

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE CIUDAD JUÁREZ
INSTITUTO DE CIENCIAS BIOMÉDICAS
DEPARTAMENTO DE CIENCIAS BIOMÉDICAS



MANUAL DE PRÁCTICAS
ANÁLISIS INSTRUMENTAL (CQB-0023-18)

LICENCIATURAS EN BIOLOGÍA Y BIOTECNOLOGÍA

DR. ÁNGEL GABRIEL DÍAZ SÁNCHEZ
DRA. MARTHA PATRICIA OLIVAS SÁNCHEZ
DR. JOSÉ ALBERTO NÚÑEZ GASTÉLUM

VERSIÓN 2023

INDICE

	Pág.
Índice.....	i
Práctica 1. Reglamento y material de laboratorio.....	1
Práctica 2. Tipos de reacciones químicas.....	6
Práctica 3. Propiedades físicas, coligativas y ley de la conservación de la materia...	11
Práctica 4. Preparación de soluciones y diluciones.....	18
Práctica 5. Equilibrio químico y factores que lo afectan.....	24
Práctica 6. Equilibrio ácido base y valoración de soluciones	28
Práctica 7. Determinación del calor específico del agua, de un metal y materiales biológicos.....	34
Práctica 8. Cambio de entalpía en reacciones: Neutralización, solubilización y dilución.....	40
Práctica 9. Reacciones de identificación de grupos funcionales y tipos de compuestos.....	44
Práctica 10. Cuantificación de compuestos por métodos espectrofotométricos: ley de Lambert-Beer	49
Práctica 11. Factores que afectan la velocidad de reacciones químicas.....	55
Práctica 12. Aislamiento de compuestos a partir de matrices vegetales.....	59
Práctica 13. Aislamiento de compuestos a partir productos comerciales.....	65

PRÁCTICA 1. REGLAMENTO Y MATERIAL DE LABORATORIO

INTRODUCCIÓN

La filosofía básica de todas las normas de seguridad se resume en dos palabras, conocimiento y sentido común. Naturalmente, si no se conocen los riesgos que entraña el manejo de un determinado producto o reacción química, difícilmente se podrán tomar las medidas adecuadas. Sin embargo, una vez que se tienen los conocimientos necesarios podemos entender que las normas de seguridad de laboratorio consisten en un continuo ejercicio de sentido común (Garcia, 2007).

Una vez que el usuario tiene conocimiento de las normas de seguridad sobre los reactivos, materiales y procedimientos a realizar, podemos clasificar las medidas de seguridad en el laboratorio como: protección personal y condiciones de la infraestructura. Para poder ahondar en dichas medidas, el Instituto de Ciencias Biomédicas de la Universidad Autónoma de Ciudad Juárez cuenta con un Reglamento de Seguridad e Higiene para los laboratorios, mismo que se encuentra visible en todos los laboratorios para su consulta.



Se recomienda al instructor que los alumnos lo analicen durante ésta sesión práctica. Por otro lado, para el trabajo de laboratorio es de gran importancia conocer los instrumentos básicos y reactivos que se emplean, para poder utilizarlos adecuadamente. El equipo y material de laboratorio se puede clasificar de la siguiente forma (Chen y col., 2014):

- **Sistemas de calefacción:** Existen diversos sistemas de calefacción, como mantos calefactores, placas eléctricas, estufas, muflas y mecheros. El sistema que se elija dependerá del tipo de proceso que se realice y de la naturaleza del compuesto a calentar.
- **Medición de temperatura:** La medición de la energía calórica involucra el concepto de temperatura, que es una medida de la intensidad de calor y se expresa en grados Celsius ($^{\circ}\text{C}$), grados Fahrenheit ($^{\circ}\text{F}$) o grados Kelvin ($^{\circ}\text{K}$).
- **Medición de masa:** La determinación de la masa, operación que se denomina pesada, se realiza por comparación de peso de dos objetos, uno de masa conocida y otro de masa que se desea conocer. El instrumento utilizado para pesar es la balanza.

- Material de vidrio: El material de vidrio puede dividirse según su uso, por ejemplo: material para medición de volúmenes o para almacenar sustancias.
- Material auxiliar: El material auxiliar está involucrado con operaciones como: moler, sujetar, secar, entre otras.

OBJETIVOS

- Conocer las medidas de seguridad e higiene durante el trabajo en un laboratorio.
- Identificar y conocer el material de uso común en un laboratorio de química general.

MATERIALES Y REACTIVOS

Materiales	Reactivos
<i>Experimento 1: Material de laboratorio (1era. Parte)</i>	
1 Tubo de ensayo de 10 ml	Piseta con agua destilada
1 Tubo de ensayo grande	
1 Tubo cónico para centrifuga	
1 Tubo de seguridad	
1 Gradilla para los tubos	
1 Vaso de precipitados de 50 mL	
1 Vaso de precipitados de 500 mL	
1 Matraz Erlenmeyer de 125 mL	
1 Matraz de destilación chico	
1 Matraz Kitasato chico	
1 Matraz balón de fondo plano chico	
1 Matraz aforado de 100 mL	
3 Tapones para matraz de diferente tamaño	
1 Tapón para tubo de ensaye	
3 Tapones para matraz de varios tamaños	
1 Agitador	
1 Pipeta de 10 mL	
1 Pipeta de 5 mL	
1 Pipeta de 1 mL	
1 Pipeta pasteur	
3 Propipetas	
1 Perilla	

Continua...

1 Frasco gotero	
1 Frasco reactivo	
1 Probeta de 100 mL	
1 Probeta de 250 mL	
1 Embudo de cuello largo	
1 Embudo de cuello corto	
1 Embudo de separación	
1 Embudo Buchner	
1 Cristalizador	
1 Vidrio de reloj	

1 Pinzas para tubo de ensayo	
1 Triángulo de porcelana	
<i>Experimento 1: Material de laboratorio (2da. Parte)</i>	
1 Bureta	Piseta con agua destilada
1 Equipo quifick	
1 Termómetro	
1 Pinza de Hoffman	
1 Pinza para crisol	
1 Pinza para bureta	
5 Pinzas de tres dedos	
1 Nuez de doble sujeción	
4 Soportes universales	
1 Tripié	
1 Mechero	
1 Rejilla de asbesto	
1 Anillo de hierro	
1 Lámpara de alcohol	
1 Espátula	
1 Cucharilla de combustión	
1 Cápsula	
1 Crisol	
1 Mortero y pistilo	
1 Triángulo de porcelana	
1 Piseta	
2 Mangueras de hule para Quickfit	
1 Baño maría	
1 Balanza granataria	
1 Balanza analítica	
1 Centrífuga	
1 Espectrofotómetro	
2 Celdas para espectro	

PROCEDIMIENTO

Actividad 1: Reglamento y condiciones de seguridad del laboratorio

1. Lea y analice el reglamento de laboratorios que se encuentra en las instalaciones.
2. Verificar que en el laboratorio se cumplan los mínimos requerimientos de seguridad.

Copie en su bitácora la siguiente lista de verificación y utilícela para evaluar las instalaciones:

- Se encuentra en condiciones adecuadas de limpieza.
- No existen defectos estructurales en pisos.
- No existen defectos estructurales en escaleras.
- No existen defectos estructurales en paredes.
- No existen defectos estructurales en techos.
- Las aberturas del suelo se encuentran protegidas por barandillas.

- Hay suficiente espacio para realizar con seguridad todas las operaciones.
 - Las mesas, mobiliario y accesorios se encuentran en buen estado.
 - Las mesas que contienen solventes y sustancias corrosivas son resistentes.
 - Existe un lavabo para el laboratorio.
 - La construcción y mantenimiento es tal que impide la presencia de roedores y artrópodos.
 - Se cuenta con cuartos y/o estantería para el almacenamiento de materiales y reactivos.
 - Organización del manejo y disposición de basura infecciosa y no infecciosa.
 - Se cuenta con servicio de agua potable.
 - Se cuenta con servicio de gas.
 - Se cuenta con servicio de electricidad.
 - Existe una temperatura agradable en el laboratorio.
 - Existe ventilación apropiada.
 - Existe buena iluminación.
 - Se cuenta con extinguidores.
 - Se cuenta con salidas de emergencia señaladas e iluminadas.
3. Con base en la lista de verificación de seguridad en el laboratorio, concluir respecto al grado de seguridad/inseguridad del mismo.

Actividad 2: Conocimiento y manejo del material de laboratorio

1. Realizar una descripción del material dispuesto en su mesa de trabajo, incluir en sus notas la siguiente información:
- Nombre y dibujo del material.
 - Grupo de clasificación.
 - Uso principal en el laboratorio.

Se recomienda consultar la obra de Chen y colaboradores (2014) para complementar la información solicitada.

RESULTADOS

Discutir los resultados con sus compañeros. Anotar en la bitácora las observaciones y dibujar los materiales, comente con sus compañeros. Elabore un reporte de actividades según el formato solicitado por el instructor.

CUESTIONARIO

1. ¿Por qué razón los derrames de sustancias ácidas o básicas (tanto sobre ropa, como en el área de trabajo) se neutralizan con soluciones diluidas y no concentradas de sustancias contrarias de pH?
2. Mencionar la razón por la cual la dilución de ácidos y bases se efectúa vertiendo el reactivo concentrado en el agua, por las paredes del recipiente y/o auxiliado por una varilla, y no el agua sobre el reactivo concentrado.
3. Explicar por qué no calentar materiales de vidrio que se encuentren quebrados.
4. ¿Por qué razón los tubos de ensaye pueden quebrarse si son calentados sobre el nivel de líquido y el líquido es posteriormente vertido mientras continúan calientes las paredes del tubo?
5. Cuando se utiliza la flama de un mechero como medio de calentamiento de una solución contenida en un tubo de ensaye, se recomienda efectuar el calentamiento de forma intermitente, nunca de forma rápida. ¿Explique el por qué?

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

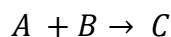
García, A. F. J. (2007). Seguridad en el laboratorio de Química. Ediciones de la Universidad de Oviedo. Oviedo, España.

Chen, Y.-Y., del Valle, M. A., Valdebenito, N., Zacconi, F. (2014). Mediciones y métodos de uso común en el laboratorio de Química. Segunda Edición Ampliada. Ediciones Universidad Católica de Chile. Santiago, Chile.

PRÁCTICA 2. TIPOS DE REACCIONES QUÍMICAS

INTRODUCCIÓN

Una reacción química es el proceso mediante el cual una o más sustancias, llamadas reactivos, se convierten en una o más sustancias, que reciben el nombre de productos. Las sustancias pueden ser elementos o compuestos (Guillespie y col., 1994). Las reacciones químicas se clasifican como reacciones de combinación, descomposición y desplazamiento (Chang y Goldsby, 2013). En una reacción de combinación, a veces también conocida como de síntesis, dos o más reactivos se combinan entre sí para originar un producto diferente. De forma general se representan mediante la siguiente ecuación:



Las reacciones de descomposición son el contrario a las reacciones de combinación, se caracterizan por la separación de un compuesto en dos o más componentes. Pueden ser de dos tipos:

- Descomposición simple: $A \rightarrow B + C$
- Descomposición mediante un reactivo: $AB + C \rightarrow AC + BC$

Un tipo particular de reacciones de descomposición son las de combustión, éstas ocurren cuando una sustancia interacciona químicamente con el oxígeno, usualmente con liberación de luz y calor, produciendo una flama (Lew, 2009).

En las reacciones de desplazamiento un ion o átomo de un compuesto es reemplazado por un ion o un átomo de otro elemento. Es común en este tipo de reacciones que los elementos químicos más reactivos tomen el lugar de los menos reactivos. Dependiendo del nivel de desplazamiento sus ecuaciones son:

- Desplazamiento simple: $AB + C \rightarrow AC + B$
- Desplazamiento doble: $AB + CD \rightarrow AC + BD$

Otra clasificación de las reacciones es la que depende del tipo de energía intercambiada durante el proceso. Si el intercambio de energía es en forma de calor pueden ser exotérmicas o endotérmicas. Si en la reacción se realiza intercambio de energía en forma de luz se denominan: endoluminosas y exoluminosas. Por último, si la reacción se caracteriza por el intercambio de energía eléctrica podría ser endoeléctrica o exoeléctrica (Andrés y col., 2008).

OBJETIVO

- Conocer experimentalmente los diferentes tipos de reacciones químicas para lograr clasificarlas.

MATERIALES Y REACTIVOS

Materiales (por equipo)	Reactivos (para 4 equipos)
<i>Experimento 1: Reacciones de descomposición</i>	
3 Tubos de ensaye	25 mL de H_2O_2
1 Pinzas para tubo de ensaye	4 g de MnO_2
1 Espátula	25 mL HCl 5 M
1 Vara de madera	1 g de minas de níquel o zinc
1 Pipeta 10 mL	1 g de NaCl
1 Perilla o pro-pipeta	Agua destilada
1 Pesa sustancias	
1 Balanza analítica	
1 Piseta	
<i>Experimento 2: Reacciones de desplazamiento</i>	
1 Vaso de precipitado de 250 mL	100 mL CuSO_4 saturada
1 Tubo de ensaye	10 mL glucosa 5 mM
1 Pinzas para tubo de ensaye	Agua destilada
1 Pipeta 10 mL	
1 Perilla o pro-pipeta	
1 Gotero o pipeta Pasteur de vidrio	
1 Piseta	
1 Mechero de Bunsen con manguera	
<i>Experimento 3: Reacciones de desplazamiento doble</i>	
1 Tubo de ensayo	10 mL de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ saturada
1 Pipeta 10 mL	5 mL KI saturada
1 Perilla o pro-pipeta	Agua destilada
1 Gotero o pipeta Pasteur de vidrio	
1 Piseta	
<i>Experimento 4: Reacciones de intercambio de calor</i>	
2 Tubo de ensaye	5 g de NaCl
1 Pipeta 10 mL	5 g de KOH
1 Perilla o pro-pipeta	Agua destilada
1 Pesa sustancias	
1 Balanza analítica	
1 Espátula	
1 Piseta	

PROCEDIMIENTOExperimento 1: Reacciones de descomposición

1. Pipetear en un tubo de ensaye 2.5 mL de agua oxigenada (H_2O_2).

2. Utilizando la espátula, agregar 0.2 g de dióxido de manganeso (MnO_2).
3. Rápidamente encender el extremo de una varita de madera, luego apagar la flama de modo que se conserve el carbón incandescente e introducir a la parte superior del tubo sin tocar la solución.
4. En otro tubo de ensaye pipetear 2.5 mL de agua oxigenada.
5. Utilizando una espátula, agregar un trozo de aproximadamente 0.5 g de hígado de res o de pollo.
6. Introducir a la parte superior del tubo sin tocar la solución una varita como la del paso 3.
7. La observación de un aumento en la incandescencia de la combustión indica la liberación de oxígeno (O_2).
8. En otro tubo de ensaye colocar 2.5 mL de una solución de ácido clorhídrico (HCl) 5 M.
9. A un globo pequeño colocar 0.2 g de minas de níquel o zinc.
10. Evitando que las minas caigan en el tubo colocar el globo sobre el labio del tubo de manera que el tubo y el globo queden conectados.
11. Verter el contenido del globo sobre el tubo con el ácido.
12. Observar el desprendimiento de hidrógeno gaseoso al inflarse el globo.

Experimento 2: Reacciones desplazamiento

1. Deposite en un vaso de precipitado 20 mL de solución saturada de sulfato de cobre (CuSO_4).
2. Agregar y disolver 0.1 g de sal de mesa o cloruro de sodio (NaCl) para acelerar la reacción.
3. Introduzca en dicha solución un objeto o un trozo de aluminio durante 5-10 min. Se puede utilizar papel aluminio casero, sólo que hay que quitar una capa protectora a éste raspándolo con una espátula o navaja de un filo.
4. Utilizando las pinzas, saque el objeto y anote las observaciones.
5. Repetir el procedimiento, pero ahora usando un trozo de alambre de fierro.

Experimento 3: Reacciones desplazamiento doble

1. Depositar en un tubo de ensaye 2 mL de solución saturada de yoduro de potasio (KI).

2. Adicionar tres gotas de solución saturada de nitrato de plomo ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$). Anotar las observaciones. La presencia de una nube de color amarillo es indicativa de la formación de yoduro de plomo (PbI_2).



Tener precaución con la solución y la mezcla de plomo ya que es nocivo para la salud.

Experimento 4: Reacciones de desprendimiento o absorción de calor

1. En un tubo de ensaye conteniendo 1 g de cloruro de sodio (NaCl) agregar 2 mL de agua y agitar rápidamente. Anotar los cambios en la temperatura del tubo.
2. En un tubo de ensaye conteniendo 1 g de hidróxido de potasio (KOH) agregar 2 mL de agua y agitar rápidamente. Anotar los cambios en la temperatura del tubo.



La solución resultante contiene una base fuerte que debe tratarse con precaución, ya que puede ocasionar lesiones graves.

RESULTADOS

Anotar en la bitácora las observaciones obtenidas en cada uno de los experimentos y coméntelas con sus compañeros. Revise con el fundamento de las reacciones químicas realizadas, discuta sus diferencias y elabore un reporte de actividades según el formato solicitado por el instructor.

CUESTIONARIO

- 1.- ¿Cuáles son los efectos tóxicos del plomo sobre la salud humana?
- 2.- ¿Qué tipo de lesiones puede generar una base química fuerte?
- 3.- En el primer experimento de esta práctica se observa que la reacción química aviva la vara de madera incandescente. Explique qué tipo de reacción se está llevando a cabo.
- 4.- Explique qué pasa en la siguiente reacción y que se produce.



- 5.- Describa la acción catalizadora del MnO_2 en el experimento 1.
- 6.- ¿Cuáles funciones celulares pueden ser afectadas por el H_2O_2 ?

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Andrés, C. D. M., Antón, B. J. L., Barrio, P. J. (2008). Física y química. Editex. Madrid, España.

Chang, R., Goldsby, K. A. (2013). Química. Undécima edición. McGraw Hill Education. Ciudad de México, México.

Guillespie, R. J., Eaton, D. R., Humphreys, D. A., Robinson, E. A. (1994). Atoms, molecules and reactions: A introduction to chemistry. Pearson College Division. Nueva Jersey, USA.

Lew, K. (2009). Essential Chemistry: Acids and bases. Chelsea House publishers. Nueva York, USA.

PRÁCTICA 3. PROPIEDADES FÍSICAS, COLIGATIVAS Y LEY DE LA CONSERVACIÓN DE LA MATERIA

INTRODUCCIÓN

Un compuesto químico es una entidad real, es una sustancia que ocupa un espacio, algo que se puede pesar, oler y probar. Las diversas propiedades físicas, químicas y biológicas de los compuestos son el corazón y el alma del estudio de la Química en el laboratorio. El punto de fusión de una sustancia se puede definir como la temperatura a la cual la energía térmica de las partículas que se mueven en el seno de un sólido es igual a las fuerzas intermoleculares que las mantienen en dicho estado sólido; es la temperatura a la que el sólido y la fase líquida están en equilibrio (Gutsche y Pasto, 1979). En contraparte, el punto de ebullición de un líquido es una medida de la intensidad de las atracciones entre las moléculas del líquido, es decir, para que una sustancia exista como líquido, las interacciones entre sus moléculas deben ser lo suficientemente fuertes como para impedir que se alejen unas de otras y pasen a la fase de vapor. Cabe señalar que cuanto más elevado es el punto de ebullición, más fuertes son las interacciones moleculares que deben superar para transformarse en gas (ACS, 2005).

Las propiedades coligativas de las disoluciones son aquellas que dependen del número de moléculas o iones disueltos, independientemente de su naturaleza. Estas propiedades son la disminución de la presión de vapor, la disminución del punto de congelación, la elevación del punto de ebullición y la presión osmótica. Todas pueden utilizarse para la determinación de pesos moleculares de sustancias disueltas (Smith y Pierce, 1991).

Una de las leyes químicas fundamentales es la Ley de la Conservación de la Materia. La cual expresa que la masa total de los materiales presentes después de una reacción química es la misma que la masa total antes de la reacción: “Nada se crea ni se destruye, solo se transforma” (Brown y col., 2004). La comprensión de las propiedades físicas y coligativas de la materia y las soluciones, respectivamente; es preponderante para poder montar y ejecutar reacciones en Química, donde todas las reacciones se rigen por la Ley de la Conservación de la Materia.

OBJETIVO

- El alumno comprobará propiedades intrínsecas de los compuestos, la afectación en las propiedades físicas de las disoluciones por efecto de los solutos y la conservación de la materia durante una reacción química.

MATERIALES Y REACTIVOS

Materiales (por equipo)	Reactivos (para 4 equipos)
<i>Experimento 1: Determinación del punto de fusión</i>	
2 Tubos capilares	3 g de NaCl
1 Mechero de Bunsen con manguera	3 g de sacarosa
1 Mortero con pistilo	3 g de naftaleno
1 Tubo de ensaye	1 piseta con agua
1 Tapón para tubo de ensaye	
1 Termómetro	
1 Soporte universal	
2 Pinzas de 3 dedos	
1 Anillo metálico	
1 Tela de alambre	
1 Cristalizador	
1 Espátula	
3 Ligas de hule o alambre de cobre delgado	
<i>Experimento 2: Determinación del punto de ebullición</i>	
2 Tubos capilares	5 mL de metanol
1 Mechero de Bunsen con manguera	5 mL de etanol
1 Tubo de ensaye	Piseta con agua destilada
1 Tapón para tubo de ensaye	
1 Termómetro (100 °C)	
1 Soporte universal	
2 Pinzas de 3 dedos	
1 Anillo metálico	
1 Tela de alambre	
1 Cristalizador	
<i>Experimento 3: Determinación del punto de sublimación</i>	
1 Tubo de ensaye	1 g de yodo granulado
1 Tapón para tubo de ensaye	Piseta con agua destilada
1 Espátula	
1 Mechero de Bunsen con manguera	
1 Termómetro	
1 Soporte universal	
2 Pinzas de 3 dedos	
1 Anillo metálico	
1 Tela de alambre	
1 Cristalizador	
<i>Experimento 4: Propiedades coligativas de la materia</i>	
8 Tubos de ensaye	10 g de NaCl

Continúa...

1 Cristalizador	10 g de sacarosa
1 Soporte universal	6 g de naftaleno
2 Pinzas de 3 dedos	20 mL de metanol
1 Mechero de Bunsen con manguera	Piseta con agua destilada
1 Termómetro	Hielo
1 Anillo metálico	Aceite vegetal para baño maría
1 Tela de alambre	
1 Pipeta de 10 mL	
<i>Experimento 5: Efecto de la temperatura sobre el volumen de un gas</i>	
1 Vaso de precipitado de 500 mL	Hielo
1 Piseta con agua destilada	Piseta con agua destilada
1 Vaso de precipitado de 250 mL	
1 Cristalizador	
1 Mechero de Bunsen con manguera	
1 Termómetro	
1 Anillo metálico	
1 Tela de alambre	
1 Soporte universal	
2 Pinzas de 3 dedos	
<i>Experimento 6: Estequiometría de una reacción</i>	
1 Probeta de 100 mL	100 mL de sol. HCl 3.7%
1 Matraz Erlenmeyer de 250 mL	2.5 g de NaHCO ₃
1 Pesa sustancias	Piseta con agua destilada
1 Espátula	

PROCEDIMIENTO

Experimento 1: Determinación del punto de fusión

1. Sellar uno de los extremos de un tubo capilar calentándolo en el mechero de Bunsen hasta que se cierre por completo.
2. Pulverizar con un pistilo una pequeña cantidad de naftaleno en un mortero.
3. Introducir una cantidad de muestra en un tubo de ensaye y luego el capilar sellado con el extremo abierto hacia el fondo del tubo.
4. Tape el tubo con un tapón de hule y agítelo de manera que la muestra se introduzca en el capilar, 0.5 cm son suficientes para observar el cambio de estado.



Este paso requiere de paciencia y precaución de manera que no se quiebre el capilar.

5. Amarrar el capilar a un termómetro, a la altura del bulbo, con el extremo sellado hacia abajo con la ayuda de una liga gruesa o un sujetador de alambre metálico.

6. Sujetar el termómetro con una pinza sobre un soporte universal de manera que quede libre la graduación del termómetro y poder monitorear la temperatura.
7. Introducir el termómetro con el capilar en un baño maría a temperatura ambiente e ir calentando lentamente (usar agua para puntos de ebullición menores a 97 °C o aceite para puntos de ebullición elevados) hasta que se observe el cambio de fase. Tenga en cuenta que usar baño de aceite le proporcionará temperaturas bajas y altas.
8. Registrar el rango de temperatura de fusión, el cual inicia en cuanto la muestra se empieza a fundir hasta que la muestra se funde totalmente.
9. Registrar la temperatura en que se funde totalmente.
10. Repetir el procedimiento empleando sacarosa como muestra.

Experimento 2: Determinación del punto de ebullición

1. Sellar uno de los extremos de un tubo capilar calentándolo en el mechero de Bunsen hasta que se cierre por completo.
2. Utilizando la estrategia de los pasos 3 y 4 del experimento anterior para adicionar una cantidad de metanol que alcance cubrir al menos 0.5 cm del capilar, solo que esta vez coloque el capilar con el extremo abierto hacia el tapón del tubo.
3. Amarrar el capilar a un termómetro con el extremo sellado hacia abajo con la ayuda de una liga gruesa o un sujetador de alambre metálico.
4. Sujetar el termómetro con una pinza sobre un soporte universal de manera que quede libre la graduación del termómetro y poder monitorear la temperatura.
5. Introducir el termómetro con el capilar en un baño maría a temperatura ambiente e ir calentando el baño María (usar agua para puntos de ebullición menores a 97 °C o aceite para puntos de ebullición más elevados) hasta que se observe el cambio de fase.
6. Registrar la temperatura de ebullición.
7. Repetir el procedimiento, sólo que esta vez utilizar etanol como muestra.

Experimento 3: Determinación del punto de sublimación

1. Colocar unos cuantos gránulos de Yodo sólido en un tubo de ensaye sellado con un tapón.



El yodo desprende vapores que son irritantes.

2. Amarrar el tubo a un termómetro con la ayuda de una liga gruesa o un sujetador de alambre metálico.

3. Sujetar el termómetro con una pinza sobre un soporte universal de manera que quede libre la graduación del termómetro y poder monitorear la temperatura.
4. Introducir el termómetro con el tubo en un baño maría a temperatura ambiente e ir calentando lentamente.
5. Registrar la temperatura de sublimación.

Experimento 4: Propiedades coligativas de la materia

1. Preparar las siguientes mezclas en tubos de ensaye, todas deben llevar 4 mL del solvente:

Tubo	Sustancia	Solvente
1	0.5 g de sal	Agua destilada
2	2.0 g de sal	Agua destilada
3	0.5 g de sacarosa	Agua destilada
4	2 g de sacarosa	Agua destilada
5	0.5 g de naftaleno	Metanol
6	1 g de naftaleno	Metanol
7	nada	Agua destilada
8	nada	Metanol

2. Poner el primer tubo de ensaye dentro de una cuba con hielo y sal.
3. Introducir un termómetro en el tubo hasta estar en contacto con la mezcla y sujetarlo a un soporte universal con una pinza.
4. Monitorear la temperatura hasta que se congele la mezcla.
5. Repetir el procedimiento con el resto de los tubos.
6. Una vez atemperados los ocho tubos se procede a medirles el punto de ebullición de forma similar a como se hizo en el experimento 2, solo que ahora los tubos se sujetarán al termómetro y se colocarán en baño de aceite a temperatura ambiente.
7. Calentar lentamente (flama baja) y permitir enfriar antes de cada tubo.



El instructor puede dividir el trabajo de ésta etapa entre los diferentes equipos para optimizar el tiempo.



Se debe tener precaución con el baño de aceite, ya que puede ocasionar quemaduras severas. En todos los casos en cuanto se presenten las primeras burbujas de ebullición apague su mechero.

Experimento 5: Efecto de la temperatura sobre el volumen de un gas

1. Colocar un globo flexible sobre la boca de un matraz Erlenmeyer de 250 mL
2. Calentar el matraz con ayuda de un mechero hasta que se infle el globo.
3. Dejar reposar 1 minuto y posteriormente, colocar el matraz en una cuba de hielo, hasta observar que el globo se introduzca en el matraz.

Experimento 6: Estequiometría de una reacción

1. Colocar 20 mL de solución de HCl al 3.7% en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
2. Pesar 0.5 g de NaHCO_3 y vaciarlo cuidadosamente en el interior de un globo.
3. Ajustar el globo a la boca del matraz Erlenmeyer, teniendo cuidado de que no caiga el NaHCO_3 dentro.
4. Colocar el sistema en la balanza y pesarlo. El valor obtenido será la masa uno (m_1).
5. Sin retirar el sistema de la balanza, dejar caer el NaHCO_3 contenido en el globo sobre el ácido. Una vez terminada la reacción (cuando ya no se observe desprendimiento de gases), pesar nuevamente el sistema y el valor obtenido será la masa dos (m_2).
6. Comparar con sus compañeros los valores de las pesadas.

RESULTADOS

Anotar en la bitácora las observaciones obtenidas en cada uno de los experimentos y coméntelas con sus compañeros. Todos los cálculos realizados deben estar explícitamente desarrollados en su bitácora. Elabore un reporte de actividades según el formato solicitado por el instructor.

CUESTIONARIO

- 1.- Esquematice como se relacionan los diferentes estados de la materia, describiendo como se llaman cada una de sus diferentes transformaciones (ej. fusión, ebullición, desublimación, etc.).
2. ¿Qué es la estequiometría?

3.- Mencione cuales son las propiedades químicas, como se obtienen y algunas de las principales utilidades del bicarbonato de sodio (NaHCO_3), el naftaleno (C_{10}H_8), la sacarosa ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$), el etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), el metanol (CH_3OH) y el ácido clorhídrico (HCl).

4.- Explique por qué el metanol tiene un punto de ebullición mayor que el etanol.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACS (2005). Química: Un proyecto de la American Chemical Society. Editorial Reverté. Barcelona, España.

Brown, T. L., LeMay, H. E., Bursten, B. E., Burdge, J. R. (2004). Química la ciencia central. Novena edición. Pearson Educación de México. Estado de México, México.

Gustsche, C. D., Pasto, D. J. (1979). Fundamentos de Química Orgánica. Editorial Reverté. Barcelona, España.

Smith, R. N., Pierce, C. (1991). Resolución de problemas de Química General. Editorial Reverté. Barcelona, España.

PRACTICA 4. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES Y DILUCIONES

INTRODUCCIÓN

Una solución es una mezcla homogénea de dos o más sustancias. Está compuesta por un soluto, que es la sustancia en menor cantidad, y el disolvente, que es la que se encuentra en mayor cantidad (Chang y col., 2013). Las soluciones presentan diferentes clasificaciones, un ejemplo sería la concentración del soluto. La concentración de una solución nos indica la cantidad de soluto disuelta en un disolvente. En una solución saturada existe un equilibrio entre el soluto disuelto y no disuelto. Por otra parte, las soluciones no saturadas, contienen menos soluto disuelto por unidad de volumen comparado con una saturada. Existen casos en dónde la cantidad de soluto es tal que este comienza a cristalizarse debido a que se encuentra en exceso, esta recibe el nombre de sobresaturada (Hein y col., 2015).

La concentración de una disolución se puede expresar de diferentes formas, ya sea como porcentaje masa/masa, masa/volumen o volumen/volumen, dependiendo en el estado en que se encuentren sus componentes. Una de las formas más común de expresión de concentración es la molaridad. La molaridad de una disolución se expresa como el número de moles por litro de disolución ($M = \frac{n}{V}$) (Hein y col., 2015).

En ocasiones es necesario preparar una solución a partir de otra previamente preparada, a éste proceso se le conoce como dilución. La dilución es el procedimiento que sigue para preparar una solución menos concentrada a partir de una con mayor concentración empleando la siguiente ecuación (Chang y col., 2013):

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

Dónde: C es concentración y V corresponde al volumen. De manera general, se atribuyen las variables con subíndice 1 a los datos de la solución que ya tenemos, mientras que las de subíndice 2 corresponden a la dilución que se requiere preparar.

OBJETIVOS

- Relacionar el concepto de densidad con la concentración en el área de la química.
- Conocer los principios de disolución en la preparación de soluciones empleando los diferentes estados físicos de la materia.

MATERIALES Y REACTIVOS

Materiales (por equipo)	Reactivos (para 4 equipos)
<i>Experimento 1: Preparación de soluciones sólido-líquido</i>	
2 Matraz aforado de 100 mL	5 g de NaCl
1 Pesa sustancias	10 g de NaOH
1 Espátula	Piseta con agua destilada
1 Embudo de vidrio	
1 Gotero o pipeta Pasteur de vidrio	
1 Balanza analítica o semi-analítica	
<i>Experimento 2: Preparación de soluciones líquido-líquido</i>	
1 Matraz aforado de 100 mL	50 mL de HCl conc.
1 Tubo de ensaye	Piseta con agua destilada
1 Pinzas para tubo de ensaye	
1 Pipeta 10 mL	
1 Perilla o pro-pipeta	
<i>Experimento 3: Preparación de soluciones por dilución</i>	
3 Matraz aforado de 100 mL	Piseta con agua destilada
1 Vaso de precipitado de 250 mL	
1 Pipeta 10 mL	
1 Perilla o pro-pipeta	
1 Gotero o pipeta Pasteur de vidrio	

PROCEDIMIENTO*Experimento 1: Preparación de soluciones sólido-líquido*

1. Preparar 100 mL de una solución de cloruro de sodio (NaCl) 0.1 M. Primeramente, utilizando la ecuación para de molaridad ($M = \frac{n}{V}$) calcular la masa del sólido que va a pesar.



Los reactivos sólidos nunca se ponen directamente sobre el platillo de la balanza o sobre un pedazo de papel, ya que se pueden contaminar y, en algunos casos, deteriorarse la balanza. Los materiales comúnmente usados para pesar son: pesa sustancias de plástico, vidrio de reloj, vaso de precipitados y cápsula o crisol de porcelana.

2. Utilizando la espátula tomar reactivo desde su frasco y deposítelo en el recipiente de pesado. Cuando esté pesando procure no obsesionarse en pesar la masa exacta del reactivo sólido, basta con que sea lo más aproximado posible. Con la cantidad pesada se calculará la concentración exacta de la disolución que se va a preparar.



El exceso de reactivo no debe regresarse al bote recipiente de reactivo, ya que se podría contaminar. Evite colocar la tapa del recipiente del reactivo boca abajo, ya que podría absorber materia que contaminaría el resto.

3. Trasladar el sólido disuelto al matraz aforado con la ayuda de un embudo y el líquido que se usará como diluyente (agua en éste caso). Con una piseta, gotero o pipeta Pasteur, asegurarse de arrastrar cualquier resto contenido del recipiente de pesado hacia el matraz aforado. En algunas ocasiones no será necesario usar un embudo para hacer el transvasado.
4. Añada agua destilada al matraz aforado sin llegar al inicio del cuello.
5. Ponga el tapón esmerilado y voltee el matraz unas 10 veces para disolver el reactivo sólido.
6. Complete el aforo cuidadosamente (Figura 1) y dejar reposar la disolución a fin de comprobar su homogenización.
7. Disponga en un recipiente la solución y almacene en una gaveta la solución para utilizarla posteriormente.
8. Por último, rotule con el nombre o fórmula de la sustancia, el nombre de quién la elaboró y la fecha.

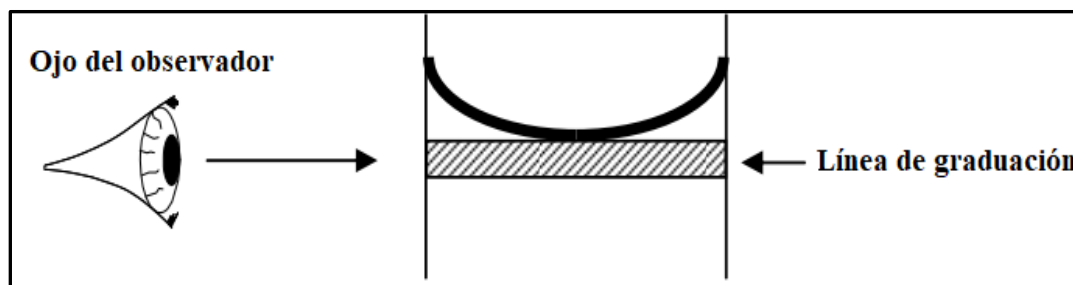


Figura 1. Método de leer un menisco usando agua u otro líquido humectante (Adaptado de: Harris, 2012).

9. Siguiendo el mismo procedimiento preparar 100 mL de una solución de hidróxido de sodio (NaOH) 0.5 M.

Experimento 2: Preparación de soluciones líquido-líquido

1. Prepare 100 mL de una solución de ácido clorhídrico 1 M, partiendo de un reactivo de HCl con una pureza y densidad dados en la etiqueta.

2. Usar la ecuación de molaridad para calcular la masa HCl que requiere para obtener la concentración deseada. Luego considere la densidad y la pureza para saber el volumen de reactivo que contenga la cantidad de HCl necesaria.
3. Añada una cantidad de agua destilada que alcance la tercera parte del balón del matraz aforado.
4. Asegurándose que la pipeta esté completamente seca, pipetee el volumen calculado y deposítelo dentro del matraz al que ya adicionó el agua.



Es preponderante recordar que cuando se preparan soluciones empleando ácidos concentrados, éstos se adicionan a recipientes que ya contienen agua (u otro diluyente), nunca hacerlo de forma inversa ya que la reacción es extremadamente abrupta.

5. Ponga el tapón esmerilado y voltee el matraz unas 10 veces para disolver completamente.
6. Completa el aforo cuidadosamente (Figura 2) y dejar reposar la disolución a fin de comprobar su homogenización.
7. Disponga en un recipiente la solución y almacene en una gaveta la solución para utilizarla posteriormente.
8. Por último, rotule con el nombre o fórmula de la sustancia, el nombre de quién la elaboró y la fecha.

Experimento 3: Preparación de soluciones por dilución

1. Empleando las soluciones preparadas en los primeros dos experimentos obtenga lo siguiente:
 - 100 mL de una solución de HCl 0.1 M.
 - 100 mL de una solución de NaCl 0.05 M.
 - 100 mL de una solución de NaOH 0.25 M.

Guardar adecuadamente las soluciones de HCl 0.1 M y NaOH 0.25 M ya que se requerirán en la siguiente práctica.

2. Use la ecuación de dilución ($C_1V_1=C_2V_2$) para calcular el volumen que deberás tomar de cada una de las soluciones madre.

3. Pipetee el volumen calculado y deposítelo dentro del matraz aforado. En el caso de la solución de HCl, como ahora se trata de un ácido diluido, no es necesario adicionar agua antes al matraz.
9. Completa el aforo cuidadosamente (Figura 2) y dejar reposar las diluciones a fin de comprobar su homogenización. Por último, rotule el matraz con el nombre o fórmula de la sustancia, el nombre de quién la elaboró y la fecha.
10. Al finalizar la sesión, el instructor le informará como disponer el total de las soluciones preparadas.

RESULTADOS

Anote en su bitácora las observaciones obtenidas en cada uno de los experimentos y coméntelas con sus compañeros. Todos los cálculos realizados deben estar explícitamente desarrollados en su bitácora. Elabore un reporte de actividades según el formato solicitado por el instructor.

CUESTIONARIO

- 1.- ¿Cuántos moles de glucosa $C_6H_{12}O_6$ hay en 150 g del glúcido?
- 2.- Calcule el número de moles de O_2 en 8000 ml del líquido si esté se encuentra a $56^\circ F$ y a 760 mm de Hg de presión.
- 3.- Una solución 0.9M de HCl fue diluida en un volumen final de 600 ml. Si la concentración final es 0.2M ¿Cuál era el volumen inicial de la solución y cuánta agua se tuvo que adicionar?
- 4.- La concentración de 300 ml de HCl en solución fue aumentada por evaporación de una concentración inicial de 0.35M a 0.85M ¿Cuál es el volumen final de la solución y cuánta agua se removió?
- 5.- 50 ml de NaCl 0.9M fueron mezclados con 70 ml de KBr 0.6M, calcule la nueva concentración de ambas especies químicas.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Chang, R., Goldsby, K. A. (2013). Química. Undécima edición. McGraw Hill Education. Ciudad de México, México.

Harris, G. L. 2012. Selected procedures for volumetric calibrations. National Institute of Standards and Technology. NISTIR 7383.

Hein, M., Arena, S. (2009). Fundamentos de química. Duodécima edición. Cengage Learning Latinoamérica. Estado de México, México.

PRÁCTICA 5. EQUILIBRIO QUÍMICO Y FACTORES LO AFECTAN

INTRODUCCIÓN

En realidad, todo aquel parámetro que afecte la velocidad de una reacción, afecta el equilibrio químico. Los principales factores que afectan al equilibrio químico son la concentración, temperatura, presión y la presencia de catalizadores. Si tenemos una reacción en equilibrio y varía alguno de los factores mencionados, la reacción evoluciona en un sentido u otro, hasta alcanzar un nuevo estado de equilibrio. Para ésta situación, Le Chatelier enunció la siguiente ley: “Cuando en un sistema en equilibrio se varía algún factor externo, el equilibrio se desplaza en el sentido que tienda a contrarrestar dicha variación” (Jaramillo, 2004).

Si se aumenta la concentración de alguna especie, el equilibrio se desplazará en forma tal que se disminuirá la concentración de la sustancia que se agregó. En cambio, en sistemas líquidos el efecto de la presión sobre el equilibrio es ligero y puede generalmente ignorarse al sufrir cambios ordinarios. Para el caso de la temperatura, su efecto sobre el equilibrio depende de si la reacción es endotérmica o exotérmica. En el primer caso, el calentamiento de un sistema en equilibrio causa un desvío hacia la derecha con la formación de los productos y por consiguiente un aumento en el valor de K . Mientras que, si la reacción es exotérmica, la aplicación de calor causará que el equilibrio de la reacción se incline hacia la izquierda con la formación de reactivos. Por otro lado, un catalizador se define como una sustancia que altera la velocidad de una reacción sin ser consumido durante la misma. Por lo general, se utilizan catalizadores para acelerar, aunque también existen catalizadores que pueden retrasar una reacción. Los catalizadores no cambian las concentraciones de las especies químicas que componen un sistema reaccionante cuando alcanza el equilibrio (Bolaños, 2003).

OBJETIVOS

- Observar el efecto del cambio de concentración en la posición de equilibrio para un sistema químico.
- Observar el efecto del cambio de temperatura en la posición de equilibrio para un sistema químico.
- Observar el desplazamiento químico por una reacción paralela competidora.

MATERIALES Y REACTIVOS

Materiales (por equipo)	Reactivos (para 4 equipos)
<i>Experimento 1: Preparación de soluciones de trabajo</i>	
1 Espátula	10 g de $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
1 Probeta 100 mL	10 g de EDTA
4 Vasos de precipitado de 100 mL	50 mL sol. de NaOH 4 M
1 Potenciómetro	3 g de CaCl_2
	3 g de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
	Piseta con agua destilada
	Estándares de pH 4, 7 y 10
<i>Experimento 2: Efecto de la concentración</i>	
7 Tubos	100 mL de HCl conc.
1 Pipeta 10 mL	Piseta con agua destilada
1 Perilla o pro-pipeta	
1 Piseta con agua destilada	
1 Gradilla	
<i>Experimento 3: Efecto de la temperatura</i>	
2 Cristalizadores	Piseta con agua destilada
1 Soporte universal	Hielo
2 Pinzas de 3 dedos	
1 Mechero de Bunsen con manguera	
1 Termómetro	
1 Anillo metálico	
1 Tela de alambre	
<i>Experimento 4: Efecto de la presencia de una reacción competitiva</i>	
5 Tubos	Piseta con agua destilada
1 Pipeta 10 mL	
1 Perilla o pro-pipeta	
1 Gradilla	

PROCEDIMIENTO*Experimento 1: Preparación de las soluciones de trabajo*

1. Prepare una solución de cloruro de cobalto hexahidratado ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) disolviendo 2 g de la sal en 20 mL de agua destilada. Calcule la concentración molar del cobalto en la solución.
2. Prepare una solución amortiguadora con ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) disolviendo 2.2 g en 15 mL de agua destilada. Luego ajuste el pH a 8.0 con NaOH 4 M; por último, llevar el volumen a 30 mL. Calcule la concentración molar del EDTA en la solución.
3. Prepare una solución de cloruro de calcio (CaCl_2) disolviendo 0.56 g de la sal en 20 mL de agua destilada. Calcule la concentración molar del calcio en la solución.

4. Prepare una solución de níquel pesando 0.9 g de cloruro de níquel ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) hexahidratado y disolverlos en 15 mL de agua destilada. Calcular la concentración molar del níquel en la solución.

Experimento 2: Efecto de la concentración

1. Preparar la siguiente serie de tubos:

Tubo	CoCl_2 (mL)	HCl concentrado (mL)	Agua (mL)
1	2	0	6
2	2	1	5
3	2	2	4
4	2	3	3
5	2	4	2
6	2	5	1
7	2	6	0

2. Observar y anotar las diversas tonalidades de las soluciones, debe ser un gradiente de colores de entre rosa a azul.

Experimento 3: Efecto de la temperatura

1. Preparar un baño maría a ebullición y otro baño con hielo con sal.
2. Colocar los tubos del experimento anterior en el baño maría a ebullición y observar los cambios en el color.
3. Permitir que se enfríen los tubos a temperatura ambiente y registrar los cambios en el color.
4. Después, colocar los tubos en el baño de hielo y registrar los cambios en el color.
5. Permitir que se atemperen los tubos a temperatura ambiente y registrar los cambios en el color.

Experimento 4: Efecto de la presencia de una reacción competitiva

1. Preparar la siguiente serie de tubos:

Tubo	CaCl ₂ (mL)	EDTA (mL)	NiCl ₂	Agua (mL)
1	0	2.5	2.5	5
2	1	2.5	2.5	4
3	2	2.5	2.5	3
4	3	2.5	2.5	2
5	4	2.5	2.5	1

2. Agregar a cada tubo 5 gotas de NaOH 5 M
3. Observar y anotar las diversas tonalidades de las soluciones.

RESULTADOS Y ACTIVIDADES

Comparar los resultados y verificar que factores alteran el equilibrio. Proponer un mecanismo de formación del complejo y desplazamiento. Anotar en su bitácora las observaciones obtenidas en cada uno de los experimentos y coméntelas con sus compañeros. Todos los cálculos realizados deben estar explícitamente desarrollados en su bitácora. Elabore un reporte de actividades según el formato solicitado por el instructor.

CUESTIONARIO

1. ¿Por qué se observan las diferencias de tonalidad considerando que el $\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6^{+2}$ produce un color rosa y el CoCl_4 azul?
2. ¿Por qué razón suceden los cambios en la tonalidad de los tubos, sobre todo los que tienen a temperatura ambiente un color violeta?
3. ¿Por qué se observan las diferencias de tonalidad considerando que el complejo Ni-EDTA es azul?

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Bolaños, C. V. Química analítica cualitativa (reacciones en solución). Editorial de la Universidad Autónoma del Estado de México. Estado de México, México.

Jaramillo, S. J. A. (2004). Química. Editorial MAD, S.L. Sevilla, España.

PRACTICA 6. EQUILIBRIO ÁCIDO BASE Y VALORACIÓN DE SOLUCIONES

INTRODUCCIÓN

El concepto de equilibrio se aplica a reacciones químicas que tienen lugar en disolución, así como las que tienen lugar en fase gaseosa y a reacciones químicas que tienen lugar en más de una fase, denominadas heterogéneas. El equilibrio químico tiene su máxima aplicación en reacciones en las que se presentan en disolución especies tanto iónicas como polares (Becker y Wentworth, 1977). Podemos identificar cuando una reacción ha alcanzado el equilibrio debido a que la concentración de los reactivos y productos se mantiene constante. Cabe señalar que el equilibrio es un estado dinámico, aunque el estado observable del sistema no cambie la reacción continúa pasando los reactivos a productos y los productos a reactivos (ACS, 2005).

La constante de equilibrio (K) es una magnitud que para una reacción reversible determinada a una temperatura dada toma un valor definido, que depende únicamente de la temperatura. A una temperatura invariable, el valor de K puede ser determinado a partir de las concentraciones de equilibrio de las sustancias que intervienen en el proceso (Valenzuela, 1995):

$$aA + bB \rightarrow cC + dD$$
$$K = \frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b}$$

Probablemente el equilibrio químico más estudiado y aplicado es el equilibrio ácido-base. En éstos casos la K suele llamarse constante de ionización del ácido o constante de acidez (K_a) de Bronsted. Es común encontrar las constantes de ionización de los ácidos expresadas en forma de $-\log K_a$ y generalmente se encuentran ya reportadas en la bibliografía. El conocimiento de las K_a nos permite realizar determinaciones teóricas del pH en reacciones ácido-base tomando ciertas consideraciones (Gutsche y Pasto, 1979).

OBJETIVOS

- Usar la técnica de titulación ácido-base para la valoración de soluciones de concentración desconocida.
- Desarrollar la capacidad analítica en el diseño y preparación de soluciones amortiguadoras.

MATERIALES Y MÉTODOS

Materiales (por equipo)	Reactivos (para 4 equipos)
<i>Experimento 1: Valoración de una solución de bicarbonato de sodio</i>	
1 Soporte universal	100 mL HCl 0.1 M*
2 Pinzas de 3 dedos	100 mL Na ₂ CO ₃ 0.1 M
1 Bureta	Sol. de fenolftaleína en gotero
2 Matraces Erlenmeyer de 250 mL	Sol. de naranja de metilo en gotero
1 Pipeta 10 mL	1 Piseta con agua destilada
1 Perilla o pro-pipeta	
1 Papel indicador de pH	
<i>Experimento 2: Valoración de una solución de HCl</i>	
1 Soporte universal	100 mL NaOH 0.25 M*
2 Pinzas de 3 dedos	100 mL HCl 0.1 M*
1 Bureta	Sol. de fenolftaleína en gotero
2 Matraces Erlenmeyer de 250 mL	Sol. de naranja de metilo en gotero
1 Pipeta 10 mL	1 Piseta con agua destilada
1 Perilla o pro-pipeta	
<i>Experimento 3: Titulación del ácido acético</i>	
1 Soporte universal	
2 Pinzas de 3 dedos	100 mL NaOH 0.25 M*
1 Bureta	Sol. de fenolftaleína en gotero
2 Matraces Erlenmeyer de 250 mL	Vinagre comercial
1 Pipeta 10 mL	Estándares de pH 4, 7 y 10
1 Perilla o pro-pipeta	1 Piseta con agua destilada
1 Potenciómetro	
<i>Experimento 4: Titulación del jugo de limón</i>	
1 Soporte universal	100 mL NaOH 0.25 M*
2 Pinzas de 3 dedos	Sol. de fenolftaleína en gotero
1 Bureta	Estándares de pH 4, 7 y 10
Papel filtro	1 Piseta con agua destilada
2 Matraces Erlenmeyer de 250 mL	
1 Pipeta 10 mL	
1 Perilla o pro-pipeta	
1 Embudo de vidrio	
1 Vaso de precipitado de 100 mL	
1 Potenciómetro	
<i>Experimento 5: Elaboración de una solución amortiguadora de pH</i>	
1 Matraz aforado de 100 mL	10 g KH ₂ PO ₄
2 Vasos de precipitado de 100 mL	10 g K ₂ HPO ₄

Continúa...

1 Potenciómetro	Estándares de pH 4, 7 y 10
	1 Piseta con agua destilada
<i>Experimento 6: Titulación de las soluciones amortiguadoras</i>	
1 Soporte universal	100 mL NaOH 0.25 M*
2 Pinzas de 3 dedos	100 mL HCl 0.1 M*
1 Bureta	Estándares de pH 4, 7 y 10
2 Matraces Erlenmeyer de 250 mL	1 Piseta con agua destilada
1 Potenciómetro	
*Se usarán las soluciones preparadas en la Práctica 4	

PROCEDIMIENTO**Experimento 1: Valoración de una solución de bicarbonato de sodio**

1. Sujetar una bureta a soporte universal con dos pinzas.
2. Aforar la bureta, con ayuda del embudo, con la solución de HCl 0.1 M preparado en el experimento 3 de la Práctica 3. La solución en este caso se llama titulante.
3. En un matraz Erlenmeyer dispensar 10 mL de solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3), esta es la muestra problema que se va a titular.
4. Agregar dos gotas del indicador fenolftaleína a la muestra problema.
5. Titular con el HCl contenido en la bureta, abriendo con una mano (la izquierda) la llave de ésta para que caigan gotas del titulante sobre la muestra y agitar continuamente el matraz con la ayuda de la otra mano (derecha).
6. Continuar añadiendo titulante hasta que se observa un cambio en la coloración de la solución del matraz. A este cambio se le llama viraje.
7. Registrar el volumen consumido del titulante observando la graduación de la bureta y calcular la concentración de la solución de NaHCO_3 .
8. En otro matraz dispensar 10 mL de NaHCO_3 y ahora agregar 2 gotas del indicador naranja de metilo.
9. Titular de la misma forma como se indica en el punto 5.
10. Registrar el volumen consumido del titulante observando la graduación de la bureta y calcular la concentración de la solución de NaHCO_3 .
11. Verificar el pH usando las tiras de papel indicador al finalizar cada titulación. Se puede tomar una pequeña gota de la mezcla usando el agitador y dejándola caer sobre la tira o bien introducir un pedazo pequeño de la tira directamente en la mezcla.

Experimento 2: Valoración de una solución de HCl

1. Montar otra bureta de forma similar al experimento anterior, pero ahora aforarla con solución de NaOH 0.25 M.
2. Pipetar 10 mL de solución de HCl como muestra problema y agregar dos gotas de indicador fenolftaleína.
3. Titular como se indicó antes.

4. Repetir el procedimiento usando otros 10 mL de la misma solución de HCl. Realizar la titulación por duplicado, en caso de discrepancia entre los resultados realizar una tercera valoración.
5. Realizar una titulación de otros 10 mL de muestra sólo que ahora usar el indicador naranja de metilo.
6. Documentar las diferencias entre los volúmenes gastados usando diferente indicador.

Experimento 3: Titulación del ácido acético (vinagre blanco)

1. Montar un equipo de titulación y aforar la bureta con la solución de NaOH 0.25 M.
2. Mezclar en un matraz de 250 mL 1 mL de vinagre comercial con 9 mL de agua destilada y agregar 2 gotas de fenolftaleína.
3. Titular con la solución de NaOH y registrar el volumen consumido. Realizar la titulación por duplicado, en caso de discrepancia entre los resultados realizar una tercera valoración.
4. Calcular la concentración de ácido acético en la solución preparada, así como en el vinagre comercial.
5. Con la concentración de ácido acético obtenida calcule el pH de la solución y del vinagre comercial.
6. Medir el pH de la muestra con el potenciómetro y comparar con el pH calculado.

Experimento 4: Titulación del jugo de limón

1. Montar un equipo de titulación y aforar la bureta con la solución de NaOH 0.25 M.
2. Exprimir el jugo de un limón.
3. Colocar en una pinza del soporte universal un embudo con papel filtro.
4. Filtrar el jugo de limón y recibir el filtrado en un vaso de precipitado de 100 mL.
5. Preparar una muestra de jugo de limón diluida 1:10, mezclando 5 mL de jugo de limón filtrado y 45 mL de agua destilada en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
6. Tomar 10 mL de la solución de jugo de limón (1:10) y depositarlos en un matraz Erlenmeyer de 250 mL, añadir 2 gotas de fenolftaleína.
7. Titular la muestra con la solución de NaOH y calcular la concentración de ácido cítrico como principal aportador de acidez.
8. Calcule el pH de la muestra con la concentración de ácido cítrico calculada.

9. Medir el pH de la muestra con el potenciómetro y comparar con el pH calculado.

Experimento 5: Elaboración de una solución amortiguadora de pH

1. Preparar de forma grupal 100 mL de una solución 0.01 M de fosfato de potasio monobásico (KH_2PO_4).
2. Preparar de forma grupal 100 mL de una solución 0.01 M de fosfato de potasio dibásico (K_2HPO_4).
3. En vasos de precipitado de 100 mL preparar las mezclas que se indican en la tabla.

Vaso	KH_2PO_4 (ml)	K_2HPO_4 (ml)	Agua (mL)	pH
1	9.3	0.7	0.0	
2	8.2	1.8	0.0	
3	5.6	4.4	0.0	
4	4.0	6.0	0.0	
5	1.6	8.4	0.0	
6	0.5	9.5	0.0	
7	0.0	0.00	10.0	



El instructor puede optar por una repartición entre los equipos de las soluciones a preparar con fines de ahorrar tiempo.

4. Medir el pH con un potenciómetro previamente calibrado y registrar el valor.
5. Discutir por qué las diferencias en las muestras en el contexto de la ecuación de Henderson-Hasselbalch.

Experimento 6: Titulación de las soluciones amortiguadoras

1. Montar un equipo de titulación y aforar la bureta con la solución adecuada.
2. Tomando las soluciones amortiguadoras del experimento anterior, titular las que presentaron un pH ácido con el NaOH 0.25 M y las básicas con el HCl 0.1 M.
3. Monitorear la titulación de la muestra midiendo el pH con el potenciómetro.
4. Justo después de que se observa el estallido (incremento súbito) en el valor de pH de las muestras agregar 1 mL adicional gota a gota y registrar el pH.
5. Observar y anotar el comportamiento de las mezclas durante su titulación con respecto a la 7 que es solo agua.

RESULTADOS

Anotar en la bitácora las observaciones obtenidas en cada uno de los experimentos y coméntelas con sus compañeros. Todos los cálculos realizados deben estar explícitamente desarrollados en su bitácora. Elabore un reporte de actividades según el formato solicitado por el instructor.

CUESTIONARIO

- 1.- ¿Qué es una sustancia amortiguadora o buffer?
- 2.- ¿Cómo funciona el potenciómetro?
- 3.- ¿Cuáles son las propiedades químicas y cómo se produce el ácido acético?
- 4.- Explique en qué consiste la ecuación de Henderson-Hasselbach.
- 5.- Explique porque el viraje de la fenolftaleína y el naranja de metilo son indicadores de la neutralización de las soluciones.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ACS (2005). Química: Un proyecto de la American Chemical Society. Editorial Reverté. Barcelona, España.
- Becker, R. S., Wentworth, W. E. (1977). Química general. Editorial Reverté. Barcelona, España.
- Gustsche, C. D., Pasto, D. J. (1979). Fundamentos de Química Orgánica. Editorial Reverté. Barcelona, España.

PRÁCTICA 7. DETERMINACIÓN DEL CALOR ESPECÍFICO DEL AGUA, DE UN METAL Y MATERIALES BIOLÓGICOS

INTRODUCCIÓN

Hasta el siglo XVIII al calor se le describía como un fluido que se podía mover de un cuerpo a otro; a tal sustancia, que no se le suponía masa y que gozaba de la invisibilidad, se le llama *calórico*. La teoría del calórico explicaba muchos fenómenos como el flujo de calor de un sistema caliente a otro frío. De esta teoría surge la medida del calor en la unidad que aún perdura y que llamamos caloría (cal): “Cantidad de calor necesaria para elevar la temperatura de un gramo de agua desde 14.5 a 15.5 °C”. Tiempo después se redefinió el calor como una forma de energía que se transfiere de un cuerpo a otro debido a una diferencia de temperatura, pudiendo abarcar así el calor producido por el rozamiento, además de establecer su relación directa con la realización de trabajo mecánico (Burbano y col., 2003).

Puesto que la capacidad calorífica (K) es la relación entre el calor recibido y su variación de temperatura; si calentamos diferentes masas de una misma sustancia, observaremos que su capacidad calorífica es distinta; sin embargo, el valor de la capacidad calorífica es la misma cuando normalizamos con respecto a la masa. A ésta relación se le conoce como calor específico y es una propiedad característica de la materia. Por tanto, el calor específico (C_e) de una sustancia es igual a su capacidad calorífica entre su masa (m) (Pérez, 2015):

$$C_e = \frac{K}{m}$$

Actualmente, una de las aplicaciones actuales de los calorímetros es la de determinar los calores específicos de las sustancias usando el “método de mezclas”. Experimentalmente, se calienta una muestra de la sustancia a una temperatura alta, que se mide con precisión, y luego rápidamente se le coloca en el agua fría del calorímetro. La pérdida de calor por la muestra será ganada por el agua y el calorímetro. Al conocer la temperatura final de la mezcla, se puede calcular específico (Giancoli, 2006).

OBJETIVOS

- Conocer el fundamento de la operación de los calorímetros.
- Elaborar una estrategia metodológica sencilla y semi-empírica para estudiar el calor asociado a las reacciones químicas.

MATERIALES Y REACTIVOS

Materiales (por equipo)	Reactivos (para 4 equipos)
<i>Experimento 1: Montaje y estabilidad del calorímetro</i>	
1 Platina con agitación magnética	Piseta con agua destilada
1 Vaso de precipitado de 250 mL	
1 Agitador magnético	
1 Soporte universal	
1 Pinza de 3 dedos	
1 Termómetro (100 °C)	
<i>Experimento 2: Determinación la capacidad calorífica del sistema</i>	
1 Platina con agitación magnética	Piseta con agua destilada
1 Vaso de precipitado de 250 mL	
1 Vaso de precipitado de 500 mL	
1 Vaso de precipitado de 100 mL	
1 Agitador magnético	
1 Soporte universal	
1 Pinza de 3 dedos	
1 Termómetro (100 °C)	
1 Tela de alambre	
1 Mechero de Bunsen con manguera	
1 Tripié	
1 Pipeta 10 mL	
1 Perilla o pro-pipeta	
<i>Experimento 3: Determinación del calor específico del hierro</i>	
1 Platina con agitación magnética	5 g de limadura de hierro
1 Vaso de precipitado de 250 mL	Piseta con agua destilada
1 Vaso de precipitado de 500 mL	
1 Agitador magnético	
1 Soporte universal	
1 Pinza de 3 dedos	
1 Termómetro (100 °C)	
1 Tela de alambre	
1 Mechero de Bunsen con manguera	
1 Tripié	
1 Tubo de ensaye	
1 Pinzas para tubo de ensaye	
1 Pesa sustancias	
1 Espátula	

Continúa...

<i>Experimento 4: Determinación del calor específico de la papa y la zanahoria</i>	
1 Platina con agitación magnética	50 g de papa en trozos
1 Vaso de precipitado de 250 mL	50 g de zanahoria en trozos
1 Vaso de precipitado de 500 mL	Piseta con agua destilada
1 Agitador magnético	
1 Soporte universal	
1 Pinza de 3 dedos	
1 Termómetro (100 °C)	

1 Tela de alambre	
1 Mechero de Bunsen con manguera	
1 Tripié	
1 Tubo de enaye	
1 Pesa sustancias	
1 Espátula	

PROCEDIMIENTO

Experimento 1: Montaje y estabilidad del calorímetro

1. Colocar en la mesa de trabajo una platina con agitación.
2. Sobre la platina colocar un recipiente de unicel de 500 mL.
3. Agregar 100 mL de agua destilada al vaso.
4. Introducir dentro un agitador magnético.
5. Montar otro recipiente en forma de tapa y hacer 2 orificios en él, uno para el termómetro y otro para un embudo que permita introducir los líquidos o sólidos al sistema (Figura 1).



Fig. 1. Esquema de un calorímetro sencillo elaborado con vasos de unicel y corcho.

6. Colocar un soporte universal a lado de la platina sobre la mesa.
7. Introducir un termómetro procurando que esté en contacto con el agua.
8. Sujetar el termómetro con una pinza de tres dedos al soporte.
9. Medir la temperatura cada 3 min por un lapso de 15 min, para verificar que no hay cambios grandes en la temperatura del líquido, su promedio es la temperatura ambiente registrada en el calorímetro y se denominará T_0 .

Experimento 2: Determinación la capacidad calorífica del sistema

1. Usar el calorímetro montado en el experimento 1.
2. Calentar agua en un vaso de 500 mL sobre un tripié con un mechero hasta alcanzar los 80 °C, mantener así durante todo el experimento. Asegurarse de que el sistema de calentamiento del agua este lo suficientemente retirado del sistema calorímetro.
3. Tomar con una probeta y de manera secuencial 25, 50, 75 y 100 mL de agua caliente, luego verterlos rápidamente dentro del calorímetro. Para los cálculos la temperatura del agua adicionada se tomará como 80 °C y se denominará T .



El instructor puede dividir el trabajo de ésta etapa entre los diferentes equipos para optimizar el tiempo.

4. Obtener la temperatura de equilibrio (la máxima alcanzada, T_e).
5. Realizar el experimento por duplicado y promediar los valores de T_e .

Experimento 3: Determinación del calor específico del hierro

1. Montar el sistema del calorímetro como en el experimento 1.
2. Calentar agua en un vaso de 500 mL sobre un tripié con un mechero hasta alcanzar los 80 °C.
3. Introducir y sostener con unas pinzas un tubo de ensayo conteniendo 1 g de limadura de hierro en el baño maría por 30 min para equilibrar su temperatura. Puede poner a calentar el hierro desde que el agua alcance dicha temperatura mientras realiza el experimento 1.
4. Tomar rápidamente el tubo y verter la limadura de hierro sobre los 100 mL de agua a temperatura ambiente en el calorímetro.
5. Medir la temperatura de equilibrio.
6. Realizar el experimento por duplicado y promediar los valores de T_e .

Experimento 4: Determinación del calor específico de la papa y la zanahoria

1. Montar el sistema del calorímetro como en el experimento 1.
2. Calentar agua en un vaso de 500 mL sobre un tripié con un mechero hasta ebullición y mantener.

3. Introducir y sostener con unas pinzas un vaso de precipitado conteniendo 10 g de trozos pequeños de papa cruda en el baño maría hasta equilibrar su temperatura por 10 min.
4. Tomar rápidamente el vaso y verter el material biológico sobre los 50 mL de agua a temperatura ambiente en el calorímetro.
5. Medir la temperatura de equilibrio.
6. Realizar el experimento por duplicado y promediar los valores de T_e .
7. Repetir el procedimiento usando trozos de zanahoria.

RESULTADOS

Determinar el calor específico de sólidos o líquidos usando el método de mezclas. Debido a que el sistema montado se considera adiabático para efectos prácticos, debemos calcular la cantidad de agua que tiene la misma capacidad calorífica que el vaso del calorímetro, la parte sumergida del termómetro y el agitador magnético; lo cual es una constante para cada calorímetro, a lo descrito se le conoce como capacidad calorífica del sistema (K) y se obtiene empleando la siguiente ecuación:

$$K = \frac{m(T - T_e)}{T_e - T_0} - M$$

Dónde: K es la capacidad calorífica del sistema (g), m es la masa (g) de agua añadida y T es su temperatura, M es la masa de agua (g) en el calorímetro y T_0 es la temperatura ambiente registrada en el calorímetro, por último, T_e es la temperatura de equilibrio. Calcule K empleando cada uno de los volúmenes de agua adicionados en el experimento uno.

La aplicación del principio de las mezclas, expresando los calores específicos en cal/g · K, conduce a la siguiente ecuación:

$$C_e = \frac{(M + K)(T_e - T_0)}{m(T - T_e)}$$

Dónde: C_e es calor específico, K es la capacidad calorífica del sistema (g), m es la masa (g) de agua añadida y T es su temperatura, M es la masa de agua (g) en el calorímetro y T_0 es la temperatura ambiente registrada en el calorímetro, por último, T_e es la temperatura de equilibrio.

Anote en su bitácora las observaciones obtenidas en cada uno de los experimentos y coméntelas con sus compañeros. Todos los cálculos realizados deben estar explícitamente

desarrollados en su bitácora. Elabore un reporte de actividades según el formato solicitado por el instructor.

CUESTIONARIO

1. Explicar la conveniencia de usar las unidades de calor específico según el Sistema Internacional de Unidades de Medida.
2. ¿Por qué el calor específico del agua es diferente al de un aceite natural?
3. ¿Por qué es complicado cocinar un huevo en la altura?
4. Describa algún ejemplo donde se emplee el calor específico como herramienta para explicar una reacción biológica.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Burbano, E. S., Burbano, G. E., García, M. C. (2003). Física general. 32va. Edición. Editorial Tébar. Madrid, España.

Giancoli, D. C. (2003). Física: Principios con aplicaciones. Pearson Educación. Estado de México, México.

Pérez, M. H. (2015). Física general. 5ta. Edición. Grupo Editorial Plata. Ciudad de México, México.

PRÁCTICA 8. CAMBIO DE ENTALPÍA EN REACCIONES: NEUTRALIZACIÓN, SOLUBILIZACIÓN Y DILUCIÓN

INTRODUCCIÓN

El cambio de entalpía (ΔH) que acompaña las reacciones químicas se conoce comúnmente como calor de reacción (Q), porque se supone que la mayoría de las reacciones de laboratorio no ocurren en recipientes cerrados, por ende, se llevan a cabo a presión constante, condiciones a las que $Q = \Delta H$. Un calorímetro simple, como el usado en la práctica 7, puede ser usado para determinar el calor (o cambio de entalpía) de una reacción. Solamente las reacciones que son rápidas (ocurren en segundos), únicas (no conllevan reacciones secundarias) y complejas (el rendimiento es 100%) se prestan para éste tipo de medición calorimétrica (Picado y Álvarez, 2008).

Al neutralizar soluciones diluidas de ácidos fuertes con bases fuertes, a temperatura ambiente, el calor de neutralización por mol (ΔH) de agua formada es esencialmente constante e independiente de la naturaleza del ácido o la base (Canales y col., 1999).

Un proceso de disolución puede ser endotérmico o exotérmico. El proceso es endotérmico si para vencer las atracciones disolvente-disolvente y soluto-soluto es necesario aportar más energía que la que se obtiene gracias a las interacciones entre las partículas del disolvente y las del soluto. El calor absorbido cuando se disuelve una mol de un soluto en un disolvente a presión constante es denominado entalpía molar de disolución ($\Delta H_{\text{disolución}}$). La entalpía de disolución depende de la concentración final de la solución, pero su valor es constante si ésta es lo suficientemente diluida, es decir, si se utiliza una gran cantidad de disolvente (Gillespie y col., 1990).

La entalpía es una función de estado; por lo tanto, el valor de ΔH es independiente de la vía entre los estados inicial y final dados. En este contexto, la ley de Hess establece que: “la entalpía de la reacción global es la suma de las entalpías de los pasos de la reacción en que la reacción puede ser dividida” (Atkins y Jones, 2006).

OBJETIVOS

- Determinar el cambio de entalpía de Neutralización entre un ácido y una base a partir de la reacción química entre ellos y de su energía en forma de calor.
- Determinar el cambio de entalpía de la solubilización de compuestos.
- Determinar el cambio de entalpía de dilución de un ácido y de una base fuertes.
- Comparar los valores experimentales con los calculados por medio de la ley de Hess.

MATERIALES Y REACTIVOS

	Reactivos (para 4 equipos)
<i>Experimento 1: Cálculo de entalpía usando una reacción de Neutralización</i>	
1 Platina con agitación magnética	80 mL sol. HCl 1 M
1 Vaso de precipitado de 250 mL	80 mL sol. NaOH 1 M
1 Agitador magnético	Sol. de fenolftaleína en gotero
1 Soporte universal	Piseta con agua destilada
2 Pinza de 3 dedos	
1 Termómetro (100 °C)	
1 Potenciómetro	
1 Pipeta 10 mL	
1 Perilla o pro-pipeta	
<i>Experimento 2: Cálculo de entalpía de disolución sólido:líquido</i>	
1 Platina con agitación magnética	
1 Vaso de precipitado de 250 mL	16 g de KCl
1 Agitador magnético	10 g de NaOH
1 Soporte universal	Piseta con agua destilada
1 Pinza de 3 dedos	
1 Termómetro (100 °C)	
<i>Experimento 3: Cálculo de entalpía de disolución líquido:líquido</i>	
1 Platina con agitación magnética	
1 Vaso de precipitado de 250 mL	Sol. 80 mL HCl 2 N
1 Agitador magnético	300 mL de etanol
1 Soporte universal	Piseta con agua destilada
1 Pinza de 3 dedos	
1 Termómetro (100 °C)	
1 Probeta de 100 mL	

PROCEDIMIENTO

Experimento 1: Cálculo de entalpía usando una reacción de Neutralización

1. Instalar el sistema calorímetro usado en la práctica anterior, solo que en lugar de agua colocar 20 mL de HCl 2 M.
2. Adicionar tres gotas de fenolftaleína.

3. Introducir el termómetro y encender la agitación, debe permitir que la temperatura alcance el equilibrio.
4. Registrar la temperatura inicial.
5. Adicione 20 mL de NaOH 2 M en el vaso y medir la temperatura.
6. Continuar la adición del mismo volumen de NaOH hasta que la reacción llegue al equilibrio, indicado por el vire de color.
7. Registrar tras cada adición la temperatura y el color de la solución del vaso.
8. Realizar el experimento por duplicado y promediar los valores de temperatura.

Experimento 2: Cálculo de entalpía de disolución sólido:líquido

1. Instalar el sistema de calorímetro con 20 mL de agua destilada.
2. Introducir el termómetro, encender la agitación y registrar la temperatura inicial.
3. Pesar 3.9 g de cloruro de potasio y agregarlos rápidamente al vaso.
4. Monitorear la temperatura y visualmente la solubilización de la sal.
5. Registrar la temperatura máxima alcanzada.
6. Repetir experimento utilizando 2 g de hidróxido de sodio.

Experimento 3: Cálculo de entalpía de disolución líquido:líquido

1. Instalar el sistema de calorímetro con 20 mL de agua destilada.
2. Introducir el termómetro, encender la agitación y registrar la temperatura inicial.
3. Medir 20 mL de HCL 2 M y agregarlos rápidamente al vaso.
4. Monitorear la temperatura.
5. Registrar la temperatura máxima alcanzada.
6. Repetir experimento utilizando 20 mL de etanol.

RESULTADOS

Debido a las bajas concentraciones de las soluciones empleadas en el experimento 1, podemos considerar que el calor específico de la mezcla es equivalente al del agua (4.18 J/g · °C). Para efectos prácticos considerar que la densidad de las soluciones es 1 g/mL. Calcular el calor desprendido durante la reacción empleando la siguiente ecuación:

$$Q = m \times C_e \times (T_f - T_i)$$

Dónde: Q es el calor, m es la masa total de la solución al final de la reacción, C_e es el calor específico del agua, T_f y T_i son las temperaturas final e inicial del sistema, respectivamente.

El signo de Q nos indica si la reacción es endotérmica o exotérmica, tener esa consideración para agregar el signo correspondiente al valor de entalpía que se calcule.

Para calcular ΔH basta con considerar la estequiometría de la reacción, es decir, tomar en cuenta las moles de los reactantes que intervinieron. Es conveniente realizar la siguiente relación: Si la reacción de 0.1 M de HCl y/o NaOH desprendió la cantidad de Q calculada, ¿cuánto calor será desprendido si reacciona 1 M?

La entalpía de disolución de los experimentos 2 y 3 depende de la concentración de la solución final. Anote en su bitácora las observaciones obtenidas en cada uno de los experimentos y coméntelas con sus compañeros. Todos los cálculos realizados deben estar explícitamente desarrollados en su bitácora. Elabore un reporte de actividades según el formato solicitado por el instructor.

CUESTIONARIO

1. ¿Cuáles son las entalpías de formación de los compuestos usados para cada experimento?
2. ¿Por qué el valor de entalpía puede ser positivo o negativo?
3. Suponiendo las mismas condiciones de su experimento: Prediga la T_f de una mezcla que se preparará con 8 g de KCl.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Atkins, P. W., Jones, L. (2006). Principios de química: los caminos del descubrimiento. 3ra. Edición. Editorial Médica Panamericana. Buenos Aires, Argentina.
- Canales, M. Ma. M., Hernández, D. C. T., Meráz, M. J. S., Peñalosa, C. I. (1999). Físicoquímica, Volumen I: Teoría. Universidad Nacional Autónoma de México. Estado de México, México.
- Guillespie, R. J., Humphreys, D. A., Baird, N. C., Robinson, E. A. (1990). Química. Editorial Reverté. Barcelona, España.
- Picado, A. B., Álvarez, M. (2008). Química I: Introducción al estudio de la materia. Editorial Universidad Estatal a Distancia. San José, Costa Rica.

PRÁCTICA 9. REACCIONES DE IDENTIFICACIÓN DE GRUPOS FUNCIONALES Y TIPOS DE COMPUESTOS

INTRODUCCIÓN

En la caracterización de un compuesto orgánico desconocido es esencial el conocimiento de los elementos y de los grupos funcionales que lo conforman. Los elementos más comunes de los compuestos orgánicos son carbono, hidrógeno, oxígeno, nitrógeno, azufre, y halógenos; otros elementos menos comunes son: fósforo, magnesio, cobalto, cobre, fierro, y otros metales los cuales pueden estar presentes como sales de ácidos orgánicos (Fernández, 2014).

El comportamiento de los compuestos orgánicos se debe principalmente a la presencia de por lo menos un grupo funcional. Los grupos funcionales son familias químicas con una agrupación de átomos constante, en número, enlaces y distribución espacial; los cuales dan a las moléculas que pertenecen propiedades químicas similares. En compuestos naturales se pueden encontrar más de un grupo funcional. Las propiedades químicas y físicas de tales compuestos son el resultado de la combinación de efectos de los grupos funcionales, es decir, si en una misma estructura se encuentra el grupo carboxílico ($-\text{COOH}$) y el grupo hidroxilo ($-\text{OH}$), el compuesto se comportará como ácido orgánico y como alcohol (Guarnizo y Martínez, 2009).

Para aplicar el análisis cualitativo es necesario transformar los elementos a partir de la forma covalente en la que generalmente se encuentran en los compuestos orgánicos, a iones; éstas reacciones se llevan a cabo por vía húmeda y se clasifican de la siguiente forma: reacciones ácido-base, formación de complejos, precipitación y de óxido-reducción (Burriel y col., 2008).

OBJETIVOS

- Identificar los principales grupos funcionales encontrados en los compuestos orgánicos.
- Diferenciar los diferentes tipos de carbohidratos debido a sus propiedades reactivas.
- Identificar aminoácidos mediante reacciones colorimétricas.

MATERIALES Y REACTIVOS

Materiales (por equipo)	Reactivos (para 4 equipos)
<i>Experimento 1: Identificación de alcoholes</i>	
1 Tubo de ensaye	10 mL etanol
1 Gradilla	10 mL isopropanol
1 Pipeta 10 mL	10 mL tert-butanol
1 Perilla o pro-pipeta	10 mL reactivo nitrato cérico
	1 Piseta con agua destilada
<i>Experimento 2: Identificación de aldehídos y cetonas</i>	
1 Tubo de ensaye	10 mL acetona
1 Gradilla	10 mL acetaldehído
1 Pipeta 10 mL	10 mL reactivo 2,4-dinitrofenilhidrazina
1 Perilla o pro-pipeta	1 Piseta con agua destilada
<i>Experimento 3: Identificación de aminas</i>	
1 Tubo de ensaye	10 mL sulfato de cobre 10%
1 Gradilla	10 mL soln. L-lisina 1%
1 Pipeta 10 mL	1 Piseta con agua destilada
1 Perilla o pro-pipeta	
<i>Experimento 4: Identificación de fenoles</i>	
1 Tubo de ensaye	10 mL butilhidroxitolueno 10%
1 Gradilla	10 mL FeCl ₃ 2.5%
1 Pipeta 10 mL	1 Piseta con agua destilada
1 Perilla o pro-pipeta	
<i>Experimento 5: Identificación de monosacáridos</i>	10 mL reactivo Fehling
9 Tubos de ensayo	5 mL reactivo Molish
1 Pipeta 10 mL	10 mL reactivo Resorcinol
1 Perilla o pro-pipeta	50 mL glucosa 1%
1 Vaso de precipitado de 250 mL	50 mL fructosa 1%
1 Mechero Bunsen	50 mL manosa 1%
1 Tela de calentamiento	5 mL H ₂ SO ₄ concentrado
1 Tripié	1 Piseta con agua destilada
1 Gotero o pipeta Pasteur de vidrio	
<i>Experimento 6: Identificación de disacáridos</i>	
4 Tubos de ensayo	10 mL reactivo Fehling
1 Pipeta 10 mL	10 mL sacarosa 1%
1 Perilla o pro-pipeta	10 mL lactosa 1%
1 Gotero o pipeta Pasteur de vidrio	5 mL HCl 5 M
1 Vaso de precipitado de 250 mL	5 mL sulfato de cobre 10%
1 Mechero Bunsen	5 mL NaOH 10%
1 Tela de calentamiento	1 Piseta con agua destilada
1 Tripié	
<i>Experimento 7: Identificación de polisacáridos</i>	
1 Tubo de ensayo	5 mL almidón 1%
1 Pipeta 10 mL	5 mL lugol
1 Perilla o pro-pipeta	Agua destilada
1 Gotero o pipeta Pasteur de vidrio	1 Piseta con agua destilada

Continúa...

1 Vaso de precipitado de 250 mL	
1 Mechero Bunsen	
1 Tela de calentamiento	
1 Tripié	
<i>Experimento 8: Hidrólisis de enlaces α-1,4</i>	

4 Tubos de ensayo	10 mL sacarosa 1%
1 Pipeta 10 mL	10 mL lactosa 1%
1 Perilla o pro-pipeta	5 mL almidón 1%
	5 mL lugol
	10 mL reactivo Fehling
	1 Piseta con agua destilada

PROCEDIMIENTO

Experimento 1: Identificación de alcoholes

1. Colocar 0.5 mL de etanol en un tubo de ensaye.
2. Añadir 2 a 3 gotas de reactivo de nitrato cérico.
3. Registrar las observaciones.
4. Repetir el procedimiento usando isopropanol, tert-butanol y catecol.

Experimento 2: Identificación de aldehídos y cetonas

1. Colocar 0.5 mL de acetona en un tubo de ensaye.
2. Añadir 4 a 5 gotas de reactivo de 2,4-dinitrofenilhidrazina.
3. Registrar las observaciones.
4. Repetir el procedimiento usando acetaldehído y catecol.

Experimento 3: Identificación de enlaces peptídicos

1. Colocar 0.5 mL de sulfato de cobre 10% en un tubo de ensaye.
2. Añadir 1 gota de una solución de L-lisina al 1%.
3. Agregar 5 gotas de hidróxido de sodio (NaOH) 5 M.
4. Repetir el experimento utilizando 0.5 mL de una fuente de proteínas, puede ser leche o clara de huevo.
5. Registrar las observaciones.

Experimento 4: Identificación de fenoles

1. Colocar 0.5 mL de butilhidroxitolueno 10% en un tubo de ensaye.
2. Añadir 1 gota de una solución de cloruro de fierro 2.5%.
3. Registrar las observaciones.

Experimento 5: Identificación de monosacáridos

1. Colocar 0.5 mL de cada azúcar y 0.1 mL de cada reactivo para preparar la serie de tubos indicada en la tabla, identificar correctamente los tubos (El reactivo de Fehling se compone de dos soluciones Fehling A y Fehling B, a la serie de Fehling agregar 0.25 mL de cada solución).

- En todos los casos anote sus observaciones antes y después de adicionar cada reactivo.

Carbohidrato	Fehling	Molisch	Resorcinol
Glucosa	X		
Glucosa		X	
Glucosa			X
Fructosa	X		
Fructosa		X	
Fructosa			X
Manosa	X		
Manosa		X	
Manosa			X

- Tomar la serie de resorcinol, agregar 5 gotas de HCl concentrado y calentar hasta punto de ebullición en baño maría por 15 min, anote sus observaciones.
- Tomar la serie de tubos correspondientes al reactivo de Fehling y caliente en baño maría a ebullición durante 5 min y anote sus observaciones.
- Tomar la serie de Molisch y agregar por la pared del tubo 1 gota de H₂SO₄ concentrado a cada uno, anote las observaciones.

Experimento 6: Identificación de disacáridos

- Colocar en un tubo de ensaye 1.5 mL de solución de sacarosa 1%.
- Agregar 5 gotas de HCL 5 M y poner a baño maría a ebullición por 15 min.
- Una vez frío agregar 3 gotas de NaOH al 10%, posteriormente agregar 0.1 mL de los reactivos de Fehling y hervir en baño maría a punto de ebullición por 5 min.
- Anotar las observaciones en su bitácora.
- Repetir el experimento sin agregar HCl

Experimento 7: Identificación de polisacáridos

- Disponer en un tubo de ensaye 1.5 mL de una solución de almidón 1%.
- Agregar 1 a 2 gotas de reactivo de lugol.
- Incubar la mezcla por 5 min en un baño maría a ebullición.

4. Repetir el experimento utilizando 1.5 mL de glucosa al 1%.
5. Anotar las observaciones en su bitácora.

Experimento 8: Hidrólisis de enlaces α -1,4

1. Realizar una serie de 4 tubos y adicionar 1.5 mL de las siguientes soluciones por separado: sacarosa, lactosa y almidón.
2. Agregar a cada tubo 1 mL de saliva humana. De preferencia el(los) alumno(s) que vaya(n) a donar la saliva debe(n) evitar comer por lo menos una hora antes y lavarse la boca.
3. Incubar a 37 °C por 15 min.
4. Añadir 0.1 mL del reactivo de Fehling.
5. Anotar las observaciones en su bitácora.
6. Repetir el experimento, pero al final adicionar 2 gotas de lugol en lugar del reactivo de Fehling.

CUESTIONARIO

1. Mencionar 3 ejemplos (esquematice su estructura) de moléculas biológicas que contengan al menos 2 grupos funcionales de los identificados en la práctica.
2. Existen grupos funcionales complejos, los cuales incluyen alguno de los grupos aquí analizados unido a otros átomos. Proporcionar 3 ejemplos (esquematice su estructura) de moléculas biológicas que contengan al menos 1 grupo funcional compuesto.
3. Mencionar al menos 2 polímeros distintos a los polisacáridos, indicar mediante esquema su estructura básica (unión de monómeros).

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Burriel, M. F., Lucena, C. F., Arribas, J. S., Hernández, M. J. (2008). Química analítica cuantitativa. 18va. Edición. Paraninfo Cengage Learning. Madrid, España.
- Fernández, G. (2014). Determinación estructural. Academia Minas Centro Universitario. Oviedo, España.
- Guarnizo, F. A., Martínez, Y. P. N. (2009). Experimentos de Química Orgánica. Ediciones Elizcom. Quindío, Colombia

PRACTICA 10. CUANTIFICACIÓN DE COMPUESTOS POR MÉTODOS ESPECTROFOTOMÉTRICOS: LEY DE LAMBERT Y BEER

INTRODUCCIÓN

Los métodos instrumentales que utilizan radiación ultravioleta (UV), visible (Vis) o infrarrojo (IR) se denominan métodos ópticos. La absorción de radiación electromagnética implica el paso de una especie de su estado fundamental de mínima energía (E_0) a un estado excitado (E^*) de mayor energía. La representación gráfica de la atenuación (absorbancia) o el porcentaje de la radiación transmitida (transmitancia) frente a la longitud de onda (λ) en la región UV-Vis (380-780 nm) constituye el espectro de absorción de dicha especie. El espectro de absorción es propio de cada especie química, lo que permite usarlo como coadyuvante para la identificación de analitos (Sierra y col., 2010).

La ley de Lambert-Beer se refiere a la relación entre la intensidad de la energía electromagnética transmitida y la concentración de una solución irradiada. Al atravesar una distancia fija, la pérdida de intensidad de la energía es proporcional a la cantidad de sustancia disuelta. De dicha ley se desprende la ecuación: $A=a.b.c$; donde: A es la absorbancia, a es denominada absorptividad (una constante de proporcionalidad) o coeficiente de extinción específica si b se expresa en cm y c en g/L. La constante a se denomina absorptividad molar o coeficiente de extinción molar (ϵ) cuando c se expresa en moles por litro (Olsen, 1990).

Si se diluye sucesivamente una solución de concentración conocida de una sustancia y de cada dilución se mide la absorbancia a la longitud de onda óptima, al representar gráficamente la absorbancia contra la concentración se obtiene una curva (recta) de calibración de la sustancia. Si presentamos las unidades de la concentración en moles por litro el valor de la pendiente de dicha recta es ϵ . Si no se posee la sustancia pura para realizar una solución cada que se realiza una cuantificación se puede usar ϵ para calcular una concentración desconocida de la sustancia en una muestra problema, cuya absorbancia fue medida bajo las mismas condiciones, usando la ecuación antes descrita. En el caso de contar con la sustancia pura (estándar) a cuantificar en cada análisis se puede elaborar una curva de calibración para cada análisis y la concentración de la sustancia en la muestra se obtiene interpolando su absorbancia en la ecuación de la recta que se obtiene mediante una regresión lineal: $y= mx + b$. Donde: y es la absorbancia, m la pendiente, x la concentración y b la intersección con el eje y (Quesada, 2007; Harris, 2016).

OBJETIVOS

- Determinar la longitud de onda de máxima absorción de un compuesto.
- Determinar el coeficiente de extinción molar a partir de una curva estándar.
- Aprender a cuantificar un analito por medio de su coeficiente de extinción molar y curva estándar.
- Cuantificar una sustancia mediante el desarrollo de una reacción colorimétrica.

MATERIALES Y REACTIVOS

PROCEDIMIENTO

Experimento 1: Determinación del espectro de absorción y de la longitud de onda de máxima absorción del p-nitrofenol

1. Preparar 100 mL de una solución amortiguadora de fosfatos mezclando 5 mL de KH_2PO_4 0.01 M con 95 mL de K_2HPO_4 0.01 M (pH de 7.5). El amortiguador de fosfatos se empleará como disolvente de las soluciones de los experimentos 1, 2 y 3.



El instructor puede solicitar a un equipo que prepare 50 mL de KH_2PO_4 0.01 M para todo el grupo.

2. Preparar 50 mL de una solución de p-nitrofenol (p-NF) 5 mM.
3. A partir de la solución anterior (solución madre o stock), preparar una dilución que tenga una concentración de 50 μM en un volumen de 5 mL.
4. Encender el espectrofotómetro y espere a que se estabilice, aproximadamente 15-20 min.
5. Ajustar el equipo para que solo deje incidir sobre la muestra luz con una longitud de onda (λ) de 380 nm.
6. En una celda para espectrofotómetro colocar el volumen adecuado (2.5-3 mL, dependiendo del tipo de celda) de la solución que se usó para disolver el p-NF, ese será su blanco y con ella se ajustará a cero la absorbancia del equipo.
7. Colocar en el equipo una celda con la solución de p-NF 50 μM y anotar la absorbancia.

8. Siguiendo el mismo procedimiento se medirán las absorbancias a cada una de las longitudes de onda de la tabla.
9. La longitud de onda a la cual se obtuvo el mayor valor de absorbancia se considera la longitud de onda de máxima absorción.

λ	Absorbancia
370	
380	
390	
400	
410	
420	
430	
440	
450	
460	
470	



No olvide ajustar a cero cada vez que cambie de longitud de onda.

Experimento 2: Obtención del coeficiente de extinción molar del p-nitrofenol

1. Utilizar la solución de p-NF de 50 μM para realizar diluciones en un volumen de 5 mL a las siguientes concentraciones: 25, 12.5, 6.25 y 3.125 μM .
2. Leer la absorbancia de cada una de las diluciones en el espectrofotómetro a la longitud de onda de máxima absorción determinada en el experimento anterior.
3. Complete la siguiente tabla con los datos:

Concentración (μM)	Absorbancia
50	
25	
12.5	
6.25	
3.125	

- Obtener la curva de calibración o curva estándar, su ecuación y el valor de correlación en Excel

Experimento 3: Cuantificación de p-nitrofenol usando una curva estándar y su coeficiente de extinción molar



El instructor preparará diversas soluciones problema de *p*-NF en concentraciones que solo él conocerá.

- Los alumnos deberán analizar espectrofotométricamente las muestras problemas para determinar la concentración de *p*-NF en ellas.
- Deberán hacer los cálculos usando el ϵ y la curva estándar.
- Los resultados deben vaciarse en la siguiente tabla para compararlos:

Muestra	Absorbancia	$[p\text{-NF}]_{\epsilon}$	$[p\text{-NF}]$
1			
2			
3			
4			



El instructor puede dividir el trabajo de ésta etapa entre los diferentes equipos para optimizar el tiempo.

Experimento 4: Cuantificación de azúcares reductores por el método del DNS

- Preparar una solución de 10 mM de D-glucosa pesando la cantidad apropiada del reactivo para un volumen total y grupal de 25 mL.
- Preparar la siguiente serie de tubos con un volumen final de 2 mL en todos los casos:

Tubo	D-glucosa [mM]	Absorbancia
1	10	
2	5	
3	2.5	
4	1.25	

5	0.625	
6	0	

3. Agregar 1 mL de DNS a cada tubo
4. Mezclar bien e incubar a ebullición por 10 min a baño maría.
5. Dejar enfriar y medir la absorbancia de cada una de las soluciones en el espectrofotómetro a una λ de 570 nm.
6. El instructor preparará diversas muestras problemas con concentraciones D-glucosa que solo él conocerá o bien solicitará a los alumnos muestras reales que contengan este compuesto para ser analizadas.
7. Analizar espectrofotométricamente las muestras problema tal como lo hicieron con las diluciones de la curva estándar.
8. Calcular la concentración de D-glucosa en las muestras problema usando la ecuación del gráfico.

RESULTADOS

Realizar una gráfica “de líneas” con los datos obtenidos en el experimento 1. Colocar en el “eje x” las longitudes de onda y en el “eje y” las absorbancias obtenidas. El gráfico obtenido se denomina espectro de absorción y es específico para cada compuesto a unas condiciones dadas.

Con los datos del experimento 2 obtener un gráfico de “dispersión” usando la plataforma de Excel. Colocar en el “eje x” las concentraciones de las soluciones y en el “eje y” las absorbancias obtenidas. Después solicitar al programa que despliegue la línea recta a la cual tiende (“línea de tendencia”) el gráfico obtenido. Así mismo, solicitar incluya la ecuación del gráfico y el coeficiente de determinación (r^2). El valor de la pendiente en la ecuación del gráfico es el coeficiente de extinción molar para dichas condiciones de trabajo.

Para las cuantificaciones usando ε basta con despejar y sustituir valores partiendo de la ecuación de Lamber-Beer:

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot c$$

Dónde: A es la absorbancia, ε es el coeficiente de absorción molar, b es el ancho o espesor de la celda (1 cm) y c es la concentración de la solución.

Cuando usamos la ecuación del gráfico o recta para determinar una concentración del compuesto de interés, lo que se realiza es la sustitución en “y” del valor de la absorbancia de la muestra problema con el subsecuente despeje de “x”, lo que nos da directamente el valor de concentración a la cual le corresponde dicho valor de absorbancia. Por último, la concentración calculada adopta las unidades en las que se realizó la curva, es decir, las unidades de las diluciones del estándar.

CUESTIONARIO

- 1.- Esquematice un espectrofotómetro donde incluya sus partes y explique la función de cada una de ellas.
- 2.- ¿En qué consisten los métodos espectrofotométricos y para qué sirven?
- 3.- ¿Para qué se aplicó el estadístico R^2 o coeficiente de determinación en las gráficas de concentración/absorbancia?

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Sierra, A. I., Gómez, R. S., Pérez, Q. D., Morante, Z. S. (2010). Análisis instrumental: Volumen 1. Netbiblo. La Coruña, España.
- Olsen, E. D. (1990). Métodos ópticos de análisis. Editorial Reverté. Barcelona, España.

PRÁCTICA 11. FACTORES QUE AFECTAN LA VELOCIDAD DE REACCIONES QUÍMICAS

INTRODUCCIÓN

La velocidad de reacción química (k), se expresa como la velocidad de descomposición o desaparición de un reactivo o como la velocidad de formación de un producto. Si se considera una reacción química donde el reactivo A se descompone en B + C, entonces, el valor de k es directamente proporcional a la concentración de A y dicha reacción es de primer orden. Cuando se grafica la concentración de A con respecto al tiempo obtenemos el gráfico de la Figura 1A. Como existe una relación lineal entre la concentración de A y el tiempo, aunado a que k es una constante para un sistema dado, si se aplica el Log_{10} a los valores de concentración y se grafica con respecto al tiempo se obtiene un gráfico que tiende a una línea recta (Figura 1B). La velocidad de reacción en cualquier instante (tiempo) viene dada por la pendiente de la recta (constante de velocidad, k_v) (Avery, 1982).

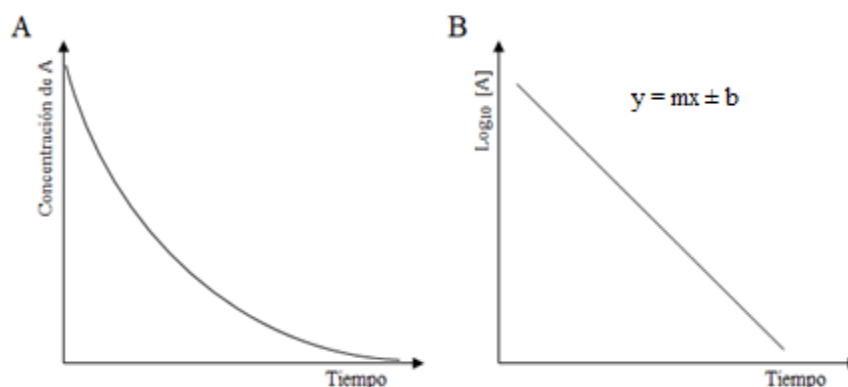


Figura 1. Típica curva de concentración contra tiempo para una reacción de primer orden (A). Ajuste lineal de los datos de una reacción de primer orden (B).

Los factores que afectan la velocidad de las reacciones químicas son: la naturaleza y concentración de los reactivos, la temperatura, presencia de catalizadores y la presión (Riaño, 2007). Si obtenemos la velocidad inicial de un sistema y alguno de los parámetros antes señalados se ve afectado o cambia, es necesario volver a determinar el valor de k para las nuevas condiciones.

OBJETIVOS

- Determinar la velocidad inicial de la reacción de hidrólisis del dicromato de potasio en medio ácido usando etanol como nucleófilo.
- Visualizar el efecto de la concentración del nucleófilo sobre la velocidad inicial de la reacción de hidrólisis de dicromato de potasio.
- Observar el efecto de la temperatura sobre la velocidad inicial de una reacción.

PROCEDIMIENTOExperimento 1: Determinación de la velocidad inicial de una reacción

1. Encender el espectrofotómetro y ajustar la longitud de onda a 468 nm, es importante realizar ésta operación de 15-20 min antes de iniciar las lecturas para que el equipo estabilice sus componentes.
2. Preparar la siguiente serie de tubos con las soluciones dadas, el volumen total de cada tubo debe ser de 7 mL:

Tubo	Agua (mL)	Etanol (mL)	H ₂ SO ₄ 4 M (mL)	K ₂ Cr ₂ O ₇ 0.002 M (mL)
Blanco	4.5	2	0.5	0
1	3	2	0.5	1.5

3. Añadir las soluciones en el siguiente orden: agua, etanol y ácido sulfúrico.



No añada la solución de dicromato de potasio al tubo 1 hasta que haya ajustado a cero la lectura de absorbancia con el blanco y esté listo para iniciar a cronometrar.

4. Agitar los tubos para homogenizar la solución.
5. Depositar aproximadamente 3 mL del blanco en una celda de espectrofotómetro, colocarla en el compartimento para celdas del equipo y ajustar a cero la lectura de absorbancia.
6. Añadir 1.5 mL de K₂Cr₂O₇ 0.002 M al tubo 1, agitar para homogenizar y luego colocar 3 mL aproximadamente en una celda.



Procurar realizar esta operación lo más rápido posible ya que desde que se mezclan los componentes comienza la reacción.

7. Tomar la lectura inicial de absorbancia y luego cada 30 s (x) durante 5 min.

- Realizar un gráfico de dispersión con las especificaciones señaladas en el apartado de resultados.

Experimento 2: Efecto de la concentración de los reactantes (nucleófilos) sobre k

- Repetir los pasos del experimento 1, solamente que la serie de tubos tendrá las siguientes cantidades:

Tubo	Agua (mL)	Etanol (mL)	H ₂ SO ₄ 4 M (mL)	K ₂ Cr ₂ O ₇ 0.002 M (mL)
Blanco	2.5	4	0.5	0
1	1	4	0.5	1.5

- Realizar un gráfico de dispersión con las especificaciones señaladas en el apartado de resultados.

Experimento 3: Efecto de la temperatura sobre k

- Repetir los experimentos 1 y 2 con las soluciones a 40 °C.
- Realizar un gráfico de dispersión con las especificaciones señaladas en el apartado de resultados.

RESULTADOS

Podemos seguir la velocidad de una reacción midiendo la absorbancia de una disolución en distintos tiempos, esto es debido a que si se cumple la ley de Lambert-Beer la absorbancia es proporcional a la concentración (Avery y Shaw, 1987). Tomando los datos obtenidos en el experimento 1 complete la siguiente tabla:

Tiempo (s)	x	$\text{Log}_{10} (x)$
0		
30		
60		
120		
180		
240		
300		

Realizar un gráfico de dispersión colocando el tiempo en el eje de las abscisas y el valor de $\text{Log}_{10} (x)$ en el de las ordenadas. Obtener la ecuación del gráfico y el valor de r^2 agregando

la línea de tendencia, identificar la pendiente dentro de la ecuación. Debido a que sabemos que la reacción es de primer orden, calcular la velocidad (k) sustituyendo el valor de la pendiente en la siguiente ecuación (Riaño, 2007):

$$m = -\frac{k}{2.303}$$

Dónde: m es la pendiente y k es la velocidad inicial en las unidades de tiempo⁻¹. Calcular el valor de k para los experimentos 2 y 3, y compararlos con el obtenido en el experimento 1. Expresar también los valores de k en min⁻¹.



Si se observa gráficamente que las últimas mediciones indican que la reacción alcanza el equilibrio eliminar esas mediciones, procurar tener un mínimo de 5 lecturas para obtener la gráfica, su ecuación y el valor de r^2 .

CUESTIONARIO

1. ¿Cómo se determina si una reacción química es de primer, segundo o tercer orden?
2. Explique algunas aplicaciones prácticas de la constante de velocidad de una reacción.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Avery, H. E., Shaw, D. J. (1987). Cálculos básicos en química física. Editorial Reverté. Barcelona, España.
- Riaño, C. N. (2007). Fundamentos de química analítica básica. Análisis cuantitativo. 2da. Edición. Editorial Universidad de Caldas. Manizales, Colombia.

PRACTICA 12. AISLAMIENTO DE COMPUESTOS A PARTIR DE MATRICES VEGETALES

INTRODUCCIÓN

Desde la prehistoria se conocen plantas cuyos extractos han sido usados en pócimas o curaciones. Las plantas superiores silvestres o cultivadas, así como las inferiores, son fuentes de metabolitos secundarios. Un producto natural o metabolito secundario, es aquel que es propio de una especie, se le conoce también como producto químico y en la mayoría de los casos no tiene utilidad aparente para el ser que lo sintetiza, a diferencia de los metabolitos primarios o productos bioquímicos que presentan una utilidad definida y que son comunes a todos los seres vivos: carbohidratos, lípidos, proteínas, etcétera. En la actualidad en el campo de productos naturales, la información cubre además, aspectos adicionales como estructura de los constituyentes químicos, actividad biológica, extracción y purificación, datos espectroscópicos, síntesis y biosíntesis. Para la realización de un extracto vegetal las plantas herbáceas son generalmente usadas en su totalidad, pero en el caso de las plantas leñosas es preferible seleccionarlas en sus diferentes partes botánicas: frutos, semillas, hojas, etcétera (Marcano y Hasegawa, 2002).

Los métodos de extracción y fraccionamiento de los extractos vegetales dependen de los objetivos del estudio de la planta. Por ejemplo, si se persigue el aislamiento de materiales sensibles al calor deberán emplearse métodos fríos de extracción y purificación. Si por el contrario no se tiene información sobre la naturaleza química de las que se espera aislar se procede con una extracción y un fraccionamiento muy “gruesos”, combinado con bioensayos y se seleccionarán las técnicas dependiendo de las observaciones sobre la marcha. Los métodos de extracción más comunes son percolación en frío o en caliente, extracción continua (Soxhlet), destilación por arrastre de vapor, extracción con fluidos en condiciones supercríticas y extracción en fase sólida. El fraccionamiento de los extractos crudos comienza generalmente con la distribución entre solventes inmiscibles. Después, uno de los métodos más empleados tanto para la separación, purificación de extractos y finalmente de los compuestos es la cromatografía (Marcano y Hasegawa, 2002).

OBJETIVOS

- Obtener extractos vegetales empleando solventes de distinta polaridad.
- Fraccionar extractos vegetales como procesos de concentración y purificación.
- Aislar el aceite esencial de un producto natural mediante destilación por arrastre de vapor.

MATERIALES Y REACTIVOS

Materiales (por equipo)	Reactivos (para 4 equipos)
<i>Experimento 1: Obtención de un extracto vegetal</i>	
1 Mortero con pistilo	100 g de hojas de espinaca
1 Probeta	150 mL de acetona
1 Embudo	150 mL de etanol
1 Soporte universal	150 mL de cloroformo
1 Pinza de tres dedos	1 Piseta con agua destilada
3 Tubo de ensaye con tapón de rosca	
1 Vasos de precipitado de 100 mL	
1 Pipeta 10 mL	
1 Perilla o pro-pipeta	
<i>Experimento 2: Fraccionamiento de un extracto vegetal</i>	
1 Embudo de separación de 250 mL	150 mL de cloroformo
1 Probeta	150 mL NaOH 4 M
4 Tubos de ensaye con tapón de rosca	150 mL HCl 4 M
2 Vasos de precipitado de 100 mL	1 Piseta con agua destilada
<i>Experimento 3: Análisis de las fracciones de un extracto vegetal</i>	
1 Potenciómetro	150 mL NaOH 4 M
3 Vaso de precipitado de 100 mL	150 mL HCl 4 M
1 Vidrio de reloj	1 Piseta con agua destilada
3 Cristalizadores	
1 Termómetro	
3 Tubos de ensaye	
1 Pipeta 10 mL	
1 Perilla o pro-pipeta	
1 Celda de cuarzo	
1 Gotero	
<i>Experimento 4: Extracción de un aceite esencial mediante destilación por arrastre de vapor</i>	
2 Tapones di-horadados para matraz	100 g de clavo
1 Tapón de corcho para refrigerante	10 g NaCl
1 Tubo de desprendimiento en forma de “U” con un brazo largo	1 Piseta con agua destilada
1 Tubo de desprendimiento lineal	
1 Tubo de desprendimiento en 45°	
1 Mechero Bunsen con manguera	
Continúa...	
1 Refrigerante	
3 Tela de calentamiento	
3 Soportes universales	

2 Mangueras para refrigerante	
1 Manguera de látex para mechero	
1 Matraz Erlenmeyer de 250 mL	
1 Pesa sustancias	
1 Probeta de 100 mL	
3 Pinzas de tres dedos con nuez	
3 Anillos de fierro	
Papel aluminio	
1 Embudo de separación de 500 mL	
1 Tapón mono-horadado	
1 Espátula	

PROCEDIMIENTO

Experimento 1: Obtención de un extracto vegetal

1. Pesar en la balanza 30 g de tejido vegetal de hojas de espinaca.
2. Triturar el material vegetal en un mortero con la ayuda de un pistilo.
3. Agregar 30 mL de acetona fría y seguir triturando.
4. Guardar en un tubo con tapón de rosca 1 mL del extracto acetónico para su posterior análisis y decantar el resto en un vaso de precipitado de 100 mL.
5. Pesar en la balanza otros 30 g de tejido vegetal y triturar en el mortero, agregar 30 mL de etanol y seguir triturando.
6. Guardar en un tubo con tapón de rosca 1 mL del extracto etanólico para su posterior análisis y decantar el líquido restante dentro del vaso que contiene el extracto acetónico.
7. Pesar en la balanza otros 30 g de tejido vegetal y triturar en el mortero, agregar 30 mL de cloroformo y seguir triturando.
8. Guardar en un tubo con tapón de rosca 1 mL del extracto clorofórmico para su posterior análisis y decantar el resto dentro del vaso que contiene la mezcla del extracto acetónico y etanólico.
9. Anotar las características visuales de cada uno de los extractos guardados en tubos.

Experimento 2: Fraccionamiento de un extracto vegetal

1. Colocar la mezcla de los extractos acetónico-etanoico-clorofórmico en un embudo de separación de 250 mL.
2. Agregar al embudo 30 mL de cloroformo y 30 mL de agua destilada.
3. Agitar vigorosamente el embudo en periodos de cinco a seis inversiones, abriendo el tapón entre periodos para permitir el escape de presión.

4. Dejar reposar de 5 a 10 min, de forma que se separen las dos fases, polar y apolar.
5. Colectar cada fracción en un vaso de precipitado evitando una contaminación de fases. Se recomienda descartar una porción de la fase acuosa a fin de eliminar los remanentes de la apolar cuando abra la llave del embudo.
6. Reservar 1 mL de ambas fracciones en un tubo con tapón de rosca para su subsecuente análisis.
7. A la fracción apolar agregar 30 mL de solución de NaOH 4 M y repetir el proceso de extracción orgánica con el embudo de separación. Es decir, adicionar 30 mL de cloroformo, agitar y dejar reposar.
8. Colectar las fracciones polar-básica y la apolar en vasos de precipitado y reservar 1 mL de cada fracción en un tubo con tapón de rosca para su análisis posterior.
9. A la fracción apolar resultante agregar 30 mL de solución de HCl 4 M y repetir el proceso de extracción orgánica con el embudo de separación.
10. Colectar las fracciones polar-ácida y la apolar en vasos de precipitado y reservar 1 mL de cada fracción en un tubo con tapón de rosca para su análisis posterior.



El instructor podrá repartir entre los diferentes equipos las actividades de los pasos del 5 al 10 de manera que cada equipo realice una separación para optimizar tiempo y recursos. Específicamente, una vez que un equipo obtenga la primera fase apolar (paso 5) la pasará a otro equipo para continuar la extracción, lo mismo sucederá con las fases apolares de los pasos 7 y 9.

Experimento 3: Análisis de las fracciones de un extracto vegetal

1. Tomar 10 mL de cada una de las fracciones y ajustar su pH a 7.0 adicionando gotas de HCL 4 M o NaOH 4 M según se requiera, anotar al final el volumen de las muestras.
2. Anotar los cambios en las características físicas después del ajuste del pH.
3. Centrifugar las fracciones neutralizadas a 6000 rpm por 20 min a 4 °C.
4. Verter los sobrenadantes sobre un vaso de precipitado y dejar secar los precipitados sobre un vidrio reloj en una campana de extracción o bien metiéndolos en un horno a no más de 40 °C hasta sequedad (10-20 min, aproximadamente).
5. Pesar los precipitados (cristales) cada una de las fracciones.

- Verter los sobrenadantes sobre tres cristalizadores e introducirlos en un horno a no más de 40 °C hasta que se seque completamente el líquido y se obtengan cristales. Lo conveniente es dejarlos de un día para otro en el horno.



Es conveniente que el instructor indique si cada equipo sigue trabajando solamente con la fracción que obtuvo.

- Raspar los cristales y pesarlos.
- La suma de los cristales obtenidos en los pasos 6 y 9 nos arroja la totalidad de masa de solutos en cada fracción.
- Tomar una pequeña fracción (aproximadamente 5 mg) de los cristales y disolverlos en 0.5 mL agua destilada.
- Medir el espectro de absorción ultravioleta y visible UV-Vis a una resolución de por lo menos cada 5 nm a todas las muestras, tanto a las reservadas como a las purificadas.
- Comparar de forma cualitativa los espectros y de ser posible identificar las familias de compuestos presentes.

Experimento 4: Extracción de un aceite esencial mediante destilación por arrastre de vapor

- Colocar 100 g de material vegetal en agua suficiente hasta cubrirlo por lo menos 24 h antes de la sesión práctica.
- Monte el sistema de destilación por arrastre de vapor como se muestra en la Figura 1.

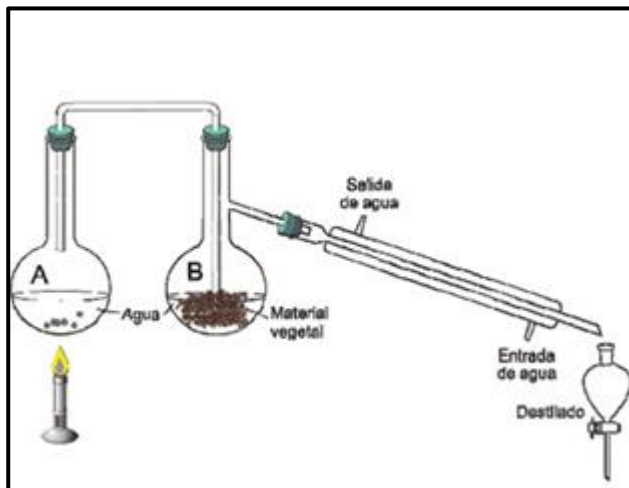


Figura 1. Sistema de destilación por arrastre de vapor (Guarnizo y Martínez, 2009).

- Utilice un embudo de separación para recibir el destilado.
- Agregue 500 mL de agua destilada al matraz evaporador.

5. Colocar un tapón di-horadado en el matraz B.
6. Introducir en un orificio el brazo largo del tubo de desprendimiento en forma de “U”; procurando que el extremo quede sumergido por lo menos 2 cm.
7. Insertar el tubo de desprendimiento de 45° en el matraz B a una distancia de 4 cm o más de la superficie del líquido.
8. Caliente suavemente el matraz B con la ayuda del mechero.
9. Compruebe la ausencia de fugas en el sistema.
10. Caliente el agua del matraz A hasta ebullición suave para iniciar la destilación.



- Si es preciso retire el fuego del mechero cuando la ebullición se incremente.
11. Reponer el agua evaporada con agua fresca para evitar que se reseque el material vegetal.
 12. Detenga el proceso al obtener un destilado de 50-100 mL aproximadamente.
 13. Dejar enfriar el destilado.
 14. Agregar 5 g de sal de mesa para auxiliar la insolubilización del aceite esencial en el agua.
 15. Recuperar el aceite esencial, anotar su color y olor.

RESULTADOS

Anotar en la bitácora las observaciones obtenidas en cada uno de los experimentos y coméntelas con sus compañeros. Todos los cálculos realizados deben estar explícitamente desarrollados en su bitácora. Elabore un reporte de actividades según el formato solicitado por el instructor.

CUESTIONARIO

- 1.- ¿Cuáles son los principales métodos de extracción de compuestos vegetales y cuáles son sus procedimientos? (poner énfasis en la destilación por arrastre)
- 2.- ¿Cuáles son los principales compuestos bioactivos extraídos de vegetales y cuáles son sus aplicaciones?
- 3.- ¿Qué es una fase polar y una fase no polar y cuáles moléculas son separadas en una y otra fase?

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Marcano, D., Hasegawa, M. (2002). Fitoquímica orgánica. 2da. Edición. Editorial Torino. Caracas, Venezuela.

PRACTICA 13. AISLAMIENTO DE COMPUESTOS A PARTIR PRODUCTOS COMERCIALES

INTRODUCCIÓN

Los métodos de extracción y aislamiento de compuestos de interés a partir de productos comerciales dependen ampliamente de las características químicas del compuesto (Marcano y Hasegawa, 2002).

El proceso de destilación constituye un método excelente para separar una mezcla de dos o más líquidos gracias a su punto de ebullición. Este proceso es especialmente valioso para efectos de purificación porque puede aplicarse con relativa facilidad a una gran cantidad de muestras líquidas, además lo único requerido es el montaje del equipo y una fuente de calor. De manera general, podemos clasificar el proceso como destilación simple y fraccionada, la primera es aquella que se lleva a cabo cuando se destila una sustancia con un elevado nivel de pureza ($\leq 95\%$) y la segunda se emplea cuando se requiere separar una sustancia de otra. En el caso más favorable para un proceso de destilación, uno de los componentes debe hervir a una temperatura al punto de ebullición del componente de interés. Debemos considerar que la sustancia de punto de ebullición más elevado contribuirá a la fase de vapor en proporción a su propia presión de vapor y a la fracción molar del componente presente (Durst y Gokel, 2007).

La extracción líquido-líquido es la técnica más empleada para separar un producto orgánico de una mezcla. En una situación ideal, la extracción líquido-líquido separaría una sustancia de una mezcla después de que ésta ha alcanzado el equilibrio de fases. Los solutos que se pueden presentar en una mezcla se distribuyen en la misma debido a sus solubilidades relativas. Podemos encontrar compuestos de características no polares disueltos en medios altamente polares, lo cual los convierte en un blanco relativamente sencillo para su separación mediante el empleo de solventes apolares, también podemos tener el caso inverso. Cabe distinguir 3 tipos generales de técnicas de extracción líquido-líquido: simple, continua y en contracorriente (Valcárcel y Gómez, 1988).

OBJETIVOS

- Realizar la extracción de etanol a partir de una bebida alcohólica.

- Realizar una extracción de cafeína a partir de refrescos.
- Realizar la extracción del principio activo de un comprimido farmacéutico.

MATERIALES Y REACTIVOS

Materiales (por equipo)	Reactivos (para 4 equipos)
<u>Experimento 1: Obtención de alcohol de una bebida alcohólica por destilación simple</u>	
1 Equipo Quickfit	355 mL de cerveza
1 Termómetro (100 °C)	1 Piseta con agua destilada
1 Pipeta	
1 Pro-pipeta	
1 Embudo de vidrio con tallo largo	
1 Cristalizador	
2 Soportes universales	
1 Anillo de hierro	
1 Telas de alambre con asbesto	
3 Pinzas de tres dedos con nuez	
2 Mangueras para refrigerante	
5 Perlas de ebullición	
1 Mechero Bunsen con manguera	
<u>Experimento 2: Extracción de cafeína a partir de un refresco</u>	
1 Vaso de precipitados de 500 mL	355 mL de refresco de cola
1 Varilla de vidrio	200 mL de cloroformo
1 Embudo de separación de 500 mL	2 g Na ₂ SO ₄ anhidro
1 Probeta de 100 mL	1 Piseta con agua destilada
1 Vaso de precipitados de 100 mL	
1 Equipo Matraz de 500 mL	
1 Embudo de vidrio con tallo largo	
1 Cristalizador	
2 Soportes universales	
1 Anillo de hierro	
1 Telas de alambre con asbesto	
3 Pinzas de tres dedos con nuez	
2 Mangueras para refrigerante	
5 Perlas de ebullición	
1 Mechero Bunsen con manguera	
1 Tubo de ensayo	
1 Espátula	
1 Pesa-sustancias	
Celdas para espectrofotómetro UV	
Continúa...	
<u>Experimento 3: Extracción de ibuprofeno a partir de fármaco</u>	
1 Espátula	1 g de comprimidos con ibuprofeno
1 Pesa-sustancias	20 mL de etanol
1 Mortero	1 Piseta con agua destilada
2 Tubos con tapón de rosca	

1 Pipeta	
1 Pro-pipeta	
2 Tubos de ensaye	
Celdas para espectrofotómetro UV	

PROCEDIMIENTO

Experimento 1: Obtención de alcohol de una bebida alcohólica por destilación simple

1. Montar un equipo de destilación.
2. Verter una lata completa de cerveza (355 mL) de soda en un matraz evaporador de 500 mL.
3. Agregar de 3-5 de perlas de ebullición.
4. Montar el matraz en el equipo de destilación.
5. Calentar el matraz que contiene su muestra hasta los 90-95 °C procurando retirar y volver a colocar el mechero para no incrementar la temperatura de golpe.
6. Registrar la temperatura a la cual cae la primera gota en el matraz colector.
7. Continuar el proceso de destilación hasta que calcule que haya obtenido el volumen total de etanol de su muestra.
8. Anotar el volumen del destilado.

Experimento 2: Extracción de cafeína a partir de un refresco

9. Verter 355 mL de soda en un vaso de precipitado de 500 mL.
10. Agitar con una varilla de vidrio para eliminar la mayor cantidad posible de bióxido de carbono.
11. Colocar el refresco en un embudo de separación de 500 mL.
12. Añadir 25 mL de cloroformo y agitar vigorosamente permitiendo escapar el gas generado destapando brevemente el embudo.
13. Dejar reposar hasta que la fase orgánica y la fase acuosa se separen completamente.
14. Colectar la fase orgánica (inferior).
15. Agregar otros 15 mL de cloroformo a la fase acuosa y repetir el proceso de extracción.
16. Juntar las fases orgánicas y 0.5 g de secar agregando sulfato de sodio anhidro.
17. Decantar el líquido un matraz de reacción previamente tarado (conocemos el peso del matraz limpio y seco) y se elimina el cloroformo destilándolo hasta obtener un residuo blanquecino en el matraz.

18. A partir del peso de cafeína obtenido calcular la concentración de la misma en el refresco.
19. Tomar una pequeña cantidad del polvo (aproximadamente 20 mg) y disolverlos en 5 mL agua destilada.
20. Medir el espectro de absorción ultravioleta (220-320 nm) con una resolución de por lo menos 5 nm.
21. Comparar el espectro de absorción obtenido con lo reportado en la literatura.

Experimento 3: Extracción de ibuprofeno a partir de fármaco

1. Pesar un comprimido farmacéutico comercial con al menos de 500 mg de ibuprofeno como principio activo.
2. Pulverizar en un mortero y depositar el polvo en un tubo con tapón de rosca.
3. Agregar al tubo 2 mL de etanol y mezclar vigorosamente por 5 min.
4. Centrifugar a 12,000 rpm por 5 min.
5. Pasar el sobrenadante a un tubo previamente tarado.
6. Colocar el tubo en un horno a 40 °C y secar completamente.
7. Pesar el tubo con el residuo y calcular la cantidad de ibuprofeno obtenida.
8. Re-suspender 20 mg del fármaco en 5 mL de agua y obtener su espectro de absorción.
9. Corroborar la pureza del principio activo usando su coeficiente de extinción molar.

RESULTADOS

Anotar en la bitácora las observaciones obtenidas en cada uno de los experimentos y coméntelas con sus compañeros. Todos los cálculos realizados deben estar explícitamente desarrollados en su bitácora. Elabore un reporte de actividades según el formato solicitado por el instructor.

CUESTIONARIO

- 1.- Describa como es la farmacodinamia y la farmacocinética en humanos del etanol, la cafeína y el ibuprofeno.
- 2.- Explique en qué consiste el método de centrifugación.
- 3.- Defina qué es el sobrenadante, qué es tarar y re-suspender.

REFERENCIAS

Durst, H. D., Gokel, G. E. (2007). Química orgánica experimental. Editorial Reverté. Barcelona, España.

Marcano, D., Hasegawa, M. (2002). Fitoquímica orgánica. 2da. Edición. Editorial Torino. Caracas, Venezuela.

Valcárcel, M. V., Gómez, H. A. (1988). Técnicas analíticas de separación. Editorial Reverté. Barcelona, España.