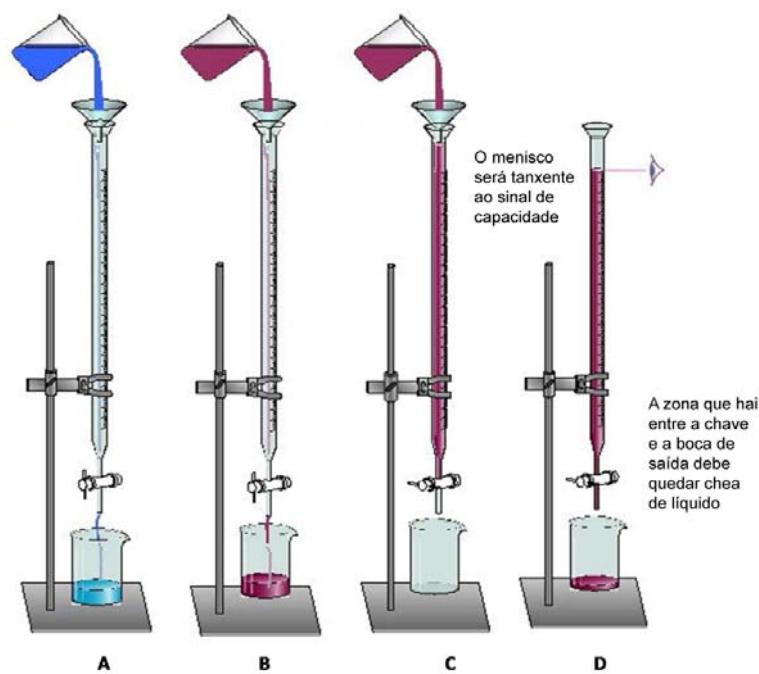
Para transvasar líquidos ou disolucións dun recipiente a outro. Tamén se utiliza para filtrar disolucións, colocándolle un cono de papel de filtro. Os tipos de funil más interesantes son os de Büchner (cerámica) e de filtración por gravidade (vidro), o de adición e o de presión compensada.

**Bureta**

Úsase para medir volumes, por diferencia, con exactitude. É o medio ideal para medir volumes en valoracións.

Cando se emprega nunha valoración deben terse en conta as seguintes precaucións:

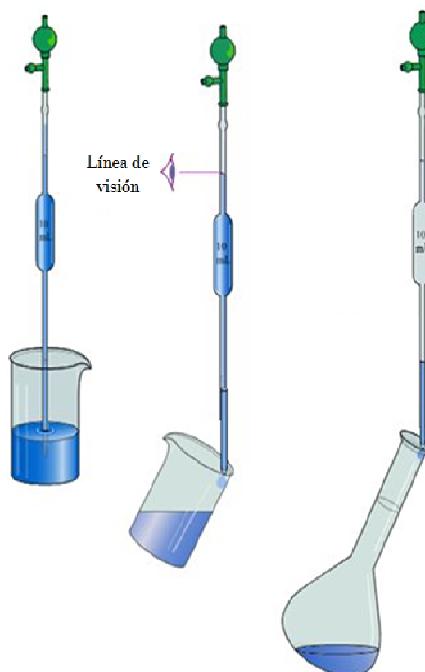
- Os líquidos deben estar a temperatura ambiente.
- A bureta debe lavarse previamente coa disolución coa que se vai realizar a valoración.
- A zona que hai entre a chave e a boca de saída debe quedar chea de líquido.
- O rasamento farase de forma que o menisco sexa tanxente á marca de capacidade (ver figura pax. 30)



Pipeta

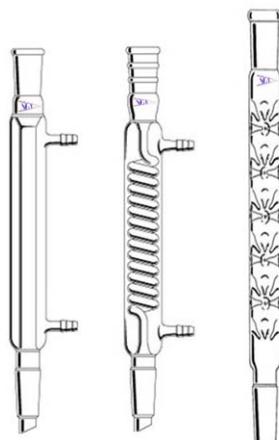
Emprégase para medir volumes pequenos cunha gran precisión. Existen varios tipos de pipetas: graduadas, para varios volumes; unha única marca de capacidade, para un só volume comprendido entre a marca e a punta da pipeta; dobre marca, tamén para un só volume comprendido entre as dúas marcas. Para a súa utilización hai que ter en conta (ver esquema):

- Aspírase coa boca soamente no caso de que o líquido sexa auga; no caso contrario utilízase un medio mecánico ou pera de goma.
- O nivel do líquido aspirado debe ser lixeiramente maior á marca superior que indica a capacidade.
- Tápase co dedo índice a parte superior da pipeta e, afrouxando suavemente déixase escorrer o líquido sobrante ata chegar ao rasamento.
- Non se lle debe soprar nunca á pipeta. O baleirado debe realizarse apoiando a punta inferior desta no recipiente ao que se quere pasar o líquido.



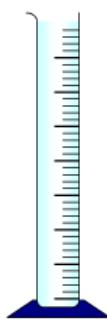
¡¡¡Nunca se deberá emplegar a pipeta para axitar!!!

Refrixerante recto, de serpentín ou de bolas



Empréganse na técnica de destilación.

Probeta



Utilízase para a medida aproximada de volumes. A súa precisión é aceptable, pero inferior á da pipeta. Non se debe empregar para preparar disolucións ou mesturas, tan só se empregará para medir volumes aproximados.

Material cunha única marca de capacidade (a unha temperatura estándar). Utilízase para preparar disolucións de concentración coñecida. A disolución prepárase disolvendo o soluto nun vaso de precipitados, engadindo a disolución ao matraz, lavando sucesivamente o vaso co disolvente e, finalmente, rasando o matraz.



O seu rasamento debe facerse con coidado procurando que o menisco sexa tanxente ao sinal da capacidade.

Matraz volumétrico

Nos aparatos de capacidade única hai que ter en conta as seguintes normas:

- Para facer a lectura débese colocar o recipiente nunha superficie plana e debemos colocar os ollos á altura do líquido.
- A superficie do líquido non é plana, senón curva, e polo tanto a lectura debe facerse tanxencialmente a esta curva (ver esquema na pág. 30).

MATERIAL DE VIDRO ESMERILADO

É unha forma de presentación comercial dalgún dos vidros anteriormente citados. Presentan a característica primordial de poderen axustar distintas pezas grazas á estandarización das súas bocas.

As unións esmeriladas pretenden unha maior facilidade na montaxe e un peche o máis hermético posible; no entanto a unión de dúas partes sólidas é conveniente que sempre se lubrique, para iso cómpre emplegar algo de graxa.

Algunhas das pezas de unión esmerilada más correntes no uso dun laboratorio químico son:

- Alongador
- Termómetro
- Erlenmeyer
- Funil
- Frasco
- Tapóns
- Refrixerante
- Balóns de varias bocas
- Pezas de destilación

De seguido preséntanse como exemplo de material de vidro esmerilado algunas das pezas de destilación:



Cabeza de destilación
ou peza Claisen



Colector
con esmerilado



Adaptador
con esmerilado

MATERIAL CERÁMICO

Pode ser de cuarzo ou de porcelana. As porcelanas son más resistentes a quentamentos prolongados e a temperaturas más elevadas. Con porcelana fabrícanse:

Placas de pingas	Morteiro de man	Crisol
A rectangular ceramic plate with twelve circular depressions, used for drying small samples.	A white ceramic mortar with a pestle inside.	A white ceramic crucible with a lid.
Funil Büchner	Cápsulas	Navetas
A funnel with a porous disc at the bottom, used for vacuum filtration.	A white ceramic capsule-shaped dish.	A long, narrow, shallow tray for holding small amounts of liquid or powder.

MATERIAL DE CAUCHO

Utilízase basicamente en tubos para a conducción de gas e auga, en tapóns, en luvas para manexar substancias corrosivas, en conos para axustar os funís Büchner etc.

MATERIAL DE PLÁSTICO

Entre os más utilizados están o polietileno, polipropileno e politetra-fluoroetileno (teflón). Con estes materiais constrúense vasos de precipitados, erlenmeyers, matraces volumétricos, kitasatos, frascos lavadores, trompas de auga etc.

OLLO! NON UTILIZAR DIRECTAMENTE SOBRE CALOR

Emprégase como soportes para balóns de fondo redondo cando estos están quentes e cómpre deixalos arrefriar, ou para deixar repousar disolucións que conteñen sólido no fondo, antes de proceder a unha decantación ou filtración.

2.3 NORMAS DE TRABALLO E SEGURIDADE NO LABORATORIO

2.3.1 NORMAS XERAIS

- O alumnado deberá presentarse na data, hora e lugar en que fose citado, co material que se lle solicite e co guión da práctica que corresponda lido e traballado.
- O alumnado atopará o seu posto de traballo limpo e ordenado, en caso contrario deberá comunicarollo ao profesor ou profesora. No entanto, asegurarase que dispón de todo o material indicado no guión da práctica e que o ese material se atopa en perfectas condicións.
- Desde o inicio ata o final da práctica o alumno responsabilizarase do seu posto de traballo así como do material alí presente.
- Os materiais, reactivos e disolucións que sexan de uso compartido e teñan unha localización determinada só deberán ser retirados no momento do seu uso e deberán ser devoltos ao seu lugar orixinal inmediatamente. Isto aplicarase aos reactivos sólidos colocados preto das balanzas, papel indicador, indicadores para valoración, disolucións patrón, disolucións preparadas para o alumno etc., e especialmente a aquelas substancias que requieren unhas condicións especiais para a súa conservación (sales anhidros en desecadores) e que á intemperie cambia as súas propiedades.
- Antes de usar un instrumento xeral de uso compartido (balanzas, bomba de baleiro, desecadores, espectrómetros etc.) cómpre asegurarse de que non estea a ser utilizado por un compaño. En caso de estar libre de uso, deberá asegurarse de que funciona correctamente. Adoita ser frecuente a formación de colas na contorna destes sitios. Isto debe evitarse porque contradí as normas de seguridade.
- En ningún momento se farán bromas nin actividades alleas ao traballo de laboratorio, sobre todo se producen distracción ou falta de atención aos compañeiros.
- Nunca deberá correr no laboratorio, traballar só, nin levar a cabo experimentos doutras prácticas nin realizados por conta propia.
- En caso de querer saír, solicitarollo ao profesorado e empregará só o tempo imprescindible, aproveitando aqueles momentos en que a marcha da práctica lle conceda un tempo de inactividade. Sempre que o alumno/a abandone o laboratorio deberá lavar as mans mesmo se levou luvas postas constantemente. De todos os xeitos, deberá saír cando llo solicite o profesorado ou o determine algunha das normas de seguridade.
- Antes de dar por terminada a práctica deberá consultar ao profesor a calidade dos resultados obtidos.
- Ao terminar de forma normal a actividade no laboratorio, todo o material de práctica usado debe lavarse e deixarse limpo e o posto ocupado debe deixalo ordenado. O material de vidro colocarase sobre unha folla de papel de filtro limpo.

IMPORTANTE.- Notificar ao profesor/a calquera rotura ou deterioración que sufra o material do seu posto ou outro de uso compartido para que este o poida repoñer.

É obligatorio presentarse ao profesor/a e solicitar a súa autorización antes de abandonar o laboratorio.

Unhas normas de seguridade nos laboratorios de prácticas más completas pódense atopar na páxina web do Servizo de Prevención de Riscos Laborais da USC:

<http://www.usc.es/estaticos/servizos/sprl/normalumlab.pdf>

2.3.2 NORMAS DE SEGURIDADE NO LABORATORIO

O traballo nun laboratorio químico pode resultar perigoso se non se observan unhas mínimas e sinxelas normas de seguridade. As regras de seguridade más importantes son:

- Está absolutamente prohibido traballar no laboratorio sen bata nin lentes de seguridade.
- Non se admiten lentes de contacto no laboratorio.
- É necesario recoller o pelo, levar as uñas cortadas e non usar aneis nas mans. O calzado, sen tacóns altos, terá que cubrir totalmente os pés.
- Informarse de onde están os elementos de seguridade do laboratorio (extintores, alarmas, saídas, lavador de ollos etc.).
- Sacar material ou produtos fóra do laboratorio será sancionado con dureza.
- En ningún caso se tirarán produtos químicos ou disolucións, salvo que sexan inertes, aos desaugadoiros do laboratorio (especialmente prohibido está tirar polo desaugadoiro materiais sólidos insolubles). Todas estas substancias (residuos) teñen que ser depositados nos lugares dispostos para tal efecto e non se teñen que tirar nunca nos desaugadoiros nin nas papeleiras do laboratorio.
- As reaccións nas que se xere algún gas nocivo débense realizar sempre na vitrina co aspirador en funcionamento. A atmosfera do laboratorio debe manterse o máis limpa posible.
- Non retornar nunca o exceso de reactivo ao recipiente de orixe.
- En caso de accidente avisar inmediatamente ao profesor/a. En caso de gravidade chamar ao 061, e de ser necesario, ao teléfono de información toxicolóxica 915 620 420. En calquera caso comunicar por escrito os feitos ao Servizo de Prevención de Riscos Laborais da Universidade.

❖ **Lume no laboratorio.** Evacuade o laboratorio, de acordo coas indicacións do profesor/a e a sinalización existente no laboratorio. Se o lume é pequeno e localizado, apagádeo utilizando un extintor adecuado, area, ou cubrindo o lume cun recipiente de tamaño adecuado que o afogue. Retirade os produtos químicos inflamables que estean preto do lume. Non utilicedes nunca auga para extinguir un lume provocado pola inflamación dun disolvente.

❖ **Lume no corpo.** Se se che incendia a roupa, berra inmediatamente para pedir axuda. Déitate no chan e arrólante para apagar as chamas. Non corras nin tentes chegar á ducha de seguridade se non está moi preto de ti. É a túa responsabilidade axudarlle a alguén que se estea queimando. Cúbreo cunha manta ignífuga, condúceo ata a ducha de seguridade, se está preto, ou

arrólao polo chan. Non utilices nunca un extintor sobre unha persoa. Unha vez apagado o lume, mantén á persoa deitada, procurando que non colla frío e proporcionalle asistencia médica.

- ❖ **Queimaduras.** As pequenas queimaduras producidas por material quente, baños, placas ou mantas calefactoras etc., trátanse lavando a zona afectada con auga fría durante 10-15 minutos. As queimaduras más graves requieren atención médica inmediata.
- ❖ **Cortes.** Os cortes producidos pola rotura de material de cristal son un risco común no laboratorio. Estes cortes téñense que lavar ben, con abundante auga corrente, durante 10 minutos como mínimo. Se son pequenos e deixan de sangrar en pouco tempo, lávaos con auga e xabón, aplica un antiséptico e tápaos cunha venda ou apósito adecuados. Se son grandes e non paran de sangrar, requieren asistencia médica inmediata.

- Coñecer perfectamente o perigo dos disolventes e reactivos que se van utilizar, e tamén dos produtos que imos obter.
- Realizar as operacións precisas coa máxima atención e non deixando nunca soa a reacción.
- Nunca improvisar técnicas nin reaccións no laboratorio sen o asesoramento e vixilancia do profesor.
- Coidado cos envases vellos.
- Evitar os disolventes e reactivos na mesa de traballo e sobre todo próximos aos fornelos.

E, como consello final, ... *Ao rematar a práctica, deixade todo o material e o voso posto de traballo no laboratorio perfectamente limpos para que poidan usalos con confianza os vosos próximos compañeiros, pechade a auga, o gas e a luz do laboratorio. Notificádelle ao profesor calquera rotura ou deterioración que sufra o material do voso posto ou doutro de uso compartido para que este o poida reparar.*

Outras normas importantes de seguridade más específicas son as seguintes:

2.3.3 NORMAS SOBRE PREPARACIÓN DE DISOLUCIÓNNS DE ÁCIDOS E BASES

NON ENGADIR NUNCA auga sobre un ácido concentrado (especialmente se é ácido sulfúrico!). Para preparar a disolución o ácido debe engadirse sobre a auga **LENTAMENTE E REMEXENDO**. Con máis motivo, **NUNCA DEBE ENGADIRSE** un ácido concentrado sobre unha base concentrada ou viceversa.

2.3.4 NORMAS SOBRE QUENTAMENTOS

QUEIMADORES BÜNSEN

Ao operar cun queimador Bünsen é importante apagalo inmediatamente despois do seu uso para evitar accidentes: fugas de gas, explosións etc.

Non dirixas nunca a boca dun tubo de ensaio cara a ti mesmo ou cara aos teus veciños de mesa, SOBRE TODO se estás ti quentándoo. Deste xeito evitarás que as posibles proxeccións que se produzan ao empezar a reacción e/ou ao ferver a disolución vos queimen a ti ou aos teus compañeiros.

Se hai vitrina facer sempre estas operacións no seu interior.

2.3.5 NORMAS SOBRE A UTILIZACIÓN DE FORNELOS OU PLACAS CALEFACTORAS

Non poñer nunca ao roxo nin á máxima potencia o material para quentar e se cómpre facelo, só por pouco tempo tempo e estando sempre presente o interesado.

Cando se desconecte un fornelo cómpre deixalo apartado por un tempo, ata que arrefríe, para que ningún compaño se poida queimar ao poñerlle a man enriba.

Desbotar inmediatamente calquera material roto ou agretado, e **NON QUENTAR NUNCA MATERIAL DE VIDRO GRADUADO** (nin metelo na estufa).

Hai que ser moi coidadosos cando se manexan disolventes ou produtos inflamables como éter, acetona etc., sobre todo cando se quentan.

2.3.6 NORMAS SOBRE AS PROXECCIÓNNS

Se se derrama calquera produto químico, debe limpíarse o antes posible (avisando ao profesor/a). Especialmente perigosos son os produtos corrosivos sen cor, como as disolucións de ácidos ou bases.

2.3.7 NORMAS SOBRE POSIBLES INTOXICACIÓNNS

No laboratorio está totalmente prohibido comer, beber e fumar.

- Sempre que a pel entre en contacto con algún producto químico debe lavarse inmediatamente. Ademais, ao acabar o traballo no laboratorio, hai que lavar ben as mans.
- Non probar, tocar nin ulir ningún producto químico. Se se vai traballar con substancias que desprendan vapores tóxicos ou irritantes (como cloro, óxidos de nitróxeno, sulfuro de hidróxeno, amoníaco, moitos disolventes orgánicos etc.), o experimento debe realizarse nunha vitrina.
- Para pipeteiar un producto, nunca se pipetea aspirando coa boca, aínda que o producto sexa inocuo. Hai que acostumarse a pipeteiar sempre cun chupón ou pera de goma.

2.3.8 NORMAS SOBRE A ACTUACIÓN EN CASO DE ACCIDENTE

- Avisar inmediatamente ao profesor encargado.
- Familiarizarse co lugar do laboratorio onde está a caixa de primeiros auxilios, o lavador de ollos e a terra para apagar os posibles incendios.
- Calquera vertedura de producto na roupa debe ser limpada axiña cun pano húmido. Os ácidos e bases concentrados e os produtos corrosivos en xeral son especialmente perigosos. Se o derramamento se produce sobre a pel debe actuarse con máis celeridade e enerxía, lavándoa inmediatamente con grandes cantidades de auga fría e/ou coas disolucións que vos indiquen os vosos profesores durante 15 minutos.
- Especialmente perigosas son as proxeccións sobre os ollos, que deben ser lavados no lavador de ollos existente no laboratorio para tal efecto, procurando manter ben abertas as pálpebras, e movendo o ollo danado en diferentes sentidos durante uns 15 minutos.
- No caso de que se produciran queimaduras, aplicar á zona afectada abundante auga fría.

2.3.9 PICTOGRAMAS DE SEGURIDADE

**Símbolo: E
Explosivo**

Clasificación.- Substancias e preparacións que poden explotar baixo o efecto dunha chama ou que son más sensibles aos choques ou friccións que o dinitrobenceno.

Precaución: evitar golpes, sacudidas, friccións, chamas ou fontes de calor.

Exemplos: nitroglicerina



**Símbolo: O
Comburente**

Clasificación.- Substancias que teñen a capacidade de incendiar outras substancias, facilitando a combustión e impedindo o combate contra o lume.

Precaución: evitar o seu contacto con materiais combustibles.

Exemplos: oxíxeno, nitrato de potasio, peróxido de hidróxeno

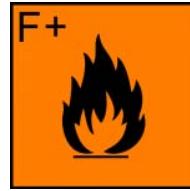


**Símbolo: F
Inflamable**

Clasificación.- Substancias e preparacións de líquidos cun punto de inflamación inferior a 21 °C, pero que non son altamente inflamables.

Substancias sólidas e preparacións que por acción breve dunha fonte de inflamación poden inflamarse doadamente e logo poden continuar queimándose ou permanecer incandescentes, inflamables en contacto co aire a presión normal, ou que, en contacto coa auga ou o aire húmedo, desenvolven gases doadamente inflamables en cantidades perigosas.



Símbolo: F+ Extremadamente Inflamable	<p><i>Clasificación.</i>- Líquidos cun punto de inflamación inferior a 0 °C e un punto de ebullición máximo de 35 °C. Gases e mesturas de gases, que a presión e temperatura ambiente son inflamables no aire.</p> <p><i>Precaución:</i> evitar contacto con materiais ignitivos (aire, auga).</p> <p><i>Exemplos:</i> hidróxeno, etino, éter etílico</p>	
Símbolo: T Tóxico	<p><i>Clasificación.</i>- Substancias e preparacións que, por inhalación, inxestión ou penetración cutánea, poden implicar riscos graves, agudos ou crónicos á saúde.</p> <p><i>Precaución:</i> todo o contacto co corpo humano debe ser evitado.</p> <p><i>Exemplos:</i> cloruro de bario, monóxido de carbono, metano</p>	
Símbolo: T+ Mui Tóxico	<p><i>Clasificación.</i>- Por inhalación, inxestión ou absorción a través da pel, provoca graves problemas de saúde e mesmo a morte.</p> <p><i>Precaución:</i> todo o contacto co corpo humano debe ser evitado.</p> <p><i>Exemplos:</i> cianuro, trióxido de arsénico, nicotina, mercurio, chumbo, cadmio</p>	
Símbolo: C Corrosivo	<p><i>Clasificación.</i>- Estes produtos químicos causan destrucción de tecidos vivos e/ou materiais inertes.</p> <p><i>Precaución:</i> non inhalar e evitar o contacto coa pel, ollos e roupas.</p> <p><i>Exemplos:</i> ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico</p>	
Símbolo: Xn Nocivo	<p><i>Clasificación.</i>- Substancias e preparacións que, por inhalación, inxestión ou penetración cutánea, poden implicar riscos á saúde de forma temporal ou alérgica.</p> <p><i>Precaución:</i> debe ser evitado o contacto co corpo humano, así como a inhalación dos vapores.</p> <p><i>Exemplos:</i> etanal, diclorometano, cloruro de potasio, lixivia</p>	
Símbolo: Xi Irritante	<p><i>Clasificación.</i>- Substancias e preparacións non corrosivas que, por contacto inmediato, prolongado ou repetido coa pel ou as mucosas, poden provocar unha reacción inflamatoria.</p> <p><i>Precaución:</i> Debe ser evitado o contacto directo co corpo</p> <p><i>Exemplos:</i> cloruro de calcio, carbonato de sodio</p>	
Símbolo: N - Perigoso para o medio	<p><i>Clasificación.</i>- O contacto desa substancia co medio pode provocar danos ao ecosistema a curto ou longo prazo.</p> <p><i>Precaución:</i> debido ao seu risco potencial, non debe ser liberado nos canos, no chan ou o medio.</p> <p><i>Exemplos:</i> benceno, cianuro de potasio, lindano</p>	

Fonte: <http://www.pictogramasdeseguridad.com/category/simbolos-de-riesos-quimico/>

2.3.10 INTOXICACIÓNES MÁS FRECUENTES

SUBSTANCIA	PROPIEDADES E ACCIÓN	PRECAUÍÓN S E ANTÍDOTOS
Ácidos (HCl, HNO ₃ , H ₂ SO ₄ , etc.)	Corrosivos	Ácidos concentrados manexaranse preferiblemente con gafas e luvas. As queimaduras lávanse con auga e con disolución de bicarbonato. Se foron bebidos, tomarase auga con bicarbonato sódico ou magnesia (MgCO ₃).
Álcalis	Corrosivos	As queimaduras lávanse con auga e con disolución de ácido bórico ou acético ao 2%. Se se respiraron vapores de amoníaco concentrado beberase ácido acético ó 1% e tragaranse anacos de xeo en reposo absoluto.
Arsénico, arsenamina e fosfamina	Moi venenosos. Os vapores de fosfamina e arsenamina son mortais	Empregar luvas e máscara. Tomar aire fresco. Beber auga salgada e quente. Non debe empregarse tártaro emético (tartarato de antimonio e potasio).
Cianuro de hidróxeno e cianuro potásico	Os vapores de HCN son mortais.	Empregar máscara. Beber disolución de permanganato potásico ó 0,2% ou de sulfato ferroso. Respiración artificial a ser posible con osíxeno. Vomitivo, café concentrado. Chamar de contado ao médico.
Cloro, bromo e vapores de cloruro de hidróxeno	Corrosivos	Ultrí amoníaco diluído, alcohol ou éter. Lavados con disolución de tiosulfato sódico.
Derivados haloxenados	Dores de cabeza. O tetracloroetano e o CCl ₄ atacan o fígado.	Empregar máscaras antigás.
Éter	Narcóticos	Respiración artificial. Se se bebeu, empréguense vomitivos; beber disolucións de carbonato sódico.
Fenol	Corrosivo Enfermidades da pel	Luvas de goma, moito aire, Disolución de sulfato de sodio.
Fósforo	Velenoso	Beber moita disolución de sulfato de cobre ó 0,2%. Evítese o uso de aceite.
Fósxeno	Velenoso	Máscara de gas. Inhalación de osíxeno, repouso, non efectuar respiración artificial.
Gases nitrosos	Velenosos	Inhalacións de osíxeno. Respirar amoníaco diluído.
Monóxido de carbono	Velenoso (mortal)	Aire fresco. Respiración forzada; osíxeno se é mester.
Sulfato de dimetilo	Velenoso	Luvas de goma. Lavar a pel con auga e xabón. En caso de ser respirado, inhalar vapores de amoníaco diluído e beber disolución.
Sulfuro e carbono	Velenoso	Aire fresco.
Sulfuro de hidroxeno	Velenoso	Aire fresco. Respiración forzada, inhalación de osíxeno se é necesario.

2.3.11 ELIMINACIÓN DE RESIDUOS

Os centros, convxuntamente coa Unidade de Xestión de Residuos Perigosos da USC, teñen un plan de recollida dos residuos que non deben ser vertidos á rede de sumidoiros ou depositarse nas papeleiras. O material de cristal roto tirarase nos recipientes destinados especialmente para este fin. Os papeis e outros desperdicios tiraranse na papeleira.

Os produtos químicos tóxicos tiraranse en colectores especiais para este fin.

En ningún caso se tirarán produtos químicos ou disolucións, salvo que sexan inertes, aos desaugadoiros do laboratorio. Especialmente prohibido está tirar polo desaugadoiro materiais sólidos insolubles, que poidan atascalos, produtos que reaccionen coa auga (sodio, hidruros, amiduros, haloxenuros de ácido), ou que sexan inflamables (disolventes), ou que cheiren mal (derivados de xofre), ou que sexan lacrimóxenos (haloxenuros de bencilo, halocetonas), ou produtos que sexan difícilmente biodegradables (polihaloxenados como o cloroformo).

As substancias líquidas ou as disolucións que poidan verterse ao vertedoiro diluiranse previamente, o que é obrigatorio se se trata de ácidos e de bases.

CAPÍTULO 3

AS OPERACIÓN BÁSICAS NA QUÍMICA

3.1 A LIMPEZA DO MATERIAL

Para a maioría das manipulacións no laboratorio é da maior importancia que o material a usar estea perfectamente limpo.

A limpeza do material débese realizar inmediatamente despois de cada operación xa que é moito más fácil e ademais coñécese a natureza dos residuos que contén. Se a peza a limpar ten algún esmerilado, e este está engraxado, é imprescindible proceder á súa limpeza antes de lavar toda a peza con auga e xabón. Para isto empápase un cuchiño de algodón ou de papel cun disolvente axeitado (acetona, alcohol, hexano...) e límpase con este a graxa do esmerilado (de non facelo así, arrastrariamos a graxa coa vasoiraña a toda a peza que despois sería moi difícil de limpar).

- Lavar con auga abundante para eliminar o xabón e a sucidade.
- Nos casos nos que se requira, lávase finalmente con auga desionizada ou destilada.
- No caso de manchas difíciles de eliminar con auga e xabón, habería que recorrer a outros disolventes (disolventes orgánicos, ácidos ou bases...). Se a mancha persiste, pódense preparar disolucións, como a mestura crómica (unha disolución saturada de dicromato potásico en ácido sulfúrico) que dan excelentes resultados, aínda que son algo perigosas de manexar por ser moi corrosivas.

Finalmente, se o material ha de estar seco, algo pouco habitual nestas prácticas de laboratorio, déixase escorrer boca abaixo no vertedoiro. Para un mellor secado, a peza pódese meter na estufa.

OLLO, non meter nunca na estufa material de vidro graduado, ou pezas de plástico ou teflón, ou as dúas pezas de esmerilado ensambladas.

CAPÍTULO 3

3.2 MANEXO DOS REACTIVOS E DOS DISOLVENTES

Os frascos con reactivos ou disolventes deben pecharse perfectamente despois do seu emprego e devolverse ao seu lugar orixinal. Ler ben a etiqueta do frasco para asegurarse de que realmente é o reactivo ou o disolvente que queredes empregar.

Para coller e utilizar un reactivo ou un disolvente dun frasco, cómpre ter o máximo coidado no seu manexo para ter a seguridade de non contaminar todo o frasco.

Nunca se debe devolver un reactivo ou disolvente ao frasco do que se sacou.

3.3 MANEXO DOS PRODUTOS

Unha vez realizada a práctica correspondente, débense obter uns produtos. Estes produtos, logo de se calcular o rendemento, serán gardados nun frasco (tubo de ensaio, botelliña etc.) e entregados ao profesorado.

Non se debe sacar os produtos do laboratorio, por precaución toxicolóxica, sen permiso do profesorado. Non se deben tirar polo vertedoiro, nin botar ao lixo para evitar a contaminación do medio natural.

3.4 ELIMINACIÓN DE RESIDUOS

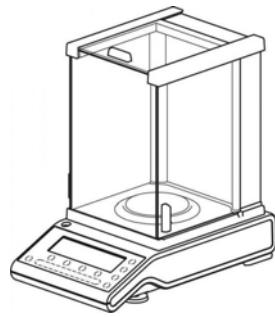
A eliminación ou envorcadura de produtos químicos dos que queiramos desfacernos farase con responsabilidade e seguridade, de xeito que non poida causar danos nas instalacións ou no medio ambiente. A regra xeral é que os produtos deben eliminarse de acordo coas súas propiedades.

- Os materiais insolubles en auga non deben verterse polo vertedoiro senón ser depositados nun contedor axeitado no laboratorio. Os residuos habituais (papeis, plásticos...) bótanse na papeleira, excepto o vidro roto que irá para un contedor específico.
- Os sólidos solubles en auga ou as disolucións acuosas non tóxicas vértense pola pía acompañados de auga abundante (para evitar que se poidan danar os canos).
- Os disolventes orgánicos tóxicos almacénanse en botellas ou garrafas para a súa posterior recuperación ou eliminación.

3.5 PESADA. BALANZAS

Manter sempre a balanza limpa. Por este motivo, está **TOTALMENTE PROHIBIDO PESAR NADA DIRECTAMENTE NO PRATO DA BALANZA** (empregade un vidro de reloxo) e incluso non se pode engadir o producto sobre este cando está colocado sobre o prato da balanza: para engadir ou retirar producto, retírase o vidro de reloxo do prato e efectúase esta operación sobre a mesa.

Do dito anteriormente despréndese que as pesadas faranse por diferencia. A maioría das balanzas actuais disponen dun sistema de tara que fai más cómoda a pesada. Comprobar que a balanza está equilibrada antes de pesar. Para asegurar a **precisión** (resultados en perfecta concordancia) nas medidas, é conveniente pesar sempre os reactivos e produtos, a utilizar na mesma práctica, na mesma balanza.



3.6 MONTAXES

Todas as montaxes de aparatos deben suxeitarse perfectamente con soportes, nozes ou pinzas de xeito que teñades a seguridade de que non van caer. Asemade, todas as pezas da montaxe deben encaixar perfectamente e ESTAR BEN UNIDAS UNHAS A OUTRAS (por exemplo, con gomas, clips metálicos ou plásticos para asegurarnos de que os esmerilados non se separen).

3.7 MEDIDA DE VOLUMES DE LÍQUIDOS

Existen diferentes recipientes no laboratorio axeitados para medir volumes de líquidos con diferentes graos de exactitude e precisión.

Moitas veces non se require medir un volume con moita **exactitude** (concordancia entre o valor verdadeiro e valor medido). Nestes casos poden empregarse vasos de precipitados ou matraces erlenmeyer graduados, as súas marcas teñen unha exactitude aproximada de $\pm 5\text{ mL}$.

Se se require unha maior exactitude poden empregarse probetas de distintos tamaños (exactitude dende $\pm 1\text{ mL}$ ata $\pm 0,1\text{ mL}$). Para que a medida sexa o máis exacta posible, o volume desta ten que aproximarse ao volume de líquido que se quere medir.

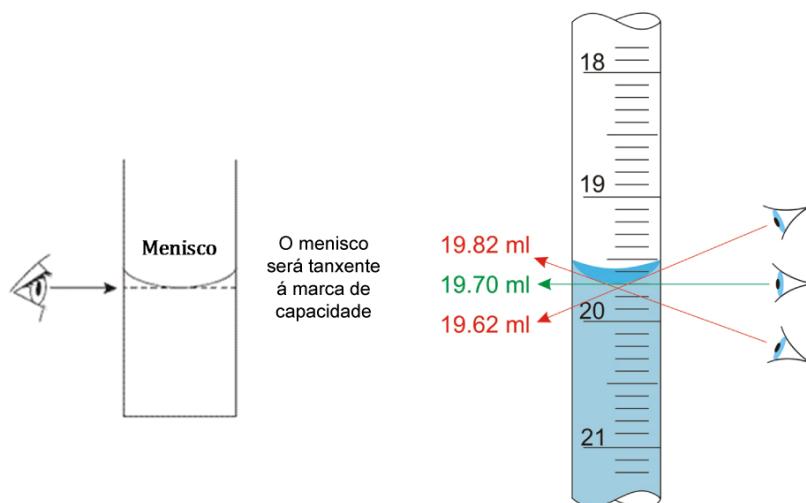
Para medir líquidos con maior precisión ($> \pm 0,1\text{ mL}$) requírese o uso de buretas ou pipetas. Destas últimas existen distintos tipos, volumétricas (A) e graduadas (B); e, á súa vez, as primeiras poden ser dun só rasamento ou de dobre rasamento, sendo estas últimas máis precisas ánda cás primeiras, pero máis difíciles de empregar.

Basicamente, os dous tipos de pipetas empréganse do mesmo xeito e antes e despois do seu uso deben limparse escrupulosamente, porque ademais son difíciles de limpar ben. Os distintos pasos que seguir no manexo dunha pipeta, se se usa unha pera convencional, ilústranse na figura da páxina 16.

Pipeteando aspirando coa boca é un costume moi perigoso que nunca debe realizarse, nin sequera con substancias inocuas.

Por último dicir que tanto se se empegan probetas, coma buretas ou pipetas é importante efectuar a lectura na parte inferior do menisco que se forma no recipiente de medida e débese

situar a vista á altura do líquido.



3.8 TRANSFERENCIA DE REACTIVOS E PRODUTOS

1. Sólidos

As cantidades pequenas dun reactivo sólido granulado ou en po transfírense desde un frasco a un recipiente de boca estreita; pódese usar un funil de sólidos limpo e seco. Se o sólido se vai disolver, pódese pasar o disolvente a través do funil en pequenas fraccións para arrastralo.

2. Líquidos

Para evitar salpicaduras ao verter un líquido dun recipiente a outro apóiese unha vareta de vidro sobre o pico do recipiente de forma que o líquido flúa pola vareta e se recolla no outro recipiente. Se o recipiente ten a boca pequena, debe utilizarse un funil de vidro seco e limpo no que caia o líquido procedente da vareta.

CAPÍTULO 4

TÉCNICAS DE SEPARACIÓN DE SUBSTANCIAS

4.1 OBXECTIVOS XERAIS

Un dos problemas máis habituais no laboratorio é ter que separar substancias que están mesturadas. A mestura resultante pode ser homoxénea ou heteroxénea e os compoñentes no mesmo estado de agregación ou en distintos estados de agregación. No que segue tentaremos dar algunas pautas, botando man de simples técnicas da química, para saber proceder cando queiramos separar substancias.

Cando sabemos cales compoñentes integran a mestura, a correspondente separación basearase no coñecemento da natureza do enlace dos compoñentes e, por ende, das súas propiedades físicas (solubilidade, densidade, punto de fusión e ebulición, temperatura de sublimación etc.). Diferenciaremos o tipo de operacións básicas que realizar en función da natureza das mesturas. Así estudaremos:

- Separación dunha mestura con substancias sólidas.
- Separación dunha mestura con substancias líquidas.
- Separación dunha mestura con substancias sólidas en líquidos.

4.2 SEPARACIÓN DUNHA MESTURA CON SUBSTANCIAS SÓLIDAS

Cando temos unha mestura de sólidos cómpre, se sabemos a súa composición, botar man do coñecemento da natureza do enlace de cada un dos seus compoñentes. As súas diferentes solubilidades en disolventes polares ou apolares, os seus distintos puntos de fusión ou sublimación, as súas diferenciadas densidades, podémolas empregar para aplicar as operacións básicas más axeitadas para a súa separación.

Algunhas operacións básicas a seguir poden ser:

4.2.1 SEPARACIÓN POR DISOLUCIÓN

Se coñecemos a natureza química, o enlace, dalgunha das

CAPÍTULO 4

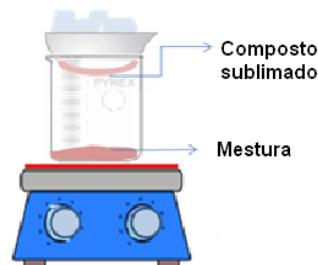
substancias, podemos seleccionar un disolvente capaz de disolvela deixando os outros sólidos no fondo do erlenmeyer.

Os disolventes seleccionaranse en función da natureza do enlace dos compoñentes da mestura. Cando hai algún composto iónico escóllense disolventes polares (H_2O , alcohol...). Se temos compostos moleculares seleccionarase algún disolvente polar.

Temos xa, agora, un sólido e un líquido (disolución) que se separarán como se indica no seguinte apartado de separación de substancias sólidas e líquidas.

4.2.2 SEPARACIÓN POR SUBLIMACIÓN

Se sabemos da natureza dunha substancia que é quen de sublimar a temperatura baixa podemos quentala nunha cápsula de porcelana ou nun vaso Pírex e recoller o sólido sublimado sobre o fondo doutra cápsula refixerada con auga (ver esquema). O sólido sublimado sepárase cunha espátula e pésase sobre un vidro de reloxo.



4.3 SEPARACIÓN DUNHA MESTURA CON SUBSTANCIAS LÍQUIDAS

Ás veces obtemos, no laboratorio, unha mestura de produtos que están todos eles no estado de agregación líquido. A natureza do enlace neses compostos é semellante e para separalos cómpre botar man dalgunhas propiedades físicas diferenciadoras: densidade, puntos de ebulición, coeficientes de reparto noutros disolventes etc.

As mesturas de líquidos poden ser de distintos tipos: formadas por líquidos miscibles ou inmiscibles e as operacións básicas a empregar en cada caso son:

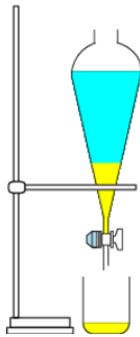
- mesturas de líquidos inmiscibles pódense separar:
 - se teñen densidades moi distintas, por decantación nun funil.
 - se posúen coeficientes de reparto distintos, por extracción líquido-líquido.

- mesturas con líquidos miscibles pódense separar:
 - se teñen puntos de ebulición moi distintos, por destilación.
 - se teñen puntos de ebulición parecidos por destilación fraccionada.

Seguidamente describiremos estas operacións básicas.

4.3.1 SEPARACIÓN POR DECANCIÓN NUN FUNIL

Cando os líquidos non son miscibles é doadoo ver a fase de separación existente entre eles. Se se colocan nun funil de decantación, e se axitan vigorosamente, pódese chegar a ver con gran precisión a interface, e sepáranse abrindo a chave de paso do funil con moito tino tal e como se ve no debuxo.



4.3.2 SEPARACIÓN POR EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO

Cando os líquidos non son miscibles pero as fases non se separan ben no funil de decantación, pódese engadir un disolvente nada miscible cun dos compoñentes e moi miscible co outro.

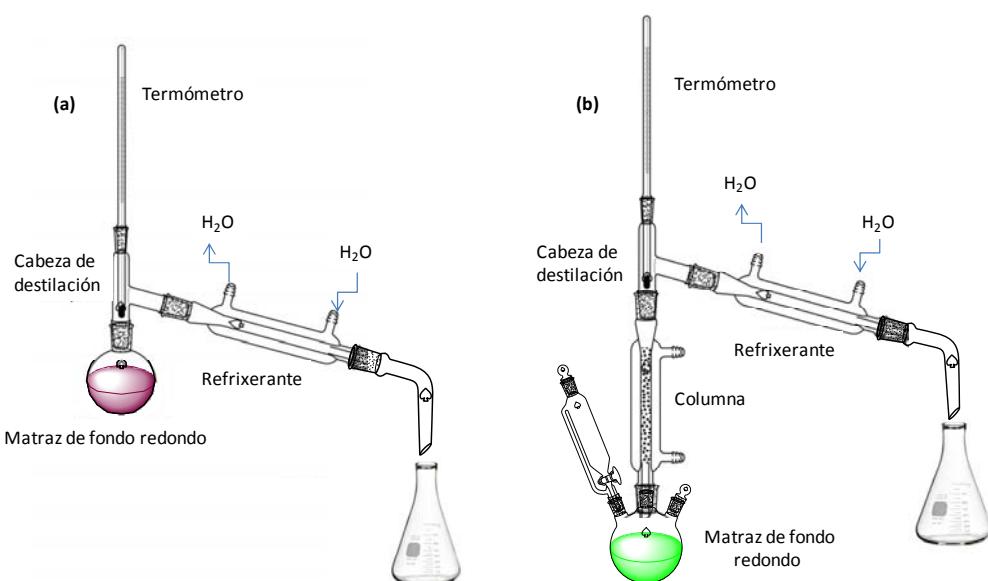
Isto faise coñecendo os coeficientes de reparto de cada compoñente nun disolvente habitual coma o diclorometano.

De seguido no funil de decantación a separación das novas dúas fases é dada xa que o novo disolvente extrae un dos líquidos. A nova disolución miscible sepárase como se indica na operación de destilación.

4.3.3 SEPARACIÓN POR DESTILACIÓN

Esta técnica emprégase para separar líquidos moi miscibles pero con puntos de ebulición suficientemente separados. A montaxe vese na figura, ferve e destila primeiro o líquido máis volátil (con punto de ebulición menor) e séguese a súa pureza por medio do termómetro que nos medirá o punto de ebulición do destilado.

Nos colectores recóllese unha primeira fracción de impurezas (as chamadas cabezas), cando se estabiliza a temperatura recóllese o destilado de pureza e cando se remata a operación rexeitamos as chamadas colas.



(a) Montaxe dunha destilación simple e (b) Montaxe dunha destilación fraccionada

DESTILACIÓN FRACCIONADA. Cando a mestura está integrada por líquidos con puntos de ebulición moi próximos cómpre realizar unha destilación específica coñecida coma destilación fraccionada que emprega unhas columnas/refrixerantes especiais.

4.4 SEPARACIÓN DUNHA MESTURA CON SUBSTANCIAS SÓLIDAS EN LÍQUIDAS

A situación máis habitual no laboratorio é a obtención de mesturas complexas integradas por un ou más sólidos en suspensión (algún deles) ou disolvidos nun ou más líquidos. A separación dos compoñentes desta complexa mestura baséase no aspecto externo da mestura que é o resultado da natureza química dos compoñentes. As técnicas básicas de separación serán:

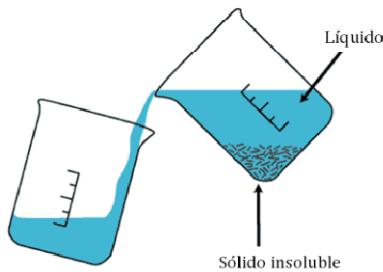
- mesturas onde claramente se ve un sólido no fondo (suspensión): decantación, filtración, secado.
- mesturas onde o sólido está perfectamente disolvido (disolución):
 - a. se o sólido é moi soluble no líquido e o que queremos é recuperar o disolvente: *destilación*.
 - b. se o sólido é soluble e non interesa recuperar o disolvente: *evaporación*.
 - c. se interesa recuperar o sólido e o líquido: extracción sólido-líquido e *destilación*.

De seguido imos ver polo miúdo todas estas técnicas que permiten separar unha suspensión integrada por un sólido e por un ou más líquidos (que incluso pode ser unha disolución).

4.4.1 SEPARACIÓN POR DECANTACIÓN

Cando o sólido ou sólidos son moito más densos cós líquidos vértese todo nun vaso de

precipitados de colo longo e déixase pousar uns minutos. A seguir decántase tal e como se indica na figura.



4.4.2 SEPARACIÓN POR FILTRACIÓN

Cando o sólido que se atopa na suspensión non é moi denso acódese á técnica de filtración. A filtración consiste en pasar a suspensión a través dun material máis ou menos poroso que reteña as partículas sólidas. O material poroso pode elixirse con distintos tamaños de poro, para que sexa axeitado ao tamaño das partículas de sólido que se queren reter, polo que haberá que elixir o poro axeitado para o noso precipitado. Cómpre lembrar que os precipitados soen aumentar o tamaño de gran cando se deixan repousar.

O material poroso máis barato e común no laboratorio é o filtro de papel (tanto o normal como o de diferente porosidade). Cómpre saber que tamén se empregan, en ocasións, placas filtrantes porosas.

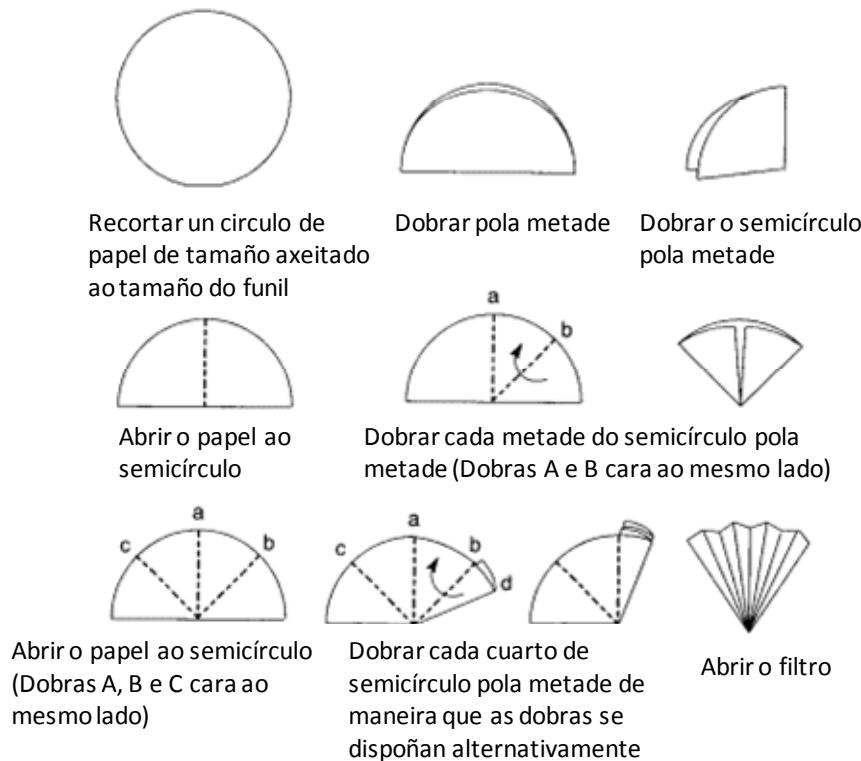
A filtración pode realizarse basicamente de dous xeitos diferentes, dando lugar ás dúas técnicas de filtración:

- A presión normal ou por gravidade.
- Ao baleiro dependendo de se existen diferenzas ou non de presión entre as dúas caras do material filtrante.

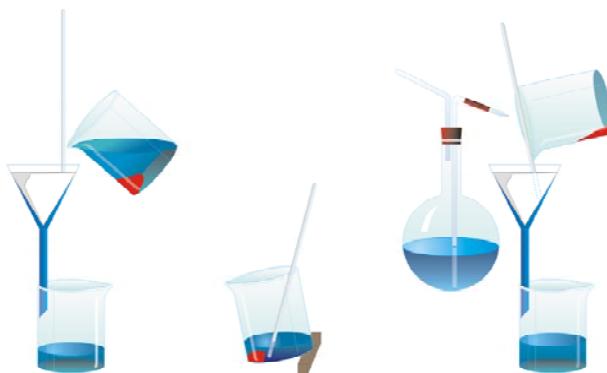
FILTRACIÓN POR GRAVIDADE

Baséase, como o seu nome indica, en facer pasar a suspensión a través do material filtrante impulsado fundamentalmente polo seu propio peso.

O papel de filtro (material filtrante máis empregado) escollerase, como xa dixemos, de tal xeito que a súa porosidade estea en consonancia co tamaño de partícula do precipitado e a súa colocación no funil faise segundo o seguinte esquema:



O funil co papel de filtro colócase nun soporte de xeito que o tubo estea en contacto coa parede do recipiente de recollida do filtrado (ou "augas nais"), e a continuación vaise vertendo, deixando esvarar pola vareta a suspensión ao funil.



Unha vez que se pasou todo o líquido, a parte sólida que permanece no recipiente inicial arrástrase ao filtro con axuda da vareta, e, finalmente, lavase con pequenas porcións de filtrado ou de disolvente puro que ao mesmo tempo actuará como líquido de lavado.

Debe coidarse moito que nas adicións de producto ao filtro, a disolución non supere nunca o bordo do papel pois neste caso pasaría líquido sen atravesar o papel de filtro e arrastraría ao filtrado partículas do precipitado.

FILTRACIÓN AO BALEIRO

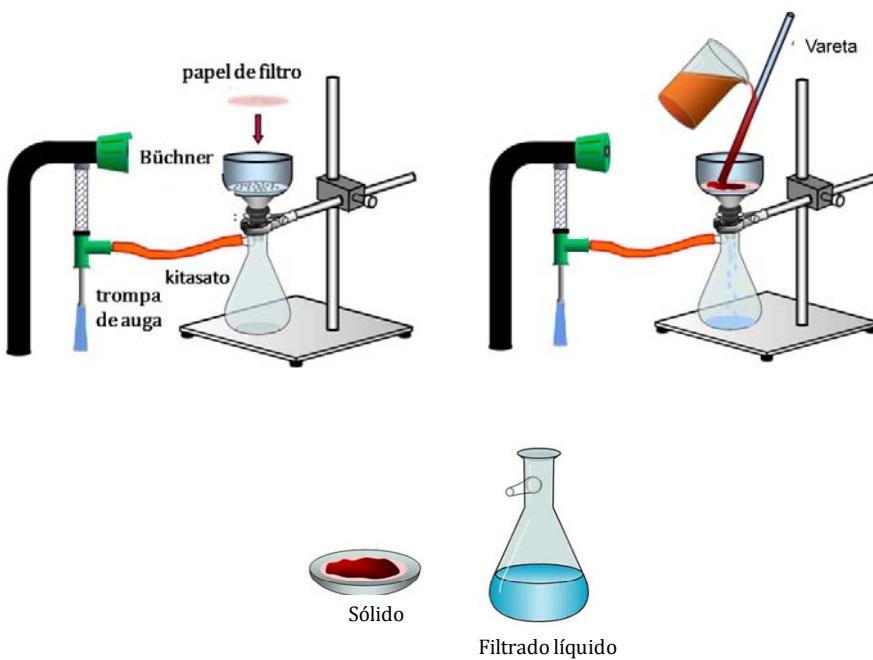
Baséase en producir unha diferenza de presións entre a superficie superior e a inferior do material filtrante, pola realización de baleiro sobre esta última. Con esta técnica conséguese unha maior velocidade de filtración.

Se se utiliza un funil Büchner (funil de porcelana esmaltada cunha placa interior con orificios, sobre a que descansa o papel de filtro), tomarase un círculo de papel de filtro de igual diámetro (non maior!) có interior do funil e situarase sobre a placa interior deste humedecendo logo con líquido de lavado para que a adherencia sexa total.

Tanto se se utiliza un Büchner como unha placa filtrante (neste caso o material poroso é a mesma placa) deben acoplarse a un kitasato, matraz similar ao erlenmeyer, cunha tubuladura lateral, e a este ligaçónse o aparello produtor de baleiro (xeralmente unha trompa de auga).

Para o resto procédese de xeito similar ao descrito na filtración a presión normal.

Na filtración ao baleiro debe procurarse desconectar o kitasato do xerador de baleiro antes de pechar este, sobre todo cando se trata dunha trompa de auga, pois a diferenza de presións fará que a auga da trompa poida pasar ao kitasato.



4.4.3 SEPARACIÓN POR SECADO

Cando cómpre obter un composto sólido ben seco, elimínaselle o disolvente pola técnica de secado.

Moi habitualmente, se o disolvente é auga, sécase meténdoo nunha estufa a 100 °C ou deixándoo estar sobre un radiador. Todo dependerá da natureza do produto e de cal é a súa

temperatura de descomposición. Outras veces, os sólidos sécanse dentro dun desecador empregando axentes deshidratantes (P_4O_{10} , $MgSO_4$, H_2SO_4 , xel de sílice etc.).

Finalmente os sólidos que se obteñen de disolucións con disolventes volátiles pódense secar nunha liña de baleiro.

4.4.4 SEPARACIÓN POR DESTILACIÓN

Cando o sólido é moi soluble no líquido, e o que interesa é separar o líquido como produto principal, pódese empregar a técnica de destilación. Esta operación realizaase como se explicou anteriormente (ver páx. 33).

4.4.5 SEPARACIÓN POR EVAPORACIÓN

Ás veces o interesante nunha reacción é o producto sólido que se obtén, pero atópase disolvido nun disolvente que non interesa recuperar. É o caso de moitos produtos obtidos en auga, onde son moi solubles. Neste caso a técnica de separación é a evaporación.

A disolución, nun vaso de precipitados ou nunha cápsula, quéntase ata a ebulición para que se evapore a auga e o precipitado empece a formarse. Cando xa se formou unha apreciable cantidade de composto, e antes de que chegue á segura, párase a evaporación e obtense o producto desexado por algunha das técnicas de filtración xa comentadas.

4.4.6 SEPARACIÓN POR EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO

Cando queremos obter os dous compoñentes dunha disolución, ás veces é importante a extracción do sólido cun disolvente non miscible co da disolución orixinal e un coeficiente de reparto máis vantaxoso.

A disolución axítase co novo disolvente nun funil de decantación e cando se separan as fases, decántase. O disolvente integrante da disolución obtense puro á vez que se forma unha nova disolución co extracto, que se pode separar por destilación.

Máis adiante (páx. 48) faremos unha serie de experimentos para practicar esta operación de separación.

CAPÍTULO 5

AS PRÁCTICAS NO LABORATORIO DE QUÍMICA

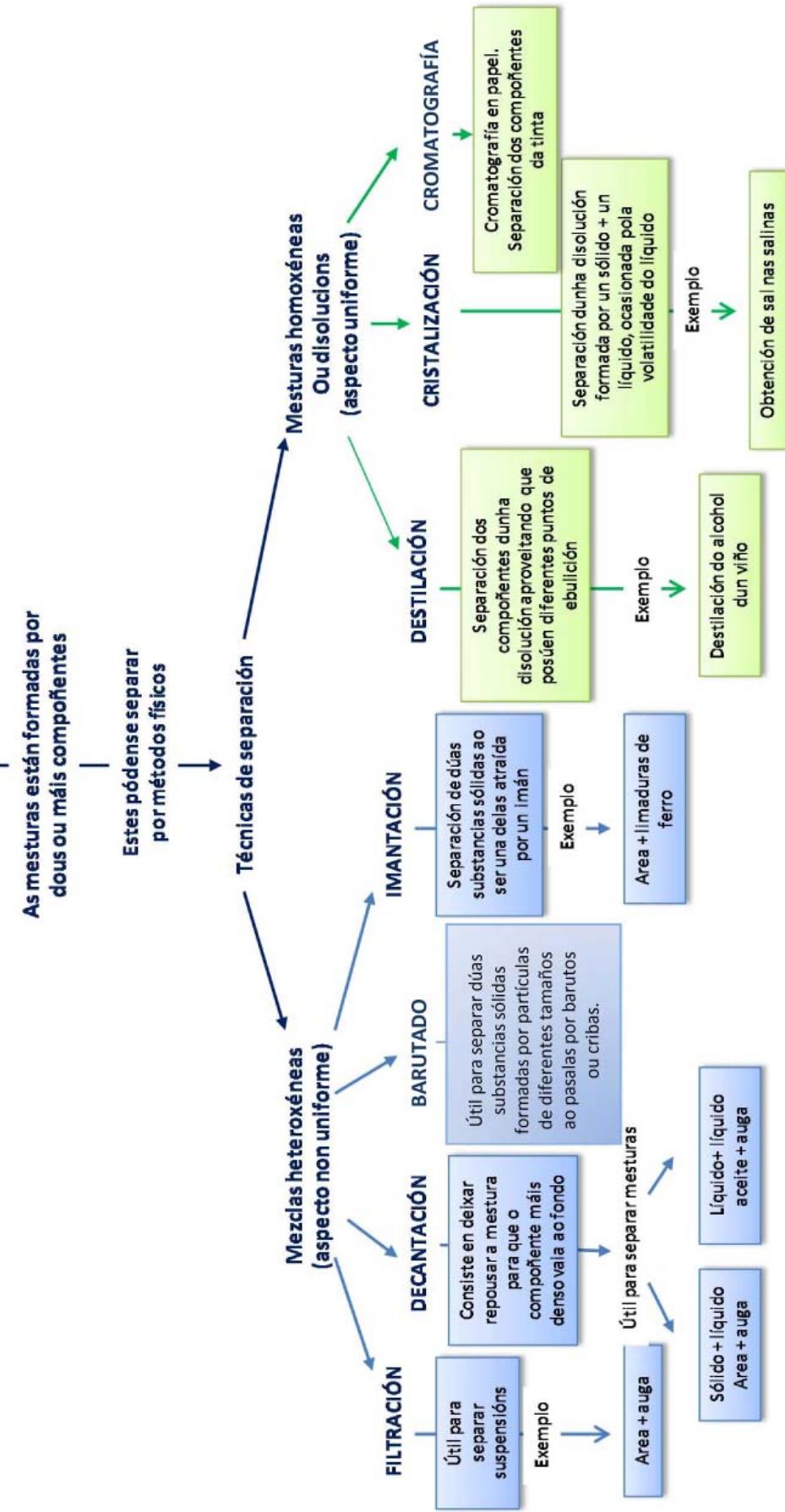
5.1

PRÁCTICAS DE TÉCNICAS DE SEPARACIÓN

Cando sabemos cales compoñentes integran unha mestura, a correspondente separación basearase no coñecemento da natureza do enlace dos compoñentes e, xa que logo, das súas propiedades físicas (solubilidade, densidade, punto de fusión e ebulición, temperatura de sublimación etc.). Diferenciaremos o tipo de operacións básicas a realizar en función da natureza das mesturas. Así estudaremos:

- Separación dunha mestura con substancias sólidas
- Separación dunha mestura con substancias líquidas
- Separación dunha mestura con substancias sólidas en líquidos

Técnicas de separación de muestras



SEPARACIÓN DOS COMPOÑENTES DO LEITE

OBXECTIVO

Familiarizarse coas técnicas de separación de substancias.

Separar os diferentes compoñentes do leite.

INTRODUCIÓN

O leite é un produto vital moi complexo: trátase dunha mestura multicompónente. Usalo como exemplo para separar os seus compoñentes pode ser un bo exercicio para poñer en práctica moitas das operacións básicas de separación.

O leite é unha mestura coloidal formada principalmente por sales e azucres, que están disolvidos na auga, e polas graxas (tona ou manteiga) que están dispersas coloidalmente grazas á caseína (proteína) que actúa como coloide protector. Nas sucesivas etapas desta práctica imos separar a graxa, a albumina, a caseína, a auga, a lactosa (azucré) e os sales minerais.

MATERIAL

- Centrífuga
- Vidro de reloxo
- 1 funil de líquidos
- 2 vasos de precipitados
- Probeta
- Placa calefactora
- Funil Büchner
- Matraz kitasato
- Vareta de vidro
- 1 soporte con aro e pinza
- Tubos de centrífuga

REACTIVOS

- Leite natural (sen homoxeneizar)
- Carbonato cálcico
- Ácido clorhídrico ou vinagre ou zume de limón
- Etanol

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A separación realizarémola por partes, baseándonos no coñecemento que temos de como está constituído o leite e cal é a natureza química de cada un dos compoñentes.

PARTE 1: SEPARACIÓN DA GRAXA

Se se deixa en repouso leite natural, a graxa ou tona do leite sepárase formando unha capa superficial xa que é insoluble en auga. No leite envasado non se produce esta separación porque foi "homoxeneizado". A graxa ímola separar por centrifugación.

Tómanse 15 mL de leite, engádense a un tubo de centrífuga (previamente pesado) e centrifúganse durante uns 20 minutos. Ao rematar, a graxa queda apegada ás paredes do tubo e o líquido sepárase por decantación. Pesamos de novo o tubo coa graxa e por diferencia sabemos o peso desta.

Unha alternativa é extraela con éter (p.e. 10 mL de leite por 15 mL de éter) nun funil de decantación, tendo precaución de evitar a formación de emulsións.

PARTE 2: SEPARACIÓN DA ALBUMINA

A disolución acuosa resultante da separación da graxa serve para separar a albumina, que tamén se pode obter con facilidade dun leite desnatado. Este último é o paso que faremos aquí: tomamos 50 mL de leite desnatado, fervémolo nun vaso de precipitado e logo deixalo arrefriar en repouso. Cando o leite está frío fórmase sobre a disolución unha película superficial de albumina, que se retira cunha vareta de vidro.

PARTE 3: SEPARACIÓN DA CASEÍNA

Quéntase nun vaso de precipitados o líquido residual da experiencia anterior (ou 100 mL de leite desnatado) ata 40-50 °C e engádense tres ou catro pingas de vinagre, zume de limón ou ácido clorhídrico diluído, axitando toda a disolución ata que aparezan grumos brancos que se separan do líquido: é a caseína que precipita. Déixase arrefriar en repouso e sepárase o sólido (caseína) do líquido (soro) mediante filtración por gravidade.

Deste líquido pode acabar de separarse o resto de albumina fervéndoo suavemente durante dez minutos. Para neutralizar o ácido usado para separar a caseína (vinagre etc.), é conveniente engadirlle, antes de quentalo, unha punta de espátula de carbonato cálcico pulverizado, cuxo exceso se eliminará por filtración por gravidade xunto coa albumina.

PARTE 4: SEPARACIÓN DA AUGA DO LEITE

O soro, líquido filtrado da parte 3 deste experimento, é unha disolución acuosa que contén azucre (lactosa fundamentalmente) e sales minerais. Para comprobar que o soro é unha disolución acuosa podemos destilar esta disolución e comprobar como o líquido que se obtén é auga destilada.

PARTE 5: SEPARACIÓN DA LACTOSA

A lactosa que está contida no soro resultante da separación da parte 3 pódese illar fervendo o soro nun vaso de precipitado ata que o seu volume se reduza á décima parte e deixando arrefriar en repouso. Durante este proceso de ebulición pode separarse máis albumina, que se elimina da mestura coa axuda dunha vareta ou espátula. Fórmase deste xeito un precipitado de lactosa que se separa por filtración ao baleiro.

PARTE 6: SEPARACIÓN DOS SALES MINERAIS DO LEITE

Cando do soro se separa toda a lactosa queda unha disolución acuosa de sales que contén o leite. Normalmente é necesaria unha decantación previa para separar os restos de lactosa e mesmo de albumina que aínda persisten no soro resultante da parte 3. Logo que teñamos a disolución acuosa cos sales minerais, estes poden separarse por cristalización cun volume igual de alcohol. Os sales son pouco solubles en alcohol, o cal forza a súa precipitación.

CUESTIÓNS

1. Que técnicas podes usar para separar a graxa?
2. Que leite terá máis albumina, un natural ou un desnatado?
3. Que compoñentes integran o soro?
4. Que propiedade coloidal se pon de manifesto cando obtemos a caseína?

BIBLIOGRAFÍA:

- D. Pearson, *Técnicas de laboratorio para análisis de alimentos*, Ed. Acribia, 1986

DESTILACIÓN DUN VIÑO: DETERMINACIÓN DO SEU GRAO ALCOHÓLICO

OBXECTIVO

Estudar a destilación simple como operación de separación habitual no laboratorio. Determinar o contido en alcohol dunha bebida alcohólica.

Relacionar os conceptos de densidade e composición.

Aprender a buscar e manexar táboas de correlación.

INTRODUCIÓN

O viño é unha disolución acuosa de alcohol acompañado de certas substancias chamadas fixas (ácidos orgánicos, acetais, sales, colorantes etc.) que lle dan o seu buqué característico.

Unha das características dun viño é o seu grao alcohólico, que mide a porcentaxe de alcohol que este ten. A densidade dun viño está relacionada co seu grao alcohólico.

O alcohol que contén un viño pode separarse por destilación debido a que o alcohol ferve por debaixo dos 100 °C (p.e. = 81 °C). O alcohol e a auga teñen puntos de ebulición moi próximos, por iso, ao destilar; fórmase un azeótropo que podemos tomar coma unha disolución alcohólica case pura.

Podemos supoñer que todas as substancias que contén o viño son "fixas", e quedan na fracción non destilada, así cando se destilou un 50 % do viño, o alcohol (compoñente más volátil que forma o azeótropo) pasou totalmente ó destilado. Entón, engádese auga pura, ata un volume igual ó do viño destilado, co que a concentración alcohólica, en volume, desta mestura hidroalcohólica, será igual á do viño.

O grao alcohólico das mesturas hidroalcohólicas depende exclusivamente da súa concentración que se determina medindo a densidade.

Na práctica, empréganse areómetros, graduados con esta finalidade (alcohómetros) que, por lectura directa, danno o grao alcohólico; o usual é o de Gay-Lussac, que mide mL de etanol en 100 mL de mestura alcohólica (porcentaxe V:V) ou graos alcohólicos.

CORRECCIÓN DA TEMPERATURA

Se a determinación se fai a temperatura diferente de 20°C, calcularemos o grao alcohólico atendendo á táboa adxunta.

CORRECCIÓN DO GRAO ALCOHÓLICO EN FUNCIÓN DA TEMPERATURA

Temperatura media T °C		Grao alcohólico aparente medido a T °C						
		GAV (% V/V) a 20 °C						
		8	9	10	11	12	13	14
15	SUMAR	0,73	0,77	0,83	0,89	0,95	1,02	1,09
		0,60	0,63	0,67	0,72	0,77	0,82	0,88
		0,46	0,48	0,51	0,55	0,59	0,62	0,67
		0,31	0,33	0,35	0,37	0,40	0,42	0,45
		0,16	0,17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,23
21	RESTAR	0,17	0,18	0,19	0,19	0,20	0,22	0,23
		0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,44	0,47
		0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,66	0,70
		0,70	0,73	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94
		0,89	0,93	0,97	1,02	1,07	1,13	1,19
22	RESTAR	0,17	0,18	0,19	0,19	0,20	0,22	0,23
		0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,44	0,47
		0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,66	0,70
		0,70	0,73	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94
		0,89	0,93	0,97	1,02	1,07	1,13	1,19
23	RESTAR	0,17	0,18	0,19	0,19	0,20	0,22	0,23
		0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,44	0,47
		0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,66	0,70
		0,70	0,73	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94
		0,89	0,93	0,97	1,02	1,07	1,13	1,19
24	RESTAR	0,17	0,18	0,19	0,19	0,20	0,22	0,23
		0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,44	0,47
		0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,66	0,70
		0,70	0,73	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94
		0,89	0,93	0,97	1,02	1,07	1,13	1,19
25	RESTAR	0,17	0,18	0,19	0,19	0,20	0,22	0,23
		0,34	0,36	0,37	0,39	0,41	0,44	0,47
		0,51	0,54	0,57	0,60	0,63	0,66	0,70
		0,70	0,73	0,77	0,81	0,85	0,89	0,94
		0,89	0,93	0,97	1,02	1,07	1,13	1,19

Esta táboa está baseada nos valores da táboa alcohólica internacional.

MATERIAL

- Prato poroso
- Alcohómetro
- Funil de líquidos
- Probeta 100 mL
- Matraz de fondo redondo de 250 mL
- Manta calefactora ou placa
- Vareta de vidro
- Soporte de cortiza

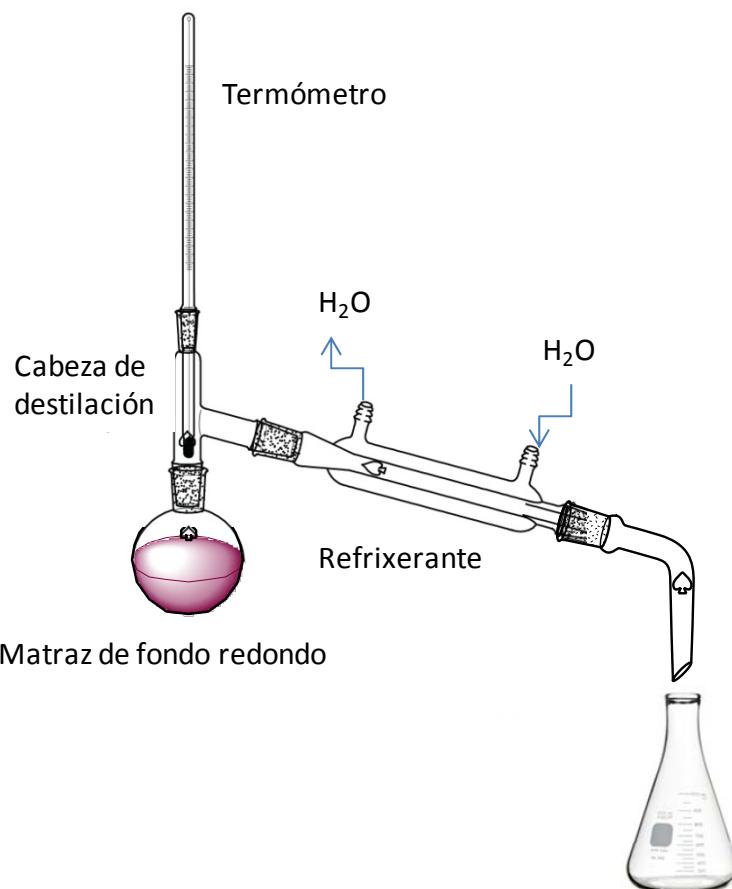
REACTIVOS

- Viño

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Mídense 100 mL de viño cunha probeta graduada, que se pasa ó matraz de destilación, duns 250 mL; lávase a probeta varias veces cunha pouca de auga, que tamén se verte no matraz; engádese prato poroso no viño e colócase o matraz sobre unha manta calefactora que leva ademais unhas pinzas, para suxeitar o colo do matraz. Faise a montaxe de destilación como a representada na figura adxunta; colócase un matraz erlenmeyer para recoller o destilado.

Comeza a calefacción do matraz, evitando unha ebulición brusca; continúase, ata recoller no erlenmeyer uns 70 mL de destilado, e dilúese o destilado con auga ata os 100 mL que se mediron do viño.



A continuación faise a lectura da densidade, co densímetro, ou directamente, do "grao alcohólico", cun alcohómetro.

CUESTIÓNS

1. Que se debe facer para que a auga ferva a 80 °C?
2. Que é unha mestura azeotrópica?
3. Cal é o grao alcohólico do viño?
4. Por que é preciso engadirlle auga destilada ao condensado da probeta antes de medir o grao alcohólico?

BIBLIOGRAFÍA:

- J. Martínez Urreaga e outros, *Experimentación en Química General*, Ed. Thomson, 2006.

DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

OBXECTIVO

Aprender a separar substancias líquidas que se descompoñerían ao quentalas ata a súa temperatura de ebulición.

Traballar a técnica de destilación como método de purificación habitual nun laboratorio.

INTRODUCCIÓN

A destilación por arrastre con vapor é unha técnica que permite separar substancias de elevado punto de ebulición, pero que non se poden quentar a altas temperaturas porque se descompoñen. O aparello necesario para este proceso é o dunha destilación, modificado como se indica na figura. Aprovéitase o feito de non ser solubles na auga as substancias para poderen ser arrastradas polo vapor e, logo, separalas.

Os aceites esenciais conteñen propiedades bactericidas, funxicidas, acaricidas ou insecticidas. Úsanse por tanto na preparación de insecticidas e acaricidas ecolóxicos; como substitutos doutros produtos químicos máis agresivos co medio ambiente. Úsanse tamén para fabricar perfumes; en aromaterapia; conservantes de alimentos, especialmente carnes.

MATERIAL

- Prato poroso
- Funil de adición
- 2 Refrixerantes
- 3 matraces erlenmeyer de 100 mL
- Adaptador con esmerilado
- Peza Claisen
- Termómetro
- Matraz de fondo redondo de 250 mL de dúas bocas
- Colector
- Manta calefactora ou placa
- Gomas para refrixerante
- Vareta de vidro

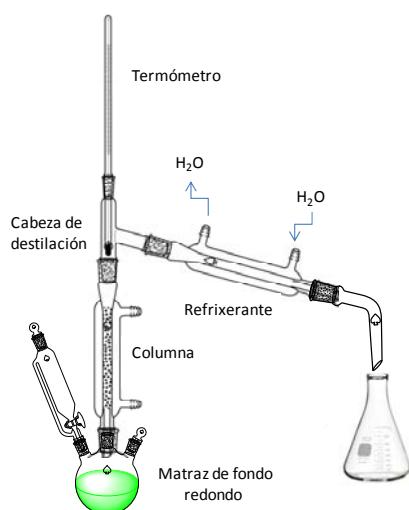
REACTIVOS:

- Planta aromática, codia de cítricos ou sementes

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

No balón de fondo redondo de tres bocas introdúcese algunha planta aromática (p.e. menta, lavanda, eucalipto etc.) ou codia de limón ben triturada e cóbrese con auga, de forma que o conxunto acade aproximadamente a metade do matraz. Faise unha montaxe coma a

representada na figura, e quéntase co fin de que o vapor que se xera no interior inicie o proceso de arrastre. A destilación debe transcorrer tan axiña como sexa posible.



Montaxe da destilación por arrastre con vapor

cantidades de esencias.

A medida que diminúe o volume de auga por destilación, engádesele máis mediante un funil de adición (que se manterá pechado excepto cando se faga a adición) a fin de manter o nivel de auga constante no balón de fondo redondo. Os vapores condensados no refrixerante recóllense en recipientes distintos cada certo volume destilado (p.e. 10 mL) e déixanse en repouso. Ao cabo dun tempo, nalgúnha das fraccións de destilado aparecen pequenas cantidades de aceites esenciais que sobrenadan e teñen un arrecendo característico da planta empregada, pero máis intenso. Por decantación, extracción con cloruro de metíleno, éter, acetato de etilo ou filtración poden agruparse estas pequenas

CUESTIÓNS

1. Poderíase emplegar esta técnica para separar funxicidas en cítricos, por exemplo, sabendo que estas substancias son pouco volátiles e insolubles en auga?
2. Poderíase separar o alcohol do viño por esta técnica?

BIBLIOGRAFÍA:

- H. D. Durst, G. W. Gokel, “Química Orgánica Experimental”, Ed. Reverté, 1985
- Mª A. Martínez Grau, A. G. Csáký “Técnicas experimentales en síntesis orgánica”, Ed. Síntesis, D. L., 1998

PROCEDIMENTOS DE SEPARACIÓN DE SUBSTANCIAS POR CROMATOGRAFÍA SOBRE CAPA FINA E EN COLUMNNA

OBXECTIVO

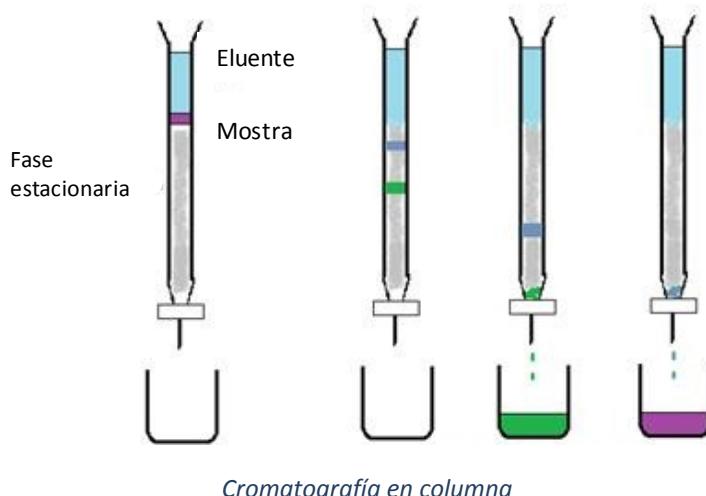
Separar substancias mediante a técnica de cromatografía sobre capa fina e columna, baseándose na diferente afinidade fronte a unha fase fixa (adsorbente) e unha fase móbil (eluente).

Manexar os conceptos de retención selectiva e polaridade.

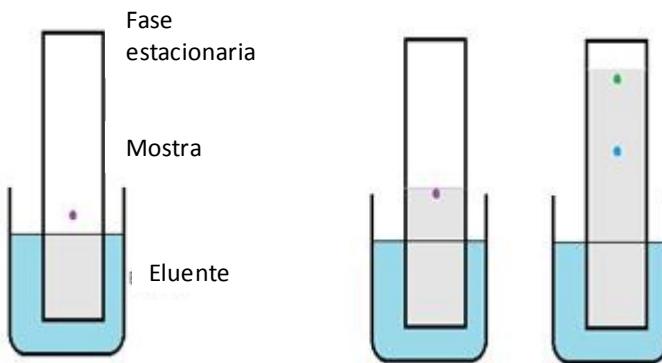
INTRODUCIÓN

Existen distintos tipos de cromatografías segundo o tipo de mostra, as condicións nas que se lleve a cabo, o tipo de método usado ou a natureza do detector empregado, pero todas elas teñen o mesmo principio en común: a separación das distintas especies grazas ao principio de retención selectiva.

Na técnica cromatográfica unha fase móvil atravesa unha fase estacionaria normalmente sólida, a cal vai retendo en distinta medida cada especie química. Case a maioría dos cromatógrafos baséanse na cromatografía en columna, na que a fase móvil é arrastrada por un líquido chamado eluente por gravidade ou por unha presión aplicada na columna.



A cromatografía de capa fina baséase na ascensión do eluente, e con el a fase móvil, producida por capilaridade.

*Cromatografía en capa fina***MATERIAL**

- 2 vasos de precipitados de 50 mL
- Vidro de reloxo
- Portaobxectos
- Columna cromatográfica
- Funil
- Vareta de vidro
- Pipeta Pasteur
- Bomba de aire

REACTIVOS

- Placa cromatográfica (cromatofolios)
- Alumina
- Etanol
- Laranxa de metilo
- Azul de metíleno
- Algodón
- Sosa 0,1M
- Area

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**CROMATOGRAFÍA SOBRE CAPA FINA**

Preparación das placas:

Dispoñemos de placas cromatográficas de xel de sílice sobre placa de aluminio de 20x20 cm. Cortamos unha tira de aproximadamente 5x2 cm.

Con axuda dun tubo capilar aberto polos dous extremos colócanse dúas pingas da(s) substancia(s) disolvida(s) a 0,5 cm do bordo da placa, sen alterar a súa superficie. Déixase evaporar o disolvente e a placa queda lista para o seu uso. A continuación nun vaso de precipitados perfectamente seco engádense uns mililitros de etanol e a placa introduzese nel (tendo a precaución de que o eluente non chegue á altura da substancia), déixase correr o etanol ata que acade 1 cm do bordo superior da placa. Neste momento sácase e sinálase cun lapis ata onde chegou o disolvente, calculándose o R_f (cociente entre a distancia percorrida pola mancha e a distancia percorrida polo disolvente) dos compostos por separado.

Esta técnica pode aplicarse á separación de compoñentes coloreados dalgún vexetal, ou colorantes alimentarios. Tómanse, por exemplo, tres follas de espinaca, tritúranse nun morteiro con alcohol e férvese a mestura a lume manso ata que esta toma cor verde intensa. Deseguido decántase o líquido e emprégase para a separación de carotenos, xantofilas e clorofilas seguindo a técnica que acabamos de ver. Nesta práctica imos separar colorantes orgánicos tales como laranxa de metilo e azul de metileno. Usamos 1mL de mostra e 3 mL de etanol. O laranxa de metilo ten un Rf maior.

Aplicacións: separación e identificación de aflatoxina B1, en pensos tipo cereais, cacahuete, liñaza etc.

CROMATOGRAFÍA SOBRE COLUMNA

Prepárase unha columna cromatográfica e despois de lavala cunha pequena cantidade de etanol introduceselle un algodón na parte inferior. A continuación prepárase unha suspensión de 10 g de alumina e 20 mL de etanol e introducícese na columna con axuda dun funil; lávanse as paredes da columna cun pouco de etanol, e cando a alumina se deposite e non quede etanol sobrenadante introducícese a mestura de substancias disolvidas nunha mínima cantidade de etanol (3 mL). A continuación engádese unha pequena cantidade de auga (0,5 cm) encima do leito de alumina e elúese con etanol; unha vez separado o primeiro compoñente da mestura elúese a columna coa auga e sepárase o segundo compoñente. Sepárase primeiro o azul de metileno. Pódese engadir sosa 0,1 M para facilitar a saída do segundo compoñente. Úsase bomba de aire para secar o etanol.

CUESTIÓNS

1. Cal é a fase estacionaria na cromatografía de capa fina?
2. Como se podería identificar nunha substancia coñecida o seu Rf?
3. Que tipo de substancia ou substancias se identificaron nesta práctica?
4. Por que o laranxa de metilo ten un Rf maior?

BIBLIOGRAFÍA:

- G. Jiménez e A. Llitjós, *Educación química*, 2006, Vol. 17

5.2

PRÁCTICAS PARA COMPRENDER AS DISOLUCIÓNNS

O traballo no laboratorio de química esixe, entre outros requisitos, saber realizar de maneira correcta algunas operacións que se repiten. Basta con ler as prácticas descritas neste libro para darse conta de que presentan notables coincidencias; é dicir, existen etapas comúns a moitos dos experimentos como, por exemplo, preparar unha disolución. Estas etapas fundaméntanse en operacións básicas, apelativo que recoñece o carácter xeral e de rutina destes procedementos e que xustifica que o seu estudo se realice de maneira conjunta. Para aclarar e afianzar algúns dos conceptos e consellos, propoñemos a preparación dalgúnsas disolucións; práctica que nos vai servir tamén para recordar as distintas formas de expresión da concentración dos reactivos químicos.

PREPARACIÓN DE DISOLUCIÓNNS

OBXECTIVO

Realizar os cálculos previos para a pesada dos reactivos sólidos ou medida dos reactivos líquidos co fin de preparar disoluciónns.

Familiarizarse co manexo da balanza e coa medida utilizando material volumétrico.

INTRODUCIÓN

No laboratorio é habitual ter que preparar disoluciónns dunha determinada concentración. Para iso hai que pesar unha certa cantidade de substancia ou medir un determinado volume dun líquido ou doutra disolución máis concentrada para, posteriormente, diluílos ata un volume determinado.

Para a medida de masas emprégase a balanza e para medir volumes de líquido empréganse probetas graduadas, pipetas etc. As disoluciónns máis habituais no laboratorio son:

- a) *de sólidos en líquidos;*
- b) *de líquido en líquido;*
- c) *disolución diluída a partir dunha más concentrada.*

MATERIAL

- 1 vidro de reloxo
- 2 vasos de precipitados de 100 mL
- Funil de líquidos
- Probeta
- Balanza
- Espátula
- Vareta de vidro
- 2 matraces volumétricos de 100 mL

REACTIVOS

- NaOH
- HCl

PROCEDEMENTO EXPERIMENTAL

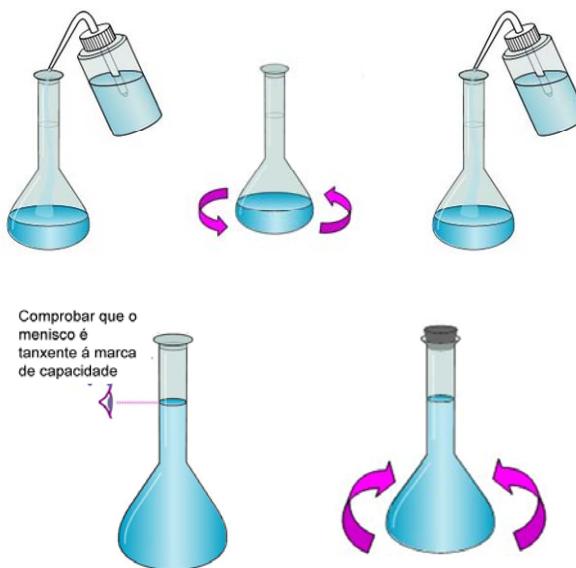
PARTE 1. PREPARACIÓN DE 100 ML DUNHA DISOLUCIÓN DE NaOH 0,1 M

A preparación desta disolución de NaOH 0,1 M (0,1 N ou 4 g/L) realizaase pesando nunha balanza os gramos necesarios de NaOH, empregando un pesasubstancias ou un vidro de

reloxo. Pásase a un vaso de precipitados e disólvese con auga destilada. Vértese o contido nun matraz volumétrico de 100 mL, aproveitando as augas de lavado do vaso; e engádese auga ata rasar. Homoxeneízase e pásase a un frasco debidamente etiquetado.

PARTE 2. PREPARACIÓN DUNHA DISOLUCIÓN DE HCl 1 M

Mídese o volume de ácido concentrado (ácido do frasco comercial) cunha pipeta (graduada, se non se dispón dunha volumétrica de tal medida), e vértese nun vaso de precipitados que conteña certa cantidade de auga destilada, sempre netamente inferior ó volume final desexado. Unha vez arrefriada esta disolución trasfégase ao matraz volumétrico correspondente, e complétase o volume requirido, aproveitando as augas de lavado do vaso de precipitados, para así garantir a trasfega total do soluto (ver esquema a continuación). Por último, unha vez homoxeneizada, a disolución almacénase nun recipiente debidamente etiquetado ou rotulado.



A adición do ácido concentrado (especialmente se se trata de ácidos moi fortes, como ácido sulfúrico, nítrico, clorhídrico, etc.) debe ser gradual, nunca brusca, para evitar así salpicaduras e posibles queimaduras.

Sempre se debe engadir o ácido sobre a auga, nunca en sentido inverso!

CUESTIÓNS

1. A partir dun ácido sulfúrico de densidade $1,8 \text{ g/cm}^3$ e 87,69 % en peso, e para preparar 100 mL dunha disolución 0,05 M de ácido sulfúrico, cuntos mL cumplirían?
2. Tense unha disolución de amoníaco concentrado de densidade $0,892 \text{ g/cm}^3$ e 30% en peso. Que volume de disolución concentrada é necesario tomar para preparar 250 mL dunha disolución que conteña 10 g/L de amoníaco?

PREPARACIÓN DUNHA DISOLUCIÓN DE FERTILIZANTE

OBXECTIVO

Realizar os cálculos previos para a pesada dos reactivos sólidos co fin de preparar unha disolución.

Comprender a importancia da concentración dunha disolución e as posibles repercusións dun cálculo errado.

Preparar un fertilizante de tipo **NPK**.

INTRODUCCIÓN

O manexo dos fertilizantes é crucial en agricultura. A fertilización con N, P, K, Ca etc. é fundamental para un normal e completo desenvolvemento das plantas. Cómpre tamén saber que unha mala fertilización, engadir un exceso de fosfatos ó solo ou outros compoñentes, poden orixinar efectos perversos. A mineralización dos solos, a eutrofización, a contaminación dos ríos e das augas, poden ser resultado de non preparar as disolucións dos fertilizantes coa axeitada concentración.

Neste experimento imos preparar a disolución dun fertilizante que contén N, P e K para usar en fertirrigación (técnica que combina rega con fertilización), en invernadoiros e que teña unha riqueza do 0,25% en nitróxeno, 0,58% en P_2O_5 e 0,44% en K_2O (m/V) partindo de KNO_3 e $NH_4H_2PO_4$. O pH debe estar entre 6-7.

MATERIAL

- Matraz volumétrico de 100 mL
- Funil de líquidos
- Vareta de vidro
- 2 vasos de precipitados de 100mL
- Balanza
- Espátula
- Vidro de reloxo
- Espátula

REACTIVOS

- Nitrato potásico
- Dihidróxenofosfato de amonio

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Prepáranse 100 mL de disolución de fertilizante partindo de 0,95 g de KNO_3 e 0,94 g de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dos frascos e especificacións que hai no laboratorio.

Para empregar este fertilizante en plantas ornamentais é necesario diluír 10 mL desta disolución nai en auga ata 1 litro.

CUESTIÓNS

1. Partindo das características comerciais dos produtos, facer os cálculos necesarios para deducir as cantidades empregadas de KNO_3 e de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$.

PREPARACIÓN DE CALDO BORDELÉS (FUNXICIDA)

OBXECTIVO

Preparar un funxicida de uso común.

Preparar disolucións nas cales a solubilidade dos produtos a disolver vai depender do pH e da temperatura e que, á súa vez, teñan aplicación no exercicio da súa profesión.

INTRODUCIÓN

O caldo bordelés é un funxicida tradicional empregado para rexeitar moitas enfermidades fúnxicas e bacterianas nunha gran variedade de cultivos. É un protector de contacto que non penetra dentro dos tecidos das plantas senón que evita que o fungo se desenvolva formando unha capa superficial de protección. Aplícase por aspersión sobre a planta e pode empregarse en plantacións ecolóxicas con certas limitacións. Existen moitas marcas comerciais que conteñen o caldo bordelés pero, actualmente, tamén conteñen outros produtos orgánicos non aptos para a agricultura ecolólica. Segue fabricándose nas casas neutralizando unha disolución de sulfato de cobre con cal apagado en auga en recipientes de plástico. Para obter a máxima efectividade o caldo bordelés debe prepararse cando se queira aplicar.

MATERIAL

- Vidro de reloxo
- Matraz erlenmeyer
- Vaso de precipitados de 250 mL
- Vaso de precipitados de 100 mL
- Espátula
- Vareta de vidro
- Probeta de 100 mL
- Probeta de 10 mL
- Balanza
- Papel indicador de pH

REACTIVOS

- $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- $\text{Ca}(\text{OH})_2$

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Engádense 0,5 g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en 90 mL de auga nun vaso de precipitados de 250 mL. A continuación disólvense 1,6 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en 10 mL de auga noutro recipiente. Mestúranse ámbalas dúas disolucións engadindo sempre o $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sobre o cal apagado. Reméxese

ben cunha vareta de vidro ou cun instrumento de madeira (nunca metálico). Compróbase o pH da mestura preparada coa axuda dun medidor de pH. O pH debe manterse no rango de 6 a 7. Se estivera ácida engadiríase máis cal apagado e se está básica máis sulfato de cobre.

CUESTIÓNS

1. Cal é a M da disolución de sulfato de cobre pentahidratado empregada?
2. Por que se utiliza o funxicida ao acabar de preparalo e non despois de varios días?

DETERMINACIÓN DA CONDUTIVIDADE DUNHA DISOLUCIÓN

OBXECTIVO

Aprender a medir condutividades eléctricas.

Observar a diferenza entre o comportamento real e o comportamento ideal das disolucións acuosas de electrólitos.

Comparar predicións teóricas con resultados experimentais.

INTRODUCIÓN

As augas puras case non levan sales disolvidos; pero se as augas de regadío son excesivamente salinas, non son aptas para a vida das plantas, xa que os sales acumúlanse nos bulbos das raíces e deteñen o seu crecemento e, mesmo, poden secalas.

A presenza deses sales disolvidos na auga pódese determinar, doadamente, mediante a súa condutivididade, xa que esta é proporcional á cantidad de electrólitos existentes na disolución. Depende tamén das características particulares de cada un dos electrólitos.

Unha disolución dun electrólito compórtase como calquera outro material ao paso da corrente eléctrica. A resistencia pode relacionarse coa natureza e as dimensíons do condutor mediante a ecuación:

$$R = \rho l/A$$

onde ρ é a resistividade, característica da natureza da disolución (condutor), e l/A (constante da célula) é o cociente entre o longo e a sección do condutor.

Como a condutivididade eléctrica das disolucións acuosas de sales aumenta coa temperatura, refírese a 25 °C.

O inverso da resistencia chámase condutividade ou condutancia.

$$1/R = C = \text{Condutividade}$$

$$C = 1/\rho \cdot A/l, \quad 1/\rho = \gamma = \text{Condutividade específica}$$

A condutividade exprésase en mho/cm = ohms recíprocos ou en siemens, 1 siemens = 1 mho.

$$1 \text{ ohmio}^{-1} = 1 \text{ siemens}$$

A condutividade dunha disolución depende da natureza e concentración de soluto, e do tipo de disolvente. Pode relacionarse co número, a carga e a mobilidade dos ións, que son os portadores de carga na disolución.

MATERIAL

- Condutivímetro
- Matraces volumétricos de 100mL e 50 mL

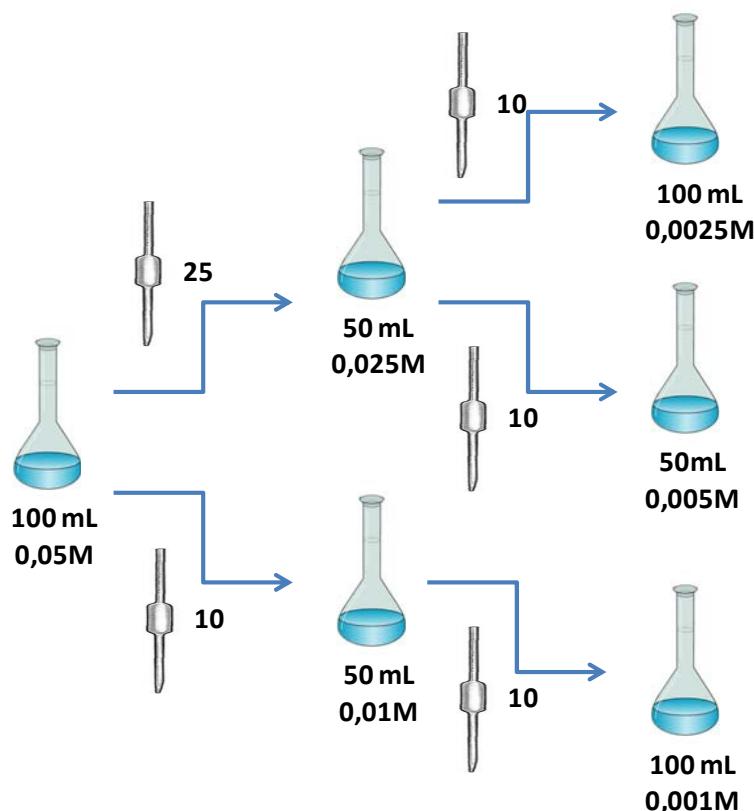
REACTIVOS

- Cloruro sódico
- Cloruro cálcico

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Calibrar o condutímetro mediante disolucións patrón de cloruro potásico 0,01 M. Esta disolución ten condutividade de 141,18 mho/cm a 25 °C.

Medir a condutividade en disolucións de NaCl e CaCl₂ 0,05 M, 0,025 M, 0,01M, 0,005M, 0,0025M e 0,001M preparadas por dilución da disolución de 100 mL 0,05M con auga destilada.



Exemplo dunha secuencia de dilución

CUESTIÓNS

1. Calcular as condutividades das disolucións de electrólitos fortes antes preparadas.
2. Indicar como varían as condutividades coa concentración.
3. Indicar como varían as condutividades en función da carga do catión.

Bibliografía:

- J. Martínez Urreaga e outros, *Experimentación en Química General*, Ed. Thomson, 2006

DETERMINACIÓN DO CONTIDO DE AZUCRE EN REFRESOS

OBXECTIVO

Calcular densidades.

Recoñecer a importancia da calibración, o cálculo de errores e a realización correcta e ordenada dun proceso experimental.

Recoñecer as limitacións do traballo no laboratorio.

INTRODUCIÓN

A medida da densidade é unha práctica corrente nos laboratorios químicos e bioquímicos, tanto científico-tecnolóxicos como de control de calidade. A medida de densidades permite aplicar e afianzar cuestións fundamentais tales como a representación gráfica de resultados, a utilización de rectas de calibración ou a preparación de disolucións.

Esta propiedade depende da P e T, ao influír estas variables no volume, por iso, ao medir a densidade dunha substancia sempre deben considerarse as condicións da medición.

Este método baséase no principio de Arquímedes e na utilización do areómetro ou densímetro. O areómetro pode ter unha escala específica no tubo, depende do uso que se lle dea, así temos: alcoholímetro, lactómetro, oleómetro, sacarímetro ou salímetro, segundo se vaia medir riqueza alcohólica, densidade do leite ou do aceite, riqueza de disolucións acuosas de azucré ou de cloruro sódico, respectivamente.

Aplicacións reais da medida da densidade son, por exemplo, a determinación da pureza do leite de vaca, a medida exacta da concentración de sal na elaboración de conservas en vinagre, a calidade dun anticonxelante, a diferenza entre gasóleo A, B e C, o estado do electrólito en baterías de chumbo ou o control de líquidos biolóxicos nos laboratorios de análises clínicas, entre outras.

MATERIAL

- Aerómetros
- Probeta de 100 mL
- Termómetro graduado

REACTIVOS

- Cada alumno debe traer a súa mostra de bebida con alto contido en azucré: zumo de froitas, refresco de té, refresco de cola etc., podendo ser normal ou baixa en calorías e estar ou non carbonatada.
- Azucré comercial para preparar as disolucións estándar.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Obtención da recta de calibración:

Preparar 5 disolucións acuosas de azucré, no intervalo de 0 a 17% en peso, que serán os patróns da recta de calibración; utilizar para iso matraces volumétricos perfectamente limpos.

Medir a temperatura.

Medir a densidade de cada disolución, por triplicado.

Construír a recta de calibración (recoméndase utilizar unha folla de cálculo) representando o contido en azucré como porcentaxe en peso (variable independente) fronte á densidade en kg/L (variable dependente). Determinar a ecuación (pendente e ordenada na orixe) e o axuste dos datos experimentais (correlación) mediante a análise de regresión lineal.

Os principais erros débense aos rasamentos incorrectos e á deficiente limpeza da pipeta; sempre se debe comezar pola disolución máis diluída.

Densidade do refresco

Antes de medir a densidade da bebida seleccionada hai que ter en conta o seguinte:

No caso de bebidas carbonatadas é necesario a desgasificación previa á toma de mostra; para iso, cómpre proceder da seguinte forma: transvasar aproximadamente 50 mL de mostra a un vaso de precipitados e axitar magneticamente ata a eliminación completa de CO₂, é dicir, ata que non se observe desprendemento de burbullas.

Se a bebida seleccionada presenta polpa, como o caso de zumes naturais espremidos, é necesario filtrar previamente.

Medir a densidade do líquido

Baleirar, limpar e secar perfectamente o material volumétrico calibrado, sen metelos na estufa xa que perderían a calibración.

Calcular a densidade da mostra, repetindo o ensaio para poder determinar a incerteza da medida.

CUESTIÓNS

1. Calcular a media das densidades. Indicar cantas cifras significativas se poden escribir para as densidades obtidas en cada caso. Calcular os límites de confianza.
2. Obter a recta de calibración.
3. Indicar se este é un método específico para a medida de azucré.

BIBLIOGRAFÍA:

- J. Martínez Urreaga e outros, *Experimentación en Química General*, Ed. Thomson, 2006
- S. J. Hawkes, *Journal of Chemical Education*. 2004, 81, 14

5.3

PRÁCTICAS PARA COMPRENDER OS EXPERIMENTOS BÁSICOS DA QUÍMICA

As valoracións ácido-base e redox constitúen un método para medir cuantitativamente a concentración dunha disolución problema. Neste caso imos determinar a concentración en ácido etanoico dun vinagre comercial, a concentración en carbonato de calcio das cunchas de mexillón, preparar indicadores ácido-base naturais e valorar a materia orgánica dunha auga por reacción redox co permanganato potásico

DETERMINACIÓN DO GRAO DE ACIDEZ DUN VINAGRE

OBXECTIVO

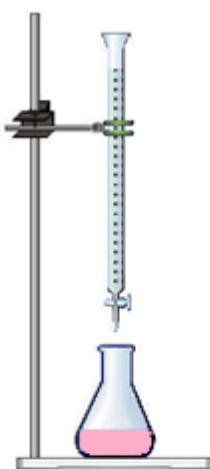
Determinar a concentración de ácido acético dunha mostra de vinagre utilizando unha valoración ácido-base.

Estudar unha reacción de neutralización.

INTRODUCIÓN

O vinagre que se vende no mercado é de moi variada calidade e pode ser de sidra ou branco (destilado). O primeiro faise por fermentación do azucré da sidra; durante este proceso fórmase primeiramente alcohol, que por fermentación oxidante se converte en ácido acético. O vinagre de sidra deixa un residuo por evaporación. O vinagre branco obtense por oxidación do alcohol víñico; é incoloro e case non deixa residuo por evaporación. Un índice da calidade dun vinagre é a súa acidez, que vén dada pola concentración de ácido acético que contén, expresada comercialmente en porcentaxe masa/volume (%m/v).

Para calcular a cantidade de ácido acético pódese utilizar unha valoración (ou volumetría) ácido-base. De xeito xeral, nun experimento de valoración unha disolución de concentración coñecida exactamente (disolución patrón) engádese de forma gradual dende unha bureta á disolución de concentración descoñecida, ata que a reacción química entre as dúas disoluciones se complete. O punto final da reacción denomínase punto de equivalencia e pode observarse por algúns cambios nalgúnha propiedade no medio, como pode ser un cambio de cor.



Nesta práctica a valoración consiste en facer unha reacción de neutralización entre unha disolución da mostra de vinagre, que ten carácter ácido, e unha disolución de concentración coñecida dunha base (hidróxido sódico).

MATERIAL

- 1 bureta de 50 mL
- 1 funil de líquidos
- 1 matraz erlenmeyer de 250 mL
- 1 pipeta de 1 mL (ou unha pipeta graduada de maior volume)
- 1 matraz volumétrico de 100 mL
- 2 vasos de precipitados de 100 mL
- 1 vidro de reloxo
- 1 vareta de vidro

REACTIVOS

- NaOH 0,1 M previamente preparada
- Indicador de fenolftaleína ou de lombarda
- Vinagre

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Preparar previamente 100 mL de disolución de hidróxido sódico 0,1 M.

Botar disolución de hidróxido sódico na bureta ata o punto de rasamento, anotando o dato desa lectura.

Medir cunha pipeta 1 mL de vinagre e introducilo nun matraz erlenmeyer de 250 mL. Engadir uns 100 mL de auga destilada para diluír a mostra e conseguir unha disolución moi debilmente coloreada. Botar 2 pingas de disolución do indicador fenolftaleína.

A continuación, xa se pode comezar coa valoración. Para isto, engadir,gota a gota, a disolución de NaOH dende a bureta ao erlenmeyer, axitando continua e suavemente, ata que a disolución adquira unha débil tonalidade rosa, que nos indicará o punto final da valoración.

Anotar o volume de NaOH utilizado. Repetir a valoración, e en caso de discrepancia entre os resultados, realizar unha terceira valoración.

CUESTIÓNS

1. Escribir a ecuación química correspondente á reacción de neutralización entre o ácido acético e o hidróxido sódico.
2. Calcular o grao de acidez do vinagre empregado, como concentración do ácido acético expresada en %m/v. Comparar o resultado obtido co valor indicado na etiqueta da botella de vinagre comercial.
3. Por que diferentes mostras de vinagre utilizadas no experimento teñen o mesmo, ou case o mesmo, contido en $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$?
4. Ten que ver o grao alcohólico dun viño co grao de acidez dun vinagre?

DETERMINACIÓN DE CARBONATO CÁLCICO EN PENSOS

OBXECTIVO

Determinar o contido de carbonato cálcico nunha mostra mediante un proceso de valoración ácido-base.

Comprender a importancia da valoración dos refugallos como recursos aproveitables.

INTRODUCIÓN

O carbonato cálcico, calcaria, restos triturados das cunchas de bivalvos etc., que se empregan para achegar calcio nos pensos compostos, poden conter impurezas segundo a súa procedencia.

Un equipo de investigadores da Escola Politécnica de Lugo estuda o efecto que pode ter no solo e nos cultivos a cuncha de mexillón mesturada con xurro.

Os resultados deste proxecto poderían cambiar a valoración actual desa materia prima, que pasaría de ser un refugallo a un recurso aproveitável, e ademais moi moi abundante, xa que España é o primeiro produtor mundial de cuncha de mexillón.

A cuncha de mexillón pode neutralizar a acidez do solo causada polo xurro e, polo tanto, favorecer un maior crecemento das plantas. Galicia produce unhas 80.000 t de cuncha de mexillón por ano.

Nesta práctica imos determinar o carbonato cálcico presente en restos triturados de cunchas de bivalvos. En concreto tratarase o carbonato cálcico dun penso ou de cunchas de bivalvo cun exceso de ácido clorhídrico valorando a posteriori o exceso de ácido cunha disolución de sosa.

Podería facerse tamén esta determinación en pensos compostos.

MATERIAL

- Vaso de precipitados de 100 mL
- Vidro de reloxo
- Erlenmeyer de 100 mL
- Bureta
- Probeta de 25 mL
- Funil de vidro e papel de filtro
- Placa calefactora
- Soporte con aro
- Balanza

REACTIVOS

- HCl 1N ou 1M
- Indicador (fenolftaleína, etc.)
- NaOH 1N ou 1M

PROCEDEMENTO EXPERIMENTAL

Pésase un gramo de mostra previamente pulverizada e desecada a 100-110 °C ata peso constante. A continuación bótase nun vaso de precipitados xunto con 25 mL de HCl 1N. A mestura quéntase, pero sen ferver, co fin de expulsar o CO₂, tendo o vaso cuberto cun vidro de reloxo. A mestura resultante déixase arrefriar, e o residuo sólido elimínase por filtración a gravidade. O exceso de ácido clorhídrico da disolución que non reaccionou co carbonato cálcico valórase cunha disolución de NaOH 1N, engadindo unhas pingas de indicador.

CUESTIÓNS

1. Cal é a porcentaxe de CaCO₃ na mostra?
2. 1 mL de HCl equivale a 0,050045 g de CaCO₃. Deducir esta equivalencia.
3. Que reaccións teñen lugar no proceso? Cal é a técnica básica na que se fundamenta este experimento?
4. Que cantidade de calcio se está achegando con 10 kg deste penso?

BIBLIOGRAFÍA

- Garrido-Rodríguez, B.; Fernández Calviño, D.; Nóvoa Muñoz, J.C.; Arias Estevez, M.; Díaz-Raviña, M.; Álvarez Rodriguez, E.; Fernández-Sanjurjo, M.J.; Núñez Delgado, A. “pH-dependent copper release in acid soils treated with crushed mussel”, *International Journal of Environmental Science And Technology*, vol. 10, nº. 5, 2013, pp. 983-994.

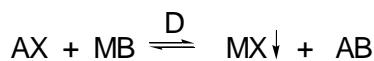
PRECIPITACIÓN E SEPARACIÓN DE CARBONATO CÁLCICO

OBXECTIVOS

Estudar unha reacción de precipitación e familiarizarse coa filtración ao baleiro, lavado e secado dun precipitado.

INTRODUCCIÓN

Cando dúas disolucións (AX e MB), que conteñen cada unha delas os compoñentes dun sal pouco soluble, reaccionan nun determinado disolvente (D), poden dar lugar á formación dun novo composto (MX) con moi baixa solubilidade no disolvente elixido, segundo a reacción:



Cando sucede tal proceso podemos falar dunha reacción de precipitación, na que o novo produto precipitado (\downarrow) se pode separar por filtración ou decantación e posteriormente secalo.

As reaccións de precipitación son importantes na industria, na medicina, na agricultura e na vida diaria. Por exemplo, a preparación de moitos reactivos industriais esenciais e compostos fertilizantes fundaméntanse en reaccións de precipitación. Tamén a formación dos nosos dentes ou ósos se basea en procesos deste tipo.

A técnica de precipitación emprégase para determinar calcio en pensos por precipitación coma oxalato cálcico (CaC_2O_4), nitróxeno cianamídico por precipitación con nitrato de prata ($AgNO_3$) ou determinación de fósforo en fertilizantes por precipitación como fosfomolibdato de quinoleína, entre outros.

Neste experimento prepararemos carbonato cálcico, aproveitando a súa baixa solubilidade en auga, por medio do proceso que se resume como:



Os sales cloruro cálcico e carbonato sódico son solubles en auga e, en disolución, están totalmente disociados. Cando se mesturan, os ións presentes son: $Na^+_{(ac)}$, $CO_3^{2-}_{(ac)}$, $Ca^{2+}_{(ac)}$ e $Cl^-_{(ac)}$; posto que o carbonato de calcio é moi pouco soluble, cumprirase que:

$$[CO_3^{2-}][Ca^{2+}] >> Kps \downarrow$$

MATERIAL

- 1 vidro de reloxo
- 1 vaso de precipitados de 250 mL
- 1 vasos de precipitados de 100 mL
- 1 probeta de 100 mL
- 1 funil Büchner e Kitasato
- Soporte con pinza
- Balanza
- 1 vareta de vidro
- 1 pipeta Pasteur
- 5 tubos de ensaio
- 1 placa calefactora
- 1 termómetro
- Estufa

REACTIVOS

- CaCl_2
- Na_2CO_3

PROCEDEMENTO EXPERIMENTAL

En primeiro lugar pésanse 5 g de cloruro cálcico e disólvese en 100 mL de auga destilada, nun vaso de precipitados de 250 mL. A continuación, prepárase a disolución de carbonato sódico pesando 5,25 g deste sal e disolvéndoo en 50 mL de auga destilada, nun vaso de precipitados de 100 mL. Unha vez disolvidos ambos os sales, quéntase a primeira disolución ata uns 50 °C e engádeselle a segunda lentamente e remexendo, co que se produce a precipitación dun sólido branco.

Cando a mestura está a temperatura ambiente sepárase o carbonato cálcico precipitado mediante unha filtración ao baleiro. Lávase repetidas veces o precipitado con auga destilada e ensáianse periodicamente mostras do líquido que pinga do funil Büchner ata que non se observe turbidez ao engadir unhas pingas de disolución de nitrato de prata.

Recóllese o precipitado formado nun papel de filtro e sécase con coidado na estufa a 100-110 °C durante unha media hora. Cando o produto obtido arrefría, pésase e calcúlase o rendemento do proceso a partir do reactivo limitante pesado inicialmente.

CUESTIÓNS

1. Escribe a ecuación química desta reacción e completa o interrogante.
2. Cal é o reactivo limitante? Calcula o rendemento do proceso.
3. Partindo da ecuación que ten lugar, explica por que transcorre.
4. Que é un precipitado?
5. Por que é necesario lavar repetidas veces o precipitado de carbonato cálcico? Deberase lavar sempre calquera precipitado en xeral?
6. Por que hai que secar o precipitado na estufa antes de pesalo?
7. Se se quixera disolver o precipitado, que se faría? Engadiríase máis cloruro cálcico, carbonato sódico, ácido clorhídrico, axitaríase?

PREPARACIÓN DE INDICADORES NATURAIS

OBXECTIVO

Estudar o comportamento ácido-base dalgunhas substancias.

Utilizar distintos métodos de medida e estimación do pH como o papel indicador de pH.

INTRODUCIÓN

Os alimentos cos que nos atopamos na vida cotiá son substancias coa súa propia química. Poden usarse para analizar outras substancias e para estudar que acontece con eles dentro do noso tubo dixestivo. Esta experiencia pretende amosar como a col lombarda pode ser utilizada para facer un indicador de pH natural e barato e construír unha escala de pH con el.

Un indicador é unha substancia que ten a particularidade de adquirir unha cor diferente segundo entre en contacto cun ácido ou cunha base.

A col lombarda posúe uns pigmentos (cianidina) que manifestan un cambio de coloración segundo o pH no que se atopen.

O extracto obtido tomará cores diversas en función do pH do medio desde o vermello para os más ácidos ata azul, verde e amarelo en medios moi básicos.

MATERIAL

- Filtro (coador)
- Tubos de ensaio pequenos
- Papel de filtro
- Papel pH
- Col lombarda

REACTIVOS

- Vinagre
- Amoníaco doméstico
- Bicarbonato sódico
- Lixivia
- Xabón de tocador
- Deterxente
- Limón
- Xampú (pH neutro)
- Leite

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Preparación do extracto indicador. Férvense 500 mL de auga destilada nun vaso co propósito de eliminar o osíxeno disolvido. A continuación engádense uns 200 g de col lombarda finamente cortada. Férvese durante uns 5-10 minutos.

Filtramos utilizando un simple coador ou un filtro de papel. O líquido obtido, de cor púrpura escuro, ímolo utilizar para explorar certas substancias ácidas e básicas. Se se desexa almacenar este extracto durante unha semana pódese engadir una décima parte de alcohol etílico e *gardar en botella escura*.

2. A continuación estudaremos cal é o comportamento deste indicador natural cando se enfrenta a diferentes substancias.
3. Poñemos en tubos de ensaio uns 5 mL de indicador e engadimos unhas pingas da substancia que queremos analizar.
4. Homoxeneizamos lixeiramente as disolucións e observamos a cor. As substancias de natureza sólida débense disolver previamente nun pouco de auga destilada.
5. Repetimos a medición do pH de todas as substancias anteriores utilizando o papel indicador de pH.

CUESTIÓNS

1. Constrúe unha táboa coas substancias utilizadas, elabora un código de cores dos resultados utilizando o zumo de col morada e verifica o pH utilizando papel indicador.

BIBLIOGRAFÍA:

- www.cienciafacil.com/Videoph.
- www.apccc.es/arch_apccc/actuaciones/pc2010/guadalquivir_indicadoresph.pdf.

DETERMINACIÓN DA CONTAMINACIÓN ORGÁNICA DUNHA AUGA POLA OXIDABILIDADE CON PERMANGANATO POTÁSICO

OBXECTIVO

Estudar a oxidabilidade dunha auga de subministración mediante valoración redox.

Poñer en práctica os concepto de oxidación-reducción e as volumetrías redox.

INTRODUCIÓN

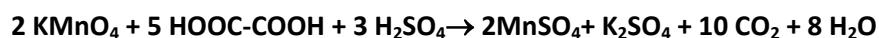
As augas naturais non son substancias puras, senón sistemas vivos moi complexos. Non son só auga, senón que levan sales disolvidos, osíxeno, dióxido de carbono, microorganismos, materia orgánica en suspensión etc.

Un dos factores que afectan á calidade dunha auga é o contido en materia orgánica. A estimación da contaminación orgánica é un problema complexo e delicado que precisa, debido á natureza moi diversa das materias orgánicas e dos seus estados de degradación, non unha proba única, senón un balance por comparación e complementación de diferentes análises con diferente grao de complexidade.

A oxidación da materia orgánica para dar dióxido de carbono e outros compostos, sabemos que consome unha certa cantidade do osíxeno disolvido na auga, que é renovado polo osíxeno do aire.

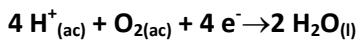
Unha das análises más utilizadas para calcular, en certa medida, a cantidade de materia orgánica nunha auga é a da oxidabilidade con permanganato potásico. Este test convencional (recollido como “método oficial de análise físicoquímica para augas potables, BOE 1138/1990) permite apreciar o contido da materia orgánica, ó tempo que a presenza doutras posibles substancias redutoras nunha auga.

O método aquí proposto, que se basea na valoración das substancias presentes susceptibles de seren oxidadas polo permanganato potásico en condicións normalizadas, constitúe a parte final do procedemento recollido na metodoloxía oficial. Consiste en engadir permanganato en exceso á mostra, valorando o permanganato sobrante con oxalato, de forma que, por diferencia, se pode calcular a cantidade de permanganato que reaccionou coa materia orgánica presente na auga. A reacción que ten lugar no proceso é:



na que cada ión permanganato gaña 5 e^- e na que cada HOOC-COOH transfire dous e^- .

A materia orgánica da mostra exprésase como a cantidade de osíxeno que sería necesaria para oxidar a materia orgánica da mostra, segundo a reacción:



Tendo en conta que na reacción de oxidación redúcese o permanganato:



pódease concluír que cada mol de permanganato oxida a mesma cantidade de materia orgánica que 5/4 mol de osíxeno (1 mol de O₂ toma 4 electróns, 5 electróns corresponden a 5/4 mol de osíxeno). O resultado exprésase normalmente en mg de osíxeno por litro de auga, sendo 2,0 mg O₂/L un valor normal para unha auga de subministración e 5,0 mg O₂/L o valor máximo permitido).

Esta análise soe acadar valores similares ou lixeiramente superiores á DBO (demanda bioquímica de osíxeno), e inferiores (arredor da metade) á DQO (demanda química de osíxeno), que son empregados más comunmente en estudos de efluentes industriais.

MATERIAL

- Erlenmeyer de 500 mL
- 2 Pipetas de 10 mL
- 2 Buretas de 50 mL
- Probetas de 10, 50 e 100 mL
- Placa calefactora
- Vidro de reloxo

REACTIVOS

- Auga destilada ultrapura
- Auga de subministración ou outra auga
- Disolución de permanganato potásico 0,01 N (= 0,002 M)
- Disolución de ácido sulfúrico diluído a 1/4 (4,5 M) da concentración comercial
- Disolución de ácido oxálico 0,01 N (= 0,005 M)

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Nun matraz erlemeyer de 250 mL engádese unha mostra de 100 mL da mostra de auga que queremos analizar. Engádense sobre ela 5 mL do ácido sulfúrico comercial diluído a 1/4 (calcula a súa concentración), quéntase e cando comeza a ferver engádense 10 mL de permanganato potásico dende a bureta. Déixase ferver a mestura exactamente durante 10 minutos para destruír a materia orgánica da mostra. Entón engádense de golpe 10 mL de ácido oxálico (ou unha cantidade maior se fosen insuficientes para descolorar os 10 mL de permanganato potásico e que debe ser anotada en calquera caso), e posteriormente valórase o exceso de ácido oxálico co permanganato da bureta, que se engade moi lentamente ata coloración levemente rosada.

Da cantidade total (en mL) do permanganato potásico empregado neste ensaio, réstanse os mL que reaccionaron co ácido oxálico engadido, que ten a mesma concentración normal ca a do permanganato utilizado. Da diferenza entre estes volumes poderase deducir o número de moles de permanganato potásico consumidos para oxidar a materia orgánica dos 100 mL de auga da mostra.

O resultado expresarase en mg O₂/L (ou ppm), analizando se está dentro do intervalo permitido.

CUESTIÓNS

1. Calcula o valor da oxidabilidade (en g O₂/L de auga) da mostra estudiada.
2. Cal é o peso equivalente redox do osíxeno neste proceso?
3. Cal é a cantidade de permanganato que reaccionha coa materia orgánica, e que función ten aquí o permanganato potásico?

BIBLIOGRAFÍA

- **Métodos Oficiais de Análises segundo Real Decreto 140/2003 (BOE 21/2/2003).**

DETERMINACIÓN DE SO₂ TOTAL EN VIÑOS. MÉTODO RIPPER

OBXECTIVO

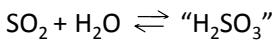
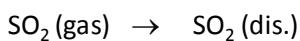
Determinar a concentración de SO₂ en viños, aplicando unha técnica de oxidación-reducción, empregando iodo como oxidante (iodometría).

INTRODUCIÓN

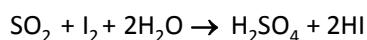
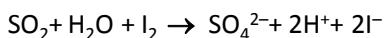
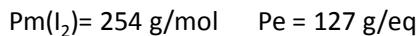
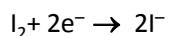
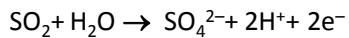
O dióxido de xofre, SO₂, pode ser prexudicial para a saúde cando se superan os 250 mg/L (ppm) de tolerancia ou 200 para viños de calidade preferente. É un gas irritante, pode ser causante de dor de cabeza ou xaquecas. Algunxs derivados orgánicos dos sulfitos poden ser indutores dalgúns cancros.

A utilización de SO₂ en viños remontase ao século XVII; esta práctica enolólica coñécese co nome de "sulfitación". A presenza de SO₂ evita a oxidación, retarda a fermentación, é antiséptico e clarificador do mosto. Pode realizarse unha vinificación sen engadir SO₂, pero non en todas as partes do mundo; en Galiza por exemplo, onde o viño ten menos alcohol, é necesario engadir SO₂. Pequenas cantidades de SO₂ fórmanse por acción dos lévedos na fermentación, polo tanto a ausencia total de SO₂ no viño é excepcional, aínda que non se lle engada ao mosto.

O dióxido de xofre está en parte como gas (SO₂), bisulfito (HSO₃⁻) e sulfito (SO₃²⁻) constituindo o chamado dióxido de xofre libre e o dióxido de xofre combinado. Esta distinción é importante para efectos prácticos xa que o dióxido de xofre con acción antiséptica é o libre, mentres que o combinado constitúe a reserva necesaria para a fracción libre. É dicir, as dúas formas están en equilibrio, sobre o que inflúe o pH e a temperatura. A menor pH e maior temperatura, maior proporción de dióxido de xofre libre.



Para a determinación do SO₂ emprégase o método Ripper. Este baséase nunha valoración redox con I₂ como reactivo valorante en medio ácido e en presenza de amidón como indicador. Esta técnica analítica chámase iodometría.



MATERIAL

- Matraz erlenmeyer de 500mL
- Bureta
- Pipetas de 5 e 50mL
- Matraz volumétrico de 100mL
- Probeta de 100 mL

REACTIVOS

- Hidróxido sódico 1 mol/L (1 N)
- Engrudo de amidón ao 1%
- Iodo 0,025 mol/LN (0,05M)
- Ácido sulfúrico diluído a 1/3 da disolución comercial

PROCEDEMENTO EXPERIMENTAL

Dióxido de xofre libre

Nun matraz introducíense 50 mL de viño, cunha pipeta seca ou lavada co propio viño, 5 mL de ácido sulfúrico e 1 mL de solución de amidón. Valórarse coa solución de iodo 0,025 M (0,05 N) ata coloración azul que persista durante 15 s. No caso de viños tintos é necesario diluír a mostra con auga destilada e un erlenmeyer grande para observar mellor a viraxe do indicador. No caso de mostos sulfitados ou de viños cunha gran cantidade de SO₂ (> 300 mg/L) recoméndase diluír a mostra.

$$\text{SO}_2 \text{ libre, mg/L} = \frac{v(\text{mL}) \times 0,05\text{eq/L} \times 32\text{g/eq} \times 1.000 \text{ mg/g}}{50\text{mL}}$$

Onde v é o volume de iodo consumido na valoración (mL)

Dióxido de xofre total

Nun erlenmeyer introducíense 25 mL de hidróxido de potasio 1 M e 50 mL de viño introducindo a punta da pipeta dentro do hidróxido de potasio para evitar a perda de SO₂ gas, tápase, axítase e déixase en repouso durante 15 min para realizar a hidrólise alcalina dos complexos entre o SO₂ e algúns compoñentes do viño como o acetaldehido. Pasado este tempo, engádense 10 mL de ácido sulfúrico, 1 mL da solución de amidón e valórarse rapidamente coa solución de iodo ata a aparición da coloración azul persistente (15 s).

$$\text{SO}_2 \text{ total, mg/L} = \frac{v'(\text{mL}) \times 0,05\text{eq/L} \times 32\text{g/eq} \times 1.000 \text{ mg/g}}{50\text{mL}}$$

v' = volume de iodo consumido na valoración (mL)

CUESTIÓNS

1. Calcular o contido de SO₂ no viño analizado expresado en ppm.
2. Por que debemos valorar en medio ácido?
3. Por que os viños conteñen SO₂?

BIBLIOGRAFÍA

- Diario Oficial de las Comunidades Europeas.
- Reglamento (CEE) Nº 2676/90 de la Comisión de 17 de septiembre de 1990 por el que se determinan los métodos de análisis comunitarios aplicables en el sector del vino. 123-130 (1990).
- García J. *Técnicas analíticas para vinos. 3.5-3.10* (1990).
- Ripper M. J. *Prakt. Chem.* 46, 428 (1892).
- Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación.
- *Métodos Oficiales de Análisis de Vinos y Mostos. 2, 197-207* (1993).

5.4

PRÁCTICAS PARA PREPARAR COMPOSTOS QUÍMICOS

Neste apartado hanse deseñar experimentos nos que se trate de iniciar ao alumnado na síntese de compostos químicos. Trátase fundamentalmente de que o alumnado, aprenda a preparar diferentes compostos químicos útiles no laboratorio noutras operacións de síntese, e que se acostume a preparar compostos diversos. Deste xeito: primeiro prepararanse tres compostos orgánicos e logo dous inorgánicos, entre eles un composto gasoso.

SÍNTESE DUN ÉSTER: PREPARACIÓN DA ASPIRINA

OBXECTIVO

Preparar o ácido acetilsalicílico (principio activo do medicamento coñecido comercialmente como aspirina) a partir do ácido salicílico e anhídrido acético.

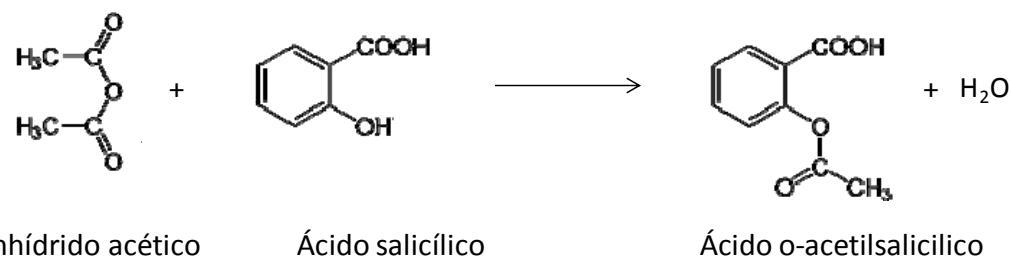
Estudar unha reacción de esterificación.

INTRODUCIÓN

Entre os procesos orgánicos más significativos atópase o de “esterificación”. Trátase da reacción dun ácido cun alcohol para a formación dun éster e auga. Nesta práctica estudarase a reacción do ácido acético cun alcohol, neste caso o ácido salicílico (ácido 2-hidroxibenzoico), que actúa como un alcohol a través do seu grupo OH en posición orto respecto ó grupo ácido. O éster que se forma é o ácido acetilsalicílico, que se coñece comercialmente como aspirina.

A aspirina é un medicamento valiosísimo na vida cotiá. Descuberta a súa utilidade farmacolóxica hai máis de 100 anos, é hoxe un dos produtos químicos más utilizados e mellor coñecidos pola comunidade. Úsase coma analxésico, antipirético, antineuráxico, antiartrítico, antiséptico etc., e non ten, praticamente, ningunha contraindicación agás que, por ser un ácido, pode causar males estomacais coma as úlceras intestinais.

Para mellorar o rendemento do proceso da obtención da aspirina substituirase, na realización da práctica, o ácido acético polo seu anhídrido (especie química resultante da condensación de dúas moléculas de ácido acético coa perda dunha molécula de auga).



MATERIAL

- Matraz erlenmeyer de 50 mL
- Probetas de 10, 20 e 50 mL
- Funil Büchner
- Matraz kitasato
- Vidro de reloxo
- Termómetro
- Vareta de vidro
- Baño de xeo
- Baño de auga
- Pipeta Pasteur e pera
- Bomba de baleiro

REACTIVOS

- Ácido salicílico
- Anhídrido acético
- Ácido fosfórico do 85%

PROCEDEMENTO EXPERIMENTAL

Pésanse con exactitude 2 gramos de ácido salicílico e introducíense nun matraz erlenmeyer de 50 mL seco. Engádense a continuación 5 mL de anhídrido acético e 5 pingas de ácido fosfórico do 85%. Colócase o matraz nun recipiente con auga e quéntase durante 10 minutos a uns 70 °C medidos no interior do matraz (a temperatura debe manterse arredor deste valor; se é necesario deixar de quentar ou engadir auga ao baño), tempo tras o cal a reacción debe ocorrer completamente.

A continuación engádensenlle coidadosamente 2 mL de auga ó matraz para descompoñer calquera exceso de anhídrido acético. Cando o posible exceso se elimine (sobre 5 minutos), cesará o desprendemento de vapores de ácido acético, detectables polo seu olor característico.

Retírase o matraz do baño e engádense 20 mL de auga, deixando arrefriar a disolución nun baño de xeo. A medida que arrefría a disolución aparecerán os cristais de ácido acetilsalicílico ou aspirina. Se a cristalización non ocorre espontaneamente, frégase o interior do matraz cunha vareta de vidro, continuando co arrefriamento.

O produto sólido obtido sepárase mediante filtración ao baleiro (empregando funil Büchner, matraz kitasato e bomba de baleiro), lavando os cristais con 5 mL de auga xeada (ou ata que deixe de ulir a ácido acético). O producto déixase secar primeiro ao baleiro, logo sobre o vidro de reloxo previamente tarado e finalmente 30 minutos na estufa a 110 °C. Unha vez seco, déixase arrefriar e pésase o producto para coñecer a masa de aspirina obtida.

CUESTIÓNS

1. Escribe a ecuación que ten lugar no proceso (con anhídrido acético).
2. Por que se lle engade o ácido fosfórico?
3. Debuxa unha montaxe de filtración ao baleiro nomeando o material empregado.
4. Que vantaxes presenta a filtración ao baleiro fronte á filtración por gravidade?
5. Cal é o reactivo limitante?
6. Calcula os moles de aspirina obtidos.
7. Calcula o rendemento teórico en gramos e o rendemento porcentual do proceso en % (densidade do anhídrido acético: 1,082 g/mL).

OBTENCIÓN DE BIODIÉSEL

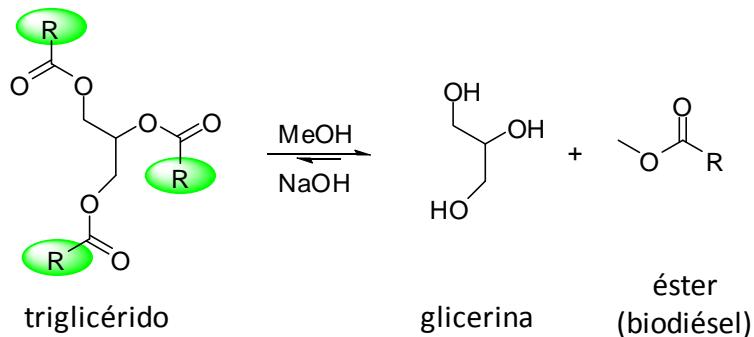
OBXECTIVO

Preparar un biodiésel a partir dun aceite de cociña comercial.

Utilizar os residuos como materiais con valor engadido.

INTRODUCCIÓN

A obtención do biodiésel faise nesta práctica a través dunha transesterificación. O proceso de transesterificación implica a combinación dun aceite cun alcohol lixeiro, xeralmente metanol, producindo os ésteres do alcohol lixeiro (que constitúen o combustible) e glicerina, como residuo con valor engadido:



Normalmente, a nivel industrial, fabrícase a partir de aceites vexetais, xeralmente colza, xirasol ou millo, pero tamén podería facerse partir de aceites de fritura, o que suporía unha redución no consumo de materia prima e a reciclaxe do aceite usado.

MATERIAL

- 2 vasos de precipitados de 250 mL
- 1 matraz Erlenmeyer de 100 mL
- 1 probeta de 50 mL
- 1 vareta de vidro
- 1 vidro de reloxo
- 1 termómetro
- 1 pipeta Pasteur
- 1 axitador magnético con barriña axitadora

REACTIVOS

- Metanol
- NaOH
- Aceite de cociña

PROCEDEMENTO EXPERIMENTAL

Mesturar 10 mL de metanol con 0,175 g de NaOH nun matraz Erlenmeyer de 100 mL (usar protección adecuada), co que se forma unha disolución metanólica de NaOH.

Se utilizamos aceite reciclado, hai que filtrar con filtro metálico de malla fina e logo pasalo por filtro de papel e eliminar a auga que poida ter o aceite, fervendo moi lentamente durante 10 minutos e deixar repousar eliminando despois a capa de auga que queda no fondo.

Se utilizamos aceite reciclado, que non é aconsellable usar nos experimentos de proba, pesaremos máis cantidade de NaOH, 0,275 g.

Nun vaso de precipitados de 100 mL, botar 50 mL de aceite sen usar (medir con probeta e tomar nota do volume exacto) e quentear lentamente a 55 °C. Sobre este aceite, engadir, pouco a pouco, a disolución metanólica de NaOH e manter esta mestura durante 1 hora con axitación suave e a temperatura constante. Deixar en repouso ata o día seguinte, cando se observarán preto de 50 mL de biodiésel na parte superior do recipiente e uns 10 g de glicerina no fondo.

Separar por decantación o combustible e a glicerina, e medir o volume de biodiésel obtido.

CUESTIÓNS

1. Completar a ecuación química proposta para esta reacción.
2. Calcular a eficiencia económica do proceso con relación ao custo dos reactivos emplegados.
3. Comprobar se o biodiésel fabricado funciona como combustible nun motor.

SAPONIFICACIÓN: PREPARACIÓN DUN XABÓN

OBXECTIVO

Preparar un xabón a partir dun aceite ou dunha graxa.

Estudar a reacción de saponificación.

Reciclar materiais que se usan no fogar.

INTRODUCIÓN

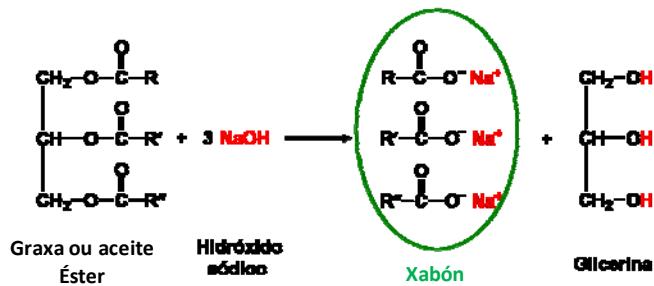
A manufactura do xabón é unha das sínteses químicas más antigas, aínda que non tanto coma a fermentación etílica. Tribos xermánicas da época do César fervían sebo de cabra con potasa, que obtiñan por lixiviación das cinzas da leña. Actualmente é unha actividade moi común nas chamadas “granxas escola”.

Trátase de obter a partir de produtos moi comúns, algo tan cotián como é o xabón. Desde este punto de vista é unha forma de amosar a importancia da química na sociedade actual.

Esta sinxela práctica, que non implica risco, nin produtos custosos, nin material sofisticado, permítenos introducir e practicar conceptos básicos tales como: ácido-base, velocidade de reacción, coloides, aspectos químico-orgánicos, etc.

Trátase de producir xabón por saponificación de graxas. As graxas poden hidrolizarse en medio básico producindo o sal do ácido orgánico correspondente; este sal é o xabón.

A diferenza nas propiedades que presentan os distintos xabóns entre si vai depender do ácido graxo do que proveñan. Na presente práctica imos empregar o ácido oleico [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$] que é o que se atopa presente en maior proporción no aceite de oliva. O subproduto da fabricación dos xabóns é a glicerina (importante produto industrial co que se pode sintetizar o potente explosivo nitroglicerina).



MATERIAL

- 2 vasos de precipitados 250 mL
- Funil Büchner
- Pipeta 10 mL
- Baño de xeo

- Matraz kitasato
- Vidro de reloxo
- Baño de auga

REACTIVOS

- Hidróxido sódico
- Aceite de oliva
- Etanol
- Cloruro sódico

PROCEDEMENTO EXPERIMENTAL

Preparar unha disolución de 5 g de hidróxido sódico nunha mestura de 10 mL de auga e 10 mL de etanol. Poñer 8 mL de aceite de oliva nun vaso de precipitados de 250 mL e engadirlle a disolución anterior. Quentar a mestura nun baño de auga durante uns 20 minutos durante os cales, e para evitar a formación de escuma, iranse engadindo pouco a pouco 20 mL dunha mestura ó 50 % (en volume) de etanol e auga. Manter unha axitación constante.

Preparar unha disolución de 25 g de cloruro de sodio en 75 mL de auga noutro vaso de precipitados. Unha vez disolvido o NaCl engadir axiña a graxa saponificada sobre esta disolución. Axitar fortemente durante uns minutos e arrefriar ata temperatura ambiente nun baño de xeo. Recoller o precipitado formado por filtración ao baleiro cun funil Büchner. Lavalo dúas veces e deixar pasar aire a través do precipitado ata que quede seco.

CUESTIÓNS

1. Durante o proceso de obtención de xabón engadimos cloruro sódico, que función ten?
2. Cres que o xabón que obtiveches é biodegradable?
3. Cal é o reactivo limitante no proceso?
4. Indica a diferenza que existe entre deterxente e xabón.

OBTENCIÓN DE DIÓXIDO DE CARBONO GAS, CO₂(g)

OBXECTIVO

- Preparar un composto gasoso, o dióxido de carbono, e recoñecer o gas obtido.
- Realizar montaxes experimentais de gases.
- Poñer de manifesto a distinta forza de tres ácidos típicos.

INTRODUCCIÓN

A preparación de gases no laboratorio constitúe unha experiencia importante tanto polo que representa de preparación e caracterización de compostos inorgánicos, canto porque, eles mesmos, úsanse como novos axentes de novas sínteses ou para manter determinadas condicións nas propias reaccións químicas. Nesta práctica proponse a obtención de dióxido de carbono a partir de carbonato cálcico e ácido clorhídrico.

A metade da producción mundial de CO₂ dedícase ao seu uso como refrixerante; así o CO₂ sólido emprégase tanto en sistemas de refrixeración industriais, como nalgunhas aplicacións específicas en xeados, comidas conxeladas, baños de frío no laboratorio, etc. Outro uso moi estendido, xa en estado gas, é como compoñente fundamental das bebidas carbonatadas.

Este gas é de grande importancia na producción de atmosferas inertes e na obtención de medios ácidos controlados en disolución.

En canto ao medio natural, por unha banda ten un efecto pernicioso xa que constitúe un dos gases do efecto invernadoiro na atmosfera; pero, por outra banda, o CO₂ tamén é usado para a producción de urea vía carbamato de amonio:



A urea, ademais de formar resinas e plásticos de base urea-formaldehido, é un fertilizante nitroxenado (46,7 % N) usado abondosamente na agricultura.

O CO₂ obterase por un procedemento ácido-base simple:



MATERIAL

- Matraz de dúas bocas de 250 mL
- Funil de presión compensada
- Adaptador
- Dous frascos lavadores de gases
- 4 tubos de ensaio

REACTIVOS

- Carbonato cálcico
- Ácido clorhídrico
- Hidróxido de bario
- Ácido acético
- Ácido fosfórico
- Ácido sulfúrico

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Parte 1. Xeración de CO₂

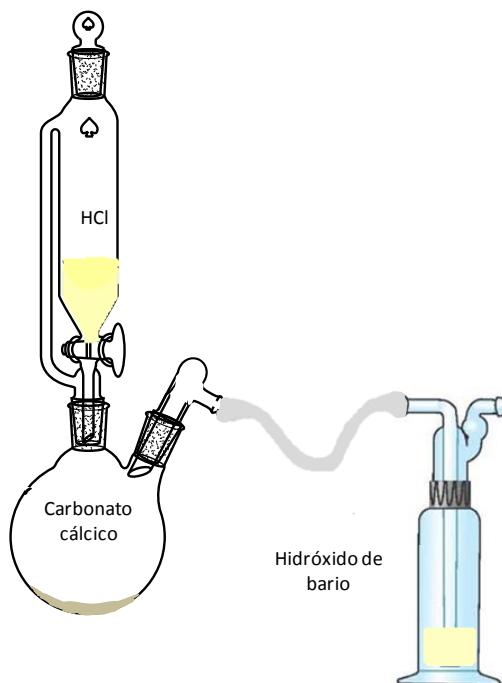
Sitúanse nun matraz de dúas bocas, pertencente a unha montaxe de xeración de gases como a da figura adxunta, 20 g de carbonato cálcico e no funil de presión compensada 100 mL de ácido clorhídrico concentrado. Procédese á adición do ácido pinga a pinga sobre o carbonato cálcico e inmediatamente obsérvase a xeración do gas que se fai pasar a través dunha disolución saturada de auga de barita (hidróxido de bario) o que produce unha turbidez típica que pon de manifesto a presenza de dióxido de carbono.

Parte 2. Recoñecemento da distinta forza de tres ácidos típicos

Situar en catro tubos de ensaio 0,5 g de carbonato cálcico e engadirlle:

- Ó tubo 1, 10 mL de ácido clorhídrico 6 M.
- Ó tubo 2, 10 mL de ácido acético 6 M.
- Ó tubo 3, 10 mL de ácido fosfórico 2 M.
- Ó tubo 4, 10 mL de ácido sulfúrico 3M.

Observar en cada caso o ritmo de desprendemento de gas.



CUESTIÓNS

1. Escribir e completar a reacción que ten lugar na montaxe de xeración de gases. Trátase dun proceso ácido-base? Xustificar o seu desprazamento cara á dereita. Calcular, aproximadamente, o volume de gas que se debería producir.
2. Por que se forma turbidez cando o dióxido de carbono burbuilla a través da auga de barita? Escribir a reacción do proceso.
3. Xustificar as observacións da segunda parte da experiencia sabendo que:
 - O ácido clorhídrico está praticamente disociado na súa totalidade.
 - O ácido acético ten unha constante de acidez da orde de 10^{-5} .
 - O ácido fosfórico ten unhas constantes de acidez K_1 , K_2 e K_3 de $7,5 \cdot 10^{-2}$, $6,2 \cdot 10^{-8}$ e $2,2 \cdot 10^{-13}$ respectivamente. Suxire o experimento realmente esta orde de acidez?
4. Está o ácido sulfúrico completamente disociado?