

Prácticas de Química Inorgánica

1**18**

1 H 1,0079	2 He 4,0026											13 B 10,811	14 C 12,011	15 N 14,0067	16 O 15,9994	17 F 18,9984	18 Ne 20,1797
3 Li 6,941	4 Be 9,0122											5 B 10,811	6 C 12,011	7 N 14,0067	8 O 15,9994	9 F 18,9984	10 Ne 20,1797
11 Na 22,9898	12 Mg 24,3050	3 Sc 44,9559	4 Ti 47,88	5 V 50,9415	6 Cr 51,9961	7 Mn 54,9380	8 Fe 55,847	9 Co 58,9332	10 Ni 58,69	11 Cu 63,546	12 Zn 65,39	13 Al 26,9815	14 Si 28,055	15 P 30,9738	16 S 32,066	17 Cl 35,4527	18 Ar 39,948
19 K 39,0983	20 Ca 40,078	21 Sc 44,9559	22 Ti 47,88	23 V 50,9415	24 Cr 51,9961	25 Mn 54,9380	26 Fe 55,847	27 Co 58,9332	28 Ni 58,69	29 Cu 63,546	30 Zn 65,39	31 Ga 69,723	32 Ge 72,61	33 As 74,9216	34 Se 78,96	35 Br 79,904	36 Kr 83,80
37 Rb 85,4678	38 Sr 87,62	39 Y 88,9059	40 Zr 91,224	41 Nb 92,9064	42 Mo 95,94	43 Tc (98)	44 Ru 101,07	45 Rh 102,9055	46 Pd 106,42	47 Ag 107,8682	48 Cd 112,411	49 In 114,82	50 Sn 118,710	51 Sb 121,75	52 Te 127,60	53 I 126,9045	54 Xe 131,29
55 Cs 132,9054	56 Ba 137,327	57-71 La-Lu	72 Hf 178,49	73 Ta 180,9479	74 W 183,85	75 Re 186,207	76 Os 190,2	77 Ir 192,22	78 Pt 195,08	79 Au 196,9665	80 Hg 200,59	81 Tl 204,3833	82 Pb 207,2	83 Bi 208,9804	84 Po (209)	85 At (210)	86 Rn (222)
87 Fr (223)	88 Ra (226)	89-103 Ac-Lr	104 Rf (261)	105 Db (262)	106 Sg (263)	107 Bh (262)	108 Hs (265)	109 Mt (266)									

número atómico

símbolo

masa atómica relativa

13**14****15****16****17****3f**

57 La 138,9055	58 Ce 140,115	59 Pr 140,9076	60 Nd 144,24	61 Pm (145)	62 Sm 150,36	63 Eu 151,965	64 Gd 157,25	65 Tb 158,9253	66 Dy 162,50	67 Ho 164,9303	68 Er 167,26	69 Tm 168,9342	70 Yb 173,04	71 Lu 174,967
89 Ac (227)	90 Th 232,0381	91 Pa 231,0359	92 U 238,0289	93 Np (237)	94 Pu (244)	95 Am (243)	96 Cm (247)	97 Bk (247)	98 Cf (251)	99 Es (252)	100 Fm (257)	101 Md (258)	102 No (259)	103 Lr (260)

Los números entre paréntesis indican el número másico del isótopo más estable de un elemento radiactivo

ÍNDICE

	Página
NORMAS GENERALES	ii
EQUIPO INDIVIDUAL	iii
MATERIAL COMPLEMENTARIO	iv
DATOS ÚTILES	iv
BIBLIOGRAFÍA	v
TÉCNICAS DE QUÍMICA EXPERIMENTAL	vi
1 valoración de una disolución de peróxido de hidrógeno	1
2 preparación de sales de bismuto(III)	4
3 preparación de compuestos de boro a partir de bórax	6
4 preparación de un alumbre	8
5 preparación de sulfato de tris(tiourea)cobre(I)	10
6 estados de oxidación del vanadio	12
7 preparación de $[\text{Co}(\text{NO}_3)(\text{NH}_3)_5](\text{NO}_3)_2$	15
8 preparación de la sal de Mohr	17
9 preparación de $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	18

NORMAS GENERALES

antes de empezar

- *Antes de empezar la primera práctica*, el profesor comprobará que el alumno ha leído estas normas, aprendido el nombre del material de laboratorio, estudiado el capítulo *Técnicas de química experimental* y contestado a las preguntas que ahí se formulan sobre seguridad.
- *Antes de empezar cada práctica*, el profesor comprobará que el alumno ha leído el guión correspondiente, repasado los conceptos teóricos que en ella se estudian y contestado a todas las cuestiones previas.
- *Al empezar cada práctica*, el profesor encargado hará las indicaciones convenientes para el buen desarrollo de la misma y esquematizará, si fuera necesario, algunos conceptos generales importantes.

durante las sesiones

- Las prácticas son *individuales*, salvo cuando se indique lo contrario.
- Sea *puntual y no se ausente* nunca sin permiso del profesor.
- Deberá elaborar un *cuaderno de prácticas* que el profesor podrá solicitar en cualquier momento para su evaluación.
- Cada alumno es *responsable* de las consecuencias derivadas del incumplimiento de las *normas de seguridad* contenidas en este guión.
- Cada alumno tendrá asignada una mesa y taquilla con el *equipo individual*. En algunas prácticas se le entregará *material complementario*.
- Trabaje *siempre* en su mesa, salvo si debe usar campana de gases.
- Mantenga *limpia* su mesa de trabajo en todo momento.
- Los reactivos están en las mesas, balanzas o campanas de gases y no deben nunca moverse a otra mesa, balanza o campana.

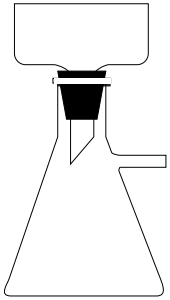
al acabar

- *Limpie* perfectamente la mesa y todo el material.
- *Guarde* el equipo individual en la taquilla y el material complementario donde lo cogió (nunca dentro de la taquilla).
- *Avise* al profesor antes de abandonar el laboratorio.

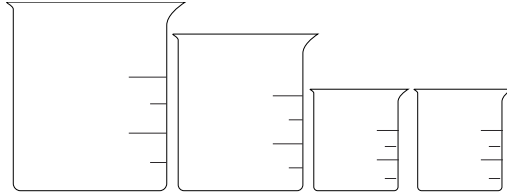
evaluación

- Al finalizar las sesiones programadas, todos los alumnos recibirán una evaluación global del curso práctico cuya no superación supondrá una calificación de *suspense* en dicho curso.
- Se evaluarán *el cumplimiento de obligaciones* (asistencia, puntualidad...), *el trabajo experimental* (resultados obtenidos en las síntesis y análisis, uso correcto del material, limpieza, cumplimiento de las normas de seguridad...), *el cuaderno de prácticas* (claridad y exactitud de las anotaciones y observaciones, corrección en la interpretación de resultados...) y *las respuestas a las cuestiones*.

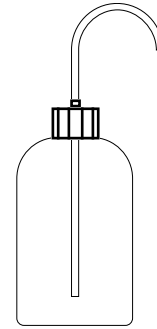
EQUIPO INDIVIDUAL



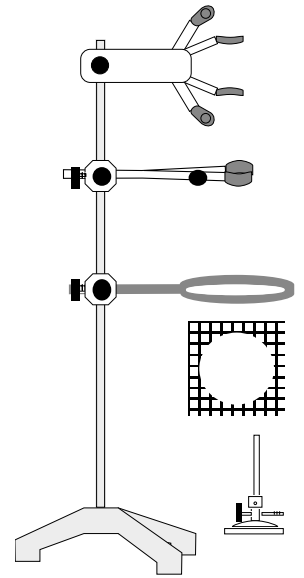
1 Matraz kitasato de 250 ml
1 Embudo Buchner
1 Arandela cónica de goma para kitasato



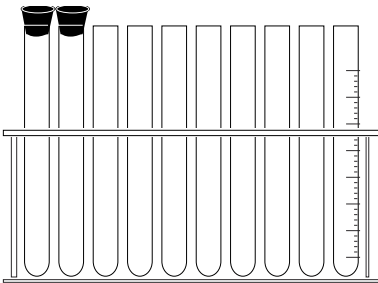
1 Vaso de precipitados de 500 ml
1 Vaso de precipitados de 250 ml
2 Vasos de precipitados de 100 ml



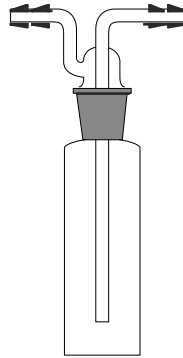
1 Frasco lavador de 500 ml



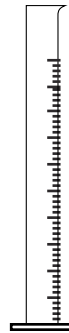
1 Trípode
2 Pinzas metálicas con nuez
1 Aro con nuez o 1 trípode
1 Pinza para buretas
1 Rejilla metálica



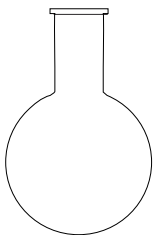
1 Gradilla para tubos de ensayo
9 Tubos de ensayo
1 Tubo de ensayo graduado
2 Tapones para tubo de ensayo



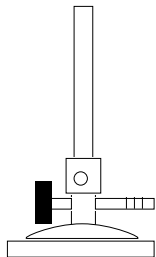
1 Frasco lavador de gases



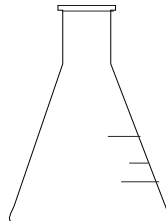
1 Probeta de 100 ml



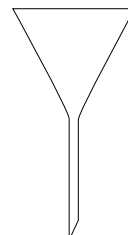
1 Matraz redondo de 250 ml



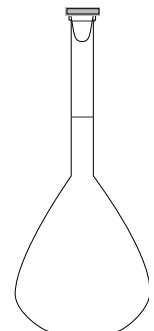
1 Mechero Bunsen



1 Erlenmeyer de 250 ml



1 Embudo cónico



1 Matraz aforado de 100 ml con tapón



1 Pipeta Pasteur con tetina



1 Pinza de madera para tubo de ensayo



1 Vidrio de reloj



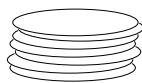
1 Cápsula de porcelana

1 Varilla de vidrio maciza



1 Pipeta Graduada de 10 ml con émbolo

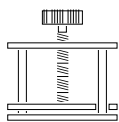
MATERIAL COMPLEMENTARIO



Papel de filtro



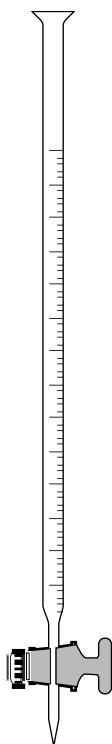
Tapones



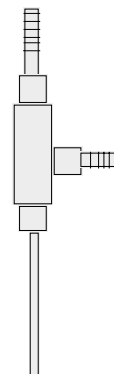
Pinza de Hoffman



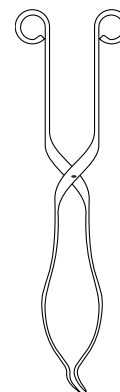
Mortero



Bureta



Trompa de agua



Pinza de crisol

DATOS ÚTILES

Concentraciones y densidades de ácidos y bases comerciales

	HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄	NH ₃	CH ₃ COOH
<i>Densidad (g/ml)</i>	1,18	1,38	1,84	0,923	1,06
<i>Conc. (% p/p)</i>	35	60	96	20	99

BIBLIOGRAFÍA

Para la confección de estos guiones de prácticas se ha utilizado principalmente la siguiente bibliografía:

- W. G. Palmer. *Experimental Inorganic Chemistry*. Cambridge University Press, 1970.
- M. J. Sienko, R. A. Plane, S. T. Marcus. *Experimental General Chemistry*. McGraw-Hill, 1988.
- D. M. Adams, J. B. Raynor. *Química Inorgánica Práctica Avanzada*. Ed. Reverté, 1966.
- G. Brauer. *Química Inorgánica Preparativa*. Ed. Reverté, 1958.
- *La enseñanza de la Química Inorgánica y la Química General en las Facultades de Farmacia*. Actas del Seminario. Facultad de Farmacia. Santiago de Compostela, 1984.
- R. Usón, P. Royo. *Prácticas de Química Inorgánica*. Facultad de Ciencias, Zaragoza, 1969.
- G. Pass, H. Sutcliffe, *Practical Inorganic Chemistry*. Chapman and Hall, 2ª edición, 1968.
- K. A. Connors, *Curso de Análisis Farmacéutico*. Ed. Reverté, 1980.
- R. J. Angelici, *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*. W.B. Saunders Company, 1977.

TÉCNICAS DE QUÍMICA EXPERIMENTAL

A. seguridad

El laboratorio de química no es realmente un lugar peligroso, pero requiere una razonable prudencia y unos conocimientos básicos por parte del experimentador para mantener su seguridad. *Por ello, es obligatorio el conocimiento de las normas de Seguridad en los Laboratorios de Prácticas que rigen en la Universidad de Alcalá.* Al final de estas líneas se recogen unas cuestiones previas sobre Seguridad e Higiene en el Laboratorio que deberán ser contestadas para poder acceder al curso práctico.

Los consejos más importantes para estas prácticas se resumen a continuación:

- 1 Lea atentamente el guión de cada práctica antes de realizarla. No olvide leer siempre la etiqueta de cualquier reactivo antes de usarlo. Compruebe que se trata realmente del reactivo indicado y observe los símbolos y frases de seguridad que señalan los riesgos más importantes derivados de su uso y las precauciones que hay que adoptar para su utilización.
- 2 Protéjase los ojos. *Es obligatorio el uso permanente de gafas de seguridad en el Laboratorio.* En caso de daño en el ojo, lávelo inmediatamente con grandes cantidades de agua, y continúe así, por lo menos, durante 10 minutos. Acuda inmediatamente al médico.
- 3 *Es obligatorio el uso de bata en el laboratorio.* Es recomendable usar guantes, sobre todo cuando se utilizan disoluciones corrosivas como ácidos y bases fuertes.
- 4 Siga cuidadosamente todos los consejos, y, en particular, tenga cuidado de no crear peligro a su vecino. Por ejemplo, cuando caliente un tubo de ensayo no apunte con la boca hacia nadie y agítelo constantemente.
- 5 La mayoría de accidentes en nuestro laboratorio son cortes y quemaduras. No fuerce nunca los tubos de vidrio. Deje el vidrio caliente apartado encima de una plancha o similar hasta que haya

tenido tiempo suficiente de enfriarse. No use nunca un equipo de vidrio que esté agrietado o roto. ***Deposite el vidrio roto en un contenedor para vidrio, no en una papelera.***

- 6 Muchos de los productos con los que va a trabajar, son venenosos en algún grado. Es obvio que no debe nunca saborear un producto. Trabaje en una campana de gases siempre que así esté indicado. Un posible peligro de envenenamiento, frecuentemente olvidado, es la contaminación a través de la piel. Lávese las manos a menudo y siempre inmediatamente después de exponerse a un reactivo peligroso y antes de dejar el laboratorio.
 - 7 Cierre siempre el mechero Bunsen cuando no lo utilice, mediante la llave incorporada en el mechero y la de salida de la mesa. No acerque ningún producto químico a la llama del mechero. Especialmente, aleje las botellas de reactivos de lugares donde les puede incidir el calor de la llama.
 - 8 No deben transportarse innecesariamente los reactivos de un sitio a otro del laboratorio. Si tuviese que transportarlos, tanga cuidado con las botellas que deben ser siempre transportadas cogiéndolas por el fondo nunca por la boca. No desordene los reactivos.
 - 9 Recuerde que el orden es muy importante para evitar accidentes. Trabaje sin prisas, pensando en cada momento lo que está haciendo y con el material y reactivos ordenados. Mantenga las mesas y campanas de gases siempre limpias. ***Recoja inmediatamente cualquier derrame que se produzca.***
 - 10 No elimine residuos peligrosos por la pileta ni los deposite en la basura. Hágalo siempre en los recipientes preparados para ello.
 - 11 Recuerde que está expresamente prohibido:
 - Hacer experimentos no autorizados sin consultar primero a su profesor.
 - Fumar, comer o beber en el laboratorio.
 - La entrada en el laboratorio de prácticas de personas ajenas a éstas.
 Un comportamiento irresponsable podrá acarrear la inmediata expulsión del laboratorio como primera medida.
 - 12 Avise inmediatamente de cualquier accidente a su profesor.
- Aprender a trabajar con orden y seguridad es un aspecto más de las prácticas, por lo que se tendrá en cuenta a la hora de valorar los resultados del aprendizaje.

B. cuaderno de laboratorio

Los investigadores consideran el cuaderno de laboratorio como una de sus más valiosas posesiones. El cuaderno de laboratorio resume el trabajo que han hecho y los resultados obtenidos. Nuestro deseo es

enseñarle a llevar un cuaderno de laboratorio que le sirva de experiencia para un futuro y como forma de aprovechar mejor su trabajo. He aquí algunos consejos sobre cómo llevarlo:

- 1 El cuaderno de laboratorio sirve para tomar nota *inmediata* de todas las observaciones experimentales, de forma *breve pero concisa y clara*. *No deben* emplearse hojas sueltas que puedan perderse, sino un cuaderno. Las anotaciones se deben hacer directamente en el cuaderno, no en sucio para pasarlas luego a limpio. No se deben omitir ni los datos cuantitativos ni los cualitativos.
- 2 Al comienzo de cada reacción, apunte las cantidades usadas de cada reactivo (masa o volumen), su equivalencia en moles y, en su caso, las densidades y concentraciones. Anote también todos los cálculos realizados.
- 3 Esquematice los procesos químicos que llevan a la preparación de la sustancia final.
- 4 Anote las características de todo el material utilizado en el transcurso de la práctica, y dibuje el material especial utilizado (montajes, etc.).
- 5 Escriba su versión del procedimiento operativo, señalando todas aquellas observaciones que hayan merecido su interés. Intente interpretar todas sus observaciones (no apunte sólo “aparece un precipitado amarillo” sino que añada “presumiblemente de BaCrO_4 ”) indicando si sus interpretaciones son de origen teórico (“las sales alcalinotérreas con anión como CrO_4^{2-} , SO_4^{2-} , son insolubles”) o práctico (“he mezclado disoluciones de BaCl_2 y NaCrO_4 y me ha aparecido un precipitado amarillo que sólo puede ser debido al BaCrO_4 ya que el NaCl es blanco y soluble”), etc...
- 6 Apunte siempre el color, rendimiento y otras características de los productos sintetizados.
- 7 Escriba las contestaciones a las cuestiones planteadas en el guión, tanto las previas como las posteriores a la práctica. Tome también nota de las explicaciones dadas por el profesor y, sobre todo, de aquellas advertencias relacionadas con la seguridad.

C. operaciones básicas

Pesadas. Para pesar sustancias, utilizaremos balanzas digitales de 0,1 g de precisión. Al realizar una pesada, tenga en cuenta:

- 1 No pese nunca directamente sobre el platillo, sino sobre un vidrio de reloj o sobre algún recipiente de vidrio limpio y seco. ***No pese nunca directamente sobre un papel.***
- 2 Si ha adicionado más producto del necesario, no lo quite encima de la balanza pues puede dañarla. Saque el vidrio de la balanza, retire un poco de producto y vuelva a pesar. Si todavía hay producto en exceso

vuelva a sacar el vidrio de la balanza y retire más. Finalmente, si falta producto, adiciónelo con cuidado con el vidrio sobre la balanza.

- 3 Antes de realizar una pesada, compruebe el cero de la balanza. Compruebe igualmente que ésta está nivelada.
- 4 Después de usar la balanza, déjela completamente limpia.

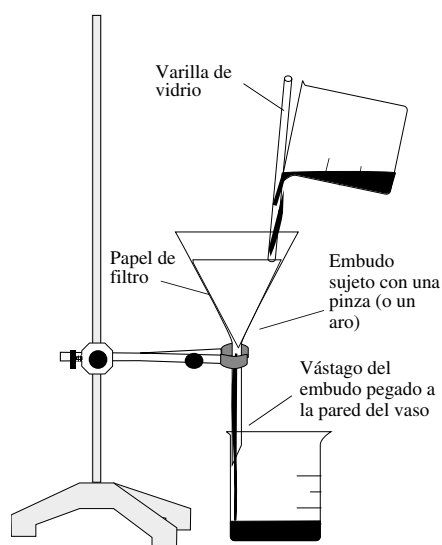


Figura 1

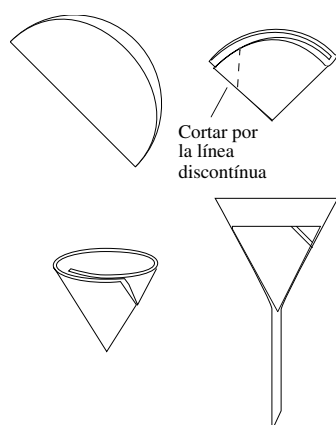


Figura 2

Filtración. Un problema normal en el laboratorio es separar un líquido de un sólido. Como quiera que en la filtración se pretende el paso de un líquido a través de un material poroso que retenga las partículas sólidas, son factores importantes la diferencia de presiones existente entre ambas caras del material filtrante y el tamaño del poro de éste. La filtración puede ser:

- a) A presión normal o por gravedad.
- b) A vacío.

Para filtrar a presión normal, se opera tal como se muestra en la figura 1. El embudo debe tener un ángulo aproximado de 60° y vástago largo, con lo que el líquido al llenarlo hará disminuir ligeramente la presión en la cara inferior del papel de filtro, favoreciéndose así la velocidad de filtración. El papel de filtro se escogerá de tal forma que su porosidad se halle en consonancia con el tamaño de la partícula del precipitado. Se colocará de la forma que se muestra en la figura 2. Una vez colocado en el interior del embudo, se humedecerá el papel con el líquido de lavado, con el fin de que la superficie externa del papel se adhiera perfectamente con la pared interna del embudo.

El embudo con el papel de filtro se situará sobre un soporte, de forma que el vástago se halle en contacto con la pared del recipiente de recogida del líquido de filtrado, y a continuación se irá vertiendo el líquido hasta el embudo, deslizándolo por la varilla. Una vez que haya pasado todo el líquido, el sólido que pueda permanecer en el recipiente inicial se arrastra al filtro con la ayuda de la varilla y, finalmente con pequeñas porciones de disolvente que al mismo tiempo actuará como líquido de lavado. Debe cuidarse mucho que en las adiciones de producto al filtro, la disolución no rebase nunca el borde del papel pues en ese caso pasaría líquido sin atravesar el papel de filtro y arrastraría, al filtrado, partículas de precipitado.

Para filtrar a vacío con Buchner, se tomará un círculo de papel de filtro de igual diámetro que el interior del embudo Buchner y se situará sobre la placa interior de éste, humedeciéndolo luego con líquido de lavado para que la adherencia sea total. El embudo se adosa a un kitasato (figura 3) y se conecta la tubuladura lateral con el aparato productor de vacío (generalmente una trompa de agua). Las restantes

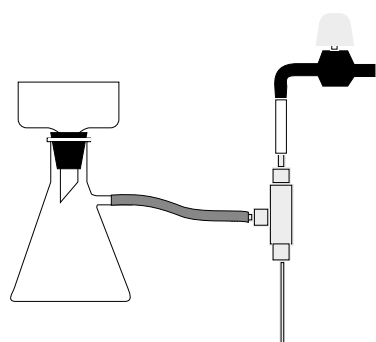


Figura 3

operaciones son similares a las descritas en la filtración a presión normal. Debe procurarse desconectar el kitasato del generador de vacío antes de cerrar éste, sobre todo cuando se trata de una trompa de agua, pues la diferencia de presiones, en caso contrario, hará que el agua pase al kitasato impurificando o en el mejor de los casos diluyendo el líquido filtrado.

Generalmente, la primera forma de filtrar, al ser más lenta, dificulta más el paso de pequeñas partículas de sólido a través de filtro. Por ello suele usarse en aquellos casos en que el precipitado es casi coloidal y pasa fácilmente los filtros, o cuando nos interesa eliminar una pequeña impureza insoluble garantizando que la disolución pasa completamente transparente. *Es este último caso es corriente utilizar un papel plegado en pliegues en lugar de en forma cónica.* La segunda forma es mucho más rápida y se utiliza normalmente para separar los productos finales de las disoluciones que los contienen (aguas madres), dejándolos un rato con paso de aire a través del embudo para que se sequen.

Medición y trasvase de líquidos.

Bureta: Se emplea exclusivamente para medir volúmenes con exactitud en valoraciones. Es un instrumento muy preciso por lo que es necesario tomar algunas precauciones en su uso:

- 1 Nunca adicione líquidos calientes.
- 2 La zona que hay entre la llave y la boca de salida debe quedar completamente llena de líquido.
- 3 El enrase se hace tomando como indicador la parte baja del menisco (figura 4).
- 4 Siempre se empieza a valorar con la bureta llena hasta el cero.
- 5 El líquido debe caer lentamente para que no quede parte pegado a las paredes.

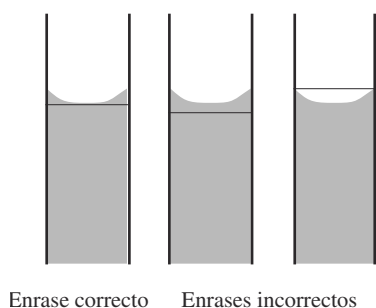


Figura 4

Matraz aforado: Mide volúmenes con gran precisión. Sólo mide un volumen dado por un aforo. Al ser un instrumento muy preciso, debe de tenerse en cuenta:

- 1 No se puede calentar ni adicionar en él líquidos calientes.
- 2 El enrase debe hacerse con sumo cuidado procurando que sea la parte baja del menisco la que quede a ras de la señal de aforo (figura 4).
- 3 Prepare las disoluciones en un vaso de precipitados y, esperando un rato si el proceso de disolución produce un cambio apreciable de temperatura, transfírala al matraz, lave tres veces el vaso adicionando las aguas de lavado también al matraz, y enráselo.

Pipetas: Hay de varias clases. Nosotros utilizaremos pipetas graduadas

provistas de un émbolo. Succione la disolución con el émbolo hasta el enrase deseado. Déjela caer lentamente sobre la pared del recipiente al que se quiere transferir manteniéndola vertical y deje pasar unos 10 s una vez que se ha vaciado para que la pipeta se vacie totalmente. Nunca introduzca una pipeta o similar en una botella de reactivo pues puede impurificarlo. Trasvase la cantidad aproximadamente necesaria a un vaso de precipitados o similar y tome de éste la disolución.

Probeta: Su uso se explica mas arriba. Úsela sólo para medir. No prepare nunca en ella disoluciones ni mezclas.

Recuerde que la bureta se emplea para verter disoluciones en valoraciones, el matraz aforado para preparar disoluciones de volumen exacto, y la pipeta para trasvasar disoluciones. Esta última función la pueden suplir en la mayoría de los casos otros instrumentos como las probetas (que tienen precisión aceptable pero menor que la de las pipetas) y los vasos de precipitados, Erlenmeyers, etc. (volúmenes muy aproximados). No emplee las pipetas más que para transferir volúmenes muy exactos. Recuerde que la diferencia entre un instrumento y otro no es el volumen que miden (hay probetas de 10 ml., pipetas de 100 ml y buretas de 1 ml) sino la precisión y la finalidad.

Al utilizar un instrumento de los señalados apunte en el cuaderno de laboratorio la capacidad, la precisión y la temperatura de calibrado que vienen grabados en ellos.

Estufas. Para secar de forma eficaz los compuestos sintetizados, éstos se introducen en una estufa. Tome las siguientes precauciones:

- 1 No cambie la temperatura de la estufa. Algunos compuestos descomponen, funden o subliman a temperaturas no muy altas, y el profesor habrá regulado la temperatura de la estufa de acuerdo a estas propiedades.
- 2 Introduzca los productos sobre un vidrio de reloj, nunca directamente sobre un papel.
- 3 Marque el vidrio de reloj con su nombre y taquilla, por ejemplo escritor en un pequeño papel colocado encima.
- 4 Tome precauciones a la hora de sacar el vidrio para evitar quemaduras. Utilice pinzas largas si fuera necesario.

Utilización del mechero Bunsen. Se debe conocer el funcionamiento del mechero Bunsen, sus distintas partes y la mejor utilización en relación a la capacidad calorífica de las distintas partes de la llama.

El gas entra por un orificio en la base del mechero (figura 5). Con

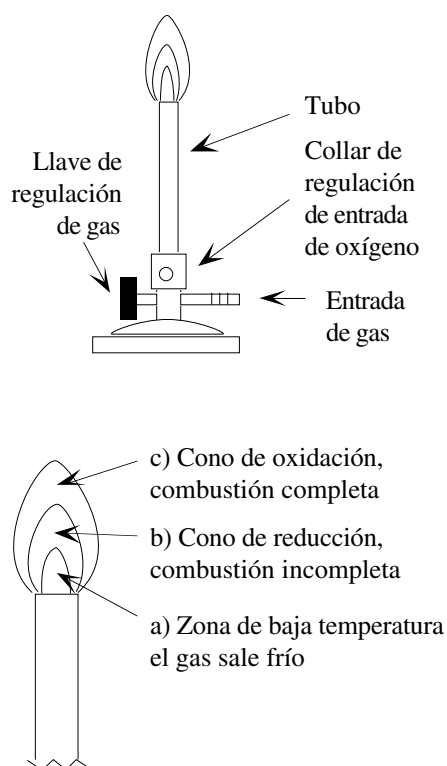


Figura 5

la entrada del aire se produce la mezcla que arde en el tubo. La proporción de aire en la mezcla se puede regular mediante un collar situado en la base del tubo que permite aumentar o disminuir el orificio de entrada de aire. En otros modelos de mechero Bunsen, el collar es sustituido por una rueda que regula la separación entre el tubo y la base del mechero.

La combustión del gas butano tiene una alta barrera de activación por lo que se utiliza una cerilla para proporcionar el calor necesario. Una vez iniciada la combustión, el propio calor generado permite que ésta continúe. Si el gas sale a demasiada velocidad, el mechero se apaga pues el gas no tiene tiempo para calentarse y entrar en combustión. Si la combustión se hace en exceso de oxígeno, ésta es completa y se tiene una llama incolora (se verá azulada) de alto poder calorífico; pero si falta oxígeno, la llama es anaranjada y de poco poder calorífico.

Para encender el mechero Bunsen correctamente, siga las siguientes instrucciones:

- 1 Abra la salida de gas de la mesa (llave amarilla, en sentido contrario a las agujas del reloj).
- 2 Abra la llave de gas situada en el mechero. Esta llave se ha de abrir lo necesario para una correcta salida de gas, pero sin que se apague la llama por una velocidad excesiva.
- 3 Aproximar la cerilla a la salida superior del tubo y regular la entrada de aire con el collar o la rueda.
- 4 El mechero está bien encendido si tenemos una llama azulada.

Para apagar el mechero Bunsen se cierra en primer lugar la llave amarilla de la mesa de trabajo y después la llave de paso de gas en el mechero. *Hay que asegurarse de que ambas llaves estén cerradas cuando no se utiliza el mechero.*

cuestiones previas

Seguridad

- 1 El uso de gafas de seguridad en el Laboratorio ¿es aconsejable o obligado?
- 2 El uso de bata en el Laboratorio ¿es aconsejable o obligado?
- 3 ¿Dónde se puede encontrar información inmediata sobre la peligrosidad de un reactivo?
- 4 ¿De qué tejido será preferentemente la bata?
- 5 ¿Qué cosas están expresamente prohibidas en el Laboratorio?
- 6 ¿Qué hacer con un reactivo que ha perdido su etiqueta?
- 7 Si un vaso de precipitados presenta una pequeña rotura, ¿se puede seguir usando?
- 8 ¿Por qué motivos puede ser un reactivo peligroso?
- 9 ¿Qué hacer si se forman humos en el laboratorio?
- 10 ¿Cuándo debe usarse una campana de gases?
- 11 ¿Qué es lo primero que hay que hacer en caso de accidente?

- 12 ¿Qué tienes que hacer si te salpica un reactivo al ojo?
- 13 ¿Cómo hay que transportar las botellas de reactivos?
- 14 ¿Se puede pipetear agua destilada con la boca?
- 15 Un tóxico, ¿puede penetrar a través de la piel?
- 16 ¿Dónde se deposita el vidrio roto?
- 17 ¿Cómo puede apagarse un pequeño fuego en el laboratorio?
- 18 ¿Qué hay que hacer si se produce un fuego grande?
- 19 ¿Se puede usar un extintor si a alguien se le incendia la ropa?
- 20 Si alguien ha ingerido un ácido corrosivo, ¿se le debe provocar el vómito?
- 21 Dibuja los símbolos que representan una sustancia explosiva, una comburente y una inflamable. ¿Qué diferencia hay entre ellas?
- 22 Dibuja los símbolos que representan una sustancia tóxica, una nociva, una corrosiva y una irritante. ¿Qué diferencia hay entre ellas?

1 valoración de una disolución de peróxido de hidrógeno

Las disoluciones de peróxido de hidrógeno (agua oxigenada) diluidas al 3% peso/volumen (3 g de H₂O₂ por 100 ml de disolución, agua oxigenada oficial) se emplean como antiséptico en numerosas preparaciones farmacéuticas (dentríficos, lociones sanitarias, etc.).

Con frecuencia, la concentración en peróxido de hidrógeno se expresa en *volúmenes* de oxígeno. Una disolución de X volúmenes es la que desprende X volúmenes de oxígeno, medidos en condiciones normales, por cada volumen de disolución cuando el peróxido de hidrógeno que ésta contiene descompone según el proceso:



En esta práctica se preparará una disolución de agua oxigenada oficial a partir del agua oxigenada comercial, que es del 35% p/v.



Las disoluciones concentradas de H₂O₂ son oxidantes fuertes pudiendo causar heridas en la piel y membranas mucosas, por lo que debe evitarse su contacto. Usa guantes y gafas de seguridad para su manipulación.

EN EL LABORATORIO, USE SIEMPRE GAFAS DE SEGURIDAD

La concentración exacta de la disolución preparada se determinará mediante valoración con una disolución de permanganato de potasio. En disolución ácida, MnO₄⁻ (violeta) oxida el H₂O₂ a O₂, reduciéndose a Mn²⁺ (incolore). Así, cuando una disolución de KMnO₄ se añade gota a gota sobre una disolución ácida de H₂O₂, cada gota se decolora mientras quede H₂O₂. La siguiente gota de KMnO₄ añadida en exceso permanece coloreada. Si conocemos la concentración del KMnO₄ adicionado y el volumen necesario para que la reacción sea completa, se podrá calcular el número de moles que se han oxidado. Si se conoce el volumen de la disolución original de H₂O₂, se puede calcular su concentración en porcentaje de peso/volumen.

	H ₂ O ₂ (pura)	H ₂ O ₂ (dis. 35% p/v)	H ₂ O ₂ (dis. 3% p/v)
<i>Densidades</i>	1,44 g/ml	1,13 g/ml	1,03 g/ml

cuestiones previas

- 1 El peróxido de hidrógeno se puede reducir pero también oxidar.
 - a) Escriba las semirreacciones de ambos procesos.
 - b) Busque en tablas el valor del potencial de reducción para ambos procesos.
 - c) De acuerdo con los valores de potenciales del apartado anterior, el agua oxigenada, ¿es mejor oxidante o reductor?
- 2 Busque en un libro el punto de ebullición del peróxido de hidrógeno.
- 3 ¿Cuánta agua oxigenada comercial hay que tomar para preparar 100 ml de la disolución de agua oxigenada oficial?
- 4 ¿Cual es la molaridad del agua oxigenada comercial? ¿Y la de la oficial?
- 5 ¿De cuántos volúmenes es el agua oxigenada comercial? ¿Y la oficial?
- 6 ¿Qué cantidad de permanganato de potasio hay que pesar para preparar 100 ml de una disolución 0,10 M de permanganato de potasio?
- 7 Lea el procedimiento. ¿Por qué hay que homogeneizar los vasos de precipitados antes de transferir a ellos las disoluciones preparadas? ¿Hay que homogeneizar la bureta con la disolución de permanganato? ¿Y el Erlenmeyer antes de adicionar la disolución de agua oxigenada a valorar? ¿Y las pipetas?
- 8 Escriba la ecuación de la reacción redox entre el permanganato de potasio y el peróxido de hidrógeno en medio ácido. Calcule el potencial normal del proceso, buscando en tablas los potenciales de reducción necesarios.
- 9 Lea el procedimiento para la valoración. ¿Qué volumen de permanganato de potasio 0,10 M espera consumir, si la disolución de agua oxigenada preparada fuera exactamente del 3% p/v?
- 10 En una disolución neutra, el permanganato reacciona con H_2O_2 para dar $\text{MnO}_2(\text{s})$. Escriba una ecuación ajustada para esta reacción. Calcule el volumen de KMnO_4 0,10 M que se requerirían para reaccionar con la cantidad de H_2O_2 de su muestra si la reacción se llevara a cabo en esa disolución neutra.



Las disoluciones de H_2O_2 se descomponen lentamente según la reacción (1). Su contaminación con metales, polvo u otras sustancias acelera su descomposición, que en el caso de las disoluciones concentradas puede ser violenta con generación rápida de grandes cantidades de oxígeno y altas presiones. Con el objeto de reducir el proceso de descomposición, estas disoluciones deben mantenerse protegidas de la luz (en recipientes opacos) y en lugar frío. ***Las botellas que contienen disoluciones concentradas de agua oxigenada pueden adquirir presión por su descomposición, por lo que deben ser abiertas con cuidado para evitar proyecciones.***

procedimiento

Preparación de la disolución de agua oficial

Cada cuatro personas prepararán en un matraz aforado 100 ml de una disolución de agua oxigenada oficial (3% p/v) a partir de la disolución comercial (33% p/v). Compruebe la concentración de la disolución comercial en la etiqueta del envase.

Homogeneice con la disolución un vaso de precipitados para

transferir a dicho vaso la disolución.

Preparación de la disolución de permanganato potásico

Prepare, en un matraz aforado, 100 ml de una disolución 0,10 M de permanganato de potasio. Homogeneíce con la disolución un vaso de precipitados para transferir a dicho vaso la disolución.

Valoración del agua oxigenada oficial

Monte una bureta en un pie soporte tal y como aparece en la figura 6. Utilizando un vaso de precipitados y un embudo, limpios y secos, se llenará la bureta con la disolución de KMnO_4 (0,10 M) cuidando que la llave de la bureta se encuentre cerrada. Llene un poco por encima del cero para dejar caer posteriormente la disolución sobrante de forma que se rellene también el espacio existente entre la llave y la salida de la bureta.

A un Erlenmeyer de 250 ml, añada 10 ml de la disolución de H_2O_2 oficial y, a continuación, adicione 50 ml de agua destilada y unos 3 ml de ácido sulfúrico concentrado. Agite para mezclar la disolución.

Valore la disolución de H_2O_2 por adición, en primer lugar, de unos pocos ml de la disolución de KMnO_4 sobre el vaso de precipitados. Agite y continúe adicionando KMnO_4 hasta que el color persista. Después añada el KMnO_4 gota a gota, agitando después de cada adición, hasta que una gota produzca un color rosáceo que persista durante 1 minuto. El cambio de color se puede observar fácilmente si se coloca un trozo de papel blanco debajo del vaso de precipitados. Anote el volumen de KMnO_4 consumido intentando extrapolar la segunda cifra decimal entre divisiones.

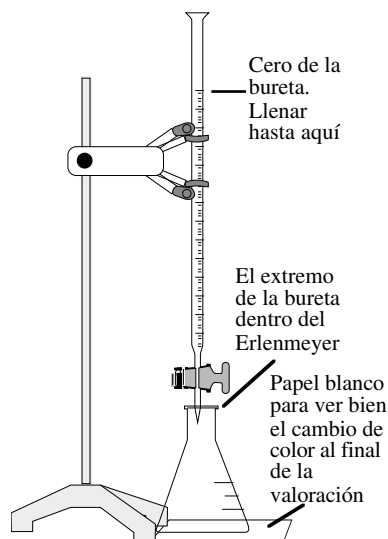


Figura 6



cuestiones

Repita la valoración con otra muestra.

A partir del volumen de permanganato de potasio consumido, calcule el porcentaje en peso/volumen de H_2O_2 en la muestra.

- 1 Calcule la normalidad del permanganato de potasio en el proceso usado.
- 2 Suponga que durante la valoración parte del H_2O_2 reacciona consigo mismo para desproporcionar. ¿Cómo afectaría esto al porcentaje en peso de H_2O_2 de la muestra?
- 3 Un estudiante que no tenga buena disposición para distinguir los colores no puede percibir el cambio de color en la valoración hasta que éste es muy intenso. ¿Cómo se va a ver afectado el porcentaje en peso (calculado) de H_2O_2 de la muestra?
- 4 ¿Observa algo incorrecto en la siguiente ecuación?

$$6 \text{H}_3\text{O}^+ + 2 \text{MnO}_4^- + 11 \text{H}_2\text{O}_2 \longrightarrow 2 \text{Mn}^{2+} + 8 \text{O}_2 + 20 \text{H}_2\text{O}$$

2 preparación de sales de bismuto(III)

Esta práctica pretende ilustrar el carácter fuertemente ácido del catión Bi^{3+} mediante la preparación de distintas sales de bismuto a partir de $\text{Bi}_2(\text{CO}_3)_3$. Se prepararán dos sales de bismuto que contienen, respectivamente, el catión tripositivo y el ion bismutilo formado en su hidrólisis.



Repase la estabilidad de las especies catiónicas M^{3+} (M = metal del grupo 15) frente a la hidrólisis antes de empezar la práctica. Los cationes M^{3+} de los primeros elementos del grupo son demasiado polarizantes como para poder existir como tales. Para antimonio, son pocas las sales que, como el sulfato, contienen el ion tripositivo. En cambio, el bismuto forma varias sales iónicas como el nitrato, fosfato, clorato, etc..., lo que demuestra el aumento del carácter iónico que se produce al descender en el grupo. A pesar de ello, el catión Bi^{3+} se hidroliza fácilmente en medios no fuertemente ácidos dando sales básicas que contienen el catión bismutilo BiO^+ (realmente Bi_6O_6^+).

El nitrato de bismuto(III) se puede obtener por reacción de bismuto metálico con ácido nítrico. Nosotros utilizaremos la reacción de dicho ácido con el carbonato. El oxiclورو de bismuto o cloruro de bismutilo, BiOCl , contiene el catión bismutilo BiO^+ que se obtiene de la hidrólisis del catión Bi^{3+} en medios no fuertemente ácidos.

cuestiones previas

- 1 Lea el procedimiento. Escriba la reacción entre el carbonato de bismuto y el ácido nítrico. ¿Qué le pasa al anión carbonato en medio ácido?
- 2 Calcule el número de moles adicionados de carbonato de bismuto y de ácido nítrico ¿Quién está en exceso? ¿Por qué?
- 3 El nitrato de Bismuto(III) no debe lavarse con agua ¿Por qué?
- 4 ¿Qué cantidad de nitrato de bismuto(III) pentahidratado se obtendría si el rendimiento de la reacción fuera del 100%?
- 5 ¿Qué cantidad de ácido clorhídrico comercial es necesario tomar para preparar 17 ml de una disolución al 2,5%?
- 6 ¿Qué cantidad de oxiclورو de bismuto se obtendría si el rendimiento de la reacción fuera del 100%?
- 7 ¿Por qué es necesario que el pH de la disolución no sea demasiado ácido para poder preparar el BiOCl ?

procedimiento



Preparación de nitrato de bismuto(III)

La adición descrita a continuación de carbonato de bismuto sobre ácido nítrico se realizará en la campana de gases.

En un vaso de 250 ml, se mezclan 12,0 ml de una disolución de ácido nítrico concentrado (comercial) con un volumen igual de agua, añadiendo entonces 6,8 g de carbonato de bismuto en pequeñas porciones. Cuando se termina la adición, se calienta a 70 °C hasta completar la reacción. Si hay algún precipitado se deja sedimentar y se filtra. La disolución se concentra hasta casi sequedad (unos 20 ml, el nitrato de bismuto(III) cristaliza con cinco moléculas de agua) y se enfría en hielo mientras se agita con una varilla de vidrio para que el producto no se quede pegado a las paredes del recipiente y al mismo tiempo favorecer la cristalización. Los cristales transparentes se secan al aire por succión. *No deben lavarse con agua.*



Pese el nitrato de bismuto(III) obtenido y calcule el rendimiento de la reacción.

Preparación de oxiclورو de bismuto(III)

Se disuelven 5,0 g del nitrato de bismuto preparado anteriormente en 17 ml de agua, calentando suavemente y añadiendo la cantidad justamente necesaria de ácido nítrico para conseguir su total disolución. Esta disolución se vierte agitando sobre 17 ml de una disolución de ácido clorhídrico frío al 2,5% en un vaso de 500 ml. A continuación se añaden unos 500 ml de agua, se decanta, se filtra en un Buchner sin succión (coloca tres capas de papel para evitar que el fino precipitado pase el filtro) y se seca entre papeles de filtro. En el filtrado se ensaya si, por adición de más agua, precipita más BiOCl .

Para obtener el BiOCl es necesario que el pH de la disolución no sea demasiado ácido; por tanto si se añadió exceso de ácido nítrico, será necesario aumentar el pH por adición de mayor cantidad de agua.



Pese el oxiclورو de bismuto(III) obtenido y calcule el rendimiento de la reacción.

pruebas analíticas

- 1 Coloque unos cristales de $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ en una cápsula de porcelana; caliente primero suavemente y luego a temperatura más alta.
- 2 Disuelva unos cristales de nitrato de bismuto en agua destilada. Mida

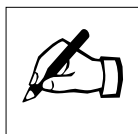
el pH con papel indicador.

cuestiones

1. Describa y explique sus observaciones en la prueba analítica 1. Escriba las reacciones que tienen lugar.
2. ¿Qué conclusiones extraería del valor de pH medido en la prueba analítica?
3. Cite alguna aplicación de las sales de bismuto.
4. ¿Cuál es el rendimiento obtenido en la preparación de ambas sales?

3 preparación de compuestos de boro a partir de bórax

Esta práctica ilustra la química de los boratos y sus características ácido-base. Se explicará la formación de poliboratos en función de la aplicación de principios termodinámicos básicos como el de Châtelier.



Repase las características ácido-base del $B(OH)_3$, comparándolas con las del $Al(OH)_3$ y relacionándolas con el carácter no metálico del boro. Para el boro el único estado de oxidación estable es el 3+. El catión B^{3+} es demasiado polarizante como para existir como tal.

Los compuestos de boro encuentran algunas aplicaciones en el campo de conservación de alimentos y en el farmacéutico.

Los dos compuestos que se preparan, ácido bórico y tetrafluoroborato de amonio, constituyen ejemplos típicos de combinaciones de boro. El ácido bórico se prepara a partir del bórax, que es uno de los principales minerales de boro. El bórax es un poliborato de fórmula $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ o, más exactamente, $Na_2[B_4O_5(OH)_4] \cdot 8H_2O$. A partir del ácido bórico se pueden preparar otros derivados del boro como el tetrafluoroborato de amonio.

<i>Solubilidades</i>	<i>0 °C</i>	<i>20 °C</i>	<i>100 °C</i>
$B(OH)_3$	2,66 g/100 ml	5,04 g/100 ml	27,6 g/ 100 ml
NH_4BF_4		25 g/ 100 ml (16°C)	97 g/100 ml

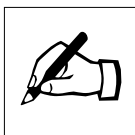
cuestiones previas

- 1 Lea el procedimiento. Escriba y ajuste la reacción entre el bórax y el ácido clorhídrico.
- 2 Aplicando el principio de Le Châtelier, ¿qué especie de boro se encuentra favorecida en medio ácido? ¿Por qué hay que asegurarse de que el medio final es ácido?
- 3 Calcule el número de moles adicionados de bórax y de ácido clorhídrico ¿Quién está en exceso? ¿Por qué?
- 4 ¿Qué cantidad de ácido bórico se obtendría si el rendimiento de la reacción fuera del 100%?
- 5 ¿Dónde hay que realizar la preparación del tetrafluoroborato de amonio y por qué?
- 6 Calcule el número de moles adicionados de ácido bórico, fluoruro de amonio y ácido sulfúrico ¿Quién está en exceso? ¿Por qué?
- 7 ¿Qué cantidad de NH_4BF_4 se obtendría si el rendimiento de la reacción fuera del 100%?

procedimiento

Ácido bórico

Se colocan 10,0 g de bórax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) en un vaso de 250 ml y se añaden 20 g de agua. Se calienta casi hasta ebullición y se añaden poco a poco 12,0 ml de ácido clorhídrico al 20% (comprobar si al final la disolución tiene pH ácido). Se calienta a ebullición durante unos minutos y, si aparece un precipitado, se filtra rápidamente a través de un embudo cónico, que previamente se ha calentado con agua a la temperatura de ebullición. La disolución resultante, recogida en un vaso de precipitados, se enfría exteriormente con hielo y el precipitado cristalino obtenido se recoge en un embudo Buchner. Los cristales se lavan en el Buchner con agua (≈ 10 ml) a 0 °C, se secan por succión y se transfieren a un vidrio de reloj seco, previamente tarado.



Pese el ácido bórico obtenido y calcule el rendimiento de la reacción.

Tetrafluoroborato de amonio

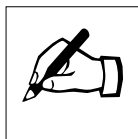
Sobre 30 ml de ácido sulfúrico 6,0 M se añaden 4,0 g de ácido bórico, calentando si es necesario hasta que se disuelvan.



Las operaciones siguientes se realizarán con precaución y obligatoriamente en la campana de gases, ya que se puede desprender HF que es muy corrosivo y tóxico.

Sobre la disolución se adicionan 10,0 g de fluoruro de amonio, en pequeñas porciones para evitar la pérdida por evaporación del fluoruro de hidrógeno. Se completa la reacción una vez añadido todo el fluoruro, manteniéndola en un baño de agua hirviendo durante media hora.

Posteriormente se enfría exteriormente con agua y después en baño de hielo. Se filtran los cristales obtenidos en un Buchner con succión y se secan comprimiéndolos entre papeles de filtro.



Pese el tetrafluoroborato de amonio obtenido y calcule el rendimiento de la reacción.

pruebas analíticas

Prepare una disolución concentrada de ácido bórico y divídala en dos partes; a una de ellas añada manitol. Mida y compare el pH de ambas disoluciones.

cuestiones

- 1 Justifique el resultado obtenido en la prueba analítica.
- 2 Escriba y comente la reacción que conduce a la preparación del ácido bórico.
- 3 ¿Por qué es necesario enfriar con hielo y lavar con agua a 0 °C?
- 4 ¿Por qué no se puede secar el ácido bórico por calentamiento?
- 5 Escriba y comente la reacción que conduce a la preparación de tetrafluoroborato de amonio.
- 6 ¿Cuáles son los rendimientos de ambas reacciones?

4 preparación de un alumbre

El objetivo de esta práctica es ilustrar las propiedades ácido-base del aluminio(III) así como sus propiedades rédox mediante la preparación del alumbre $(\text{NH}_4)\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.



Repase los temas relacionados con las propiedades ácido-base del hidróxido de aluminio y con la oxidación del aluminio metal. Algunos aspectos importantes son el carácter anfótero del hidróxido aluminio, el bajo potencial de reducción del aluminio(III) así como el efecto del pasivado del aluminio metálico.

Los alumbres constituyen una importante clase de compuestos de aluminio y son sales dobles de fórmula general $\text{MAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, donde M = catión monovalente. Por extensión también reciben este nombre los compuestos de fórmula general $\text{M}^{\text{I}}\text{M}^{\text{III}}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$.

El alumbre se prepara a partir de sulfato de aluminio y de amoníaco, en medio ácido. El aluminio se disuelve muy lentamente en

ácido sulfúrico o nítrico diluidos, por lo que la preparación previa del sulfato de aluminio debe realizarse por otra vía. El aluminio se disuelve en ácido clorhídrico diluido y en bases como el hidróxido de sodio, siendo este último método el utilizado.

cuestiones previas

- 1 Lea el procedimiento. Escriba y ajuste la reacción entre el aluminio y el hidróxido de sodio.
- 2 Calcule el número de moles adicionados de aluminio y de hidróxido de sodio.
- 3 ¿Qué precipita cuando se neutraliza la disolución con ácido sulfúrico? ¿Qué se forma cuando se añade ácido sulfúrico para redissolver el precipitado? ¿Por qué?
- 4 ¿Qué es lo que puede precipitar cuando se añade amoníaco a la disolución de sulfato de aluminio?
- 5 ¿Por qué no se disuelve directamente el aluminio en ácido sulfúrico en lugar de en hidróxido de sodio?
- 6 ¿Qué cantidad de alumbre se obtendría si el rendimiento de la reacción fuera del 100%?

procedimiento



Preparación del alumbre de amonio

La siguiente operación se deberá realizar en una campana de gases.

Coloque 1,0 g de Al en polvo en un vaso de 250 ml. Cubra el metal con agua, caliente y añada, poco a poco, 25 ml de NaOH al 10%. Cuando la efervescencia que se produce inicialmente cesa, hierva la mezcla hasta que cese el desprendimiento de H_2 y se disuelva el aluminio (normalmente 15–20 minutos, aunque esto depende del tamaño de las virutas de aluminio). Reponga el agua para mantener el volumen.

Diluya con agua hasta aproximadamente el doble del volumen inicial y, en su caso, filtre el residuo negro en un embudo cónico. Caliente de nuevo el filtrado, diluya hasta 200 ml y neutralice con ácido sulfúrico 2,0 M. Mientras se añade el ácido mantenga la disolución caliente y en agitación.

El óxido de aluminio hidratado que precipita así es bastante compacto y deberá filtrar bien en un embudo cónico en caliente. Lave el precipitado con agua caliente para eliminar el sulfato de sodio.

Añada al sólido que se encuentra en el filtro 20 ml de ácido sulfúrico 2,0 M, remueva bien el sólido con una varilla, perfore el fondo del filtro y deje que la disolución y el sólido caigan en un vaso de precipitados. Arrastre el precipitado que permanezca adherido al papel con otros 20 ml de ácido sulfúrico 2,0 M hasta que no quede sólido alguno en el filtro.

Disuelva todo el óxido de aluminio por calentamiento y una vez disuelto añada 20 ml de amoníaco 2,0 M. Redisuelva cualquier pequeña cantidad de óxido de aluminio que quede con unos mililitros de ácido sulfúrico 2,0 M. Si no estuviera disuelto totalmente, fíltrelo. Concentre la disolución por evaporación hasta unos 50 ml y déjela enfriar lentamente hasta el día siguiente. Seque los cristales obtenidos.



pruebas analíticas

Pese el alumbre obtenido y calcule el rendimiento de la reacción.

Disuelva una muestra de los cristales obtenidos en unos 5 ml de agua. Añada amoníaco diluido, luego concentrado en exceso y finalmente hierva la disolución.

cuestiones

- 1 Escriba todas las reacciones que conducen a la formación del alumbre, justificando todos los pasos experimentales.
- 2 Peso de los cristales obtenidos y cálculo de rendimiento.
- 3 Escriba y comente las reacciones correspondientes a las pruebas analíticas.

5 preparación de sulfato de tris(tiourea)cobre(I)

El objeto de esta práctica es obtener en disolución acuosa un compuesto de Cu(I) estabilizado por formación de un complejo de tiourea.



Repase la química del Cu(I) antes de empezar la práctica. Las disoluciones acuosas del catión cobre (I) no son estables pues la desproporción del catión $\text{Cu}^+(\text{ac})$ en Cu^{2+} y Cu^0 es espontánea. Dos formas de preparar especies de cobre(I) a partir de una disolución acuosa son usar un contraanión que produzca una sal de cobre(I) insoluble, como el CuCl , o adicionar una base de Lewis que, por complejación, estabilice el Cu(I) con respecto al Cu(II), desfavoreciendo la desproporción del primero.

En esta práctica prepararemos un complejo de cobre (I) con tiourea. Para ello, se hace reaccionar sulfato de Cu(II) con tiourea, la cual juega un doble papel en la reacción: reduce el cobre(II) a cobre(I) y estabiliza el

cobre(I) mediante la formación de un complejo.

cuestiones previas

- 1 Calcule el potencial normal para el proceso de desproporciónación

$$\text{Cu}^+(\text{ac}) \rightarrow \text{Cu}^{2+}(\text{ac}) + \text{Cu}^0$$
 buscando los potenciales normales de reducción en tablas.
- 2 Escriba y ajuste la reacción entre el sulfato de cobre y la tiourea.
- 3 Calcule el número de moles adicionados de sulfato de cobre y tiourea.
- 4 ¿Qué cantidad de sulfato de tris(tiourea)cobre(I) se obtendría si el rendimiento de la reacción fuera del 100%?

procedimiento

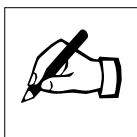


Prepare una disolución de tiourea (2,5 g) en 15 ml de agua y una disolución de sulfato de cobre(II) pentahidratado (2,5 g) en 15 ml de agua, calentando suavemente si fuera necesario. Enfríe las dos disoluciones a temperatura ambiente.

La siguiente operación se deberá realizar en una campana de gases.

Añada lentamente la disolución de CuSO_4 sobre la de tiourea, agitando la mezcla continuamente hasta que finalice la adición. Deje reposar la disolución.

El producto de la reacción puede aparecer como cristales blancos o como gotas aceitosas en las caras del vaso. Prepare una disolución de tiourea, 1,0 g en 10 ml de agua, y añádala a la mezcla de reacción. Agite vigorosamente, deje reposar y filtre los cristales en un Buchner.



Pese el complejo obtenido y calcule el rendimiento de la reacción.

Recristalice el producto, disolviéndolo en una disolución de tiourea (0,20 g) en 50 ml de agua que contenga unas 10 gotas de ácido sulfúrico 1 M. La disolución puede ser calentada hasta un máximo de 75 °C para disolver el producto con agitación. Enfríe la disolución, y filtre los cristales en un Buchner. Lávelos con dos porciones de 5 ml de agua fría y con otras dos de 5 ml de alcohol. Déjelos secar en la trompa de agua.



Pese el complejo obtenido y calcule el rendimiento de la reacción, teniendo en cuenta que éste se obtiene dihidratado.

cuestiones

- 1 Rendimiento de la operación.
- 2 Explique la razón de la estabilización del Cu(I).
- 3 ¿Cuál es la estructura del complejo?

6 estados de oxidación del vanadio

En esta práctica se ensaya el comportamiento del vanadio(V) frente a diversos reductores, debiéndose averiguar, por valoración, el estado de oxidación al que ha sido reducido el vanadio.



Repase la química del vanadio antes de empezar la práctica. El estado de oxidación superior para vanadio es el +5, en el cual se conocen cationes como el vanadilo VO_2^+ y aniones condensados $(\text{VO}_3)_n^{n-}$ presentes en sustancias como el NH_4VO_3 sólido. El tratamiento de vanadio(V) con reductores forma en disolución especies con estados de oxidación inferiores a +5, que son generalmente coloreadas. Las de menor estado de oxidación se oxidan rápida y fácilmente en disolución, debiéndose operar de forma adecuada para evitar su oxidación por el oxígeno del aire.

En la práctica se parte de metavanadato de amonio, el cual se disuelve en medio básico y se hace reaccionar con ácido sulfúrico para formar el catión incoloro VO_2^+ . Este catión se reduce con sulfito de sodio y con cinc. En ambos casos se observa la formación de especies coloreadas, indicando que ha habido reacción. Los estados de oxidación a que se reduce el vanadio en cada caso se determinan por valoración con permanganato de potasio. Las pruebas finales en tubo de ensayo completan los conocimientos adquiridos sobre la química del vanadio.

cuestiones previas

- 1 Lea el procedimiento. Calcule la molaridad de la disolución de vanadio(V)
- 2 Calcule el permanganato de potasio que espera consumir en la valoración de la disolución de vanadio(IV).
- 3 Calcule el permanganato de potasio que espera consumir en la valoración de la disolución de vanadio($n+$), para $n = 4, 3, 2$ y 1.
- 4 Escriba la semirreacción de oxidación del sulfito de sodio.
- 5 Escriba la semirreacción de oxidación del cinc.
- 6 Busque en tablas los potenciales normales de reducción para ambos semisistemas. ¿Quién es el mejor reductor?
- 7 ¿Por qué tras la reducción con Na_2SO_3 hay que eliminar por ebullición el exceso de éste, antes de valorar?
- 8 ¿Por qué hay que actuar con rapidez al decantar la disolución de V^{m+} sobre la de KMnO_4 ?

procedimiento

Preparación de una disolución de vanadio(V)

Disuelva 2,0 g de metavanadato de amonio, cuidadosamente pesados, en aproximadamente 20 ml de hidróxido de sodio 0,10 M y 30 ml de agua. Si quedara algo de sólido en suspensión, elimínelo por filtración con un filtro de pliegues. Agite la disolución mientras se añaden lentamente 80 ml de ácido sulfúrico 1,0 M y entonces diluya hasta 250 ml con agua destilada.



La siguiente operación se deberá realizar en una campana de gases.

Preparación y valoración de una disolución de vanadio(IV)

Añada una punta de espátula de sulfito de sodio a 40 ml de la disolución anterior, y caliente a continuación hasta que no se desprenda dióxido de azufre (comprobarlo con un papel pH humedecido, figura 7). El ion metavanadato ha sido reducido por el sulfito a ion vanadilo(IV), de color azul.

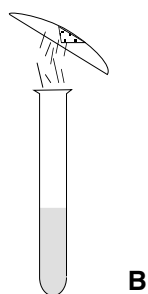
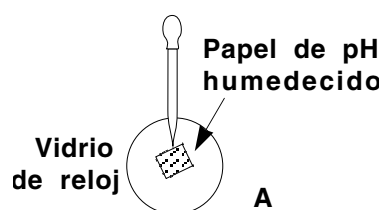


Figura 7

Añada 1 ml de H_2SO_4 4,0 M y valore la disolución de vanadio(IV) a una temperatura aproximada de 80°C con permanganato de potasio aproximadamente 0,020 M, hasta que aparezca un color rosa pálido permanente en la disolución. En este momento, el ion vanadilo(IV) presente en la disolución se ha reducido de nuevo en vanadilo(V). Anote el volumen de permanganato gastado.

Recuerde que debe repetir la valoración al menos dos veces.

Valoración de vanadio($n+$)

Nota: Antes de empezar, lea detenidamente la descripción completa del modo operativo.

Coloque, en un Erlenmeyer, $2x$ ml de la disolución de KMnO_4 0,02 M preparada anteriormente y 3 ml de H_2SO_4 4,0 M, siendo x el volumen de permanganato de potasio gastado en la valoración anterior.

En otro erlenmeyer de 250 ml, coloque 40 ml de la disolución de metavanadato de amonio, y añada una punta de espátula de cinc en polvo. Tape el Erlenmeyer de la forma que se indica en la figura 8 y agite con suavidad hasta que la disolución se ponga de color violeta; en este momento el ion metavanadato ha sido reducido a V^{n+} . Si en el transcurso de la reacción observa que el desprendimiento de hidrógeno se debilita sensiblemente, añada un poco más de ácido sulfúrico 4,0 M.

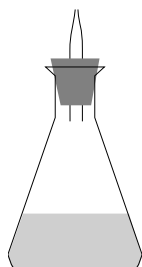


Figura 8



Para evitar errores en la valoración del V^{n+} por la oxidación de parte del V^{n+} por el oxígeno del aire, se opera del modo siguiente:

Decante la disolución violeta (V^{n+}), para separar el exceso de cinc, sobre el Erlenmeyer que contiene los 2x ml de permanganato, que previamente habrá sido calentado ligeramente. Agite continuamente este Erlenmeyer. Lave el metal primero con unos 10 ml de ácido sulfúrico 4,0 M y luego con un poco de agua de un frasco lavador, siempre añadiendo los líquidos de lavado sobre la disolución de permanganato. Todas estas manipulaciones se deben realizar con la mayor rapidez posible.

Una vez completada la transferencia de la disolución de V^{n+} y de los líquidos de lavado, se continúa la valoración con el permanganato (usando la bureta) hasta que la disolución adquiera un color rosa pálido permanente. Anote el volumen total del permanganato gastado.

pruebas analíticas

- 1 En un tubo de ensayo, se ponen unos 10 ml de disolución de metavanadato de amonio (amarilla), se añaden 2 ml de ácido sulfúrico 4,0 M, una punta de espátula de cinc y se agita suavemente tapando la boca del tubo de ensayo, anotando los cambios de color observados desde el amarillo hasta el violeta. Guarde la disolución violeta para las pruebas 2 y 3.
- 2 A 2,0 ml de disolución amarilla de metavanadato de amonio (contenidos en un tubo de ensayo) se adiciona poco a poco, 8,0 ml de la disolución violeta (preparada en la prueba 1), decantándola. Anote los cambios de color que tienen lugar durante cada adición.
- 3 Añada a 4,0 ml de disolución de metavanadato de amonio, 1 ml de ácido sulfúrico 4,0 M y unos cristales de sulfito de sodio. Caliente la disolución hasta eliminar el exceso de sulfito y añada, poco a poco, a 2,0 ml de la disolución azul 4,0 ml de la disolución violeta (preparada en la prueba 1), anotando los cambios de color.

cuestiones

- 1 Indique el volumen de disolución de permanganato de potasio gastado en las oxidaciones de $\text{VO}^{2+} \rightarrow \text{VO}_2^+$ y de $\text{V}^{n+} \rightarrow \text{VO}_2^+$
- 2 De el valor de n en V^{n+} .
- 3 Indique los cambios de color observados desde el amarillo al violeta, tras la reducción del metavanadato de amonio.
- 4 Idem al mezclar las disoluciones del vanadio en distintos estados de oxidación:
 - a) Disolución amarilla + disolución violeta
 - b) Disolución violeta + disolución azul
- 5 Escriba y comente las reacciones rédox en la química acuosa del vanadio. ¿Cuál es el estado de oxidación más reductor del vanadio en disolución acuosa? ¿Sería estable en condiciones aeróbicas?.
- 6 ¿Por qué se tapa el Erlenmeyer durante la reducción del VO_3^- con Zn?.
- 7 El KMnO_4 usado en las valoraciones es aproximadamente 0,020 M ¿Es imprescindible calcular su concentración exacta por valoración con $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ para resolver el problema de la determinación de n en V^{n+} ? Razone la respuesta.

7 preparación de $[\text{Co}(\text{NO}_3)(\text{NH}_3)_5](\text{NO}_3)_2$

En esta práctica, se prepara un complejo de cobalto(III) con amoníaco y nitrato como ligandos. Los complejos amino de cobalto(III) son compuestos en general fácilmente aislables y cristalizables, constituyendo ejemplos típicos de compuestos de coordinación. De hecho, los primeros compuestos de coordinación fueron estudiados por Werner y eran complejos de cobalto con amoníaco. La química de la coordinación es básica a la hora de comprender el papel que juegan muchos metales en los organismos vivos.



Repase sus conocimientos sobre complejos antes de empezar la práctica. El cobalto presenta dos estados de oxidación habituales, el 2+ y el 3+. Los complejos de cobalto(II) son generalmente lábiles (los ligandos se sustituyen rápidamente) mientras que los de cobalto(III) son generalmente inertes. Por ello, la mayoría de complejos de cobalto(III) se obtienen por adición de ligandos a una disolución de cobalto(II) y posterior oxidación a cobalto(III).

En esta práctica se prepara el complejo nitrato de pentaaminonitrato-

cobalto(III). Se parte de carbonato de cobalto(II) el cual se transforma el nitrato por reacción con ácido nítrico. El cobalto(II) se acompleja y finalmente se oxida a cobalto(III) con agua oxigenada.

cuestiones previas

- 1 Lea el procedimiento. ¿Por qué se parte de Co(II) y no de Co(III)?
- 2 Escriba la reacción ajustada entre el carbonato de cobalto(II) y el ácido nítrico.
- 3 Calcule la cantidad de nitrato de cobalto(II) obtenido, suponiendo un rendimiento del 100%.
- 4 Calcule la cantidad de complejo que esperaría obtener si el rendimiento fuera del 100%.
- 5 Calcule el número de moles de carbonato de cobalto, ácido nítrico, amoníaco, agua oxigenada y nitrato de amonio empleados en la reacción y compare con los teóricamente necesarios.

procedimiento



A una suspensión de 3,0 g de carbonato de cobalto(II) en 15 ml de agua añada 8 ml de HNO₃ concentrado.

Lea atentamente la etiqueta del carbonato de cobalto comercial y observe su composición.

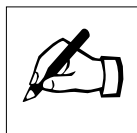
Cuando todo el carbonato se haya disuelto, filtre el residuo de color oscuro en un papel de filtro de pliegues. Disuelva 1,2 g de nitrato de amonio en la solución filtrada caliente y enfrie hasta temperatura ambiente.



Todas las operaciones siguientes deben realizarse en campana de gases ya que el amoníaco es irritante.

Añada 30 ml de amoníaco concentrado y enfrie la solución en baño de hielo. Una vez fría añada lentamente y con agitación 15 ml de una disolución del 6% en peso/volumen de peróxido de hidrógeno. La disolución de color oscuro se saca del baño de hielo. Caliente la disolución durante media hora hasta que cambie a marrón rojizo y se volatilice el amoníaco. Filtre de nuevo para eliminar un poco de óxido de cobalto, enfrie y añada lentamente 30 ml de HNO₃ 1:1. Caliente el líquido de color rojo oscuro brillante a la temperatura de ebullición hasta que empiecen a precipitar un sólido.

Enfrie en hielo, filtre y lave los cristales con 12 ml de ácido nítrico 1:2 y finalmente con acetona. Seque al aire por succión.



Pese el complejo obtenido y calcule el rendimiento de la reacción.

cuestiones

- 1 Escriba todas las reacciones que conducen a la preparación del complejo.
- 2 ¿Cuál es el peso de los cristales obtenidos?. Calcule el rendimiento sobre la base del carbonato de cobalto de partida.
- 3 Cuando se prepara este compuesto por el método descrito, se halla frecuentemente contaminado con una pequeña cantidad de $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6](\text{NO}_3)_3$. ¿Cómo se diferenciarían una vez aislados y puros por medidas de conductividad?.
- 4 El complejo descrito ¿puede presentar algún isómero?. Dibuje su estructura desarrollada.

8 preparación de la sal de Mohr

En esta práctica se prepara la sal de Mohr (sulfato de hierro (II) y amonio) y se analiza su contenido en hierro por valoración.



Repase la química acuosa del Fe(II) y la estabilidad relativa de los estados de oxidación II y III en el hierro, antes de empezar la práctica.

La sal de Mohr es un sulfato doble de hierro y amonio. Primero se prepara FeSO_4 por reacción directa entre hierro metálico y ácido sulfúrico, que tratado luego con $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ dará la sal de Mohr. Esta sal se obtiene hexahidratada $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Su pureza se determinará mediante análisis cuantitativo del hierro(II) que contiene.

cuestiones previas

- 1 Indique las reacciones que se producen en la preparación de la sal de Mohr.
- 2 Calcule los moles adicionados de cada sustancia reaccionante.

procedimiento



Preparación de la sal de Mohr

Mezcle en un matraz Erlenmeyer 50 ml de agua y 10 ml de ácido sulfúrico concentrado.

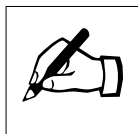
Eche el H_2SO_4 sobre el agua poco a poco, resbalando por las paredes y agitando. Enfrie el matraz con agua fría.

Divida la mezcla anterior en dos partes:

- Una se coloca en un erlenmeyer de 250 ml con 5.0 gramos de hierro metálico hasta que cese el desprendimiento de hidrógeno (calentando suavemente si fuera necesario)

- La otra se neutraliza en caliente en un vaso de 250 ml añadiéndole lentamente carbonato de amonio pulverizado (12,0 g).

Filtre ambas soluciones por separado, con previa adición de ácido sulfúrico 1 M a través del papel de filtro. Mézclelas inmediatamente y agite hasta que se enfríe. Concentre hasta unos 25 ml y deje cristalizar enfriando en hielo. Seque los cristales obtenidos sobre papel de filtro y lave con agua fría.



Pese la sal de Mohr obtenida y calcule el rendimiento de la reacción.

Valoración del hierro en la sal de Mohr

Tome 1,0 g de sal de Mohr. Disuélvala en 10 ml de agua fría y añada 10 ml de ácido sulfúrico 1,0 M. Valore en caliente con permanganato potásico 0,020 M hasta que una gota dé coloración violeta persistente, sin que desaparezca al agitar.

Haga tres valoraciones y tome la media de los volúmenes gastados.

pruebas analíticas

Adicione unas gotas de disolución de hexacianoferrato(II) de potasio a la disolución resultante de la valoración de la sal de Mohr con permanganato de potasio. Adicione también unas gotas de esta disolución sobre otra de sal de Mohr recién preparada. Compare y comente los resultados.

cuestiones

- 1 ¿Cuál sería el rendimiento en la síntesis de la sal de Mohr?
- 2 Escriba la ecuación química del proceso de valoración y ajústela.
- 3 ¿Cuál es el producto de reducción del KMnO_4 ?
- 4 ¿Cuáles son los pesos equivalentes de KMnO_4 y de la sal ferrosa con relación a sus pesos moleculares?

9 preparación de $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

En esta práctica se preparará un complejo de hierro con oxalato. El oxalato actúa como un ligando bidentado quelato, ocupando dos posiciones de coordinación en el mismo metal.

Se comienza preparando oxalato de hierro(II) por reacción de la sal de Mohr con ácido oxálico. Para formar el complejo tris(oxalato)-ferrato(III) de potasio, se adiciona oxalato de potasio y ácido oxálico, y el hierro(II) se oxida a hierro(III) con peróxido de hidrógeno. Este complejo se obtiene hidratado con tres moléculas de agua. El contenido del complejo en hierro y oxalato se analiza con sendas valoraciones.

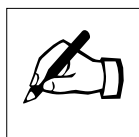
cuestiones previas

- 1 Escribe las reacciones que conducen a la preparación del oxalato de hierro(II) y al tris(oxalato)ferrato(III) de potasio.
- 2 Calcule el número de moles adicionados de sal de mohr y de ácido oxálico en la preparación del oxalato de hierro(II).
- 3 Calcule el número de moles adicionados de oxalato de potasio, agua oxigenada y ácido oxálico en la preparación del tris(oxalato)ferrato(III) de potasio.
- 4 Calcule la cantidad de oxalato de hierro(II) que esperaría obtener si el rendimiento fuera del 100%.
- 5 ¿Cuál es el papel del agua oxigenada en el proceso anterior?

procedimiento

Preparación de $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Sobre una disolución de 10,0 g de sulfato de hierro (II) y amonio—agua (1:6) (sal de Mohr), en 35 ml de H_2O y 1,0 ml de ácido sulfúrico 2,0 M, añadir con fuerte agitación una disolución de ácido oxálico (5,0 g) en agua (40 ml). Calentar lentamente hasta ebullición y filtrar en un Buchner el precipitado amarillo de oxalato de hierro (II) dihidratado. Lavar con agua caliente (5 ml) y luego con acetona (5 ml).



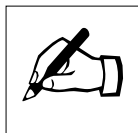
Pese el oxalato de hierro(II) obtenido y calcule el rendimiento de la reacción.

Preparación de $\text{K}_3\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

El oxalato anterior se añade a una disolución de 6,0 g de oxalato de potasio en agua caliente (20 ml). Añadir gota a gota y con agitación 10 ml de agua oxigenada al 6% en peso/volumen, manteniendo la temperatura aproximadamente a 40°C. Calentar a ebullición y disolver el precipitado de hidróxido de hierro (III), añadiendo 20 ml de una disolución que contenga 2,0 g de ácido oxálico en 40 ml de agua. Añadir gota a gota, más disolución de ácido oxálico, hasta que todo el precipitado se haya disuelto, manteniendo la disolución casi a ebullición. Filtrar en caliente, añadir al filtrado 25 ml de etanol y dejar cristalizar en hielo. Filtrar y lavar primero con unos 10 ml de una mezcla de agua-etanol (1:1), y finalmente con acetona.



Recuerde que el etanol es inflamable. Nunca lo acerque a una llama ni lo caliente en un mechero.



Pese el tris(oxalato)ferrato(III) de potasio obtenido y calcule el rendimiento de la reacción.

análisis

Análisis del tris(oxalato)ferrato(III) de potasio trihidratado

1 Porcentaje de oxalato

Disuelva 1,0 g del complejo en ácido sulfúrico 2 M, caliente hasta ebullición y valore con una disolución de permanganato de potasio 0,20 M, a una temperatura aproximada de 80 °C.

2 Porcentaje de hierro

Añada a la disolución anteriormente valorada cinc en polvo. Al cabo de 20 minutos, la disolución debe estar incolora. Filtre y lave el metal tres veces con ácido sulfúrico 2 M. Valore en caliente la disolución obtenida con permanganato de potasio 0,020 M.

cuestiones

- 1 ¿Cuál sería el rendimiento de cada síntesis?
- 2 Escriba la ecuación química del proceso de valoración y ajústela.
- 3 ¿Puede presentar algún tipo de isomería el complejo tris(oxalato)ferrato(III) de potasio? Si los hubiera, ¿sería posible separarlos por solubilidad?
- 4 ¿Por qué hay que adicionar cinc al complejo para valorar su contenido en hierro por permanganimetría?
- 5 Dé el resultado de sus análisis.