

PRÁCTICA 1. PRIMERA PARTE. PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES.

OBJETIVOS.

- ADQUIRIR DESTREZA EN EL TRABAJO DE LABORATORIO.
- APRENDER A MANEJAR CORRECTAMENTE LAS BALANZAS.
- APRENDER A DISTINGUIR Y MANEJAR CORRECTAMENTE EL MATERIAL PARA LA MEDIDA DE LOS VOLÚMENES.
- PREPARAR DISOLUCIONES E IDENTIFICAR LAS DISTINTAS MANERAS DE EXPRESAR SU CONCENTRACIÓN.

DESCRIPCIÓN DE OPERACIONES.

1. MEDIDA DE MASAS.

Cuando queremos preparar disoluciones tenemos que tener en cuenta que las mismas son mezclas homogéneas (es decir, cuando se termina la preparación, sólo se distingue una sola fase, LA DISOLUCIÓN) de dos componentes (trabajaremos con disoluciones binarias), uno que está en mayoría: EL DISOLVENTE, y otro que lo está en minoría: EL SOLUTO.

Los disolventes pueden tener cualquier estado de agregación, nosotros trabajaremos con líquidos, y los solutos también, exclusivamente trabajaremos con solutos sólidos o con solutos líquidos.

Para preparar disoluciones con solutos sólidos, usaremos la balanza, pesaremos el soluto sólido en un vaso de precipitados (véase la presentación “power point” del material de vidrio de Laboratorio que se colgará en MiULPGC junto con este documento). Lo primero que haremos es depositar el vaso vacío, limpio y seco en la balanza, cerramos la puerta de la balanza, si la tuviese, y una vez que haya alcanzado el valor del peso, apretamos la tecla de tarado (tarar significa poner a cero el peso del recipiente). Una vez conseguido esto se añade la cantidad de soluto necesaria para preparar la disolución.

Se toma el vaso con el soluto y se añaden porciones de disolvente y se traslada el soluto con esas porciones de disolvente al matraz aforado (véase la presentación antes mencionada) lugar éste donde se finalizará la preparación de la disolución.

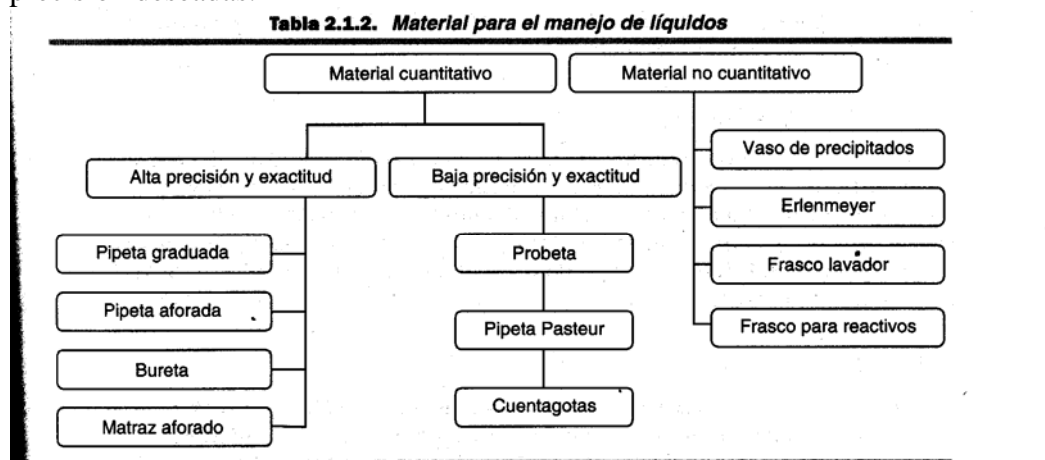
A la hora de pesar, es conveniente recordar una serie de normas generales para asegurarnos una correcta medida de la masa y un buen mantenimiento de los equipos:

- Tratar las balanzas con cuidado, evitando golpes y vibraciones y derrames.
- Evitar dar golpes o apoyarse en las mesas mientras se pesa. Las balanzas se suelen colocar en mesas antivibratorias.
- Ubicar la balanza correctamente, evitando radiación solar directa y las corrientes de aire.
- Comprobar que la balanza esté correctamente nivelada antes de su uso.
- No exceder nunca la capacidad máxima de pesado en la balanza. Esto es, si la balanza está diseñada para pesar hasta un peso máximo de 200 g no superar nunca este peso.

- Comprobar que la balanza esté limpia antes de usarse y dejarla limpia después de su uso.
- Nunca se deben pesar las sustancias directamente sobre el platillo, y tampoco usar papel de aluminio, se debe usar pesasustancias, vasos de precipitado, vidrio de reloj, etc. Cuando se vaya a pesar colocar el depósito contenedor en el centro del platillo.
- No manipular los productos químicos con las manos: utilizar espátulas que estén limpias y secas.
- Los líquidos y los sólidos que toman humedad del ambiente con facilidad (altamente higroscópicos) deben ser pesados en recipientes cerrados. Igual que los líquidos y sólidos volátiles (que se evaporan con facilidad).
- Los objetos a pesar deben estar atemperados (a la temperatura ambiente del laboratorio), ni calientes ni fríos.
- Cuando no se está usando la balanza, si ésta está provista de puertas, éstas deben permanecer cerradas. Así mismo, deben cerrarse en el momento de la medida.
- Si te pasas en la cantidad deseada, jamás devuelvas el exceso al envase del producto químico, dado que contaminarías el resto del envase.

2. MEDIDA DE VOLÚMENES.

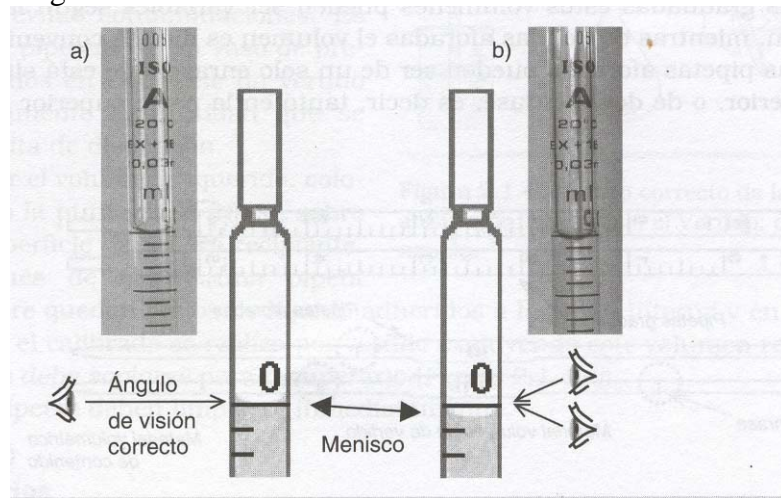
La medida de los volúmenes, otra operación común en el laboratorio de Química, puede realizarse con diferentes utensilios (probetas, buretas, pipetas, etc., véase la presentación de material de vidrio), en función de la exactitud y precisión deseadas.



Como puede verse utensilios como los vasos de precipitados o los matraces Erlenmeyer (véase la presentación) no sirven para medir los volúmenes, sólo son contenedores de líquidos. Por otro lado, las probetas, pipetas, buretas y matraces aforados se conocen en general como material de vidrio y pueden utilizarse para medir volúmenes; se emplean probetas si no se requiere una gran exactitud, las pipetas y las buretas si se necesita verter volúmenes exactos y precisos y los matraces aforados si es necesario para preparar volúmenes exactos y precisos de disoluciones.

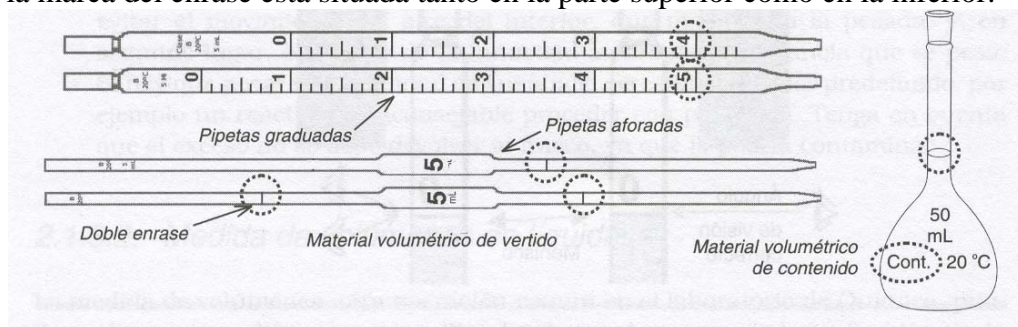
Un aspecto fundamental en todas las medidas de volumen se conoce como el enrase. Cualquier líquido dentro de un capilar forma un menisco, cóncavo para la mayoría de los líquidos (para el mercurio es convexo). La calibración se efectúa grabando marcas en el material volumétrico que, por

convenio, se realizan siempre considerando la parte inferior del menisco del líquido tangente a la marca, y así se deben realizar todas las medidas. Estas lecturas o enrasos deben hacerse mirando en la horizontal del menisco desde arriba se producirá un error por defecto y desde abajo un error por exceso, véase la figura siguiente:



PROBETAS. Se utilizan en ensayos cuantitativos, para preparar reactivos cuya concentración no es importante, para medir volúmenes mínimos para disolver reactivos, para medir volúmenes de disoluciones reguladoras de pH, etc. El procedimiento de su uso es sencillo y rápido: 1) Comprobar la limpieza y secado de la misma. 2) Añadir el líquido que se quiere medir hasta la señal de la escala, practicando el enrase. 3) Transferir el líquido al nuevo recipiente.

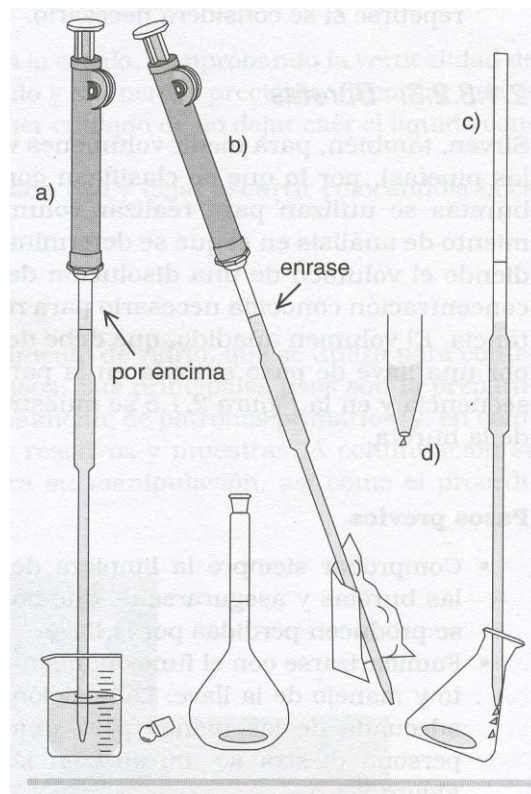
PIPETAS. Material volumétrico, generalmente de vidrio de alta calidad, que sirve para el transvase entre recipientes de volúmenes perfectamente conocidos (alícuota). Las pipetas se clasifican como material volumétrico de vertido. En el caso de las pipetas graduadas estos volúmenes pueden ser variables según la escala de fabricación, mientras que las aforadas pueden ser de un solo enrase, que está situado en la parte superior, o de doble enrase, es decir, la marca del enrase está situada tanto en la parte superior como en la inferior.



Normas de uso de las pipetas:

- Las pipetas de vidrio, las más utilizadas en el laboratorio, son muy frágiles y se deben tratar siempre con suavidad.
- No pipetear nunca aspirando con la boca; utilizar siempre sistemas de aspiración auxiliar.
- Las pipetas deben estar calibradas, aspecto que se verá en la otra parte de la práctica.
- Las pipetas no se secan en la estufa ni se meten en el frigorífico.

- No se pipetea directamente del frasco de reactivo o del frasco lavador para evitar contaminaciones. Se coloca el líquido que se quiere trasvasar en un vaso de precipitados y se toma el líquido (alícuota) desde ahí.
- Vaciar el volumen requerido, colocando la punta de la pipeta sobre la superficie del nuevo recipiente.
- Después de vaciar la pipeta siempre quedan restos de líquido adheridos a sus paredes internas y en la punta. Como el calibrado se realiza por vertido excluyendo este volumen remanente, nunca debe soplarlo para recuperarlo.
- Las pipetas deben limpiarse inmediatamente después de su uso.



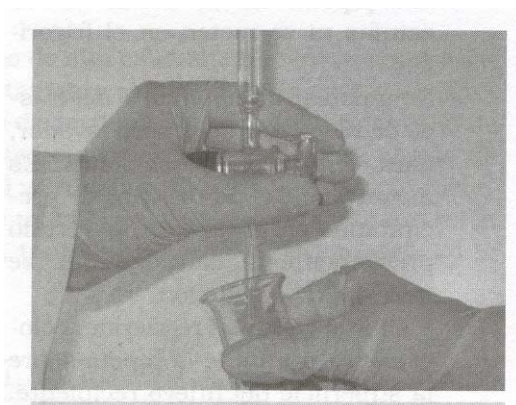
BURETAS. Sirven también para medir volúmenes vertidos con alta precisión mayor que las pipetas. Se clasifican como material volumétrico de vertido. Las buretas se utilizan para realizar volumetrías (las usaremos en la 2ª práctica). Una volumetría es un procedimiento de análisis en el que se determina la concentración de una sustancia, midiendo el volumen de una disolución de un reactivo (denominado agente valorante) de concentración conocida necesario para reaccionar completamente con dicha sustancia cuya concentración se quiere conocer. El volumen añadido, que debe determinarse con exactitud, es controlado por una llave de paso situada en la parte inferior de la bureta.

- Comprobar siempre la limpieza de las buretas y asegurarse de que no se producen pérdidas a través de la llave.
- Familiarizarse con el funcionamiento y manejo de la llave. La posición adecuada de las manos para una persona diestra se muestra en la siguiente Figura.
- Homogeneizar los líquidos antes de colocarlos en la bureta.

- Hacer caso de las normas correctas del llenado de las buretas.

Llenado:

- Comprobar que la llave está cerrada.
- Llenar la bureta con el agente valorante por encima del cero de la escala (parte superior de la bureta).
- Comprobar que no hay burbujas de aire.
- Dejar salir el líquido abriendo la llave hasta comprobar que en la parte inferior de la bureta, por debajo de la llave, esté llena (no hayan cámaras de aire). Este descuido constituye una fuente de error habitual.
- Enrasar a cero.



MATRACES AFORADOS. Material volumétrico y calibrado, generalmente de vidrio, que se utiliza para contener volúmenes de líquidos exactos y precisos. Sus principales usos son la preparación de disoluciones de reactivos y, en combinación con las pipetas, se usan también para diluir reactivos y muestras.

- Los matraces aforados deben estar limpios y enjuagados con agua destilada antes de su uso.
- Los matraces aforados deben calibrarse (2ª parte de la práctica).
- A menudo no es necesario secarlos, ya que la mayoría de las disoluciones son acuosas. Si fuese necesario dejarlos escurrir boca abajo, o hacerles pasar una corriente de nitrógeno. Nunca se deben meter en estufa si van a ser usados como utensilios volumétricos.
- Los matraces no se meten en el frigorífico, ya que pierden su calibración.

Preparamos una disolución con los matraces aforados. Tenemos al soluto pesado en un vaso de precipitados.

1. Transvase total (cuantitativo) del soluto desde el vaso de precipitados al matraz aforado. Esto se consigue con porciones de disolvente que se añaden al vaso de precipitados donde está el soluto, agitamos y vertemos en el matraz aforado. Esto lo debemos hacer varias veces, incluso cuando creamos que ya está todo el soluto dentro del matraz aforado. Cuando no se tiene mucha destreza es conveniente usar un embudo para no derramar el transvase del soluto. Después se debe

enjuagar también el embudo para que no queden restos de soluto en él.

2. Enrase. Debe hacerse con cuidado, ya que si se supera la marca resulta imposible asegurar el volumen y, por tanto, la concentración de la disolución preparada (o sea, habría que volver a prepararla). Cuando estemos llegando a la marca, es conveniente usar cuentagotas cuando no se tiene demasiada práctica.
3. Homogeneización. Debido al propio procedimiento de uso, una vez realizado el enrase es conveniente agitar, dado que la concentración del reactivo en el fondo de los matraces no es igual que la de la parte superior (el fondo estará más concentrado que la parte alta del matraz). Con la agitación se consigue la homogeneidad de la concentración de la disolución.

Si los solutos son líquidos, éstos se toman en la cantidad calculada, mediante pipetas (graduadas o aforadas) o buretas, y se llevan a los matraces aforados. Posteriormente, se añade directamente al matraz aforado el disolvente hasta el enrase.

DISOLUCIONES A PREPARAR:

1. Disolución de ácido clorhídrico, 0.1 M.

- a. Sabiendo que el ácido clorhídrico es un soluto líquido que no es más que una disolución concentrada de cloruro de hidrógeno (gas) disuelto en agua. Y que los datos de dicha disolución son:
 - i. Peso molecular: 36.46 g/mol.
 - ii. Densidad 1.18 g/cm³.
 - iii. Riqueza 35%.

Calcular el volumen de ácido clorhídrico concentrado que hay que tomar con una pipeta, para llevarlo a un matraz aforado de 250 ml, y así preparar dicho volumen de disolución de clorhídrico 0.1 M.

2. Disolución de hidróxido sódico, 0.1 M.

- a. Sabiendo que el hidróxido sódico es un soluto sólido y que sus datos son:
 - i. Peso molecular: 40.00 g/mol.
 - ii. Riqueza 97%-

Calcular la masa de soluto que hay que pesar en una balanza con ayuda de un vaso de precipitados para preparar en matraz aforado de 250 ml, un volumen igual de disolución de hidróxido sódico 0.1 M.

3. Disolución de ácido acético, 0.25 N.

- a. Sabiendo que el ácido acético es un soluto líquido que no es más que una disolución concentrada de ácido acético en agua (se denomina ácido acético glacial). Y que los datos de dicha disolución son:
 - i. Peso molecular: 60.05 g/mol.
 - ii. Densidad 1.05 g/cm³.
 - iii. Riqueza 99.5%.

Calcular el volumen de ácido acético glacial que hay que tomar con una pipeta, para llevarlo a un matraz aforado de 250 ml, y así preparar dicho volumen de disolución de acético 0.25 N.

PRÁCTICA 1. SEGUNDA PARTE. CALIBRACIÓN DE INSTRUMENTAL DE VIDRIO.

INSTRUCCIONES GENERALES PARA LA CALIBRACIÓN.

- Todo el material volumétrico debe estar limpio.
- Los matraces aforados y las probetas deben estar secos y a temperatura ambiente.
- No es necesario secar las pipetas y las buretas.
- Los viales con tapón deben estar limpios, secos y a temperatura ambiente.
- Procurar no manipular en exceso los recipientes antes de pesar para evitar errores debidos a la humedad o a la grasa de las manos, o bien utilizar guantes de algodón.
- El agua destilada empleada en la calibración debe estar a temperatura ambiente.
- Aunque es preferible emplear una balanza analítica para la calibración, puede utilizarse una que aprecie hasta el miligramo.
- Una vez calibrado, el material volumétrico no debe introducirse en la estufa o el frigorífico porque perdería la calibración.

CALIBRACIÓN DE UNA PIPETA.

- Pesarse cinco viales vacíos con sus tapas correspondientes, cuidando de no intercambiar las tapas una vez pesados los viales. Se recomienda marcarlas previamente. Anotar en el cuaderno los pesos de los cinco viales.
- Seleccionar una pipeta, comprobar si es graduada o aforada, cargarla de agua hasta la marca, y verter el agua en el vial.
- Repetir cuatro veces más la operación.
- Pesarse los viales y por diferencia, calcular la masa de agua vertida en el vial.
- Medir la temperatura en el laboratorio y calcular el volumen de agua corregido a 20°C con ayuda de la Tabla siguiente.
- Calcular media y desviación estándar del volumen.

Tabla 2.2.4. Volumen ocupado por 1,000 g de agua

Temperatura °C	Volumen, mL	
	a T °C	Corregida a 20 °C
15	1,0019	1,0020
16	1,0021	1,0022
17	1,0022	1,0023
18	1,0024	1,0025
19	1,0026	1,0026
20	1,0028	1,0028
21	1,0030	1,0030
22	1,0033	1,0032
23	1,0035	1,0034
24	1,0037	1,0036
25	1,0040	1,0037

En la tabla anterior se dan, en función de la temperatura, el volumen en ml ocupado por 1.000 g de agua, así que la masa pesada por nosotros se compara, con la masa de 1.000 g de agua y el volumen que le corresponde en la tabla a 20°C, mediante una proporción podremos averiguar cuál es el volumen que le corresponde a la masa determinada:

$$\frac{\text{masa pesada por nosotros}}{1.000 \text{ g tabla}} = \frac{V \text{ agua pipeta}}{V \text{ tabla a } 20^{\circ}\text{C}}$$

De ahí despejamos el Volumen que estaba en la pipeta.

CALIBRACIÓN DE UN MATRAZ AFORADO.

- Pesar el matraz aforado limpio y seco con su tapón.
- Llenar de agua hasta la marca, comprobar que no hayan burbujas de aire. Y volver a pesar el matraz lleno con su tapón.
- Medir la temperatura del laboratorio.
- Usar la tabla anterior para estimar el volumen del matraz corregido a la temperatura de 20°C.
- Repetir el proceso varias veces.
- Extraer la media y la desviación estándar.