

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO

Unidad Académica Profesional-Tianguistenco

Ingeniería en Plásticos



MANUAL DE PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE QUÍMICA INORGÁNICA

Elaborado por: M. en C. Isaias Alcalde S.

 
U.A.E.M.
COORDINACIÓN GENERAL
UAP TIANGUISTENCO

 
Febrero de 2017
Subdirección Académica
UAP Tianguistenco

DIRECTORIO

M. EN A. P. GUADALUPE OFELIA SANTAMARÍA GONZÁLEZ

Coordinador General

M. EN ING. GLORIA ORTEGA SANTILLAN

Subdirector Académico

C. P. JOSE GIL PALMA

Subdirector Administrativo

DRA. ADRIANA FONSECA MUNGUIA

Coordinadora de Difusión Cultural

M. EN C. E. F. PATRICIA VILCHIS ESQUIVEL

Coordinador de Tutoría

M. EN C. ISAÍAS ALCALDE SEGUNDO

Coordinador de Extensión y Vinculación

M. EN A. AMADOR HUITRÓN CONTRERAS

Coordinador de Planeación

M. EN I. RAYMUNDO MEDINA NEGRETE

Coordinador de la Licenciatura en Ingeniería de Plásticos

DR. RODRIGO MENDOZA FRÍAS

Coordinador de la Licenciatura en Ingeniería de Producción Industrial

M. EN I. GERARDO AVILA VILCHIS

Coordinador de la Licenciatura en Ingeniería de Software

M. EN D. CRISTINA EUGENIA PABLO DORANTES

Coordinadora de la Licenciatura en Seguridad Ciudadana



Subdirección Académica
UAP Tlanguistenco

INDICE

| | Página |
|---|--------|
| Presentación | 4 |
| Lineamientos generales de higiene y seguridad que se deben de observar y/o cumplir en los laboratorios y talleres de la Universidad Autónoma del Estado de México | 5 |
| Evaluación | 11 |
| Práctica 1. Tabla periódica y propiedades periódicas | 12 |
| Práctica 2. Síntesis de un material luminiscente | 16 |
| Práctica 3. Obtención y crecimiento de cristales (monocristales) | 18 |
| Práctica 4. Síntesis de sulfato de hidracina | 21 |
| Práctica 5. Formación y observación de complejos | 24 |
| Práctica 6. Preparación de pigmentos | 29 |
| Bibliografía | 34 |



PRESENTACIÓN

Una de las razones principales que llevan a los estudiantes a elegir la carrera de Ingeniería en Plásticos es la posibilidad de elaborar materiales plásticos menos dañinos al medio ambiente; sobre todo cuando los materiales plásticos han sido catalogados como peligrosos a dañinos hacia al ambiente por nuestra sociedad, por su lenta degradación y alta persistencia en la naturaleza.

Desafortunadamente, pocos materiales proporcionan las ventajas de los materiales plásticos que no es posible sustituirlos por otros materiales; ante esta situación, es necesario la síntesis de materiales plásticos con una degradación más rápida en el ambiente. Así como también, la carrera de Ingeniería en Plásticos, permite innovar nuevos usos de los materiales plásticos.

Es por ello, que con conocimientos más sólidos permitirá al futuro profesional de la Ingeniería en Plásticos enfrentar y proporcionar las soluciones más acertadas de las necesidades que exige la sociedad.

Ante esta situación, la curricula de Ingeniería en Plásticos, marca como asignatura obligatoria la Unidad de Aprendizaje de Química Inorgánica.

La enseñanza y aprendizaje de la química y de las disciplinas relacionadas sólo se logra a través del trabajo del laboratorio. Cada práctica o experimento es una pregunta a la naturaleza y cuya respuesta se requiere de la observación y el análisis cuidados de los resultados del experimento.

El presente *Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Inorgánica*, pretende ser una guía para el estudiante de Ingeniería en Plásticos en el estudio de esta disciplina; que debe ser leída detenidamente antes de realizar un experimento, respetando siempre las norma de higiene y seguridad que establece la practica o el laboratorio.

El trabajo de laboratorio implica la adquisición de hábitos, el desarrollo de habilidades y destrezas, así como la explicación y justificación teórica de los fenómenos; por lo tanto, se debe observar la disciplina, el orden y la limpieza. Asimismo, en la realización del experimento, se recomienda seguir con las siguientes reglas:

- Uso de Bitácora o cuaderno de notas de laboratorio, donde debe de anotarse toda la información generada.
- Toda información generada o relacionada al experimento, no importa lo trivial que parezca, deberá escribirse en la Bitácora y prontamente para evitar perdida de información. Los errores deben tacharse, nunca borrarse. La omisión de datos puede costar la repetición del experimento.

En este manual se ha conjuntado, las practicas mínimas que responde a un curso de Química Inorgánica. La buena comprensión de cada una de ellas, permitirá al estudiante un mejor entendimiento del comportamiento de la materia y en un futuro plantear y/o sintetizar nuevos materiales plásticos con propiedades específicas.



LINEAMIENTOS GENERALES DE HIGIENE Y SEGURIDAD QUE SE DEBEN DE OBSERVAR Y/O CUMPLIR EN LOS LABORATORIOS Y TALLERES DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO

SOBRE EL EQUIPO DE SEGURIDAD Y PROTECCIÓN PERSONAL

I. De acuerdo a la naturaleza y las actividades de los laboratorios y talleres deberán contar con los accesorios o implementos que permitan combatir cualquier eventualidad, tales como:

- a) Extintores.
- b) Regaderas de emergencia.
- c) Estaciones lavaojos.
- d) Mantas contra incendio.
- e) Sistema de extracción de gases y polvo.
- f) Señalamientos de Protección Civil.
- g) Botiquín para primeros auxilios.

II. En la realización de cualquier actividad, siempre deben utilizarse la ropa y el calzado adecuado; así como los accesorios para la protección personal, según las necesidades de la actividad a realizar y las características del espacio de trabajo. Por seguridad, la persona que no cuente con la protección adecuada no podrá permanecer en el laboratorio o taller.

III. La ropa y los accesorios de protección personal que se recomienda utilizar en los lugares de experimentación y práctica son:

- a) Bata, overol o delantal.
- b) Anteojos de seguridad, gafas o googles y caretas.
- c) Guantes.
- d) Tapón auditivo o concha auditiva.
- e) Casco.
- f) Calzado.

SOBRE LA HIGIENE DURANTE LA PERMANENCIA EN LOS LABORATORIOS Y TALLERES

IV. No se deben consumir alimentos o bebidas, así como tampoco pueden aplicarse cosméticos, pues existe el riesgo de contaminación por sustancias químicas o de otro tipo de material que ponga en peligro la salud..

V. Sólo se permitirá ingerir alimentos y bebida en los anexos utilizados para guardar las cosas personales de los profesores.

VI. No se permite fumar.

VII. Los recipientes y frigoríficos de los laboratorios y talleres nunca deben utilizarse para el consumo y conservación de alimentos o bebidas.



VIII. Al salir del laboratorio se debe quitar la ropa de protección y lavarse las manos con agua y jabón.

IX. La ropa de protección utilizada en el laboratorio o taller se debe lavar por separado.

SOBRE LA SEGURIDAD PERSONAL DURANTE LA PERMANENCIA EN LOS LABORATORIOS Y TALLERES

X. El acceso a los laboratorios y talleres debe estar estrictamente limitado y sólo se permitirá el ingreso al personal autorizado ya sean maestros, alumnos o visitantes; esto por el riesgo que representa el manejo de sustancias químicas y biológicas y/o la operación de máquinas y herramientas.

XI. Cualquier persona que entre a un laboratorio o taller debe conocer los riesgos con los que se podría enfrentar durante su permanencia en éste, así que debe tener entrenamiento en las precauciones de seguridad y los procedimientos apropiados.

XII. Todas las actividades que se realicen en los laboratorios y talleres deben ser supervisadas por el profesor titular del grupo o por un responsable designado por la dependencia. Por lo cual queda estrictamente prohibido trabajar sin la supervisión del profesor titular. Nunca deberá estar una persona sola en los laboratorios o talleres y nadie podrá trabajar fuera de los horarios de trabajo establecidos, a menos que obtenga una autorización específica del responsable del área.

XIII. Para empezar a trabajar en el laboratorio o taller, cualquier persona se debe familiarizar con los elementos de seguridad disponibles, conocer la ubicación exacta de los extintores, mantas contra fuego, regaderas de emergencias, estaciones lavaojos y salidas de emergencias.

XIV. Al trabajar en un laboratorio o taller existe el riesgo de sufrir cortaduras o lesiones cutáneas con material punzo-cortante, material de vidrio roto o por herramientas metálicas y en consecuencia las heridas pueden infectarse o ser la vía de entrada de microorganismos patógenos. Es recomendable la aplicación de las vacunas contra el tétanos (suero antitetánico) y contra la hepatitis B, esta última sólo cuando se trabaje con muestras biológicas.

XV. El área de trabajo tiene que mantenerse siempre limpia y ordenada, libre de cualquier objeto o material innecesario que pudiera interferir con las actividades a realizar y deben ser desinfectadas con el producto adecuado al final de la sesión y siempre que haya ocurrido el derrame de sustancias potencialmente peligrosas.

XVI. El uso de bata (preferentemente de algodón) es obligatorio, debe llevarse siempre abotonada y ésta debe cubrir hasta debajo de las rodillas. Debe evitarse el uso de batas de material sintético en espacios donde se manejen productos químicos y/o mecheros.



XVII. En el laboratorio, no deben usarse pantalones cortos, falda o sandalias. Se recomienda utilizar calzado cerrado que cubra y proteja completamente los pies; debe evitarse el de tipo guarache.

XVIII. El cabello largo debe llevarse recogido.

XIX. Debe evitarse que las mangas, puños, pulseras, etcétera, estén cerca de las llamas o de maquinaria eléctrica en funcionamiento.

XX. Es necesario usar guantes cuando se maneje material potencialmente infeccioso, radiactivo o tóxico por contacto.

XXI. Cuando se trabaje con muestras biológicas, no se deberá abandonar el lugar de trabajo ni pasear por el laboratorio o los pasillos con los guantes puestos ni tocar con ellos objetos de uso común (teléfono, computadoras, cerraduras, etcétera.).

XXII. En los laboratorios y talleres no se permitirán actividades diferentes a la que están destinados estos espacios, como son: los juegos o bromas, correr, empujar, gritar o cualquier otra conducta que pudiera poner en riesgo la seguridad.

XXIII. Se debe de preparar y adoptar un manual de seguridad en el laboratorio o taller que contendrá un plan de respuesta ante emergencias.

EN LA REALIZACIÓN DE LA PRÁCTICA O EXPERIMENTO

XXIV. Se debe de utilizar ropa de protección y accesorios adecuados (batas u overoles, gafas o caretas, guantes, etcétera).

XXV. Leer atentamente las instrucciones antes de hacer una práctica o experimento.

XXVI. No se puede hacer uso de equipos, aparatos o instrumentos sin autorización del profesor titular o del responsable del área; así como tampoco debe dárseles un uso diferente al cual son destinados.

XXVII. No está permitido realizar experimentos no autorizados por el profesor y efectuar actividades diferentes a las que están destinados los espacios.

XXVIII. Antes de realizar cualquier prueba o experimento, debe conocerse y tenerse en cuenta:

- a) Las principales propiedades físicas y químicas de las sustancias a utilizar, así como los riesgos de su manipulación.
- b) El uso y funcionamiento de las herramientas, equipo, aparatos, etcétera; y jamás se debe utilizar un equipo o aparato sin conocer perfectamente su funcionamiento
- c) Que para realizar cualquier prueba o experimento, se deben tomar las medidas de seguridad adecuadas y antes de utilizar cualquier tipo de material o



instrumento asegurarse de que está en perfectas condiciones de uso.

- d) Siempre respetar las áreas específicas destinadas para realizar el trabajo y utilizarlas con el máximo cuidado, atendiendo a las indicaciones del responsable del área o a los manuales de uso o de las Hoja de Datos de Seguridad de Materiales, según sea el caso.

XXIX. Seguir todas las indicaciones de seguridad que se señalan en cada equipo o reactivo, así como las señaladas en cada práctica.

XXX. No utilizar material de vidrio en mal estado (aumenta el riesgo de accidentes).

XXXI. El material y los aparatos utilizados tienen que dejarse siempre limpios y ordenados.

EN EL MANEJO DE SUSTANCIAS QUÍMICAS Y BIOLÓGICAS

XXXII. Todas las sustancias químicas y biológicas deben ser almacenadas en espacios apropiados y seguros. Debe tomarse en cuenta su compatibilidad, etiquetándolos claramente con su contenido y toxicidad.

XXXIII. Se debe contar con un inventario de las sustancias químicas y es muy importante verificar las sustancias que no se utilizan, que están en exceso, así como la caducidad de los mismos, con el fin de depurar la cantidad existente en el almacén.

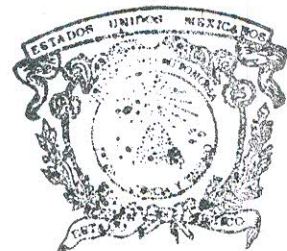
XXXIV. No deben transportarse innecesariamente los reactivos de un sitio a otro del laboratorio. Si tuviese que hacerlo, se debe tener cuidado con las botellas, las cuales deben ser siempre transportadas tomándolas por el fondo, nunca por el cuello o la boca.

XXXV. Todas las sustancias químicas tienen que ser manipuladas con mucho cuidado. Se debe evitar el contacto directo de productos químicos con la piel, especialmente de los tóxicos y corrosivos; por lo que se recomienda emplear guantes de un sólo uso cuando se utilicen estas sustancias. Cuando se trabaje con muestras biológicas, es necesario usar guantes para evitar que la piel entre en contacto con las toxinas, sangre, materiales infecciosos o animales infectados.

XXXVI. Las sustancias que produzcan vapores tóxicos, irritantes, corrosivos, lacrimógenos, o que sean inflamables se deberán manejar con las máximas medidas de seguridad, evitando en lo posible su utilización. Si se trabaja con ellos deberá hacerse dentro de campanas de extracción.

XXXVII. Debe evitarse el contacto directo de manos y cara con las sustancias químicas que son irritantes a la piel y mucosas, así como la inhalación directa de sus vapores.

XXXVIII. Para percibir cualquier vapor de una sustancia química, debe seguirse la siguiente técnica: formar una ligera corriente de aire con la mano, de la boca del recipiente hacia la nariz.



XXXIX. La transferencia de sustancias químicas o muestras biológicas con pipeta nunca ha de realizarse succionando con la boca, sino que deberá utilizarse un dispositivo especial para extraer líquidos con pipeta, como perilla de hule o propipeta; o bien utilizar una jeringa. De ser posible esta operación debe de realizarse en la campana de extracción o en una cabina de bioseguridad.

XL. Los frascos de los reactivos químicos deben cerrarse herméticamente después de ser utilizados.

XLI. Cuando se trabaje con agentes infecciosos deben colocarse señales de precaución en un lugar visible, indicando el nivel de riesgo de los agentes.

XLII. Todos los reactivos químicos o biológicos derramados tienen que ser limpiados inmediatamente.

XLIII. Para el manejo de sustancias químicas y biológicas deberán conocerse sus principales propiedades físicas y químicas, así como los posibles riesgos en su manipulación; de tal manera que se puedan tomar las medidas de seguridad adecuadas. Las propiedades más importantes a considerar son:

- a) Punto de fusión y de ebullición.
- b) Estado de agregación o estado físico en que se debe manejar.
- c) Solubilidad en agua.
- d) Punto de inflamación.
- e) Límites de inflamación.
- f) Inestabilidad térmica.
- g) Temperatura de auto ignición.
- h) Presión de vapor a temperatura ambiente.
- i) Reactividad.
- j) Concentración máxima permisible en el ambiente.
- k) Toxicidad.
- l) Vías de ingreso al organismo.
- m) Antídotos en caso de intoxicación.

XLIV. Debe restringirse el uso de sustancias químicas que presenten propiedades carcinogénicas, mutagénicas o teratogénicas; éstas deberán ser retiradas su uso en las prácticas de docencia y en casos muy necesarios serán utilizadas sólo en prácticas demostrativas. Por lo tanto, se recomienda sustituir dichas sustancias con otras que no presenten toxicidad y de no haberlas, emplear otras que representen un menor riesgo.

XLV. Antes de utilizar o desechar una sustancia química, se debe consultar la bibliografía apropiada y tomar las medidas de seguridad indicadas, tanto para su uso como su disposición final.



EN EL MANEJO DE DESECHOS DE ORIGEN QUÍMICO Y BIOLÓGICO

XLVI. Los desechos o residuos químicos y biológicos (sólidos y líquidos) generados durante la realización del trabajo experimental, deberán colectarse en los recipientes indicados para cada tipo de sustancia, de acuerdo con la clasificación que ha establecido el Programa de Protección al Ambiente de la Universidad. Por lo cual queda estrictamente prohibido arrojarlas o depositarlas en otros medios no autorizados.

XLVII. Queda estrictamente prohibido que sean vertidos en el drenaje sustancias o residuos químicos, cultivos de microorganismos o muestras biológicas. No debe ser depositado directamente en la basura y/o el drenaje cualquier desecho que cause algún daño al ambiente.

XLVIII. Antes de la disposición final de los desechos o residuos químicos y biológicos, se deberá proceder a su recuperación, destrucción, inactivación o minimización, con el fin de reducir la cantidad inicial y el riesgo potencial.

XLIX. Los restos de los animales de laboratorio (ratas, conejos, etcétera) utilizados en la realización de experimentos, deberán ser colocados en bolsas de plástico y congelados hasta su traslado para su incineración. Sólo se podrán enterrar o desechar directamente a la basura cuando no presenten material infeccioso o químico, previa autorización del Programa de Protección al Ambiente.

L. Los cultivos microbiológicos (instrumental contaminado, placas de Petri, extractos líquidos, etcétera), sangre y hemoderivados en forma líquida, residuos de animales infecciosos, residuos anatómicos, residuos cortantes y punzantes (hojas de bisturí, agujas) y material de vidrio contaminado o roto (pipetas, portaobjetos, cubreobjetos, etcétera) deberán manejarse como material biopeligroso; por lo que debe evitarse el contacto directo con estos materiales y para su manipulación es necesario utilizar la ropa de protección adecuada.

LI. El material contaminado como pipetas, jeringas, agujas, cánulas, tubos para muestra y otros instrumentos u objetos afilados, deberá colocarse en un recipiente metálico o de plástico rígido; posteriormente, antes de ser reutilizado o desechado, se deberá desinfectar o esterilizar mediante los métodos químicos o físicos adecuados.

NOTA: Estos lineamientos son aplicables de manera total o parcial a los laboratorios y talleres de la Universidad; sin embargo, cada laboratorio y taller requerirá de lineamientos más específicos dependiendo de las características y las necesidades particulares de funcionamiento. Cada espacio deberá elaborar y establecer sus propios lineamientos sin entrar en contradicción con los lineamientos generales anteriormente expuesto.

Toluca, México, 20 de septiembre de 2006.



Subdirección Académica
UAP
Tlanguistenco

EVALUACIÓN

Escala de evaluación:

| FORMA DE EVALUAR Y ASPECTO A CONSIDERAR | | | |
|---|-----------------------------|----------------|---|
| Evaluación | Rubro | Porcentaje (%) | Condiciones y Observaciones |
| Primer parcial y Segundo parcial | a) Pre-laboratorio. | 10% | En la bitácora de trabajo, investigar previamente la reactividad y toxicidad de las sustancias químicas a utilizar (resumen de las MSDS) y de los fundamentos teóricos de la práctica. |
| | b) Desarrollo experimental | 20% | Describir en la bitácora los aspectos más importantes de la práctica: desarrollo de la práctica, resultados, observaciones, cálculos, etcétera. Mismos que serán cotejados con el reporte de la práctica. |
| | c) Reporte de cada práctica | 40% | Entregar un reporte escrito a mano y legible. Debe contener Nombre de la práctica, Objetivo, Introducción, Desarrollo de la práctica (Esquema), Resultados, Cálculos, Análisis de resultados, Conclusiones, Referencias Bibliográficas. |
| | d) Examen | 30% | Aplicar al término de cada práctica un examen corto. |
| Ordinario | | | Sumatoria de las calificaciones de las prácticas realizadas durante el periodo y dividido entre el número de prácticas. |



PRÁCTICA 1. TABLA PERIÓDICA Y PROPIEDADES PERIÓDICAS

OBJETIVO

Realizar un estudio experimental de la Ley Periódica de los Elementos, mediante diversas pruebas químicas y físicas de las distintas series de elementos de la tabla periódica.

INTRODUCCIÓN

La tabla periódica se ha vuelto tan familiar que forma parte del material didáctico para cualquier estudiante, más aún para estudiantes de química, medicina e ingeniería. De la tabla periódica se obtiene información necesaria del elemento químico, en cuanto se refiere a su estructura interna y propiedades, ya sean físicas o químicas.

La actual tabla periódica moderna explica en forma detallada y actualizada las propiedades de los elementos químicos, tomando como base a su estructura atómica. Según sus propiedades químicas, los elementos se clasifican en metales y no metales. Hay más elementos metálicos que no metálicos.

El Sistema periódico o Tabla periódica es un esquema de todos los elementos químicos dispuestos por orden de número atómico creciente y en una forma que refleja la estructura de los elementos. Éstos están ordenados en siete hileras horizontales, llamadas periodos, y en 18 columnas verticales, llamadas grupos. El primer periodo, que contiene dos elementos, el hidrógeno y el helio, y los dos periodos siguientes, cada uno con ocho elementos, se llaman periodos cortos. Los periodos restantes, llamados periodos largos, contienen 18 elementos en el caso de los periodos 4 y 5, o 32 elementos en el del periodo 6. El periodo largo 7 incluye el grupo de los actínidos, que ha sido completado sintetizando núcleos radiactivos más allá del elemento 92, el uranio.

Los grupos o columnas verticales de la periódica fueron clasificados tradicionalmente de izquierda a derecha utilizando números romanos seguidos de las letras "A" o "B", en donde la letra "A" se refiere a los elementos llamados representativos y la letra "B" a los elementos de transición. En la actualidad ha ganado popularidad otro sistema de clasificación, que ha sido adoptado por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC, siglas en inglés). Este nuevo sistema enumera los grupos consecutivamente del 1 al 18 a través de la tabla periódica.

En esta actividad experimental se estudiarán las variaciones en el carácter electropositivo y electronegativo de los elementos mediante la identificación de las tendencias ácidas de los compuestos que forman los no metales. Para ello hemos escogido los elementos de los grupos I, II (metales) y el grupo VII (no metales).



MATERIALES Y REACTIVOS

a) Material

- 1 Espátula metálica
- 1 Matraz balón de 100 mL
- 1 Matraz erlenmeyer de 125 mL
- 1 Mechero Bunsen
- 1 Pinza para crisol
- 1 Pinza para matraz
- 1 Pipeta de 5 mL
- 1 Pipeta Pasteur
- 1 Probeta de 100 mL
- 1 Soporte universal
- 1 Vidrio de reloj
- 1 Placa de calentamiento
- 2 Tubos de ensayo de 18x150 mm.
- 3 Pipetas de 5 mL
- 3 Vasos de precipitado de 250 mL
- 6 Tubos de ensayo de 15x150

b) Reactivos

- 1 Pedazo de papel filtro
- 1 Trozo muy pequeño Ca(s)
- 1 Trozo muy pequeño Fe(s)
- 1 Trozo muy pequeño Mg(s)
- 1 Trozo muy pequeño Na(s)
- 150 mL Agua destilada
- 2 Tiras de Mg
- 20 mL de solución acuosa de Na, Mg, Al, P, S y Cl
- 30 mL Agua de bromo
- 30 mL Agua de cloro
- 30 mL Agua de yodo
- 30 mL Solución acuosa de NaOH
- 30 mL Tetracloruro de Carbono, éter de petróleo o hexanos
- 4 gotas Indicador Fenolftaleína
- 50 mL HCl 3N
- 50 mL KBr (0,1M)
- 50 mL KI (0,1M)
- 50 mL NaCl (0,1M)
- Papel indicador

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Experimento 1 (Metales alcalinos)

1. Deposita 60 mL. de agua destilada en cada uno de los de precipitado.
2. Agrega 2 o 3 gotas de fenolftaleína en cada vaso y mezcla
3. Corta un trocito de sodio y sécalo con papel filtro, colócalo en uno de los vasos de precipitado con agua y anota tus observaciones y conclusiones.

Experimento 2 (Metales alcalinotérreos)

1. Deposita 60 mL. de agua destilada en un vaso de precipitado de 250 mL.
2. Llena el tubo de ensayo hasta el borde, y adiciona 4 gotas de indicador fenolftaleína. Sostén con una mano sobre el vaso.
3. Prepara un pedazo de papel periódico humedecido (de unos 2x2 cm) y sostenlo con la mano libre, bien próxima a la boca del tubo y lista para taparlo.
4. Luego, deposita dentro del tubo con agua el pedacito de calcio y tapa el tubo con el papel, invierte e introduce en el agua dejándolo boca abajo en el fondo. Anota tus observaciones y conclusiones.
5. Deposita agua destilada hasta la mitad del matraz balón y ponla a hervir.
6. Coloca 2 tiras de Magnesio juntas, sujeta por un extremo con las pinzas de crisol y acerca al mechero.
7. Luego acerca a la boca del matraz balón. Cuando el vapor de agua haya desalojado todo el aire, observa bien la llama del magnesio. Anota tus observaciones y conclusiones.

Experimento 3 (Comparación de velocidades relativas de reacción)

1. En cada tubo de ensayo deposita 3 mL de HCl 3N, añade en forma simultánea los elementos metálicos Mg, Ca y Fe respectivamente en cada tubo. Anota tus observaciones y conclusiones.

Experimento 4 (Halógenos)

1. En dos tubos de ensayo colocar al primero 2 mL de KBr L. (0,1M) y al otro 2 mL de KI. (0,1M) y a ambos tubos agregar 1 mL. de agua de cloro.
2. En otro par de tubos agrega a uno 2 mL. NaCl (0,1M) y al otro 2 mL. KI (0,1M). Añade a ambos 1 mL. de agua de bromo.
3. Por último, en otro par de tubos coloca 2 mL. de NaCl (0,1M) y 2 mL. de KBr (0,1M) respectivamente y luego agregar a ambos 1 mL. de agua de yodo.
4. Finalmente a los 6 tubos de ensayo agrega 5 gotas de CCl_4 etil de petróleo o hexanos. Anotar sus observaciones y conclusiones.



Experimento 5 (Propiedades periódicas, comparación de acidez y basicidad relativa de los elementos del tercer período)

1. Sobre el vidrio de reloj, distribuir 6 porciones de papel indicador.
2. A cada pedazo de papel dejar caer 1 o 2 gotas de una de las soluciones disponibles (una solución diferente en cada porción).
3. Anotar sus observaciones y conclusiones.

CUESTIONARIO

1. En el experimento 1 ¿Hubo cambio de color al agregar la fenolftaleína al agua?
2. En experimento 1, ¿Hubo cambio de color al agregar metales alcalinos al agua con fenolftaleína? si los hubo, ¿qué indica dicho color?
3. ¿Cómo se guarda el sodio y el potasio? ¿Por qué?
4. Describa la reacción del sodio con el agua.
5. ¿Qué observó en la reacción del calcio con el agua? Señale las características que establecen diferencias con los elementos del grupo I.
6. ¿Qué diferencias encuentran entre la reacción del magnesio con el agua con respecto a las reacciones anteriores?
7. Indique cómo proceden las reacciones en el experimento 3
8. Describa el experimento 4 y resuma sus resultados en un cuadro, en el que indique todos los cambios de color observados.
9. Haga un cuadro comparativo indicando la reactividad de los halógenos con relación a sus posiciones en la tabla periódica.
10. Haga un cuadro donde disponer los elementos estudiados conforme se encuentren en la clasificación periódica y mediante flechas indique el orden de reactividad. Saque sus conclusiones pertinentes.

BIBLIOGRAFÍA

1. Manual del Laboratorio de Química. Dawson, J. W. Ed. Interamericana. México.
2. Experimental Inorganic Chemistry. Cambridge University. London.
3. Métodos de Laboratorio Químico. Fundamentos de Química. Brescia, F. Centro Regional de Ayuda Técnica. México.



PRÁCTICA 2. SÍNTESIS DE UN MATERIAL LUMINISCENTE.

OBJETIVO

- Sintetizar una calcita pura y una calcita dopada con trazas de manganeso para observar el fenómeno de luminiscencia.
- Determinar la concentración de manganeso que presente la máxima luminiscencia en la calcita dopada.

MATERIAL Y REACTIVO

a) Material

- 1 Vaso de precipitado de 250 mL
- 2 Vasos de precipitado de 100 mL
- 2 Vidrio de reloj
- Agitador de vidrio
- Embudo buchner
- Espátula
- Lámpara de luz ultravioleta (UV)
- Matraz kitasato de 250 mL con manguera
- Papel filtro
- Piceta

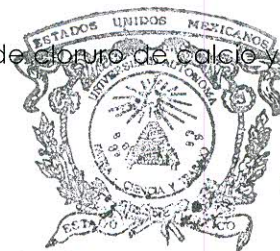
b) Reactivos

- Agua destilada
- Carbonato de amonio anhidro
- Cloruro de calcio dihidratado
- Cloruro de manganeso tetrahidratado

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Obtenga 3 g de calcita.

1. En un vaso de precipitado deposite la cantidad adecuada de cloruro de calcio y disuélvalo con agua destilada.



2. A la solución anterior, se le agrega cantidades trazas de cloruro de manganeso (0.004 g).
3. En un vaso de precipitado deposite la cantidad adecuada de carbonato de amonio y disuélvalo con agua destilada; posteriormente agregar esta solución al vaso de precipitado que contiene la solución de cloruro de calcio. Agite hasta tener una solución lo más homogéneo posible.
4. Filtre la solución anterior en un embudo buchner y deje secar el precipitado formado.
5. Al precipitado formado irradie luz ultravioleta (UV) con ayuda de una lámpara de la misma fuente en un cuarto oscuro o en una caja oscura, observe lo que sucede.
6. Repita el mismo procedimiento pero sin agregar cloruro de manganeso.
7. Nuevamente repita el procedimiento pero agregando cantidades más pequeñas y más altas de cloruro de manganeso que la agregada inicialmente.

CUESTIONARIO

1. Escriba la reacción efectuada y calcule la cantidad de reactivo para obtener 3 g de calcita.
2. ¿Cuáles son las formas polimorfas del carbonato de calcio?
3. En caso de no obtener la calcita ¿qué compuesto podría esperarse que se forme?
4. ¿Con que cantidad de cloruro de manganeso se observa mayor luminiscencia?
5. ¿Si la cantidad de cloruro de manganeso fuera muy alta, al irradiar luz UV qué crees que pasaría?
6. ¿Qué sucede cuando se irradia con luz UV de longitudes de onda larga y corta?
7. ¿Cómo caracterizaría el precipitado formado para saber que efectivamente se sintetizó la calcita?

BIBLIOGRAFÍA

1. Manual del Laboratorio de Química. Dawson, J. W. Ed. Interamericana. México.
2. Experimental Inorganic Chemistry. Cambridge University. London.
3. Métodos de Laboratorio Químico. Fundamentos de Química. Brescia, F. Centro Regional de Ayuda Técnica. México.
4. Prácticas de Química General. Holum John, R. Centro Regional de Ayuda Técnica. México.



PRÁCTICA 3. OBTENCIÓN Y CRECIMIENTO DE CRISTALES (MONOCRISTALES)

OBJETIVOS

- Obtener cristales de diferentes sustancias inorgánicas y constatar que los sólidos de este tipo tienen una estructura ordenada.
- Que el alumno obtenga cristales en el seno de una solución saturada, a partir de una técnica propuesta.
- Seleccionar un cristal que posea las condiciones adecuadas para ser utilizadas como semilla.

INTRODUCCIÓN

Los minerales están compuestos por átomos, iones o moléculas ordenados en una red cristalina que llamamos red espacial.

La cristalización es un proceso por el cual esos átomos, iones o moléculas se ordenan de tal forma que llegan a constituir cristales (formas geométricas que podemos apreciar a simple vista), manifestación visible de la estructura cristalina de sus componentes.

La formación de cristales minerales tiene lugar en la naturaleza, fundamentalmente, según alguno de estos procesos:

- Precipitación: por evaporación del agua de una disolución (es el caso de los cristales de sal gema).
- Sublimación: paso de gas a sólido (algunos cristales de rocas magmáticas formados a partir de los gases del magma) en realidad este proceso se denomina sublimación inversa.
- Solidificación: paso de líquido denso a sólido por enfriamiento (también se da en la formación de rocas magmáticas).

En todos los casos se requieren las adecuadas condiciones de espacio y tiempo. Cuanto mejores sean las condiciones, mayores serán los cristales que se obtengan.

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

La mayor parte de la materia sólida muestra una disposición ordenada de átomos y tiene estructura cristalina, los sólidos sin estructuras cristalinas como el vidrio son amorfos (sin forma). Y se conocen como líquidos superenfriados.



La tendencia que provoca la formación de cristales homogéneos a partir de mezclas líquidas se puede aprovechar para purificar muchas sustancias cristalinas. Los químicos usan este método con frecuencia. En particular, los compuestos orgánicos se purifican casi siempre por cristalización.

Cuando las condiciones son favorables, cada elemento o compuesto químico tiende a cristalizarse en una forma definida y característica. En teoría son posibles 32 clases cristalinas, pero solo una docena de clases incluye a casi todos los minerales comunes y algunas clases nunca se han observado. Las 32 clases se agrupan en seis sistemas cristalinos, caracterizados por la longitud y posición de sus ejes; que son: cúbico, tetragonal, ortorrómbico, monoclinico, triclínico y hexagonal.

MATERIAL Y REACTIVOS

a) Material

- 1 Embudo
- 1 Lupa
- 1 Piseta
- Agitador de vidrio
- Embudo
- Papel filtro
- Vasos de precipitados
- Vidrio de reloj de 10 cm de diámetro

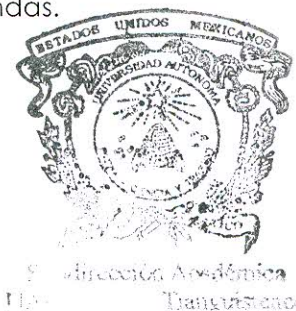
b) Reactivos

- Ácido sulfúrico concentrado
- Alcohol etílico
- Dicromato de potasio
- Sal de cocina (sal en grano o sal "gruesa")***
- Sulfato de amonio comercial**
- Sulfato de cobre*

* Adquirirlo en alguna ferretería

** El sulfato de amonio es un fertilizante que se expende en tiendas de autoservicio

*** La sal gruesa también puede ser adquirida en las tiendas.



PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Experimento A. Recristalización.

- Seleccionar al menos una de las sales anotadas en reactivos.
- Pesarse, en balanza granataria, la masa de la sal seleccionada que es necesaria para preparar la solución saturada; para ello consultar la tabla adjunta. Puede diluirse directamente la sal, sin pesar, hasta obtener una solución saturada.
- Agregar la sal 50 ml de agua caliente.
- Calentar la solución, sin llegar a temperatura de ebullición. En esta forma, se favorece la disolución; en caso de que la disolución sea total, agregar un poco más de la sal, de tal manera que sature la solución a temperaturas alta.
- En caso de que la solución presente turbidez o partículas en suspensión, pasarlo por papel filtro.
- Colocar de 5 a 10 mL de la solución caliente en un vidrio de reloj. Guardar el resto de la solución en un frasco (aguas madres). Sumergir, en el seno de esta solución, dos o tres cabellos evitando que se junten.
- Dejar enfriar en forma lenta y esperar uno o dos días.
- Retirar con una pinza los cabellos y colocarlos sobre papel absorbente. Para entonces, tendrán ayuda de la lupa, un monocristal en cada cabello, el que servirá como semilla. Retirar de cada cabello el resto de los cristales.
- Registrar las observaciones.

Sustancias recomendadas para recristalización y/o crecimiento de cristales

| Nombre y formula | Sistema cristalino | Peso sugerido (g) | Volumen de agua (mL) |
|--|--------------------|-------------------|----------------------|
| Sulfato cúprico. ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) | Triclínico | 32 | 100 |
| Cloruro de sodio (NaCl) | Cúbico | 34 | 100 |
| Dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) | Monoclínico | 13 | 100 |
| Sulfato de amonio ($(\text{NH}_2)_2\text{SO}_4$) | Ortorrómico | 75 | 100 |

Experimento B. Crecimiento de cristales

- Suspender el cabello con la semilla en la solución madre que se encuentre en el frasco, y agregar el contenido del vidrio de reloj. El cabello puede sostenerse por medio de una cinta adherente (masking tape) que se atraviesa en la boca del frasco.
- Tapar el frasco, improvisando una cubierta con papel poroso de tal forma que permita una evaporación lenta del agua la solución.



- Observar diariamente la variación de tamaño del cristal. Un crecimiento importante se hace manifiesto al cabo de tres o cuatro semana. Sin embargo es posible observar cambio día a día.

REGISTRO Y ORGANIZACIÓN DE DATOS

Registra los datos en forma ordenada y clara. Anotar la hora y el día en los frascos donde crecerán los cristales y en su cuaderno de trabajo.

CUESTIONARIO

1. ¿Cuál es la diferencia entre un cristal y un vidrio?
2. ¿Qué es una celda unitaria?
3. Describa los sistemas cristalinos que existen
4. ¿Que se conoce como el punto de saturación (solución sobresaturada)?
5. ¿Que se conoce como el hábito de cristal?

BIBLIOGRAFIA

- Burrons, J. A., Arthur, P. Smith., O., M. *Semimicro laboratory exercises in general chemistry*. 3ª. Ed. Mc. Millan Co. USA.
- Hurlbut C., *Minerals and man.*, Thames & Hudson., Suiza.



PRÁCTICA 4. SÍNTESIS DE SULFATO DE HIDRAZINA

OBJETIVO

Preparación de un compuesto inestable mediante condiciones de síntesis controladas.

INTRODUCCIÓN

Los dos compuestos hidrogenados del nitrógeno más importantes son el amoníaco (NH_3) y la hidrazina (N_2H_4). La hidrazina presenta propiedades básicas inferiores al amoníaco. Sin duda alguna, son sus propiedades redox las que le confieren interesantes aplicaciones. La hidrazina es un potente agente reductor, el cual puede reducir a una gran variedad de sustancias, tanto inorgánicas (metales, halógenos, sustancias oxidadas), como orgánicas (grupos carbonilos, nitro y nitrilo). Relacionado con su potente carácter reductor está su inestabilidad termodinámica frente a su descomposición (preferentemente en amoníaco y nitrógeno). No obstante, a temperatura ambiente dicha molécula es cinéticamente estable, por lo que se requieren temperaturas elevadas o la presencia de cationes metálicos que catalicen su descomposición.

La hidrazina y sus derivados son usados en una gran variedad de aplicaciones comerciales. De entre sus principales aplicaciones destacan su uso como combustible en cohetes; para la protección de calderas; como agentes espumantes para la industria del plástico; como iniciadores en reacciones de polimerización; en agricultura como herbicida, plaguicida y fungicida; en el tratamiento del agua; en productos farmacéuticos (ejemplo, tratamiento de la tuberculosis).

La obtención de la hidrazina puede realizarse por diversas vías, si bien, todas tienen en común que se centran de la oxidación del amoníaco o de la urea (un derivado del amoníaco). Como agentes oxidantes se emplean el hipoclorito de sodio, cloro o agua oxigenada. El proceso más utilizado es el de Raschig, en el cual se realiza de la oxidación amoníaco con hipoclorito. Las reacciones que tiene lugar son las siguientes:



La primera reacción es rápida, la cual se realiza en medio básico, con la formación de la cloramina y el hidróxido de sodio. Ambos productos participan conjuntamente con el amoníaco sin reaccionar en una siguiente reacción para dar la hidrazina. Esta reacción es lenta, por lo que requiere que se eleve la temperatura a unos 130°C . Una posterior serie de destilaciones permiten reciclar el amoníaco que no ha reaccionado y separar el residuo sólido de NaCl .

Existen dos problemas durante la síntesis de esta sustancia. El primero es la reacción paralela que tiene lugar entre la hidrazina formada y la cloramina, con la consiguiente pérdida del compuesto objeto de dicha síntesis.





Esta reacción está catalizada por trazas de cationes metálicos tales como Cu^{+2} . Para solventar este problema F. Raschig (1907) diseñó dicha síntesis en presencia de un agente acomplejante (secuestrador) de tales cationes, con incorporación de gelatina, albúmina, almidón o pegamento en el medio de reacción.

El segundo problema está relacionado con la inestabilidad térmica del compuesto, motivo por el cual, durante la destilación para la separación del residuo sólido (a 120.5°C) parte descompone. Por ello, si no se requiere específicamente el compuesto, durante la reacción, mediante la adición de ácido sulfúrico, se puede obtener el sulfato de hidrazina, el cual es ligeramente soluble en agua fría (aproximadamente 2.5 % a 15°C). De este modo, se evita la etapa de destilación, a la vez que el compuesto obtenido es más estable que la hidrazina.

MATERIAL Y REACTIVOS

a) Material

- 1 Agitador de vidrio
- 1 Embudo büchner
- 1 Parrilla de calentamiento
- 1 Pipeta
- 1 Piseta
- 3 Vasos de precipitados
- 5 Tubos de ensaye

b) Reactivos

- Ácido clorhídrico
- Ácido sulfúrico
- Almidón o gelatina
- Amoniaco
- Cloruro ferrico
- Etano
- Hidroxido de sodio
- Hipoclorito sódico
- Iodato potásico
- Molibdato de amonio
- Nitrato de Hg (I)
- Nitrato de plata
- Permanganato de potasio
- Sulfato de cobre (II) amoniacal
- Tetraclorometano
- Viruta de cinc
- Yoduro de potasio



DESARROLLO EXPERIMENTAL

Receta adaptada de Grubitsch H; Química Inorgánica Experimental, Aguilar, 1959. Pag 315

a.- Preparación de una disolución de gelatina

Se disuelven 0.25 g del agente acomplejante (almidón o gelatina) en 2.5 ml de agua templada (inferior a 60°C en el caso de la gelatina a fin de evitar que se reduzca). Una vez disuelto se diluye con agua fría hasta un volumen de 6 ml.

b.- Síntesis del sulfato de hidrazina

La síntesis se realizará en dos etapas, siguiendo el proceso Raschig



En campana, verter 12 ml de amoníaco concentrado en un vaso de 150 ml. Incorporar toda la disolución del agente acomplejante anteriormente preparada, junto con 6 ml de una disolución 1 N de hipoclorito sódico. Con agitación, calentar a ebullición dicha disolución entre un cuarto y una media hora, con el fin de acelerar la reacción de formación de la hidrazina a la vez que se expulsa el exceso de amoníaco que queda sin reaccionar. Detener la ebullición cuando el volumen de la disolución se ha reducido hasta unos 8 ml (si se aprecia la formación de un precipitado, en el caso de haber concentrado la disolución en exceso, añadir unos mililitros de agua destilada hasta su redisolución). Se enfría la disolución en un baño de hielo. Añadir sobre esta disolución, gota a gota, una disolución de ácido sulfúrico (5 N) hasta alcanzar un pH 8-7. Dejar reposar hasta que se formen precipitados del agente acomplejante. Seguidamente, dicha disolución se filtra con un embudo alemán y el filtrado, en baño de hielo, se acidifica fuertemente mediante la adición, gota a gota, de ácido sulfúrico (15 N) (entorno a unos 5 ml). Dejar reposar hasta que cese la efervescencia. A continuación se añaden unos 50 ml de etanol con el fin de forzar la cristalización. Se deja reposar el precipitado, y finalmente se filtra a vacío en un embudo büchner. (En la actualidad existe una controversia sobre el carácter cancerígeno de la hidrazina; por ello se aconseja evitar el contacto con el precipitado). Se lava el precipitado con etanol. Dejar secar en vacío. Determinar el rendimiento.

PROPIEDADES REDUCTORAS DE LA HIDRAZINA

a.- Ensayos

Preparar 100 ml de una disolución de sulfato de hidrazina 0.02 M, y separar en siete porciones en tubos de ensayo

a) Añadir una disolución de sulfato de cobre (II) amoniacal.



- b) Añadir una disolución de molibdato de amonio
- c) Añadir una disolución de nitrato de plata.
- d) Añadir una disolución acidificada de permanganato de potasio.
- e) Añadir una disolución de I_2 en KI .
- f) Añadir a una disolución de $FeCl_3$, añadir unas gotas de $NaOH$, calentar a la llama, y situar un papel humedecido con nitrato de $Hg(l)$ a la salida del tubo de ensayo.
- g) Añadir una viruta de cinc, acidificar con HCl , agitar durante unos minutos. Decantar la disolución en otro tubo, e incorporar a esa disolución $NaOH$. Calentar a la llama, y realizar el mismo ensayo que anteriormente con el papel humedecido con nitrato de $Hg(l)$.

b.- Valoración

A 25 ml de disolución de sulfato de hidrazina 0.02 M, añadir 30 ml de ácido clorhídrico concentrado y 5 ml de tetraclorometano. Valorar dicha disolución con una disolución de iodato potásico 0.05 M, con agitación vigorosa hasta que la capa orgánica de color púrpura de colore.

CUESTIONARIO

1. ¿Qué es un elemento representativo?
2. ¿Qué es un agente oxidante y un agente reductor?
3. ¿Cuál es la función del permanganato de potasio en la práctica?
4. ¿Qué es un agente acomplejante?
5. ¿Mencione dos ejemplos de agentes acomplejantes?

BIBLIOGRAFIA

Büchner W, Schliebs R, Winter G, Büchel KH; Industrial Inorganic Chemistry, VHC, 1985.

Schmidt EW; Hydrazine and its Derivatives: Preparation, Properties, Applications, John Wiley & Sons, 1984.

Thompson D; Industrial Inorganic Chemicals: Production and Uses, The Royal Society of Chemistry, 1995.



PRÁCTICA 5. FORMACIÓN Y OBSERVACIÓN DE COMPLEJOS

OBJETIVO

Sintetizar un compuesto de coordinación y determinar su índice de coordinación.

INTRODUCCIÓN

Los compuestos químicos formados a partir de sus elementos constitutivos pueden ser de tipo iónico o molecular. Del primer tipo tenemos el NaCl y del segundo moléculas como el NH₃. La explicación que damos a la formación de estos compuestos se fundamenta en su estructura electrónica y en sus propiedades macroscópicas. Las propiedades de ellos difieren radicalmente de las de los elementos que les dieron origen. Estos compuestos los llamamos simples.

Por otro lado se han conocido desde hace unos tres siglos un grupo de compuestos, muchos de ellos coloreados y principalmente de los metales de transición, que se forman a partir de moléculas preformadas. Debido a su dificultad para explicarlos se les dio el nombre de *complejos*. Sólo a finales del siglo XIX se encontraron explicaciones adecuadas por parte del químico alemán Alfred Werner, dando inicio a lo que hoy se llama la **Química de la coordinación**.

Siguiendo los lineamientos de la Teoría de Enlace de Valencia estos compuestos se explican por moléculas que tienen pares electrónicos (bases de Lewis), que coordinan con orbitales vacíos existentes en los elementos metálicos (ácidos de Lewis).

La mayoría de los iones de los átomos metálicos aceptan entre 2 y 12 especies ricas en electrones, que se van a denominar **ligandos**. El número de especies que el ion metálico acepta se denomina **número de coordinación** y los más comunes son 2, 4 y 6. Ejemplos:

- [Ag(NH₃)₂]⁺ Ion diamínplata(I)
- [Cu(H₂O)₄]⁺² Ion tetraacuocobre(II)
- [Fe(CN)₆]⁻⁴ Ion hexacianoferrato(II)
- [Ni(CO)₄] tetracarbonilníquel(0)

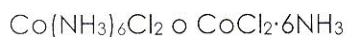
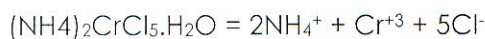
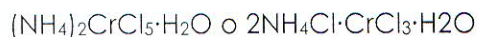
Estos compuestos presentan propiedades de isomería, lo cual tiene una estrecha relación con su disposición espacial, siendo las geometrías más comunes las lineales, tetraédricas, planas cuadradas y octaédricas. La teoría de enlace de valencia explica la geometría a través del concepto de hibridación, así:

- sp lineal
- sp³ tetraédrica
- sp³d² octaédrica
- dsp² plana cuadrada

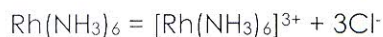
Es necesario comprender dos conceptos muy ligados como son las llamadas sales dobles o complejos normales o de coordinación externa y los complejos de



penetración. Los primeros se caracterizan porque al ser disueltos en un solvente apropiado, presentan las propiedades físicas y químicas de cada componente, ion o molécula, combinados. Por ejemplo:



Los complejos de penetración son aquellos que en solución existen en forma de agregados iónicos de mayor estabilidad que las sales dobles. Por ejemplo:



En este laboratorio vamos a estudiar algunos complejos y observar fundamentalmente su color, que es muy útil para su identificación en la química analítica cualitativa.

MATERIAL Y REACTIVOS

a) Material

- 10 Tubos de ensayo pequeños
- 2 Pipetas graduadas de 5 mL
- 2 Vasos de precipitados de 100 mL

b) Reactivos

Solución de nitrato de los cationes empleados en análisis cualitativo (hierro (II), cobalto (II), níquel (II), cromo (III), cobre (II), cinc (II), aluminio (III)).

- Acido clorhídrico (HCl) 2 M
- Ferrocianuro de potasio ($\text{C}_6\text{FeK}_4\text{N}_6 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$)
- Peróxido de hidrógeno (H_2O_2)
- Sulfocianuro de potasio (KSCN)
- Tiocianato de potasio o de amonio saturado Alcohol amílico
- Amoníaco (NH_3)
- Hidróxido de sodio (NaOH)
- Solución amoniacal de la dimetilgloxima



DESARROLLO EXPERIMENTAL

1. En uno de los tubos de ensayo deposite 1 mL de la solución de hierro, en otro 1 mL de la solución de cobalto, en otro cromo, de la misma manera proceda con el cobre, cinc y el aluminio. Obsérvelas y anote sus colores.

Escriba la configuración electrónica de cada elemento teniendo en cuenta sus estados de oxidación:

- Fe:
- Co:
- Ni:
- Cr:
- Zn:
- Cu:
- Al:

¿Qué relación observa entre la configuración electrónica de los iones que poseen color?

2. Pruebas para el hierro:

a) En un tubo vacío deposite de 1 a 2 mL poco de la solución de hierro (II) y adiciónale 5 gotas de HCl 2 M y otras de ferrocianuro de potasio.

Reacción:

b) En otro tubo con nueva solución agregue 5 gotas de HCl 2 M y otras de peróxido de hidrógeno y luego un poco de sulfocianuro de potasio o de amonio.

Reacción:

c) Proceda de manera similar a la anterior pero en vez de sulfocianuro agregue ferrocianuro de potasio.

Reacción:

3. Pruebas para el cobalto:

a) Moje un pedazo de algodón con la solución de cobalto, observar un cambio en el color del algodón e introdúzcala en la estufa y caliente hasta 110 °C.

Reacción:



b) Deposite en un tubo 0,5 mL de la solución de cobalto y agregue 5 gotas tiocianato de potasio o de amonio saturado y 1 mL de alcohol amílico.

Reacción:

c) A un mL de la solución adicione 3 gotas de amoniaco. Observe.

Reacción:

Al mismo tubo agregue más amoniaco hasta que todo el precipitado disuelva.

Reacción:

En un vaso de precipitados deposite la solución y déjela expuesta al aire durante 10 minutos.

Reacción:

4. **Pruebas para el zinc:** a un tubo de ensayo deposite 2 mL de la solución y adicione gota a gota NaOH. Observe si hay formación de precipitado. Adicione más NaOH y observe lo que ocurre con el precipitado.

5. **Pruebas para el aluminio:** Proceda en forma similar al procedimiento hecho para el Zn.

6. Pruebas para el níquel

a) Tome 5 gotas de la solución de níquel y agréguele 2 o 3 gotas de la solución amoniacal de la dimetilgloxima.

Reacción:

b) A un poco de la solución de níquel agregue gota a gota solución de amoniaco y observe el precipitado.

Reacción:

Adicione más amoniaco hasta que disuelva el precipitado.

Reacción:

7. Pruebas para el cromo:

Adicione un mL de la solución de cromo y adiciónale 5 gotas de la solución de amoniaco.

Reacción:

8. Pruebas para el cobre

A un mL de la solución de cobre adiciónale 5 gotas de amoniaco. Observe los cambios de color.

Reacción:

CUESTIONARIO

1. ¿Qué es un quelato?
2. Describa la clasificación de los agentes quelantes
3. Investigue los usos de los agentes quelantes. Cuales son los más importantes.
2. Realice todas las reacciones químicas correspondientes.

BIBLIOGRAFÍA

1. Manual del Laboratorio de Química. Dawson, J. W. Ed. Interamericana. México.
2. Métodos de Laboratorio Químico. Fundamentos de Química. Brescia, F. Centro Regional de Ayuda Técnica. México.
3. Prácticas de Química General. Holum John, R. Centro Regional de Ayuda Técnica. México.
4. Laboratorio de Química e Investigación. Ferguson, H. W. Publicaciones Cultural, S. A. México.



PRÁCTICA 6. PREPARACIÓN DE PIGMENTOS

OBJETIVO

- Elaborar un pigmento de origen inorgánico.
- Determinar el estado de oxidación que presenta el elemento químico del pigmento
- Determinar el estado de transición

INTRODUCCIÓN

Los pigmentos son sustancias coloridas, orgánicas e inorgánicas que se emplean en la fabricación de pinturas y tintas. El problema de la preparación de pigmentos, es muy complejo, ya que el color y tono dependen de la presencia o ausencia de impurezas, las condiciones de precipitación del pigmento y la finura de las partículas.

Algunos pigmentos se aplican en solución acuosa y otros en aceites vegetales o resinas orgánicas. En esta práctica se pretende hacer notar una de las diversas aplicaciones de compuestos inorgánicos como son los pigmentos.

MATERIAL Y REACTIVOS

a) Material

- 1 Crisol
- 1 Mortero
- 1 Pesafiltros
- 2 Matraces Erlenmeyer de 100 mL
- 2 Pipetas
- 4 Tubos de ensaye
- 5 Vasos de precipitados de 100 mL
- Papel filtro
- Papel indicador de pH

b) Reactivo

- Aceite de linaza
- Ácido sulfúrico 0.1N
- Bióxido de manganeso
- Clorato de potasio
- Lithopón
- Molibdato de amonio (indicador)
- Óxido de plomo (Pb_3O_4)
- Óxido de zinc (ZnO)



- Solución de ácido tánico 0.1 M
- Solución de cromato de sodio 0.1 M
- Solución de dicromato de sodio 0.1 M
- Solución de ferrocianuro de potasio 0.1 M
- Solución de ferrocianuro de potasio 0.1N
- Solución de hidróxido de amonio (1:3)
- Solución de hidróxido de sodio 0.1 M
- Solución de nitrato de plomo 0.1 M
- Solución de sulfato de fierro y amonio 0.1 M

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

AZUL DE PRUSIA (pigmento azul).- Vierta en un vaso de precipitado 5 mL de solución 0.1 M de sulfato de fierro y amonio y agregue 5 mL de solución 0.1 M de ferrocianuro de potasio, observe la coloración y vierta su pigmento en el recipiente adecuado para su posterior filtrado y secado.

AMARILLO CROMO (pigmento amarilla).- Vierta 5 mL de solución 0.1 M de nitrato de plomo en un vaso de precipitado y agregue 5 mL de solución 0.1 M de dicromato de potasio, observe la coloración y vierta en el frasco correspondiente.

CROMATO BASICO DE PLOMO (pigmento anaranjado).- En un vaso de precipitado ponga 5 mL de solución 0.1 M de nitrato de plomo y agregue 2.5 mL de solución 0.1 M de cromato de sodio; en otro vaso de precipitado coloque 5 mL de solución 0.1 M de nitrato de plomo y 2 mL de solución de hidróxido de sodio; mezcle las dos soluciones y viértalas en un vaso de precipitado grande, caliente suavemente y añada un poco de agua si es necesario.

HIDROXIDO DE PLOMO (pigmento blanco).- En un matraz Erlenmeyer coloque 10 mL de la solución 0.1 M de nitrato de plomo y agregue suficiente solución (1:3) de hidróxido de amonio, para que precipite todo el hidróxido de plomo, vierta el pigmento en el frasco correspondiente.

TANATO FERRICO (pigmento blanco).- En un vaso de precipitado vierta 5 mL de solución 0.1 M de sulfato de fierro y amonio y agregue 5 mL de solución 0.1 M de ácido tánico. Vacíe su pigmento en el frasco correspondiente.

PREPARACIÓN DE TINTA Y PINTURAS.

TINTAS.- Se preparaban antiguamente mediante hollín y un disolvente, actualmente se preparan mediante productos químicos.



TECNICA

En un vaso de precipitado, coloque el azul de Prusia y caliente lentamente, agregue unos pedacitos de goma arábica y agite continuamente; evapore la solución hasta la mitad, deje enfriar y pruebe la tinta.

PINTURAS. - Las pinturas tienen diversas funciones, entre ellas, la de protectora, decorativa, artística, seguridad y otras.

Los cinco componentes de una pintura ordinaria son:

1. El pigmento.
2. El cuerpo.
3. El vehículo.
4. El adelgazador,
5. El secador.

PREPARACIÓN DE PINTURAS:

PREPARACION DE PINTURA VERDE PISTACHE.- Pese 2.0 g de óxido de zinc y mézclelo según sea necesario con un pigmento; muela bien la mezcla hasta homogeneizarla completamente, agregue 1 mL de aceite de linaza, agregue trementina si es necesario, agite y pruebe su pintura en un pedazo de madera.

PREPARACION DE NARANJA DE PLOMO.- Se coloca en un mortero 1.0 g de óxido de plomo (Pb_3O_4) y 1 g de óxido de zinc (ZnO); se homogeniza totalmente, pase la mezcla a un tubo de ensaye y agregue aceite de linaza, agite bien hasta que se forme una pasta suave, pruebe su pintura en un pedazo de madera.

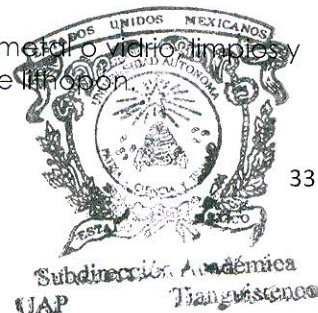
PREPARACIÓN DE PINTURA NEGRA.- Ponga 1.0 g de bióxido de manganeso y agregue unas gotas de aceite de linaza, moviendo hasta que se tenga una pasta consistente (pruebe su pintura en un pedazo de madera).

ANÁLISIS DE PIGMENTOS.

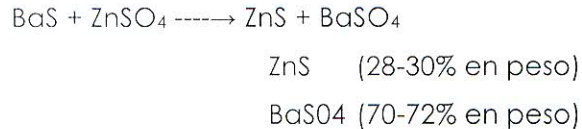
Dada la gran diversidad de pigmentos, los análisis se seleccionarán de acuerdo al pigmento.

ANÁLISIS DE LITHOPON .

Se toman muestras de lithopón y se envasan en recipientes de metal o vidrio limpios y secos, con cierre hermético y opacos para evitar el deterioro de lithopon.



El lithopón es un pigmento blanco pesado llamado también de Chartón, blanco de Orr o blanco de Griffith de densidad de 4.2 a 4.3 con índice de refracción respecto al aire entre 1.99 y 2.04. Está constituido por sulfuro de zinc y sulfato de bario, y se puede obtener de la siguiente forma:



Determinación del sulfato de bario por precipitación.

Un gramo de lithopón, se humedece con agua destilada, se trata con 10 mL de HCl concentrado y un gramo de clorato de potasio, hiérvase hasta que desaparezca el olor característico a ácido sulfhídrico y el color amarillento del cloro, agregar 50 mL de agua destilada, fíltrese en papel filtro de cenizas conocidas; y el papel filtro calcínelo en un crisol tarado y repórtese en %.

CÁLCULOS.

$$\% \text{BaSO}_4 = \frac{F \times P \times 100}{M}$$

F = Factor gravimétrico.

P = Peso del precipitado.

M = Masa de la muestra

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO TOTAL DE ZINC POR VOLUMETRÍA.

TECNICA

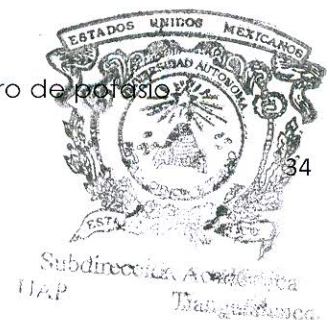
Una muestra de 1.0 g de lithopón se diluye en 100 mL de agua destilada, se toma una parte (50 mL) y se le agrega hidróxido de amonio y ácido sulfúrico hasta alcanzar un pH de 5, se calienta y se titula con una solución normal de ferrocianuro de potasio, como indicador se usa el molibdato de amonio.

El punto final de la reacción se obtiene cuando al agregar una gota de indicador se obtiene una coloración café.

CÁLCULOS.

$$\% \text{Zn} = \frac{N \times \text{mL} \times F \times 100}{V}$$

N = Normalidad del ferrocianuro de potasio



mL = Mililitros de ferrocianuro gastado
F = Factor volumétrico (Zn/ZnS = 0. 610).
V = Volumen de muestra en mL

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD POR DESECACIÓN A MASA CONSTANTE

Por un pesafiltros puesto a peso constante (P_1) en estufa a 105°C se pesan de 3 a 5 g de pigmento (P_m) se meten en la estufa y se secan a $105-110^\circ\text{C}$ hasta peso constante (P_2) se calcula la humedad en tanto por ciento.

CÁLCULOS

$$\% \text{ de humedad} = \frac{(P_2 - P_1) \times 100}{P_m}$$

P_2 = Peso del crisol y muestra después de secar.

P_1 = Peso del crisol.

P_m = Peso de la muestra.

CUESTIONARIO

- 1.- ¿Cuáles son los principales usos de los pigmentos inorgánicos?
2. - Haga una clasificación de los pigmentos inorgánicos en base al color.
- 3.- ¿A qué se debe el color de los pigmentos inorgánicos?
- 4.- Explique la diferencia entre los conceptos de pigmento y colorante.

BIBLIOGRAFÍA

1. Manual del Laboratorio de Química. Dawson, J. W. Ed. Interamericana. México.
2. Experimental Inorganic Chemistry. Cambridge University. London.
3. Métodos de Laboratorio Químico. Fundamentos de Química. Brescia, F. Centro Regional de Ayuda Técnica. México.
4. Prácticas de Química General. Holum John, R. Centro Regional de Ayuda Técnica. México.
5. Química Práctica Básica. Negro A. F. Ed. Alhambra. Madrid.
6. Laboratorio de Química e Investigación. Ferguson, H. W. Publicaciones Culturales A. México.



BIBLIOGRAFIA

web.uaemex.mx/laboratoriosytalleres/LineGeneDeHigienySeguridad.html (fecha de consulta, 25 de enero de 2017).

Echeverry, L. L., Ramírez, L. L. (2012). Elaboración del manual de química inorgánica y guía de tratamiento de residuos peligrosos (RESPEL). Trabajo de grado). Programa de Química Industrial. Facultad de Tecnología. Universidad Tecnológica de Pereira. Pereira.

Prácticas de química inorgánica II. División de Ciencias Básica. Unidad Azcapotzalco. Universidad Autónoma Metropolitana. (2004)

Manual de prácticas de laboratorio de química inorgánica. Laboratorio de Química, División de Ciencias e Ingeniería. Universidad de Quintana Roo.

Alcañiz, M. (2007). Manual de síntesis de compuestos inorgánicos en el laboratorio. España: Publicaciones Universidad de Alicante.

