

PRACTICA N° 1

TECNICAS Y OPERACIONES EN EL LABORATORIO

OBJETIVOS:

- ❖ Estudiar aspectos relacionados con las técnicas y operaciones empleadas en el uso y manejo de materiales y equipos del laboratorio

I. FUNDAMENTO TEORICO.

1. MANEJO DEL MATERIAL DE VIDRIO.

El instrumental utilizado para realizar investigaciones o reacciones químicas es de vidrio; esto es debido a las ventajas que ofrece este material (limpieza, transparencia, inercia química y termo resistencia) frente a la mayoría de los plásticos y metales. El mas comúnmente encontrado es el de vidrio borosilicatado (Pyrex, Kimax) que presenta alta resistencia al ataque de sustancias químicas y a cambios de temperatura.

1.1. LAVADO DEL MATERIAL DE VIDRIO

El vidrio no es un material completamente inerte. Antes y después de cada ensayo es necesario lavarlo minuciosamente. El procedimiento más común consiste en lavar el material con una solución de jabón o detergente, usando un cepillo adecuado, enjuagando con abundante agua potable y por ultimo con agua destilada con la ayuda de una piseta.

Cuando el material de vidrio esta impregnado con grasa u otra sustancia orgánica, debe lavarse previamente con una solución limpiadora, entre estas tenemos: Una mezcla sulfocromica, Potasa alcohólica y para desmanchar Peroxido de Hidrogeno, este se sumerge en la mezcla limpiadora y se deja por 12-24 horas. Transcurrido el tiempo el material se enjuaga con abundante agua corriente y se lava con detergente de la manera antes señalada.

Para comprobar que el material ha quedado completamente limpio, se llena con agua destilada y se deja escurrir lentamente. No deben quedar gotas de agua adheridas a las paredes. Si esto ocurre debe repetirse el procedimiento anterior hasta tener el material completamente limpio.

1.2. CURADO DEL MATERIAL DE VIDRIO

Cuando una bureta u otro material no esta bien seco y se desea usar, se procede a curarlo:

- ❖ Lavándolo tres veces con pequeñas porciones del mismo líquido o soluciones que se desee medir.

2. TECNICAS.

2.1. LECTURA DE MENISCO EN PIPETAS Y BURETAS

2.1.1. DEFINICION DE MENISCO: Es una superficie curva que presentan los líquidos contenidos en tubos estrechos debido al fenómeno de capilaridad. El menisco puede ser cóncavo o convexo (ver figura N° 2.1).

Cuando se miden líquidos transparentes y el menisco es cóncavo se lee la graduación tangente a la curva inferior del menisco. La curva superior se considerara cuando tenemos líquidos opacos, turbios o muy coloreados. En todo caso el menisco es cóncavo cuando el líquido moja el tubo. En el menisco convexo se considera la curva superior. En este caso el líquido no moja el tubo ejemplo el Mercurio.

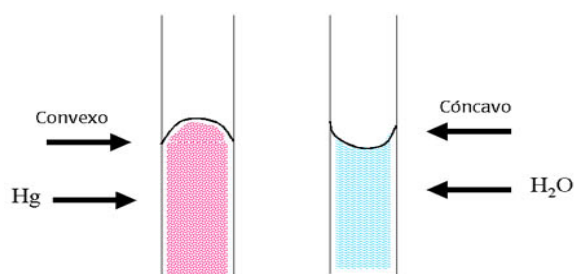


Figura N° 2.1.- Meniscos cóncavo y convexo

2.1.2. MODO DE USO: El recipiente o instrumento debe sostenerse o colocarse en posición vertical y el nivel de observación debe ser horizontal y al mismo nivel de la curva del menisco (ver figura N° 3.1).

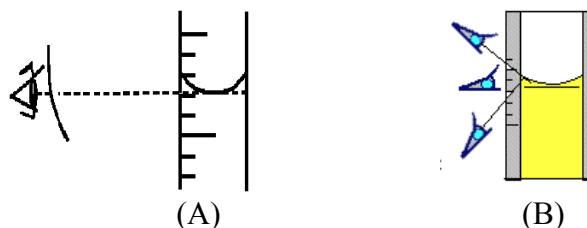


Figura N° 3.1.- Lectura correcta (A) e incorrecta (B) de medidas

2.2. ENRASAR Y AFORAR

En química, se llama **enrasar** al procedimiento por el cual se lleva el volumen del líquido del material volumétrico al deseado. El procedimiento consiste en hacer coincidir la tangente de la curva formada en el límite líquido-aire (menisco) con la marca (ya sea aforo o graduada) del elemento.

En química, un **aforo** es una marca circular grabada con precisión sobre el vidrio (o material que corresponda) del material volumétrico para indicar que ese es el volumen determinado.

2.3. TECNICA DEL MANEJO DE LA PIPETA

- ❖ Una vez curada la pipeta se aspira el líquido hasta pasar el aforo o enrase superior.
- ❖ Se controla el flujo hasta que el menisco coincida con la marca cero. Para una mayor precisión, levante la pipeta, llévela hasta la altura de sus ojos y obsérvela horizontalmente.

2.3.1. APRECIACION EN PIPETAS GRADUADAS. Es la menor lectura o medida que se puede realizar en la escala graduada de un instrumento. Cuando se lee en un instrumento con escala única se aproxima la lectura a la división más cercana. Por esto, el máximo error que se puede cometer en dicha medición es de más o menos la apreciación.

La apreciación de un instrumento de medida se determina de la siguiente manera:

- ❖ Se escogen dos valores sobre la escala, puede ser consecutivos o no.
- ❖ Se hace la diferencia del valor mayor menos el valor menor y se divide entre el número de partes en que está dividido el intervalo comprendido entre los dos valores escogidos.

$$\text{Apreciación} = \frac{m - n}{\text{número de divisiones}}$$

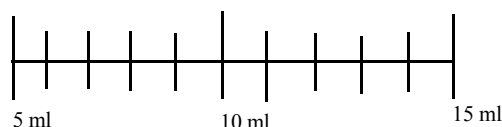
Donde:

m: lectura mayor

n: lectura menor

Número de divisiones: Número de divisiones que hay entre n y m.

Ejemplo: Calcular la apreciación de la escala graduada de la siguiente figura.



$$\text{Apreciación} = \frac{15\text{ml} - 5\text{ml}}{10} = \frac{10\text{ml}}{10} = 1\text{ml/div. Esto significa que una división equivale a 1 ml.}$$

2.4. TECNICA DEL MANEJO DE LA PROPIPETA

Para el uso de la propipeta (ver figura N° 4.1), se deben seguir los siguientes pasos:

- ❖ Expulsar el aire, presionando la pera junto con la válvula (**A**).
- ❖ Ajustar 0,5 cm. de la parte superior de la pipeta en la propipeta. Una longitud mayor deteriorara la válvula (**S**).
- ❖ Presione la válvula (**S**) para subir el liquido, hasta que el nivel este por encima del aforo. Nunca deje que el liquido llegue a la propipeta, esto produce contaminación y daños a la misma. En caso de aspirar 5, 10 o más mililitros es necesario expulsar el aire más de una vez.
- ❖ Presione la válvula (**E**) para descargar el liquido. En caso de que sea necesario expulsar la ultima gota, presione la válvula **E**, seguido de una ligera presión de los dedos pulgar, índice y medio.
- ❖ Saque la pipeta y presione la válvula **A** hasta que se llene completamente de aire.

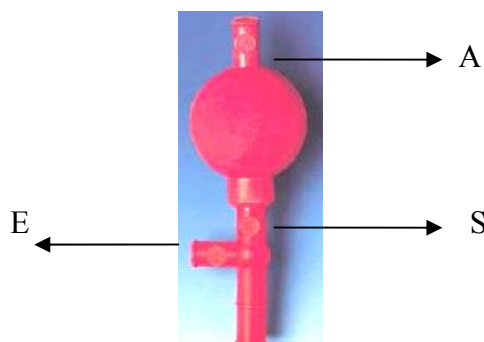


Figura N° 4.1.- Propipeta

2.5. TECNICA DEL MANEJO DE LA BURETA

- ❖ Una vez lavada con agua destilada la bureta, se abre la llave y se deja escapar líquido con el objeto de eliminar el aire comprendido entre la llave y la punta de la bureta, después se cierra.
- ❖ Una vez curada la bureta, se llena por su extremo superior con el líquido mediante un embudo hasta un nivel superior a la graduación cero.

2.5.1- MODO DE USO

- ❖ El uso de la bureta será mas eficiente si se maneja la llave con la mano izquierda y con la derecha se gira el matraz o se agita la mezcla (ver figura N° 5.1).

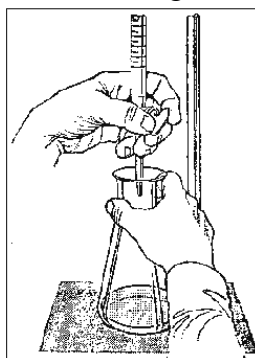
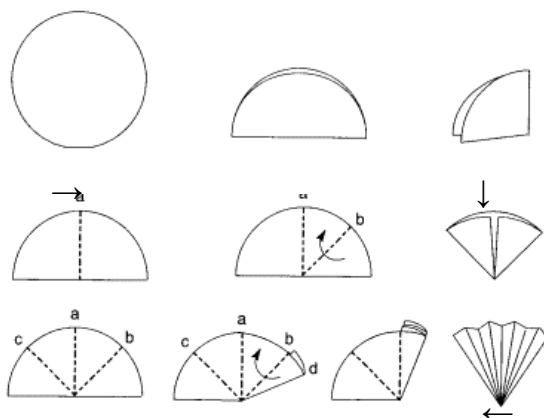


Figura N° 5.1.- Forma de manipular la bureta

2.6. TECNICA DE FILTRACION CON PAPEL

2.6.1. MODO DE USO

- ❖ El doblado del papel filtro se realiza como indica la figura N° 6.1 letra A
- ❖ Se coloca en el embudo humedecido con una pequeña cantidad de agua destilada, presionando con los dedos el borde superior evitando así el paso de aire entre el embudo y el papel filtro. (ver figura 6.1 letra B)



(A)



(B)

Figura N° 6.1.- Doblado del papel Filtro (A) y Filtración con papel (B)

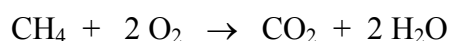
3. OPERACIONES

3.1. EL MECHERO. Es un generador de energía calorífica que emplea gas como combustible. El funcionamiento de los distintos tipos de mecheros (Bunsen, Mecker, tirrill, Fisher etc.) se basan en el mismo principio: El gas penetra al mechero por un pequeño orificio que se encuentra en la base, y la entrada de aire se regula mediante un dispositivo que también se ubica en la base del mechero.

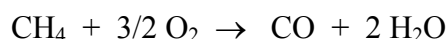
Al obtenerse una llama correcta en el mechero se podrán distinguir claramente tres zonas diferentes en coloración, temperatura y comportamiento.

3.1.1. CARACTERISTICAS DE LA ZONA DE LA LLAMA

- ❖ **ZONA OXIDANTE:** Región mas caliente de la llama, en donde ocurren los procesos de oxidación, constituye el cono externo de la llama, es de color violeta en la parte lateral y amarilla en el extremo. La combustión es completa en esta zona:



- ❖ **ZONA REDUCTORA:** Es el cono interno de la llama, de color azul, donde ocurren los procesos de reducción. La combustión es incompleta.



- ❖ **ZONA FRÍA:** Se encuentra exactamente sobre el mechero, (base de la llama). Se denomina de esta manera por ser una zona de baja temperatura. El gas que esta saliendo aun no se ha quemado (ver figura N° 7.1)

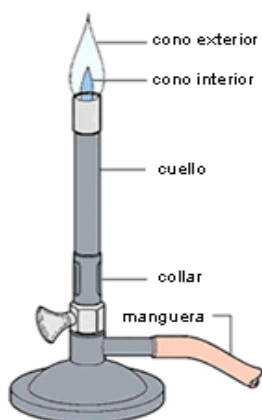


Figura N° 7.1.- Zonas del mechero

3.1.2. MODO DE USO

- ❖ Conecte el mechero a la llave de suministro de gas por medio de una manguera flexible de goma, que se encuentra adaptada a la base del mechero.
- ❖ Asegúrese que este cerrada la llave de suministro de gas, la válvula reguladora de gas y la entrada de aire.
- ❖ Abra la llave de suministro de gas.
- ❖ Encienda un fósforo y manténgalo lateralmente por encima del tubo del mechero.
- ❖ Contrólese la corriente de gas, mediante la válvula reguladora del mechero, conserve aun el fósforo encendido sobre el tubo del mechero.
- ❖ Regule la entrada del aire moviendo cuidadosamente el regulador de aire hasta obtener una llama de color azul pálido. Si la llama se eleva separándose del mechero, reduzca la corriente de gas.
- ❖ Al finalizar la práctica, con el mechero encendido, cierre la llave principal del suministro de gas, luego cerrar la llave secundaria y por ultimo la del mechero.

3.2. BALANZAS. Instrumentos utilizados para la determinación de pesos o masas en el laboratorio, existen varios tipos y estudiaremos dos de ellos, que son la balanza analítica y electrónica

3.2.1. BALANZA ANALITICA. Es una balanza especialmente sensible y exacta utilizada para investigaciones físicas, químicas y tecnológicas. Estas balanzas pueden llegar a pesar exactamente hasta 0,0001 mg.

3.2.1.1. MODO DE USO

- ❖ Encender la balanza
- ❖ Colocar el pesa sustancia en el plato (cerrar las ventanillas de la balanza) y oprimir el botón de tarar (on/off) para eliminar el peso de este.
- ❖ Agregar el reactivo a usar (sólido o líquido) hasta obtener el peso deseado.
- ❖ Se deben cerrar las ventanillas para evitar la entrada de aire y así obtener una mayor exactitud en la pesada.

3.2.2. BALANZA ELECTRONICA. Es una balanza no tan exacta como la analítica, en ella se pueden pesar masas u objetos de hasta un kilogramo, generalmente se presentan de un solo modelo de un plato.

3.2.2.1. MODO DE USO

- ❖ Encienda la balanza
- ❖ Coloque el objeto a pesar en el centro del platillo. La balanza le mostrara el peso del objeto en forma directa.

- ❖ Si se esta pesando en un vidrio reloj, podemos actuar de dos maneras: la primera es la de colocar el vidrio reloj y encender la balanza, automáticamente quedara tarada la pesada, si se enciende primero la balanza y se coloca el vidrio reloj hay que tarar la balanza para que quede en cero y así proceder a pesar.

3.3. EL DESECADOR. Envase con tapa, de dos compartimentos, en uno de los cuales se coloca la sustancia secante (Hidróxido de Sodio, Hidróxido de Potasio, Pentóxido de Fósforo, Cloruro de Calcio, Hidruro de Calcio, Óxido de Calcio, Gel de Sílice y Óxido de Aluminio). Se usa para mantener un ambiente seco para el material afectable por la humedad, por el CO₂, o para secar sustancias por deshidratación.

3.3.1. MODO DE USO.

- ❖ Para abrir un desecador colóquelo sobre una mesa, sujételo firmemente con el brazo alrededor de la parte inferior y deslice la tapa con la otra mano.
- ❖ Cuando se colocan objetos calientes en su interior, el aire se expande y puede llegar a levantar la tapa si se cierra inmediatamente. Por consiguiente, espere unos cinco (5) segundos antes de cerrarlo. Después de quince (15) segundos más, deslice la tapa hasta dejar un orificio por el cual se puede escapar la presión creada.
- ❖ Cuando un objeto se ha enfriado en el desecador, se puede haber creado un vacío parcial que dificulte destaparlo. En este caso procédase con precaución abrace lentamente para que la entrada de aire no sea demasiado repentina.
- ❖ Nunca debe introducir un objeto caliente al rojo vivo. Además del considerable vacío parcial que se pueda crear, el enfriamiento será muy prolongado.
- ❖ Al retirar la tapa, el borde engrasado de la misma no debe estar en contacto con la misma. Colóquese invertida para evitar que se ruede y caiga.

3.4. EL TERMOMETRO. Los termómetros mas utilizados en el laboratorio están llenos de mercurio o de una disolución alcohólica coloreada. Pueden estar calibrados de dos formas diferentes. Los termómetros de inmersión total están calibrados de manera que proporcionen lecturas correctas cuando toda la columna de liquido (mercurio o alcohol) se sumerge en el medio cuya temperatura desee medirse. Si durante la medida un termómetro de inmersión total no esta completamente sumergido, la columna de mercurio o alcohol no se calienta en su totalidad, en consecuencia no se mide correctamente la expansión del líquido por lo que la lectura será baja.

3.4.1. MODO DE USO

- ❖ Puesto que un termómetro es un dispositivo para medir temperatura debe tomarse siempre de forma que sea mínima la posibilidad de transferir calor directamente de las manos o cuerpo al termómetro. Un pequeño trozo de goma situado en el extremo inferior del termómetro puede ser un aislante conveniente.
- ❖ Cuando se coloca un termómetro en la disolución cuya temperatura se quiere medir, la temperatura cambiara gradualmente durante los primeros dos minutos. Este efecto es debido a que el termómetro y la disolución necesitan tiempo para alcanzar el equilibrio. El tiempo necesario para la mayor parte de los termómetros utilizados en el laboratorio es de uno o dos minutos.
- ❖ Al utilizar un termómetro con un limite de temperatura de $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ graduado grado a grado, puede leerse la temperatura indicando los grados y estimando con precisión de $+ \text{ o } - 0,3^{\circ}\text{C}$. Con un termómetro cuya banda de temperatura va de $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ y graduaciones cada $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ puede leerse la temperatura con la ayuda de un lente con una precisión aceptable de $+ \text{ o } -0,05\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3.5. TRANSFERENCIA DE SÓLIDOS Y LIQUIDOS.

3.5.1. TRANSFERENCIA DE SÓLIDOS:

- ❖ Para transferir una pequeña cantidad de un reactivo sólido, granulado o en polvo, desde un frasco a otro recipiente, se utiliza generalmente una espátula seca y limpia.
- ❖ Para sacar una gran cantidad de un reactivo sólido, del frasco almacén se gira lentamente el frasco de un lado a otro, este procedimiento permite controlar la velocidad con la que el sólido sale de la botella. Así, el reactivo puede sacarse del frasco tan rápido o lentamente como se desee.
- ❖ Con frecuencia, un trozo de papel ayuda a agregar un reactivo sólido en un recipiente que tiene una abertura relativamente pequeña. Los distintos métodos utilizados dependen de las cantidades de sólido que se transfieren:
 - Para transferir grandes cantidades se utiliza un trozo de papel limpio enrollado en forma de cono, la parte final mas estrecha se inserta en la abertura del recipiente y se agrega el reactivo sólido sobre la parte ancha del cono. Así puede transferirse rápidamente una cantidad considerable de reactivo sólido con un mínimo de perdida y sin contaminación.
 - Para transferir cantidades pequeñas, de un reactivo sólido, se vierte el sólido en una tira estrecha de papel previamente plegada. El papel se

inserta en la pequeña abertura del recipiente y el reactivo se transfiere fácilmente.

3.5.2. TRANSFERENCIA DE LIQUIDOS:

- ❖ En general, un líquido se vierte directamente de un recipiente a otro. Para evitar salpicadura, se apoya una varilla de vidrio sobre el pico del recipiente de forma que el líquido fluya por la varilla y se recoja en el otro recipiente(ver figura N° 8.1)
- ❖ Para un recipiente que tiene una abertura pequeña, debe utilizarse un embudo de vidrio seco y limpio. Después de terminar de verter el reactivo de la botella, limpiar el líquido que puede haberse caído por el exterior, lavándola y secándola con un paño. Esto tiene especial importancia cuando se utilizan reactivos corrosivos o venenosos que puedan causar serias quemaduras y heridas.

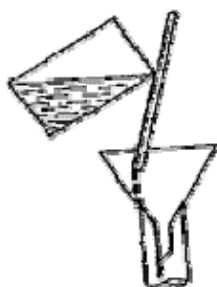


Figura N° 8.1. Trasvasado de líquidos

4. ESQUEMA PARA LA PREPARACION DE SOLUCIONES

4.1. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES CON REACTIVOS SÓLIDOS: Para realizar esta técnica se procede a pesar la sustancia, puede hacerse directamente en un beaker o en un vidrio reloj. En el primer caso se agrega agua destilada hasta diluir y luego se trasvasa al balón aforado con la ayuda de un embudo, se lava con poca agua el vaso y se vuelve a transferir al balón, se sigue agregando agua destilada hasta aforar. En el segundo caso luego de pesar la sustancia se transfiere con la ayuda de una pipeta al vaso de precipitado donde se diluye, luego se trasvasa al balón, se lava el vaso varias veces con poco agua y por ultimo se afora (ver figura 9.1)

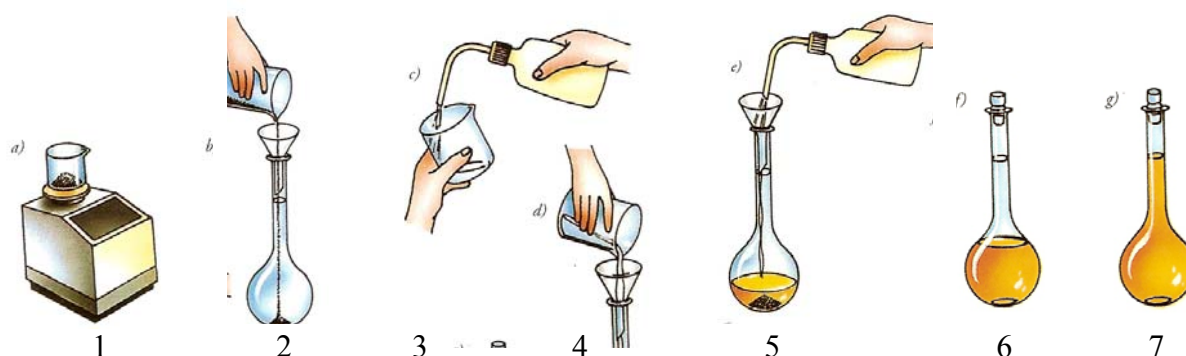


Figura N° 9.1. Preparación de soluciones a partir de reactivos sólidos

4.2. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES CON REACTIVOS LÍQUIDOS: Esta técnica se realiza tomando una porción del reactivo puro en un vaso de precipitado para evitar contaminarlo, previamente se agrega agua destilada en el balón aforado, luego de calcular la cantidad a medir se trasvasa al balón y se diluye con agua destilada hasta aforar (ver figura N° 10.1)

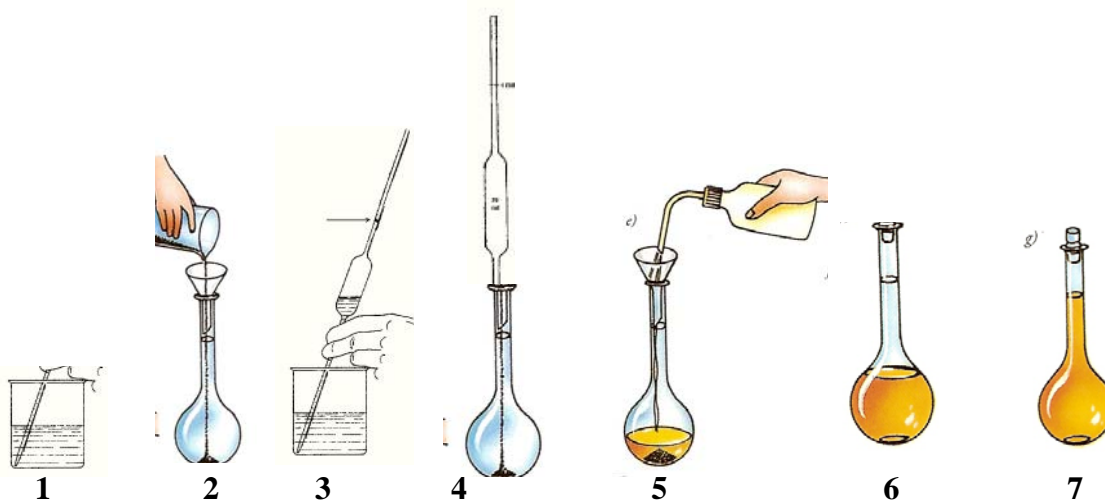


Figura N° 10.1. Preparación de soluciones a partir de reactivos líquidos

II. PARTE EXPERIMENTAL.

TECNICA	APLICACIÓN
1.- LAVADO Y CURADO	Aplice la técnica de lavado y curado en los siguientes materiales: Pipetas, buretas, balones y cilindros.
2.- MENISCO	Identificar el menisco en un líquido transparente y en uno turbio, contenido en una pipeta graduada.
3.- ENRASAR	Aplicar la técnica de enrasar en líquidos transparentes y turbios en pipetas y cilindros graduados.
4.- AFORAR	Aplicar la técnica de aforar en líquidos transparentes y turbios en pipetas y balones volumétricos.
5.- APRECIACION	Determinar la apreciación a una bureta de 25 y 10 ml, cilindro graduado de 25 ml, pipeta graduada de 0.2, 1 y 10 ml
6.- USO DE LA PROPIPETA	Usar la propipeta para aspirar líquidos en pipetas.
7.- PAPEL FILTRO	Demostrar como se debe doblar el papel filtro para colocarlo en un embudo de vidrio.
8.- BURETA	Demostrar la técnica del uso y manejo de la bureta.
9.- EL MECHERO	Encendido y ajuste del mechero Identificar las zonas del mechero
10.- BALANZA	Demostrar la técnica del uso y manejo de la balanza.