

ÍNDEX

Introducció	1
Qüestions sobre mesures de seguretat	3
Guions de pràctiques	4
Sessió 1: pràctica 1, cristal·lització.....	4
Sessió 2: pràctica 2, Preparació d'acetanilida i determinació del seu punt de fusió.....	6
Sessió 3: pràctica 3, Preparació del gel de sílice	8
Sessió 4: pràctica 4, Destil·lació simple i determinació del punt d'ebullició	9

FONAMENTS QUÍMICS DE L'ENGINYERIA

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'utilatge més freqüentment emprat.
- la resposta a les qüestions sobre mesures de seguretat.
- Les qüestions que hi ha a l'annex I

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'utilatge 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).

ALERTA!!!

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, 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.

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).

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).

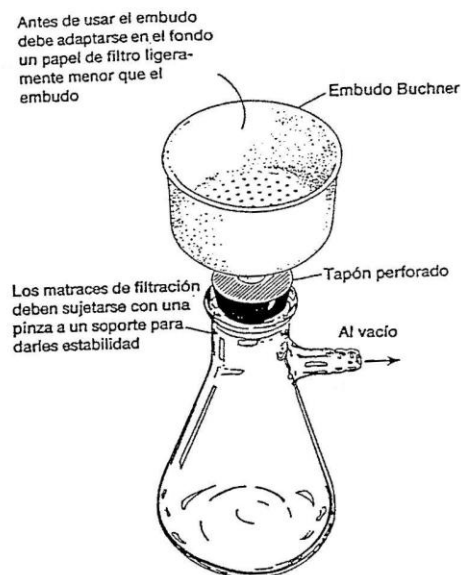
Una vegada s'hagi fet la filtració estareu en condicions de contestar les qüestions següents:

- **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.

Un esquema del Buchner es mostra en la figura següent:



SESSIÓ 2: (Pràctica 2, Preparació d'acetanilida i determinació del seu punt de fusió)

Introducció

L'acilació d'una amina és una típica reacció d'atac nucleofílic a l'àtom de carboni del grup carbonil de compostos acíclics. Tot i que la primera etapa d'aquest mecanisme coincideix amb la del mecanisme d'addició nucleofílica que es produeix en els aldehids i en les cetones, el procés global representa una reacció de substitució, que es produeix en els àcids carboxílics i els seus derivats.

Normalment, aquesta reacció es produeix molt lentament amb àcids carboxílics, per la qual cosa es treballa a temperatura elevada i amb molt temps de reacció. Per aquest motiu no es fa servir aquesta opció a nivell de laboratori, tot i que a nivell industrial l'acetanilida es prepara per calefacció d'una mescla d'àcid acètic i anilina durant unes vuit hores.

D'altra banda, amb els clorurs d'àcid, aquesta reacció es produeix molt ràpidament, fins i tot pot arribar a ser violenta. En canvi, amb els anhídres, la velocitat es manté en un terme intermedi. És més, una dissolució d'anhidre acètic en àcid acètic reacciona en calent amb les amines a una velocitat molt adient, per la qual cosa s'empra amb molta freqüència a nivell de laboratori.

Procediment experimental

En un **vas de precipitats** s'introdueixen 10 mL d'anilina, 200 mL d'aigua i 10 mL d'àcid clorhídric concentrat, a continuació s'agita fins aconseguir una dissolució homogènia d'hidroclorur d'anilina (soluble en medi aquós). **Alerta!** en el cas de treballar amb una anilina parcialment oxidada (coloració groguenca i amb partícules en suspensió), cal fer un tractament amb carbó activat, de manera que la dissolució resultant d'hidroclorur d'anilina sigui transparent i incolora.

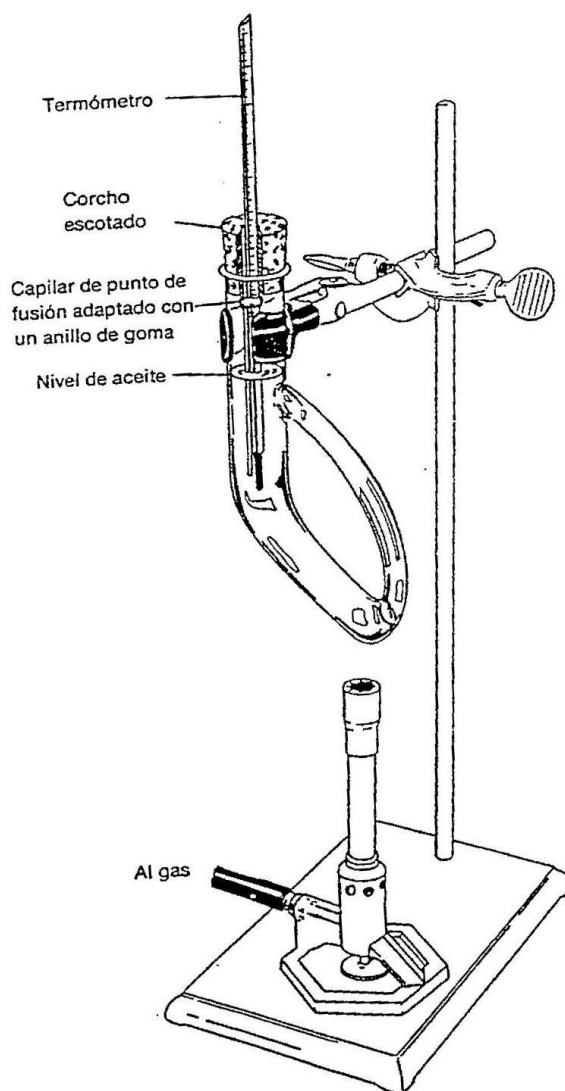
En un altre **vas de precipitats** s'introdueixen 15 g d'acetat sòdic trihidratat i 50 mL d'aigua, a continuació s'agita fins aconseguir una dissolució homogènia.

A continuació s'addicionen lentament i amb agitació 15 mL d'anhidre acètic a la dissolució d'hidroclorur d'anilina i, tot seguit, s'addiciona la dissolució d'acetat sòdic trihidratat. Aquesta addició es fa de manera continua i mitjançant un **agitador magnètic** es provoca una agitació suau

Gairebé de manera instantània comença a precipitar l'acetanilida formada. Es manté l'agitació durant uns 10 minuts i a continuació es deixa el **vas de precipitats** en un **bany de gel** durant uns 15 minuts més.

El precipitat d'acetanilida es recull per filtració en un **Büchner**, s'eixuga, es determina el rendiment de la reacció, es comprova el seu punt de fusió (114 °C) i es guarda.

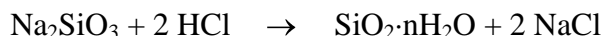
Un esquema del dispositiu per determinar el punt de fusió es mostra en la figura següent:



SESSIÓ 3: (Pràctica 3, Preparació del gel de sílice)

Introducció

Un bon procediment de preparació del gel de sílice consisteix en el tractament del silicat sòdic soluble, $[\text{Na}_2\text{SiO}_3]_x$, amb àcid clorhídric, segons la reacció següent:



Per l'obtenció d'altres gels d'òxids metàl·lics (Al_2O_3 , TiO_2 , Cr_2O_3 ,...) que poden tenir una gran utilitat com a catalitzadors i adsorbents, s'utilitzen mètodes anàlegs al del gel de sílice.

En tots aquests processos d'obtenció de gels d'òxids, les concentracions dels reactius de partida, l'ordre d'addició d'aquests reactius, l'agitació, el temps, el pH, la temperatura, etc., poden tenir una gran influència en la grandària de partícula del gel obtingut, com també en la grandària i la forma dels porus. Per tot això, és necessari controlar molt acuradament aquestes variables quan els gels han de ser emprats en processos d'adsorció o de catàlisi específics.

Procediment experimental

Es col·loquen 20 mL de silicat sòdic en un vas de precipitats de 600 mL i s'afegeixen 10 mL d'aigua destil·lada tot agitant la solució amb la vareta de vidre. Tot seguit, s'addicionen unes gotes d'indicador blau de timol. A continuació, s'afegeix HCl 10M a la solució anterior fins que s'observi reacció àcida en el blau de timol.

ALERTA!

L'ÀCID CLORHÍDRIC S'HA D'AFEGIR A POC A POC I AGITANT CONTÍNUAMENT (prèviament s'haurà mirat el color de l'indicador en medi bàsic i en medi àcid).

L'agitació s'ha de mantenir durant aproximadament dues hores a temperatura ambient.

Tot seguit, es filtra tot el contingut del vas de precipitats mitjançant un embut Buchner equipat amb una trompa d'aigua. En el cas que s'obtingui un producte de partícula molt fina (que costa molt de filtrar en un Buchner) es procedirà a separar-lo de la solució aquosa per decantació.

El producte obtingut es renta amb aigua destil·lada fins que les aigües de rentat no donin ni reacció àcida ni presència de clorurs. La reacció àcida es controla amb l'indicador i la presència de clorurs, una vegada no hi ha reacció àcida, amb AgNO_3 .

El gel de sílice (SiO_2) es col·loca aleshores en una càpsula de porcellana i s'asseca a l'estufa durant 12 hores a 200°C i, tot seguit, es tritura fins a la mida de gra desitjat i es determina el rendiment de la reacció.

SESSIÓ 4: (Pràctica 4, Destil·lació simple i determinació del punt d'ebullició.)

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:

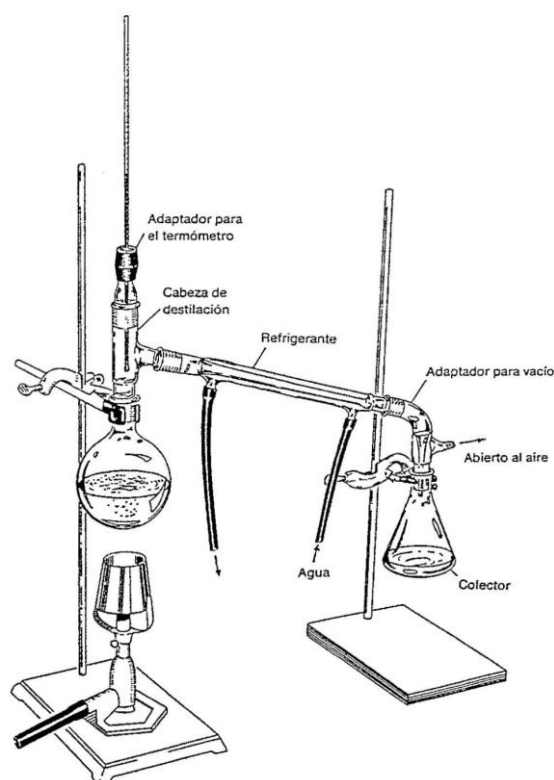
La destil·lació és una tècnica molt important per a la purificació de líquids. Es fa servir per a separar els components d'una mescla líquida en funció dels punts d'ebullició. La destil·lació és un procés en el que:

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

Procediment experimental

Mitjançant la destil·lació simple es procedirà a recuperar un dissolvent relativament volàtil com el cloroform o el tetraclorur de carboni que, prèviament, s'haurà emprat en un procés d'extracció.

L'equip de destil·lació simple es mostra en l'esquema següent:



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 de la mescla. Una vegada separat el component volàtil, es procedirà a repetir la destil·lació del primer destil·lat i comprovar-ne el seu punt d'ebullició (61° C, en el cas del cloroform).