

## ÍNDEX

<b>Introducció</b> .....	<b>1</b>
<b>Qüestions sobre mesures de seguretat</b> .....	<b>4</b>
<b>Guions de pràctiques</b> .....	<b>5</b>
<b>Sessió 1: pràctica 1, preparació de dissolucions</b> .....	<b>5</b>
<b>Sessió 2: pràctica 2, cristal·lització</b> .....	<b>6</b>
<b>Sessió 3: pràctica 3, punt de fusió</b> .....	<b>8</b>
<b>Sessió 4: pràctica 4, extracció discontinua (simple)</b> .....	<b>9</b>
<b>pràctica 5, extracció discontinua (múltiple)</b> .....	<b>10</b>
<b>Sessió 5: pràctica 6, destil·lació simple</b> .....	<b>11</b>
<b>pràctica 7, destil·lació fraccionada</b> .....	<b>11</b>
<b>Annex I</b> .....	<b>12</b>

## 1. INTRODUCCIÓ

El conjunt de guions i qüestions que es recullen està extret, bàsicament, del llibre “Técnicas experimentales de química” editat per la UNED amb el codi 09119.

Amb la informació que aquí es subministra es vol facilitar la tasca de l’alumne en la seva estada en el laboratori. Ara bé, **en cap moment**, es vol substituir el llibre de text anteriorment esmentat, ni limitar la capacitat de l’alumne a l’hora de consultar diferents llibres de química (especialment de pràctiques) per tal de respondre de manera adient les qüestions plantejades.

Es molt important que, **abans de començar la primera sessió de pràctiques**, l’alumne tingui un mínim de coneixements sobre el material que farà servir i, **sobretot**, les mesures de seguretat que, **en tot moment**, tindrà cura de seguir. Per aquesta raó, el que primer se li demana és que en la seva llibreta de laboratori inclogui:

- l’esquema i el nom de l’utillatge més freqüentment emprat.
- la resposta a les qüestions sobre mesures de seguretat.
- Les qüestions que hi ha a l’annex I

Les qüestions de l’annex I estan extretes del contingut didàctic dels vídeos que es projectaran el dia de la sessió informativa.

Pel que fa a la llibreta de laboratori, aquesta ha de ser, **obligatòriament**, una llibreta amb espiral (**mida DIN A4**), de manera que des de la portada en endavant es farà servir com a diari de laboratori. D’altra banda, a partir de la contraportada (i en sentit oposat) es redactaran (en net) els informes de cadascuna de les pràctiques que s’hagin fet, en el ben entès que: **el primer informe (informe 0 o informe previ) inclou tota la informació sobre l’esquema i el nom de l’utillatge més freqüentment emprat, la resposta a les qüestions sobre mesures de seguretat i les qüestions de l’annex I.**

### **ALERTA!!!**

#### **SENSE AQUEST INFORME NO ES PERMETERÀ QUE L’ALUMNE COMENCI LES PRÀCTIQUES.**

**És obligatori** que, en el diari de laboratori, dateu cada experiment (**com a mesura de control, després de cada sessió es segellarà la llibreta**).

**També és obligatori que**, abans de començar cada sessió de pràctiques, en el diari de laboratori hi consti una breu descripció teòrica en la que s’inclogui:

- els objectius de la pràctica
- els seus fonaments teòrics
- un esquema del procediment a seguir i els tipus de dades que s’han de recollir i com s’hauran de tractar posteriorment.

Durant el desenvolupament de l’experiència **anoteu tot el que feu i/o descobriu de manera intel·ligible**, de manera que ho podeu fer servir quan redacteu l’informe corresponent. Compte!, és molt fàcil cometre errors, per aquest motiu **anoteu el que ha passat no el que hauria d’haver passat**. Aquestes pràctiques han de servir per

aprendre alguna cosa sobre la química empírica ( a més a més de que ajudin a aprovar l'assignatura).

**COM QUE AQUESTA LLIBRETA HAURÀ DE SER LLIURADA A LA SEU CENTRAL DE LA UNED, ES RECOMANA QUE, SI MÉS NO, LA REDACCIÓ DELS INFORMES EN NET ES FACI EN CASTELLÀ.**

## 2. QÜESTIONS SOBRE MESURES DE SEGURETAT

Es considera que els accidents que amb major freqüència es produeixen en un laboratori químic són:

- a) Focs
- b) Contacte amb productes químics perillosos (tòxics o que produeixen cremades)
- c) Danys de tipus mecànic (talls, explosions, etc.)

Pel que fa als focs, el seu origen més freqüent és l'inflamació de líquids orgànics volàtils, coneguts genèricament com dissolvents orgànics. Per això es demana:

- **Quines són les precaucions que s'han de tenir en compte quan es manipulen dissolvents orgànics?**

Quan es treballa amb productes perillosos cal tenir en compte que el cas més freqüent és la cremada produïda per un àcid o bé un àlcali en contacte amb la pell. És demana:

- **Que s'ha de fer en el cas d'una cremada amb àcid?**
- **Que s'ha de fer en el cas d'una cremada amb àlcali?**
- **Que es fa servir com a mesura de protecció de la pell i de la roba?**
- **Quin tipus de calçat no s'ha de fer servir mai al laboratori?**
- **Que es fa servir per protegir el ulls?. Com s'ha d'actuar en el cas de que un producte químic us ataquí els ulls?. Per que està prohibit emprar lents de contacte en el laboratori?**
- **En quins casos es obligat treballar en una vitrina de laboratori (campana extractora)?**
- **Quina precaució s'ha de tenir en compte quan s'ha d'olorar una substància química?**
- **Per que mai s'ha de fumar, menjar ni beure dins el laboratori?**

Hi ha una sèrie de precaucions que cal tenir presents, per això es demana:

- **Com es prepara una dissolució d'un àcid fort?**
- **Com s'escalfa un líquid en un tub d'assaig?**
- **Per que no s'ha de pipetejar amb la boca?**
- **Per que no s'ha de retornar un reactiu sobrant al recipient del qual s'ha extret?**

ALERTA!!!

- a) **MAI S'HA DE TREBALLAR SOL AL LABORATORI.**
- b) **EN EL CAS DE TENIR UN ACCIDENT S'HA D'AVISAR IMMEDIATAMENT AL PROFESSOR DEL LABORATORI** (malauradament, és un fet que, estadísticament, passa i no té cap connotació negativa respecte a la capacitat de qui el sofreix).

### **3. GUIONS DE PRÀCTIQUES**

Es subministra la informació imprescindible per tal de poder desenvolupar cadascuna de les pràctiques. Qui desitgi més informació pot acudir al llibre “Técnicas experimentales de química” editat per la UNED o a qualsevol altre.

#### **SESSIÓ 1: (Pràctica 1, Preparació de dissolucions.)**

La preparació de dissolucions és una de les operacions més importants en el treball quotidià d'un químic; degut a això és molt necessari aprendre a obtenir-les i a utilitzar-les.

Abans de començar a treballar amb elles hem de tenir clar què són, per aquest motiu es demana que respongueu a les següents preguntes:

- 1. Què és una dissolució?**
- 2. Quins tipus de dissolucions podem tenir?**
- 3. Quins són els components d'una dissolució?**
- 4. De quines formes es pot expressar la concentració de les dissolucions?**

Les reaccions i operacions químiques, tant a la indústria com als laboratoris tenen lloc, generalment, entre dissolucions. A les dissolucions líquides les molècules o ions del solut tenen plena llibertat per moure's i difondre's a través del volum total del líquid, la qual cosa afavoreix el fet que els reactius tinguin més possibilitats de contacte i explica, en part, que augmenti considerablement la velocitat de moltes reaccions químiques.

#### **Preparació d'una dissolució sòlid-líquid.**

Per tal de preparar una dissolució sòlid-líquid hem de seguir els passos següents:

1. Realitzar els càlculs pertinents per tal d'esbrinar quina quantitat de solut necessitem.
2. Pesar la quantitat necessària de solut.
3. Dissoldre el solut en el dissolvent.
4. Abocar la dissolució obtinguda en un matràs aforat de volum pertinent.
5. Enrasar amb el dissolvent fins al volum exacte.

**La tècnica de pesada és molt freqüent en un laboratori químic, per aquest motiu es demana que investigueu sobre les següents qüestions:**

1. Maneres de fer la pesada.
2. Maneres d'abocar la dissolució al matràs aforat.
3. Què vol dir enrasar?

En aquest cas prepararem dos dissolucions:

1. 100 ml d'àcid oxàlic 0.250 M
2. 250 ml de tiosulfat sòdic 0,1 M

## **Preparació d'una dissolució líquid-líquid.**

A l'hora de preparar una dissolució líquid-líquid, els passos a seguir són els següents:

1. Realitzar els càlculs necessaris.
2. Mesurar la quantitat necessària de dissolució original.
3. Abocar aquesta quantitat al matràs aforat.
4. Enrasar amb el dissolvent.

Com mesurem la quantitat de dissolució original necessària?

Prepararem les següents dissolucions:

1. 250 ml d'àcid sulfúric 0.5 M
2. 100 ml d'amoniac 1 M

## **SESSIÓ 2: (Pràctica 2, Cristal·lització.)**

L'objectiu general d'aquest experiment és que l'alumne sigui capaç de desenvolupar correctament l'operació bàsica de la cristal·lització i entengui els seus fonaments.

La substància que es fa cristal·litzar és l'àcid benzoic. És una substància prou important com per fer-ne un estudi previ, per aquesta raó es demana que:

- a) **Indiqueu on es troba en la natura.**
- b) **Descriviu la seva aplicació farmacològica (activitat bactericida i bacteriostàtica).**
- c) **La seva aplicació com additiu alimentari.**

Per tal de poder fer aquest estudi previ es recomana la consulta de: Ullmann.F; "Enciclopèdia de Química Industrial" Ed. Gustavo Gili (la podeu trobar a la biblioteca del Campus de la UPC de Terrassa) i "Guía de aditivos, conservantes y colorantes en alimentación" Ed. Obelisco.

### **Característiques i utilitat de la cristal·lització:**

La cristal·lització és una tècnica emprada per a la purificació de substàncies sòlides, fonamentada en la major solubilitat que, en general, presenten els sòlids en un dissolvent en calent que no pas en fred.

La manera més freqüent de fer una cristal·lització consisteix en preparar una dissolució saturada en calent del sòlid a purificar (tot fent servir un dissolvent adient), filtrar en calent (per tal de eliminar-ne les impureses insolubles) i deixar que, per refredament, es

separi, en forma cristal·lina, la substància que estava dissolta. **Per aquest motiu es demana que** indiqueu quins són els dissolvents més emprats per a cristal·litzar un sòlid, així com els seus punts de fusió, de ebullició i la seva miscibilitat o no amb l'aigua.

La mida dels cristalls que s'obtenen depèn de la velocitat de cristal·lització. Si és molt lenta s'afavoreix la formació de cristalls grans; en canvi, si és ràpida es formen cristalls petits.

### **Cristal·lització de l'àcid benzoic.**

L'aigua és un bon dissolvent per a cristal·litzar l'àcid benzoic, ja que es dissolt molta més quantitat a la temperatura d'ebullició que no pas a temperatura ambient **Per aquest motiu es demana que** indiqueu la solubilitat de l'àcid benzoic en l'aigua a diferents temperatures.

De manera experimental es procedeix de la manera següent:

Es pesa 1 g d'àcid benzoic (substància moderadament soluble en aigua), 100 mg de dicromat potàssic (sal molt soluble en aigua) i 10 mg de carbó en pols (insoluble en aigua) i s'introdueixen en un erlenmeyer de 100 mL de capacitat. **Per aquest motiu es demana que** indiqueu els tres mètodes que hi ha per transvasar un producte sòlid d'un recipient a un altre.

D'altra banda, sobre un altre erlenmeyer de 100 mL (el qual actuarà com a col·lector) es col·loca un embut de vidre amb un filtre de paper. Aquest conjunt s'introdueix en un vas de precipitats de 600 mL amb uns 200 mL d'aigua bullint (per tal de fer la filtració en calent). **Per aquest motiu es demana que** feu un esquema d'una filtració per gravetat i d'una filtració a pressió reduïda amb un embut Buchner acoblat.

Mentre s'escalfa l'aigua necessària per tenir a punt el bany maria, es procedeix a afegir, mitjançant una proveta, un volum conegut d'aigua sobre la mescla d'àcid benzoic, dicromat potàssic i carbó en pols (es recomana que siguin 10 mL). Tot seguit es procedeix a escalfar-la suaument sobre el Bunsen fins arribar a ebullició agitant l'erlenmeyer contínuament amb l'ajuda d'una corbata de paper.

En el cas que el volum d'aigua no hagi estat suficient per dissoldre tot l'àcid benzoic, cal afegir-ne més (sempre volums coneguts) sense deixar d'escalfar ni d'agitar.

A continuació es necessari filtrar en calent la mescla resultant, per això, en primer lloc, es retira de l'erlenmeyer col·lector l'embut amb el filtre de paper i es fa passar aigua bullint tres vegades a fi i efecte de que el conjunt embut/filtre s'escalfi. Tot seguit es torna a col·locar aquest conjunt sobre l'erlenmeyer col·lector i, ràpidament, es comença a fer la filtració tenint cura de que la dissolució a filtrar resti sempre calenta (d'aquesta manera s'evitarà la cristal·lització de l'àcid benzoic sobre el paper de filtre). **Per aquest motiu es demana que** justifiqueu per que es millor emprar un filtre de paper amb plecs que no pas un filtre de paper llis.

Una vegada s'hagi fet la filtració estareu en condicions de contestar les qüestions següents:

- **Quina/es substància/es resta/en retinguda/es en el filtre?.**
- **Quina/es substància/es passa/en el filtre?.**
- **Quin color té la dissolució?. Per que?**

Mentre es refreda la dissolució filtrada (i es produeix la cristal·lització de l'àcid benzoic) es munta l'equip de filtració a pressió reduïda i tot seguit es procedeix a recollir sobre el Buchner els cristalls d'àcid benzoic que, prèviament, s'han format. Pel que fa als cristalls que restin adherits a les parets de l'erlenmeyer s'han de recollir amb l'ajuda del flascó rentador.

Finalment, cal rentar els cristalls d'àcid benzoic amb aigua freda, a fi i efecte d'eliminar les aigües mares al màxim, es recullen amb una espàtula i es deixen entre paper de filtre per tal d'absorbir la humitat. Quan estiguin ben secs (l'endemà) cal pesar-los i obtenir-ne el rendiment de la cristal·lització.

### **SESSIÓ 3: (Pràctica 3, Punt de fusió)**

L'objectiu general d'aquest experiment és que l'alumne sigui capaç de determinar correctament un punt de fusió amb un Thiele. **Per aquest motiu es demana que** feu un esquema del tub de Thiele i expliqueu el seu funcionament.

#### **Característiques i utilitat del punt de fusió:**

La temperatura a la que un sòlid passa a l'estat líquid a pressió atmosfèrica és característica de cada sòlid.

Durant el procés de canvi d'estat (de sòlid a líquid) la temperatura resta constant ja que tota la calor que es subministra es fa servir en la fusió. Per aquest motiu el punt de fusió de les substàncies pures està ben definit i es reproducible.

En Química Orgànica, en el que la majoria dels compostos són cristalls moleculars amb punts de fusió relativament baixos, el punt de fusió és un dels paràmetres que es fan servir en el procés d'identificació d'un sòlid.

Ara bé, la presència d'impureses té una influència considerable sobre el punt de fusió, ja que actuen de "solut" i produeixen una disminució de la temperatura de fusió de la substància principal que actua de "dissolvent" (segons la llei de Raoult, tot solut produeix un descens crioscòpic). Com a conseqüència, la fusió ja no és puntual sinó que té lloc en un interval de temperatura.

A efectes pràctics es considera que una mostra sòlida és una substància pura quan l'interval de fusió és, com a màxim, de 2 °C, des de que es forma la primera gota fins que es fon tota la mostra.

#### **Determinació del punt de fusió:**

Es determinaran els punts de fusió de dues substàncies orgàniques: l'àcid benzoic i l'àcid salicílic.

Pel que fa a l'àcid benzoic es procedirà de la manera següent: es determinarà el punt de fusió de l'àcid benzoic recristal·litzat en la pràctica anterior i el punt de fusió de l'àcid benzoic sense recristal·litzar i es compararan ambdós resultats amb el registrat en la bibliografia. **Com que el punt de fusió s'empra com a criteri de puresa, a quina/es conclusió/ns s'arriba?**

L'àcid benzoic és una substància que sublima, en conseqüència, **quina precaució s'ha de tenir en compte quan es determini el seu punt de fusió?**

A continuació es determinarà el punt de fusió de l'àcid salicílic. Determinats els punts de fusió d'ambdós àcids, es farà una mescla d'ambdues substàncies al 50% i es determinarà el punt de fusió. **Quin interval de fusió s'observa?** Finalment, mitjançant el punt de fusió mixt, haureu de identificar una mostra desconeguda (pot ser àcid benzoic o bé àcid salicílic).

#### **SESSIÓ 4: Pràctica 4, Extracció discontinua (simple)**

##### **Pràctica 5, Extracció discontinua (múltiple)**

L'objectiu general d'aquesta sessió és que l'alumne sigui capaç de desenvolupar correctament l'extracció, entengui els seus fonaments i la seva utilitat.

Una de les propietats que més es fan servir per a caracteritzar les substàncies químiques (sobretot les orgàniques) és la seva solubilitat en diferents dissolvents.

Aquesta solubilitat en diferents dissolvents és molt útil quan una substància es soluble en dos dissolvents que, entre sí, són immiscibles. És més, quan una substància dissolta en un dissolvent s'agita en contacte amb un segon dissolvent (immiscible amb el primer) i després es deixa el conjunt en repòs fins arribar a l'equilibri, la substància es distribueix entre ambdós dissolvents.

#### **Característiques i utilitat de l'extracció:**

Empíricament, es comprova que la relació de les concentracions de la substància entre ambdós dissolvents resta constant, tot i que es modifiqui la quantitat inicial de substància.

Així doncs, l'extracció és una operació mitjançant la qual s'aconsegueix transferir una substància que està dissolta en un determinat dissolvent a un altre, el qual és immiscible amb el primer. És, doncs, una tècnica que es fa servir per a separar substàncies aprofitant la seva diferent solubilitat en diferents dissolvents.

En qualsevol procés d'extracció es diferencien les etapes següents:

- Contacte de la substància a extreure amb el dissolvent extractor.
- Separació de les fases formades.
- Recuperació del dissolvent extractor i, en conseqüència, obtenció de la substància extreta.

La peça fonamental emprada en un procés d'extracció és l'embut de decantació (també conegut com embut d'extracció). **Per aquest motiu es demana que** en feu un esquema i expliqueu el seu funcionament.

### **Extracció simple:**

Es torna a fer servir la mescla d'àcid benzoic amb 1,3-dinitrobenzè (al 50%) emprada en la separació de l'àcid benzoic mitjançant una sublimació a pressió reduïda, per bé que, en aquesta ocasió, la separació d'ambdues substàncies es farà mitjançant la tècnica de l'extracció.

El procediment experimental és el següent:

Es pesen 0,6 g de mescla en un vas de precipitats de 100 mL, s'hi afegeixen 20 mL de cloroform i s'agita amb una vareta de vidre. **Es demana que** justifiqueu el color de la dissolució.

A continuació es prepara l'equip d'extracció i s'introdueix en l'embut de decantació la mescla orgànica acabada de preparar.

D'altra banda, s'afegeixen 30 mL d'aigua en un vas de precipitats i s'hi addicionen 1,5 g de hidròxid sòdic. S'agita fins aconseguir la total dissolució de la sosa càustica i, tot seguit, aquesta dissolució alcalina s'introdueix a l'interior de l'embut de decantació que conte la dissolució orgànica.

Es procedeix a desenvolupar el procés d'extracció i, seguidament, es separen les dues fases. Es recull la fase aquosa en un vas de precipitats de 100 mL i l'orgànica en un altre.

D'altra banda, prepareu 10 mL d'una dissolució d'àcid clorhídric (1:1). Tot seguit es va addicionant lentament aquesta dissolució molt àcida en el vas de precipitats que conté la fase aquosa (de manera que es va neutralitzant l'hidròxid sòdic), fins arribar a medi àcid (comproveu-ho mitjançant paper indicador de pH).

### **Es demana que:**

- a) justifiqueu el que passa a partir de que el medi resta àcid.
- b) comproveu el rendiment d'aquesta extracció simple.
- c) la puresa de d'àcid benzoic extret.

### **Extracció múltiple:**

Experimentalment es comprova que el procés d'extracció resulta és més eficaç quan es fa una sèrie d'extraccions amb un petit volum de dissolvent extractor (extracció múltiple), en comptes de fer servir una extracció única amb una gran quantitat de dissolvent (extracció simple), encara que el volum total de dissolvent extractor sigui el mateix.

En aquesta segona experiència es procedirà de la mateixa manera que en l'anterior fins el moment d'addicionar l'aigua dins l'embut de decantació. Llavors, en comptes d'afegir de cop els 20 mL d'aigua alcalinitzada, s'addicionaran només 10 mL. Es realitzarà tot el procés d'extracció i es repetirà dues vegades més, afegint cada vegada 10 mL d'aigua alcalinitzada.

Les diferents fases aquoses s'ajuntaran en un únic vas de precipitats i es continuarà l'experiment com en l'experiència anterior.

**Es demana que:**

- a) comproveu el rendiment d'aquesta extracció simple.
- b) la puresa de d'àcid benzoic extret.

**SESSIÓ 5: Pràctica 6, Destil·lació simple**  
**Pràctica 7, Destil·lació fraccionada**

L'objectiu general d'aquesta pràctica és que l'alumne sigui capaç de desenvolupar correctament la destil·lació simple, entengui els seus fonaments i la seva utilitat.

**Característiques i utilitat de la destil·lació:**

La destil·lació és una tècnica molt important per a la purificació de líquids. Es fa servir per a separar els components d'una mescla líquida en funció dels punts d'ebullició.

La destil·lació és un procés en el que:

- S'evapora una mescla líquida mitjançant escalfament.
- Es condensa el vapor produït.
- Es recull el líquid condensat en un altre recipient.

Hi ha dos tipus de destil·lació, la simple i la fraccionada o rectificació, essent la segona la més emprada. **Per aquest motiu es demana que** feu un esquema i expliqueu el funcionament d'ambdós tipus de destil·lació.

**Destil·lació simple:**

Quan s'ha descrit el procés d'extracció s'hi ha diferenciat tres etapes: el contacte de la substància a extreure amb el dissolvent extractor; la separació de les fases formades i la recuperació del dissolvent extractor.

Mitjançant la destil·lació simple es procedirà a recuperar el cloroform emprat en l'extracció continua de l'1,3-dinitrobenzè.

Com a mesura de seguretat només s'omplirà el matràs de destil·lació fins a la meitat de la seva capacitat i es procedirà a la destil·lació del cloroform (PE = 61° C). Aquesta operació es repetirà les vegades que siguin necessàries fins a poder recuperar la major part del cloroform utilitzat en l'extracció continua. En tot moment es tindrà cura de no deixar arribar fins a sequedat el matràs de destil·lació, i s'aprofitarà el darrer concentrat per tal de recuperar l'1,3-dinitrobenzè.

**Destil·lació fraccionada:**

Tot i que és possible separar el cloroform (PE = 61 °C) del nitrobenzè (PE = 208 °C) mitjançant destil·lació simple, es procedirà a fer la separació d'una mescla al 50% en volum d'ambdós líquids per destil·lació fraccionada, a fi i efecte de que es vegi el funcionament de la columna Vigreux.

## ANNEX I

1. Què és la Química?
2. Quina és la finalitat de les pràctiques de laboratori?
3. Què és i quina és la funció de la campana extractora?
4. Tipus de material de vidre. Posa 3 exemples de cada un d'ells.
5. Digueu 4 recipients emprats per la mesura de volums. Dibuixa'ls.
6. Què és el cremador Bunsen?. De quines parts es compon?
7. Zones d'una flama.
8. Quina informació ha de contenir una etiqueta?
9. Què és un pictograma?
10. Segons el pictograma, com es poden classificar els productes químics?
11. Principals normes de seguretat en un laboratori químic.