

GUIONES DE PRÁCTICAS DE
LABORATORIO DE

FUNDAMENTOS QUÍMICOS DE LA INGENIERÍA

Grado en Ingeniería Mecánica

Grado en Ingeniería Eléctrica

Grado en Ingeniería en Electrónica Industrial y Automática

Grado en Tecnologías Industriales

UNED-Cuxam. Terrassa

Prácticas de Laboratorio

- 1.- Determinación de constantes físicas: Punto de fusión y Punto de ebullición
- 2.- Determinación de la dureza de aguas
- 3.- Síntesis de Nylon
- 4.- Corrosión metálica

Carácter: Obligatorio

Evaluación: Presentación de informes y actitud en Laboratorio

Estructura informe:

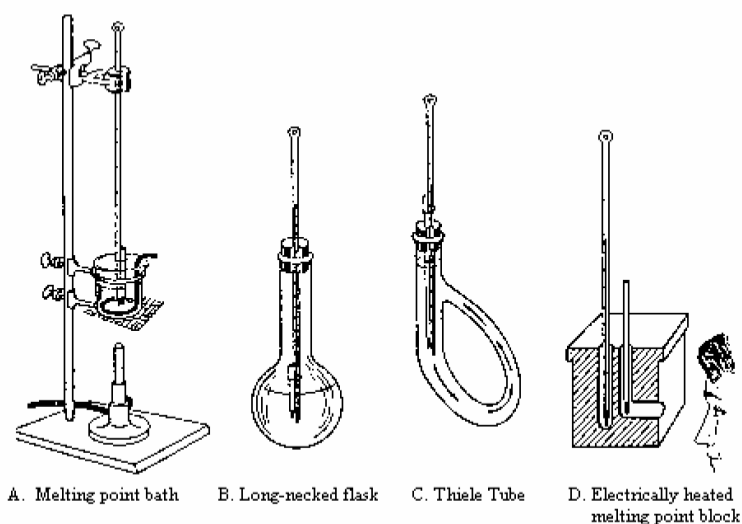
- Introducción
- Reacciones y principios químicos involucrados
- Esquema montaje experimental (partes que lo componen y su función)
- Resultados obtenidos
- Discusión de los resultados obtenidos
- Conclusiones
- Bibliografía consultada

Material necesario: Bata de laboratorio/taller, gafas de protección y libreta de laboratorio

Práctica 1

El **punto de fusión**, P_F , de una sustancia sólida es por definición la temperatura a la cual coexiste en equilibrio el compuesto en sus fases sólida y líquida a la presión de una atmósfera. Una de las características de las sustancias puras consiste precisamente en que solidifican siempre a una misma temperatura, independientemente de que alcancen este punto por enfriamiento de la fase líquida o por calentamiento de la fase sólida.

El punto de fusión de un sólido se mide introduciendo una pequeña cantidad de muestra en un tubo capilar, sellándolo y atándolo a un termómetro que se calienta lentamente dentro de un tubo de Thiele provisto con aceite, (Figura siguiente). Las sustancias puras funden regularmente a intervalos de máximo $1\text{ }^{\circ}\text{C}$, mientras que las mezclas lo hacen en intervalos de hasta $20\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Material

Capilares cerrados por un extremo
 Tubo largo de vidrio
 Vidrio de reloj
 Espátula
 Alambre de cobre
 Thiele lleno con glicerina
 Lupa
 Termómetro

Reactivos

Azufre
 Sustancia problema

Preparación de la muestra

La muestra a determinar debe estar seca y lo más triturada posible. Si fuese necesario, debería triturarse en un mortero o pulverizarla con la ayuda de una espátula.

Se llena el capilar introduciendo el extremo abierto del mismo en la sustancia. Se gira y se golpea suavemente sobre una superficie blanda hasta conseguir que los gránulos pasen a la parte cerrada. Repetir la operación hasta que el capilar esté lleno hasta la mitad.

Se ata el capilar lleno al termómetro con tapón (que irá acoplado al Thiele) con hilo de cobre. No es necesario forzar el hilo al atarlo ya que existe el riesgo de que el capilar pueda romperse.

Se coloca, cuidadosamente, el termómetro con el capilar en el interior del Thiele y se fija el tapón.

Procedimiento experimental

Llenar un capilar con una de las sustancias disponibles de las que se conoce su punto de fusión. Empezar a calentar, lentamente por la parte curvada del Thiele e ir observando los cambios producidos. Al acercarnos al punto de fusión, observar mediante la lupa el paso de la fase sólida a líquida. Anotar la temperatura a la que ocurre el proceso.

Se deja enfriar el Thiele hasta temperatura ambiente. Escoger una de las muestras problema disponibles, llenar el capilar y volver a calentar hasta observar los cambios precursores del punto de fusión. Anotar esta temperatura. Seguir hasta fusión y anotar la temperatura.

Punto de ebullición

El punto de ebullición de una sustancia líquida es por definición la temperatura a la cual su presión de vapor iguala a la presión atmosférica imperante. Como quiera que la presión atmosférica varía de un lugar a otro, también así cambian los puntos de ebullición de una sustancia, cuando se realizan estas mediciones en sitios diferentes. Es por esta razón que los termómetros se calibran preferencialmente mediante la medición de puntos de fusión.

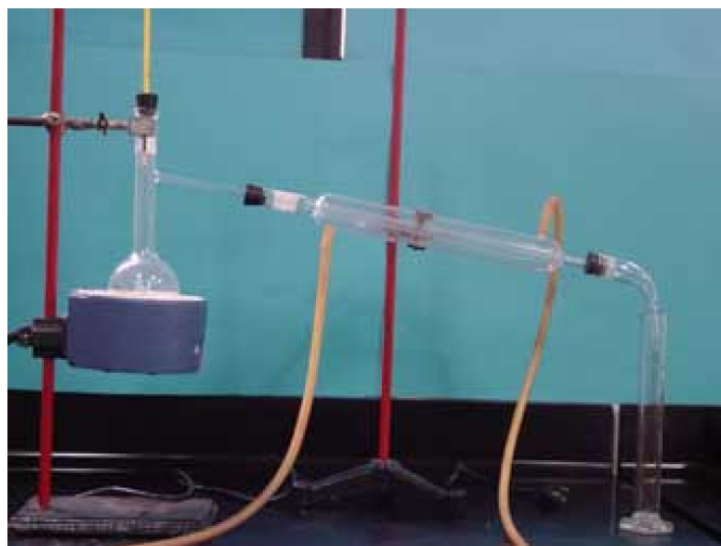
MATERIALES

Balón de destilación con conexión lateral de 150 ml
Refrigerante
Balón de destilación esmerilados 24/40 de 100 ml
Codo de destilación.
Tubos de silicona
Refrigerante
Termómetro
Erlenmeyer de 100 ml
Perlas de ebullición
Manta de calentamiento
Pinzas de extensión
Nueces
Soporte universal
Probeta graduada
Bolas de vidrio

REACTIVOS

Acetona
Agua

Montaje experimental



Procedimiento experimental

En un balón de destilación de 150 ml, agregue 50 ml de acetona y dos o tres bolas de vidrio. A continuación se hace pasar una corriente suave de agua a través del refrigerante.

Luego, se calienta el balón de destilación con una llama pequeña, de forma que se mantenga una distribución de temperatura uniforme y sin interrupciones.

Como que se conoce el punto de ebullición de la Acetona, observar el fenómeno de ebullición y comprobar que la temperatura corresponde a la teórica.

Dejar enfriar el equipo hasta temperatura ambiente.

Mezclar 25 mL de Acetona con 50 mL de agua destilada. Colocarlos en el balón de destilación y calentar suavemente. Observar ahora el punto de ebullición de la mezcla preparada.

Datos

| Sólido | Punto de fusión(P_F) | Líquido | Punto de ebullición (P_{eb}) |
|----------------|--------------------------|----------------------|----------------------------------|
| Naftaleno | 80,0 °C | Acetato de Etilo | 77 °C |
| Fenol | 42,0 °C | Cloroformo | 61 °C |
| Acido Benzoico | 121 °C | Alcohol Isopropílico | 83 °C |
| Acido Cítrico | 100 °C | Ciclohexano | 80 °C |
| Glucosa | 90 °C | n--Hexano | 68 °C |
| Urea | 132 °C | Tolueno | 111 °C |
| Furano | 32 °C | Acetona | 56 °C |
| Dioxano | 102 °C | benceno | 80 °C |

Practica 2:

DUREZA DEL AGUA

OBJETIVO Y FUNDAMENTOS

Denominamos como dureza del agua a su contenido en sales de calcio y magnesio, medido en grados hidrotimétricos franceses (°HTF), de forma que 1 °HTF equivale a una cantidad tal de calcio que originaría 1 centigramo de carbonato de calcio por cada litro de agua.

El contenido total de (calcio + magnesio) expresado en °HTF es la dureza total. La dureza residual que permanece después de provocar la precipitación por calentamiento al punto de ebullición, de las sales precipitables de calcio y magnesio es la dureza permanente y la concentración de las sales precipitables de calcio y magnesio es la dureza temporal.

Un método rápido, sencillo y fiable de determinación de la dureza total y permanente del agua, consiste en la valoración complexométrica con disolución de la sal disódica del ácido etilendiamintetraacético (EDTA- Na_2), complexona II.

Las reacciones de la complexona son de captación (bloqueo), de los cationes Ca^{++} i Mg^{++} , determinantes de la dureza del agua, ocluyéndolos ("secuestro") en el interior de la molécula.

MATERIAL

Bureta de 25 ó de 50 mL.
Embudo cónico.
Frasco lavador.
Matraces erlenmeyer de 250 mL.

Papel de filtro de paso rápido.
Placa calefactora.
Probeta de 100 mL.
Vaso de precipitados de 250 mL.
Vidrio de reloj.

REACTIVOS

Disolución titulada de EDTA- Na_2 0'01M.
Agua destilada
Disolución tampón pH=10
Negro de eriocromo T (Indicador)

METODOLOGÍA

Para la dureza total:

- 1.- Pasar 100 ml de agua problema a un erlenmeyer de 250 ml.
- 2.- Añadir 2 ml de disolución amortiguadora y 2 gotas de indicador.
- 3.- Valorar con la solución titulada de complexona II(EDTA- Na_2 0'01M) hasta viraje de rojo a azul débil persistente.

Para la dureza permanente:

- 1.- Pasar 100 ml de agua problema a un vaso de precipitados de 250 mL.
- 2.- Tapar con vidrio de reloj y llevar a ebullición suave durante 15 minutos, procurando que el volumen no disminuya excesivamente.
- 3.- Trasvasar las salpicaduras del vidrio de reloj al vaso, ayudándonos con una pequeña cantidad de agua destilada exenta de dureza.
- 4.- Filtrar sobre un matraz erlenmeyer, lavando con pequeñas porciones de agua destilada exenta de dureza.
- 5.- Proceder con el filtrado como en los puntos 2 i 3 del subapartado anterior.

CÁLCULOS

Trabajando del modo mencionado en el apartado "metodología", la dureza es igual al volumen consumido de complexona II (EDTA-Na₂ 0'01M).

Obviamente, la dureza temporal es la diferencia entre la dureza total y la permanente.

OBSERVACIONES

Si se tratara de agua de dureza muy elevada, puede procederse tomando una muestra de 10 mL con pipeta aforada y añadir agua destilada exenta de dureza hasta completar aproximadamente 100 mL. En este caso la dureza será:

$$^{\circ}\text{HTF} = 10 \cdot \text{vol complexona.}$$

Práctica 3

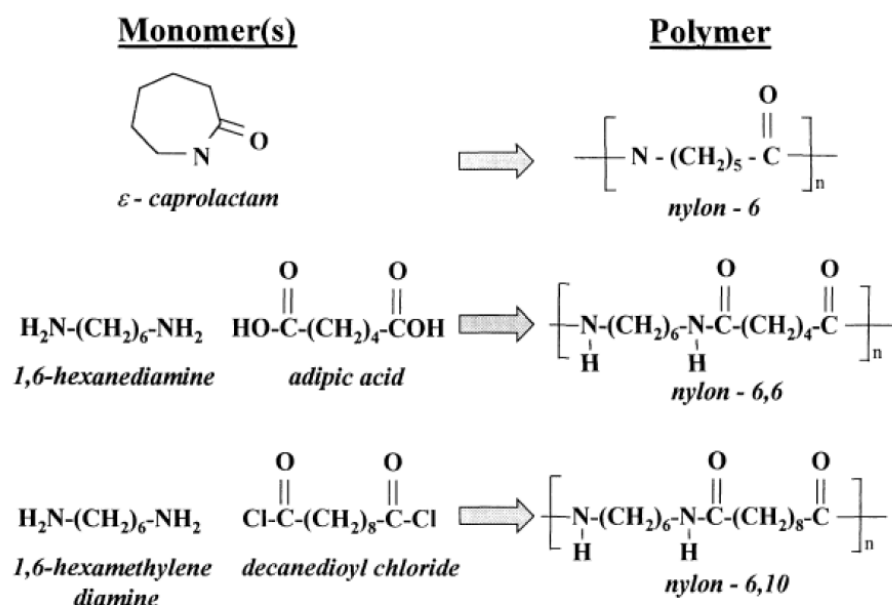
Obtención de Nylon

Objetivo y fundamentos

La utilización de polímeros en forma de plásticos o fibras se encuentra cada vez más generalizada. Para la obtención de dichas estructuras químicas, hay dos posibles vías: poliadición y policondensación. Esta clasificación fue propuesta por W.H. Carothers en 1929.

Los polímeros de condensación son los primeros que se sintetizaron y son aquellos en los que la fórmula molecular de la unidad repetitiva carece de algunos átomos presentes en el monómero del que está formado. Se desarrolla entre una o varias moléculas polifuncionales con la consiguiente eliminación de una molécula sencilla y la formación de la macromolécula. En el caso del Nylon que se va a sintetizar, se trata de monómeros difuncionales por lo que la policondensación tiene lugar por polimerización lineal. De ahí que su aplicación básica sea la de fibras sintéticas.

Las reacciones que tienen lugar son las que se pueden apreciar a continuación:



De ellas, hay que destacar como un caso especial la obtención de Nylon 6, que es una reacción de apertura de anillo (opening ring) por lo que es un caso especial de las reacciones de policondensación.

| Material | Reactivos |
|----------------------------------|-------------------------|
| Vaso de precipitados alto 200 mL | Acetona |
| Varilla de agitación | Agua destilada |
| Frasco lavador | Cloruro de Sebacilo |
| Vidrio de reloj | Tetracloruro de Carbono |
| Embudo de adición 100 mL | Hexametildiamina |
| Pinzas metálicas | Hidróxido sódico |
| Varilla para arrollado | |
| Soporte | |
| Pinzas | |
| Guantes | |
| 2 vasos de precipitados 250 mL | |

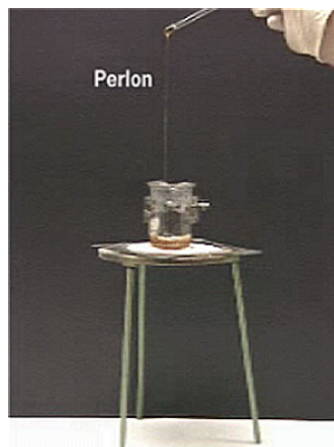
Metodología

En el Laboratorio, las poliamidas se obtienen por polimerización interfacial. La reacción se realiza entre un cloruro de diácido, disuelto en un solvente orgánico (immiscible en agua) y una disolución acuosa de una diamina.

Debido a la naturaleza de los dos sistemas que van a intervenir, la reacción tendrá lugar en la zona de contacto entre ambos, es decir, en la interfase.

En un vaso de precipitados de forma alta, de 200 mL, se pone una disolución previamente preparada de 2 mL de Cloruro de sebacilo en 100 mL de Tetracloruro de Carbono.

Sobre la disolución del cloruro de diácido, se echa, con cuidado, una disolución de 2.2 g de hexametildiamina y otra de 1.5 g de NaOH en 50 mL de agua destilada. Esta disolución, debe añadirse muy lentamente y con la ayuda de un embudo de adición directamente sobre la solución reaccionante.



La película de polímero que se formará en la interfase de las dos soluciones, se recoge con unas pinzas y, al tirar de ella, se irá separando del sistema reaccionante en forma de fibra. Si encima del vaso de precipitados de la reacción, se dispone una varilla en un soporte metálico, el polímero obtenido puede irse arrollando de forma continua hasta que se consuma uno de los reactivos (el reactivo limitante).

Durante esta operación, es necesario utilizar guantes y, en caso de que el líquido entrara en contacto con la piel, hay que lavar la zona humedecida, inmediatamente con agua.

El polímero obtenido se lava bien con agua y, finalmente con acetona al 50%, dejándolo secar al aire.

Se pesa en un vidrio de reloj y se calcula el rendimiento a partir de los datos bibliográficos y de la estequiometría de la reacción, así como de la identificación de la cantidad de reactivo limitante que se haya utilizado.

Práctica 4

Corrosión de un Acero

Objetivo y fundamentos

El objetivo de la experiencia es la de observar el fenómeno de corrosión de un acero al carbono y cuales son los efectos que, la presencia de otros metales, tiene en dicho proceso.

La corrosión de los metales no se realiza en cualquiera de las zonas de los mismos, sino que, básicamente, se observará que la corrosión tiene lugar en los lugares que han sufrido un cierto grado de mecanización o de deformación estructural.

| Material | Reactivos |
|-----------------------------|------------------------------|
| 2 cápsulas Petri | 4 clavos nuevos |
| Mechero Bunsen | Alambre de Cu |
| Frasco lavador | Zn metálico |
| Vaso de precipitados 100 mL | Agar-agar pulverizado |
| Tenazas | Fenolftaleína (0.1%) |
| Varilla de vidrio | Ferricianuro potásico (0.1M) |

Metodología

Se preparan unos 70 mL de disolución de Agar-agar, calentando 70 mL de agua destilada a ebullición suave en un vaso de precipitados, con ayuda del Bunsen. Tras retirarla del fuego, se añaden 0.7 g de agar-agar pulverizado, lentamente y con agitación (varilla de vidrio). La mezcla en el vaso de precipitados se sigue calentando hasta conseguir una dispersión homogénea.

Se deja enfriar la dispersión obtenida y se le añaden 7 gotas de la disolución 0.1 M de Ferricianuro potásico y 7 gotas de la disolución al 0.1% de fenolftaleína. Se agita fuertemente para conseguir una distribución homogénea en toda la dispersión de agar-agar.

Se deja enfriar, sin que llegue a solidificar (calentar de nuevo si se solidifica). Preparar 4 clavos nuevos bien limpios y colocarlos en dos cápsulas Petri.

- Cápsula 1. Influencia de la deformación

Dejar uno de los clavos en su forma original y doblar el segundo con las tenazas

- Cápsula 2. Influencia de la presencia de otros metales

A uno de los clavos se le arrolla un alambre de hilo de Cu alrededor, asegurándose que no se desprenda

Al otro clavo, se le arrolla una lámina de Zn metálico de manera que no pueda desprenderse

A cada una de las cápsulas con los clavos, se le añade la solución de agar preparada, de forma que los clavos queden totalmente cubiertos por la solución.

Dejar enfriar, y en la sesión de prácticas siguiente, se examina cual ha sido la evolución del sistema, anotando todas las consideraciones que se crean convenientes (p.e: Cambio de coloración de los clavos, coloración alrededor de los mismos, ennegrecimiento de los metales, etc...)