# TÉCNICAS COMUNES DE LABORATORIO I.*[[1]](#footnote-1)*

## OBJETIVO:

Adiestrarse en algunas técnicas usuales en el Laboratorio Químico, tales como FILTRACION, DESTILACION, DECANTACION Y EVAPORACION.

## INTRODUCCIÓN:

En el estudio experimental de las propiedades Químicas de las sustancias y de sus reacciones, se usan diferentes técnicas entre las cuales se destacan las arriba anotadas.

La FILTRACION es una técnica que consiste en separar sólidos de líquidos. La DESTILACION separa dos líquidos aprovechando la diferencia de densidades, y la EVAPORACION separa líquidos basándose en la diferencia de puntos de ebullición.

## MATERIALES:

2 Vasos de precipitados de 250 ml.

1 Vaso de precipitados de 100 ml.

1 Aro metálico y 2 soportes

1 Embudo

1 Mechero de Bunsen

1 Tela de Asbesto

1 Espátula

1 Matraz de Destilación

1 Refrigerante Recto

2 Mangueras de Hule

2 Tapones Monohoradados

1 Termómetro

1 Probeta de 50 ml.

1 Pinza para Refrigerante

1 Pinza para Bureta

10 núcleos de ebullición

## REACTIVOS:

Cloruro de Sodio

Limaduras de Fierro

Azufre

Arena

Alcohol Etílico

Permanganato de Potasio

## PROCEDIMIENTO:

1. En un vaso de precipitados de 250 ml. mezcla y disuelve en 50 ml. de agua, las siguientes sustancias que deberás pesar:

20 gramos de Cloruro de Sodio

0.5 gramos de Limadura de Fierro

0.5 gramos de Azufre

1.5 gramos de Arena

2. Agita con tu varilla de vidrio la mezcla hasta que la sal se disuelva.

### DECANTACION:

Las sustancias sólidas y pesadas se depositan en el fondo del vaso, el azufre que es más ligero, se distribuirá desordenadamente en varios niveles del líquido.

Para efectuar la DECANTACION, bastará pasar todo el líquido a OTRO VASO de 250 ml. procurando que NO SE PASE NADA de los sólidos.

### FILTRACION:

El Azufre no se disuelve en el agua y por su ligereza al decantar se pasa junto con la solución que lo arrastra. Para separarlo, es necesario filtrarlo de la siguiente manera:

1. Coloca un embudo de vidrio en el soporte con anillo y un vaso de precipitados de 250 ml. en su parte inferior.

2. Prepara un papel filtro de acuerdo a las siguientes indicaciones:

a. Dóblalo en dos partes

b. Vuélvelo a doblar

c. Ábrelo en forma de cono colócalo aplicándolo a las paredes del embudo.

3. Filtra la solución y conserva el filtrado, observa lo que queda en el papel y anota tus observaciones.

### EVAPORACION:

1. El líquido filtrado deberá ser calentado para evaporar el agua y recuperar la sal que se ha purificado.

2. Para calentar pon un anillo o aro metálico en su soporte y la tela de asbesto sobre el anillo.

3. Retira el vaso del fuego cuando ya sólo quede una CAPA ESPUMOSA para evitar quemar la sal.

### DESTILACION:

1. En un matraz de destilación agrega 50 ml. de agua de la llave, 50 ml. De alcohol etílico, unos cristales de Permanganato de Potasio y los núcleos de ebullición.

2. Monta el aparato de destilación según indicaciones del instructor.

3. Calienta el matraz hasta obtener una ebullición moderada de la solución coloreada por el Permanganato de Potasio y colecta en la probeta aproximadamente 50 ml. de alcohol y suspende el calentamiento.

4. Anota detalladamente todas y cada una tus observaciones.

## CUESTIONARIO

1.- ¿Cuál es la clasificación de las mezclas?

2.- ¿A cuál tipo pertenece cada una de las mezclas que haz separado?

3.- Escribe 3 ejemplos de mezcla, y di de qué tipo son.

4.- ¿Qué sustancia es la primera que destiló y a qué temperatura? Explica tu respuesta.

# TÉCNICAS COMUNES DE LABORATORIO II*[[2]](#footnote-2)*

## OBJETIVO:

Adiestrarse en algunas técnicas usuales en el Laboratorio tales como *CROMATOGRAFIA, CENTRIFUGACION y CRISTALIZACION*.

## INTRODUCCIÓN:

En el estudio experimental de las propiedades Químicas de las sustancias y de sus reacciones, se usan diferentes técnicas entre las cuales destacan las arriba anotadas.

La *CROMATOGRAFIA*, es la separación de componentes de un fluido cuando se le hace pasar por un sólido fino que absorbe selectivamente cada una de las sustancias disueltas.

La *CRISTALIZACION*, consiste en la obtención de cristales a partir de la evaporación del disolvente de una solución concentrada, así los cristales quedan libres del líquido disolvente.

La *CENTRIFUGACION*, es una técnica que separa las mezclas líquido - sólido, donde el sólido es tan pequeño que no se puede retener por ningún medio filtrante, siendo necesario utilizar una fuerza centrífuga.

## MATERIAL Y EQUIPO:

1 Soporte Universal

1 Anillo metálico

1 Mechero de Bunsen

1 Tela de asbesto

1 Tubo para Centrífuga

1 Pipeta graduada

2 Vasos de precipitados de 300 ml.

1 Vaso de precipitados de 100 ml.

1 Probeta de 50 ml.

Centrífuga

Papel filtro

Marcadores

## REACTIVOS:

Alcohol Etílico

Solución de Sulfato Cúprico

Cubos de hielo

Almidón

### CRISTALIZACION:

a) En un vaso de precipitado de 100 ml mide con la probeta 30 ml. de solución de sulfato Cúprico (CuSO4)

b) Monta el anillo metálico en el soporte universal, y coloca sobre él la tela de asbesto.

c) Coloca el vaso de precipitado sobre la tela de asbesto.

d) Enciende el mechero, calienta la mezcla de Sulfato de sodio hasta que se evapore un poco más de la mitad del volumen.

e) En un desecador de vidrio añade cubos de hielo, coloca el vaso de precipitado en el centro de los hielos, hasta la formación de cristales.

f) Observa el vaso de precipitado que está en el hielo, tira el líquido dejando en él los cristales que se formaron cuando el vaso estaba dentro del hielo.

### CROMATOGRAFÍA:

a) Pide a tu instructor dos tiras de papel filtro con la marca de colores a separar.

b) En un vaso de precipitado de 300 ml. vierte 25 ml. de agua de la llave medidos con la probeta.

c) En otro vaso de precipitado de 300 ml. vierte 25 ml. de alcohol etílico medidos con tu probeta.

d) Introduce una tira de papel filtro con las manchas de colores en cada vaso, procurando que el agua ni el alcohol toquen la mancha.

e) Asegura las tiras de papel filtro al vaso con un clip, para que no se doblen ni muevan.

f) Observa los cambios que ocurren en el papel filtro cada dos minutos, y anota tus observaciones durante 15 minutos.

### CENTRIFUGACIÓN:

a) Pesa 0.2 gr. de almidón y colócalo en un tubo para centrífuga.

b) Con la pipeta de 10 ml. añade 15 ml. de agua al tubo y agítalo hasta que se mezcle perfectamente el almidón y el agua.

c) Entrega el tubo de centrifuga a tu instructor para efectuar la centrifugación, quien te deberá explicar el manejo de la centrífuga.

d) Una vez centrifugada la mezcla, por Decantación, separa el líquido del sólido. Haz tus observaciones y anótalas.

## CUESTIONARIO:

1. Define el término Fuerza Centrífuga.

2. ¿Qué es un sólido no Filtrable?

3. ¿Qué diferencia encontraste en las separaciones de los colorantes entre el agua y el alcohol?

4. ¿Cuál líquido resulto ser mejor solvente?

5. ¿Qué forma y color tenían los cristales obtenidos en la cristalización?

6. Menciona alguna mezcla que se separe por Cristalización:

7. Cuántos y cuáles colores se pudieron observar en el papel filtro, en los diferentes disolventes.

Anexo[[3]](#footnote-3)

TECNICAS EXPERIMENTALES

*Toma de muestra y pesada de reactivos sólidos*

Para pesar cualquier tipo de sólido, siga las siguientes instrucciones (Figura 2.1):

1.- Tome el frasco del reactivo deseado y lea dos veces la etiqueta que indica el nombre del producto antes de usarlo. Una equivocación conduce no sólo a resultados inexplicables en nuestros experimentos, sino, a veces a accidentes.

2.- Pese con la mayor precisión que le sea posible un recipiente limpio y seco, por ejemplo, un vaso de precipitados, un vidrio de reloj, una cápsula de porcelana, un pesa sustancias, etc. Anote la lectura o bien tare la balanza.

3.- Agregue al recipiente anterior el sólido a pesar. Para extraer el sólido a pesar, de su frasco, utilice cualquiera de los métodos que se muestran en la figura. Debe estar seguro de que la espátula que utiliza está completamente limpia y seca. Tape el frasco inmediatamente después de extraer el reactivo, para evitar la entrada de polvo o humedad.

4.- Pese de nuevo con cuidado el recipiente y reactivo agregado. Anote la lectura.

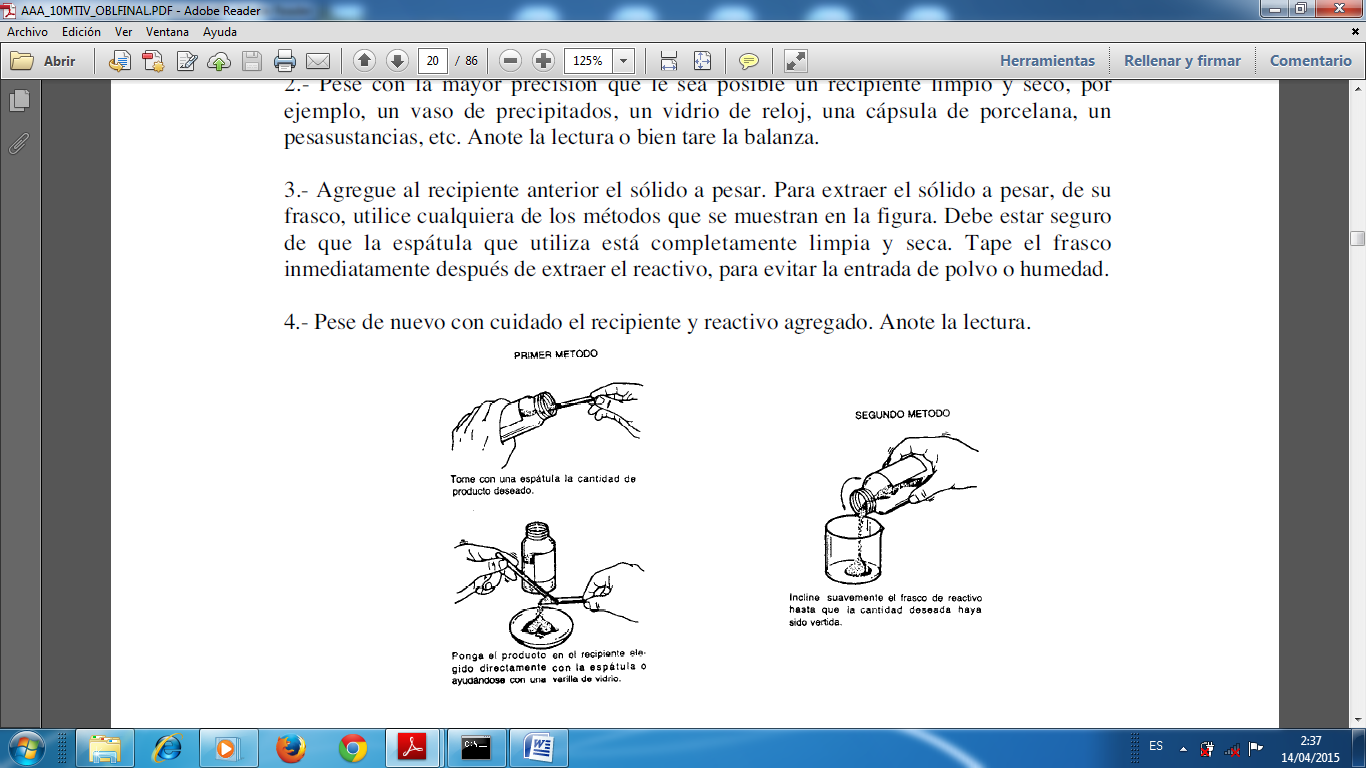


Fig 2.1. Métodos de transferir un producto sólido a un recipiente

*Transferencia de sólidos a matraces aforados*

Los matraces aforados llevan una marca (enrase) en la superficie de su cuello que indica un volumen de líquido contenido. Los matraces aforados se usan para preparar disoluciones valoradas. Existen diversos métodos para transferir sólidos a matraces aforados:

1.- Uno de ellos consiste en añadir una porción adecuada de agua destilada al vaso de precipitados o recipiente en el que se ha pesado el reactivo, y con ayuda de una varilla de vidrio disolver el soluto. Una vez realizada la disolución se lleva ésta, mediante un embudo, al matraz. Se lava el vaso repetidas veces con agua destilada, hasta asegurarse que todo el soluto ha sido transferido al matraz.

2.- Otro método consiste en pasar con mucho cuidado el sólido pesado al matraz directamente. Para ello podemos ayudarnos de un embudo. Este método se puede utilizar cuando el reactivo es de tipo pulvurulento y, como el método anterior, se debe arrastrar el polvo final del recipiente al matraz enjuagando aquél varias veces con agua destilada, mediante la ayuda de un frasco lavador. Una vez transferida la cantidad de soluto deseada al matraz, utilizando para ello cualquiera de los métodos anteriormente descritos hemos de "ajustar" el volumen de la disolución. Para conseguirlo proceda del modo siguiente:

1.- Añada agua destilada al matraz hasta el comienzo del cuello (evite llenar parte de éste) y agite suavemente el matraz hasta que se disuelva el sólido transferido.

2.- Agregue nuevamente el agua destilada con mucho cuidado hasta cerca de la marca de enrase. Añada la última porción con un cuentagotas hasta que la tangente a la curvatura de menisco coincida con la línea de enrase grabada en el matraz. Figura 2.2.

3.- Tape el matraz y mezcle bien la disolución agitando e invirtiendo varias veces el

matraz.

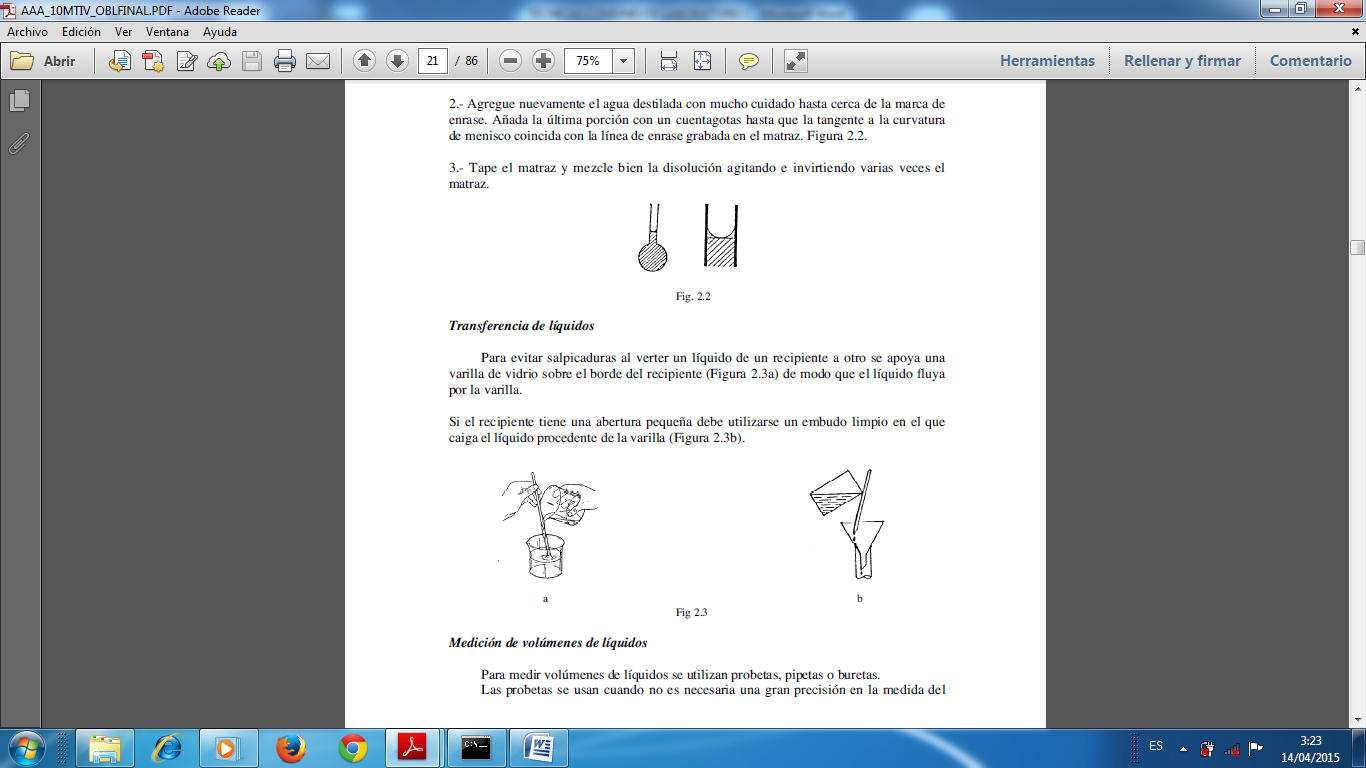


Fig. 2.2

*Transferencia de líquidos*

Para evitar salpicaduras al verter un líquido de un recipiente a otro se apoya una varilla de vidrio sobre el borde del recipiente (Figura 2.3a) de modo que el líquido fluya por la varilla.

Si el recipiente tiene una abertura pequeña debe utilizarse un embudo limpio en el que caiga el líquido procedente de la varilla (Figura 2.3b).

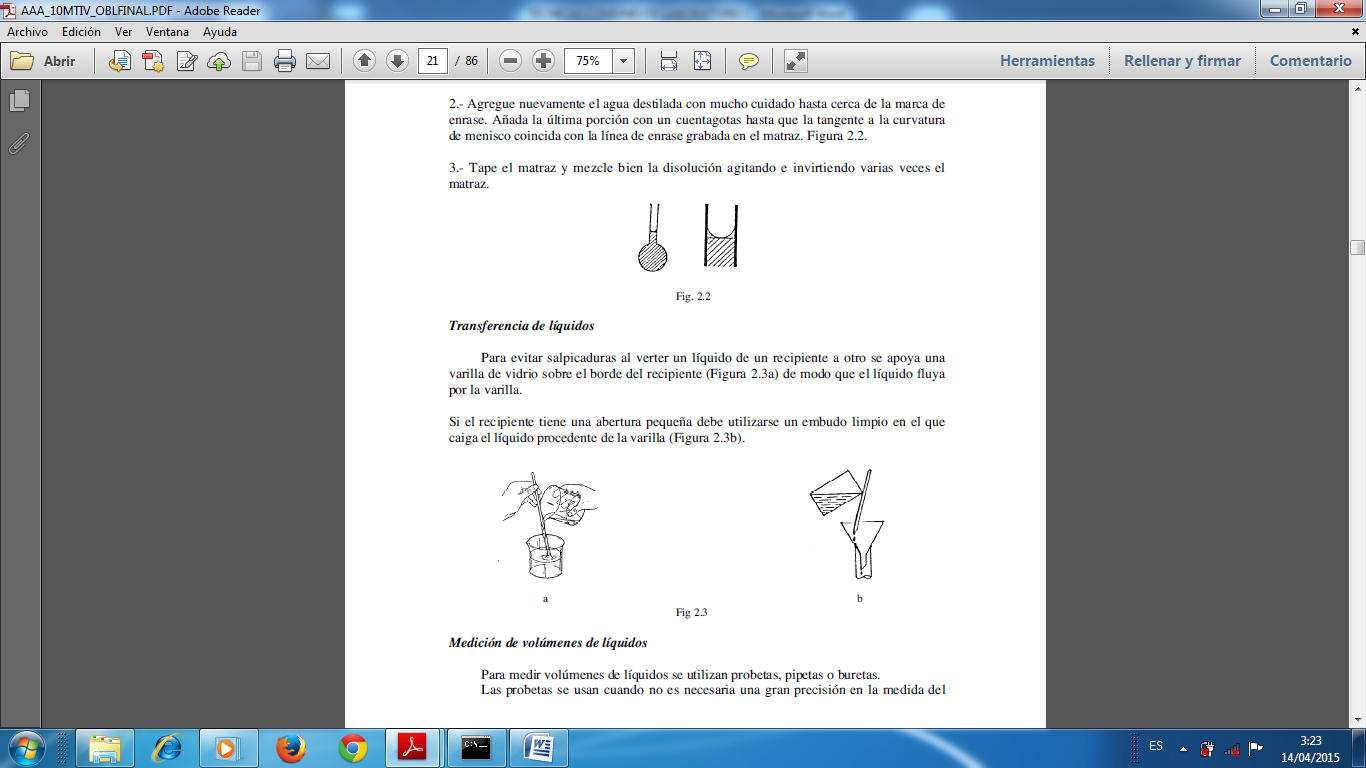


Fig 2.3

*Medición de volúmenes de líquidos*

Para medir volúmenes de líquidos se utilizan probetas, pipetas o buretas.

Las probetas se usan cuando no es necesaria una gran precisión en la medida del volumen. Normalmente tienen una capacidad algo superior a la que indica su lectura, para compensar la fina película de líquido que queda en sus paredes al verter el contenido. Las pipetas (Figura 2.4) miden volúmenes con mucha mayor precisión que las probetas. Mire las pipetas que se le han entregado. ¿Tienen alguna indicación de su precisión? Si no la tienen y están marcadas con la letra B su rango de precisión se mueve de ± 0,012 mL a ± 0,06 mL para las pipetas de 1 a 25 mL. Las pipetas del rango de capacidades indicado anteriormente marcadas con la letra A tienen una precisión de ± 0,006 mL a ± 0,03 mL.

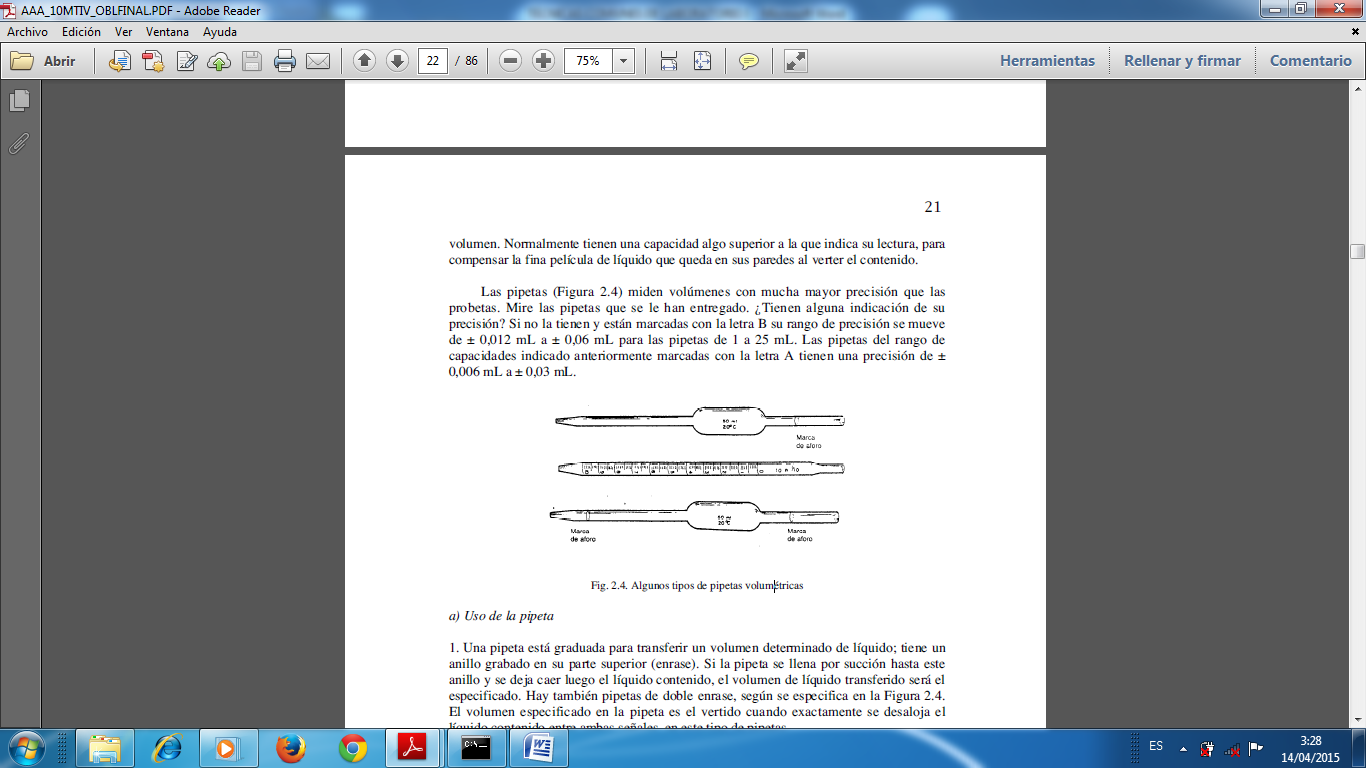


Fig. 2.4. Algunos tipos de pipetas volumétricas

*a) Uso de la pipeta*

1. Una pipeta está graduada para transferir un volumen determinado de líquido; tiene un anillo grabado en su parte superior (enrase). Si la pipeta se llena por succión hasta este anillo y se deja caer luego el líquido contenido, el volumen de líquido transferido será el especificado. Hay también pipetas de doble enrase, según se especifica en la Figura 2.4. El volumen especificado en la pipeta es el vertido cuando exactamente se desaloja el líquido contenido entre ambas señales, en este tipo de pipetas.

2. Introducir la pipeta limpia y seca en la disolución a tomar, succionar por el extremo superior hasta introducir en ella\_una pequeña cantidad de solución para homogeneizar su superficie interna. Después se vacía la pipeta descargando este líquido. Seguidamente se llena de disolución por succión hasta un punto ligeramente superior a su enrase.

¡No meta nunca la pipeta directamente en los frascos de reactivos!

Accionando como indica la Figura 2.5, se ajusta el nivel del líquido de forma que el fondo del menisco quede tangente sobre el enrase. Para transferir el volumen deseado basta separar el dedo índice permitiendo que la solución salga completamente.

3. Al llenar una pipeta, el extremo del pico debe estar siempre introducido bajo la superficie de la disolución a tomar. Si no se hace esto así, se succiona aire y la disolución puede pasar a la boca. 4. Para asegurar la transferencia completa del volumen indicado, el pico de la pipeta debe apoyar en ángulo de 45º en la pared del recipiente al que se quiere trasvasar. (Figura 2.5). La pequeña cantidad de líquido que queda siempre en el extremo no debe vaciarse soplando o sacudiendo la pipeta.

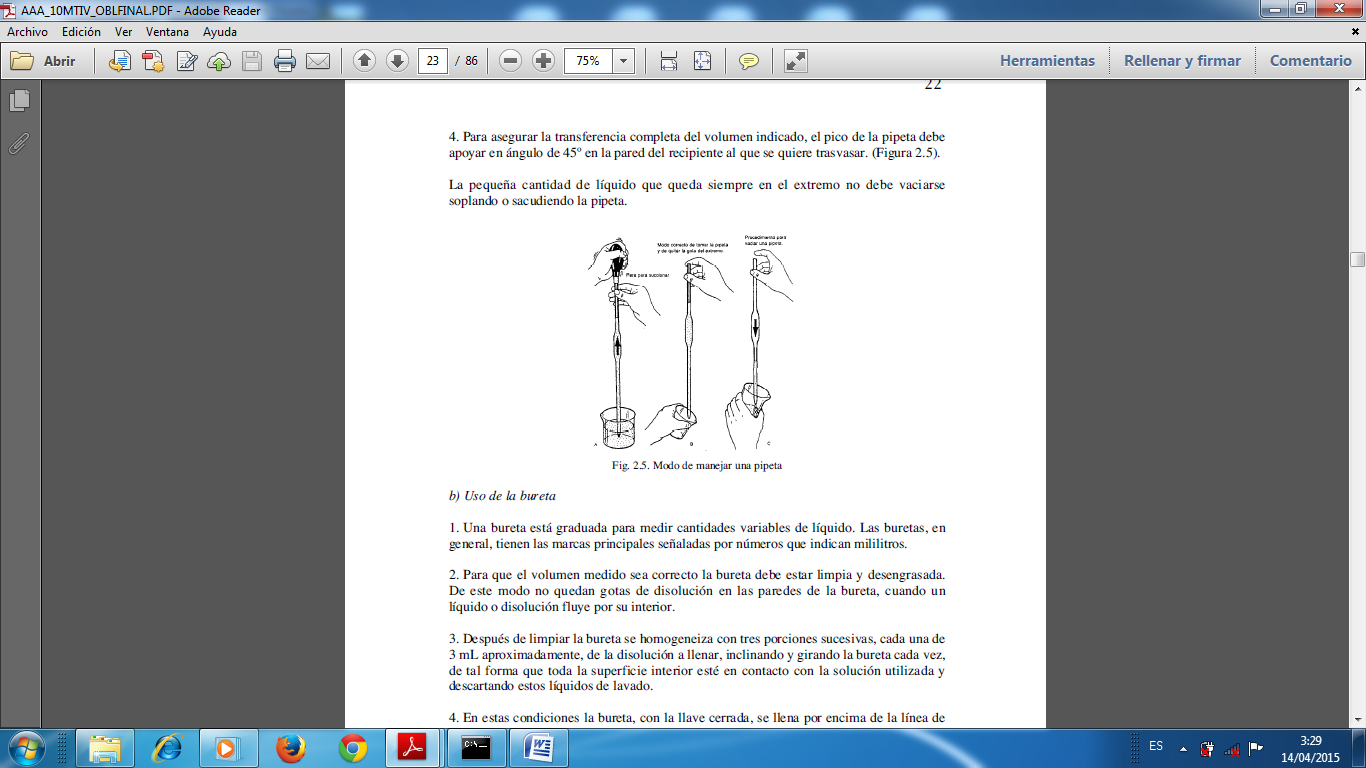


Fig. 2.5. Modo de manejar una pipeta

*b) Uso de la bureta*

1. Una bureta está graduada para medir cantidades variables de líquido. Las buretas, en general, tienen las marcas principales señaladas por números que indican mililitros.

2. Para que el volumen medido sea correcto la bureta debe estar limpia y desengrasada. De este modo no quedan gotas de disolución en las paredes de la bureta, cuando un líquido o disolución fluye por su interior.

3. Después de limpiar la bureta se homogeneiza con tres porciones sucesivas, cada una de 3 mL aproximadamente, de la disolución a llenar, inclinando y girando la bureta cada vez, de tal forma que toda la superficie interior esté en contacto con la solución utilizada y descartando estos líquidos de lavado.

4. En estas condiciones la bureta, con la llave cerrada, se llena por encima de la línea de 0. El líquido se deja fluir, con la llave abierta a través del pico de la bureta para llenar el espacio situado en la parte inferior de la llave, sin que queden burbujas de aire. Finalmente, se deja caer líquido hasta conseguir enrasar exactamente con la línea del 0 (el menisco debe ser tangente a la línea de enrase). (Figura 2.6).

6. Se abre la llave y se deja fluir gota a gota la cantidad deseada de disolución y se anota el nivel del líquido al final de la experiencia, que será el volumen del líquido transferido.

7. Si la cantidad de líquido contenido en una bureta no fuera suficiente para llevar a cabo la experiencia, se dejará caer el líquido hasta el último de los enrases, *teniendo buen cuidado de no dejar caer la parte no graduada*. Volverá a llenarse, se enrasará a cero nuevamente y puede continuarse gota a gota hasta la terminación de la experiencia.

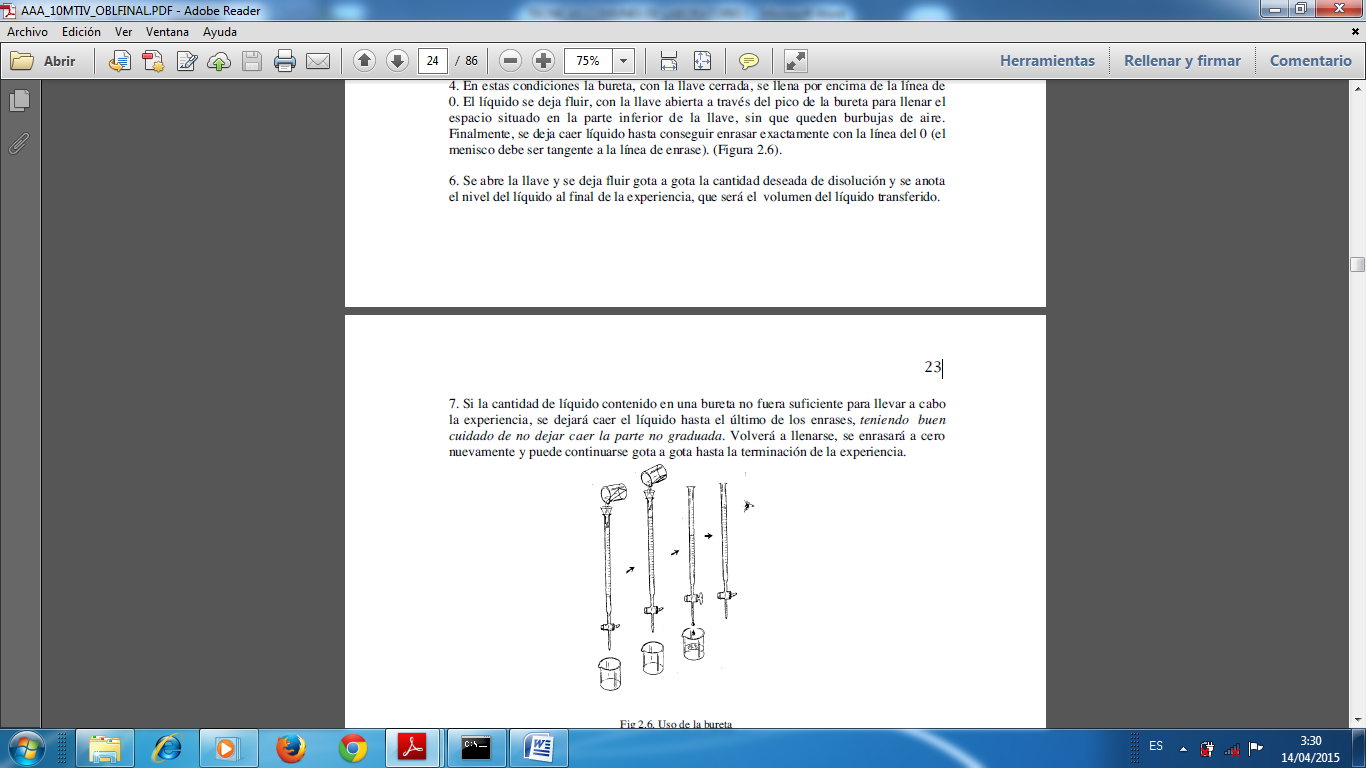


Fig 2.6. Uso de la bureta

*Filtración, lavado y secado*

*a) Filtración*

La filtración es un método para separar partículas sólidas de un líquido, siendo una de las técnicas más frecuentes utilizadas en el laboratorio.

*Filtración por gravedad*

Se realiza a través de un embudo de vidrio provisto de un filtro de papel, cónico o de pliegues (Figura 2.7). El líquido pasa a través de ellos por efecto de la gravedad, quedando la parte sólida retenida en el filtro.

El filtro cónico es útil cuando lo que interesa es recoger de una mezcla que se está filtrando la parte sólida, ya que debido a su superficie lisa es mucho más fácil separar el sólido una vez depositado. Si lo que interesa, por el contrario, es la parte que permanece disuelta se utiliza un filtro de pliegues, ya que con éste la filtración es más rápida debido a que:

- Presenta una superficie de filtración mayor

- Permite el paso del aire con más facilidad, dado que al tener pliegues no se adhiere al embudo. Esto es muy importante, pues al filtrar sobre un recipiente de boca estrecha, tipo matraz, se consigue que las presiones dentro y fuera del recipiente se igualen rápidamente.

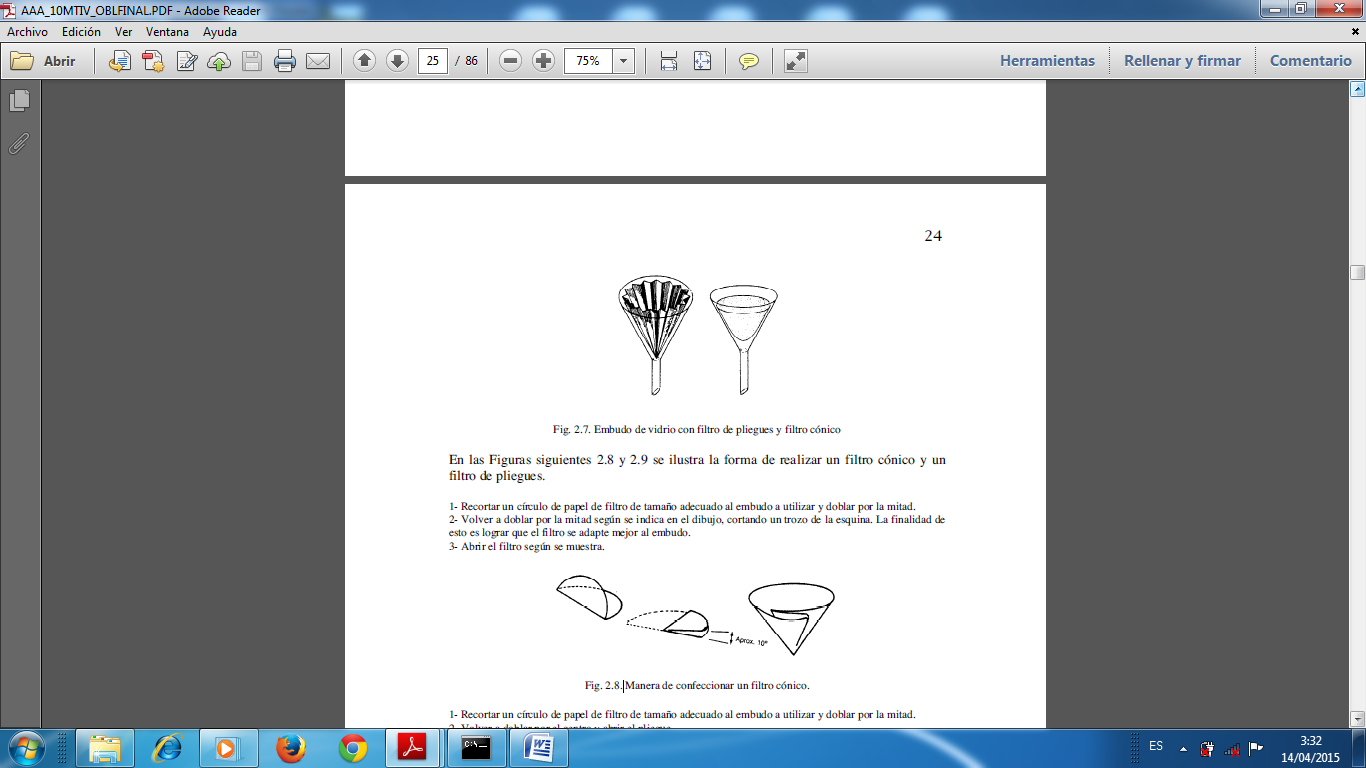


Fig. 2.7. Embudo de vidrio con filtro de pliegues y filtro cónico

En las Figuras siguientes 2.8 y 2.9 se ilustra la forma de realizar un filtro cónico y un filtro de pliegues.

1- Recortar un círculo de papel de filtro de tamaño adecuado al embudo a utilizar y doblar por la mitad.

2- Volver a doblar por la mitad según se indica en el dibujo, cortando un trozo de la esquina. La finalidad de esto es lograr que el filtro se adapte mejor al embudo.

3- Abrir el filtro según se muestra.

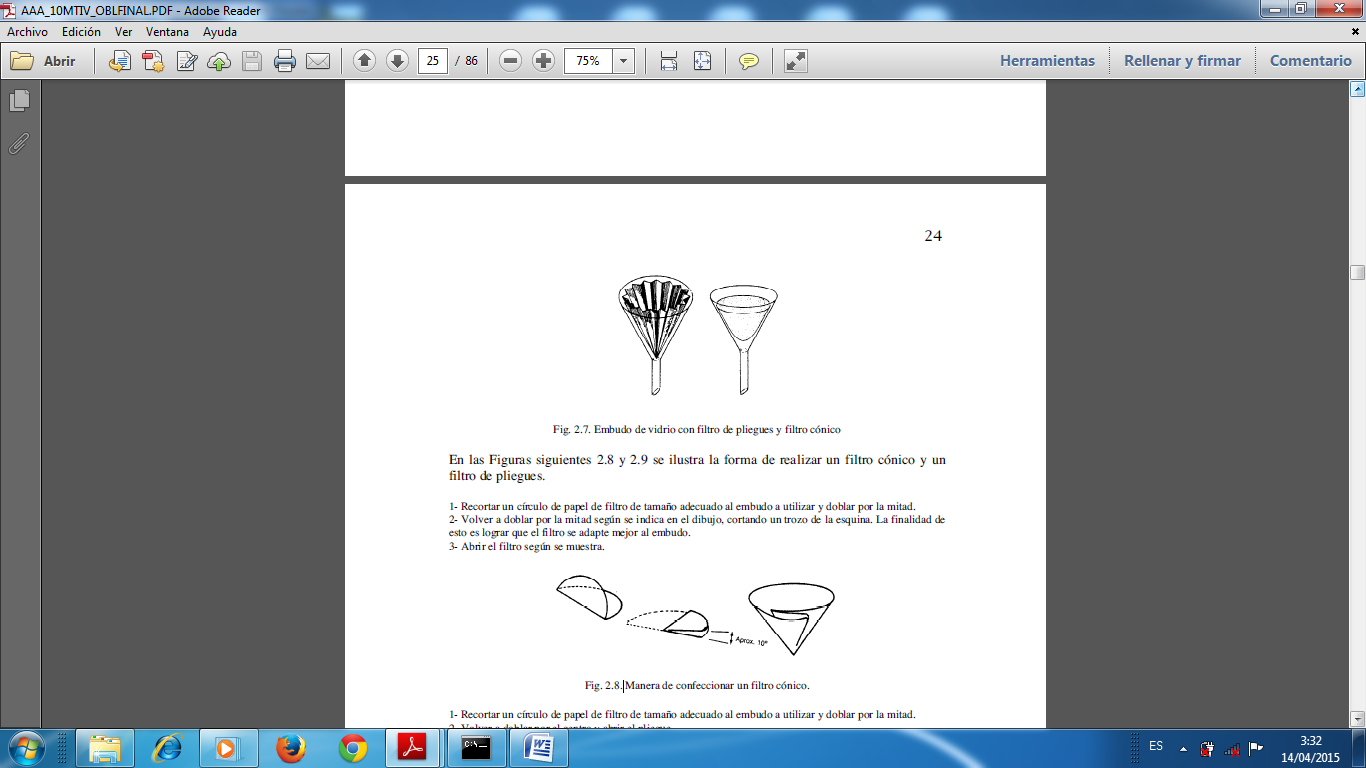


Fig. 2.8. Manera de confeccionar un filtro cónico.

1- Recortar un círculo de papel de filtro de tamaño adecuado al embudo a utilizar y doblar por la mitad.

2- Volver a doblar por el centro y abrir el pliegue.

3- Doblar cada una de las mitades hacia el centro en la misma dirección.

4- Volver a doblar cada una de las nuevas mitades otra vez hacia el centro en la misma dirección, doblarlas de nuevo hacia el centro pero en sentido opuesto y abrir el filtro.

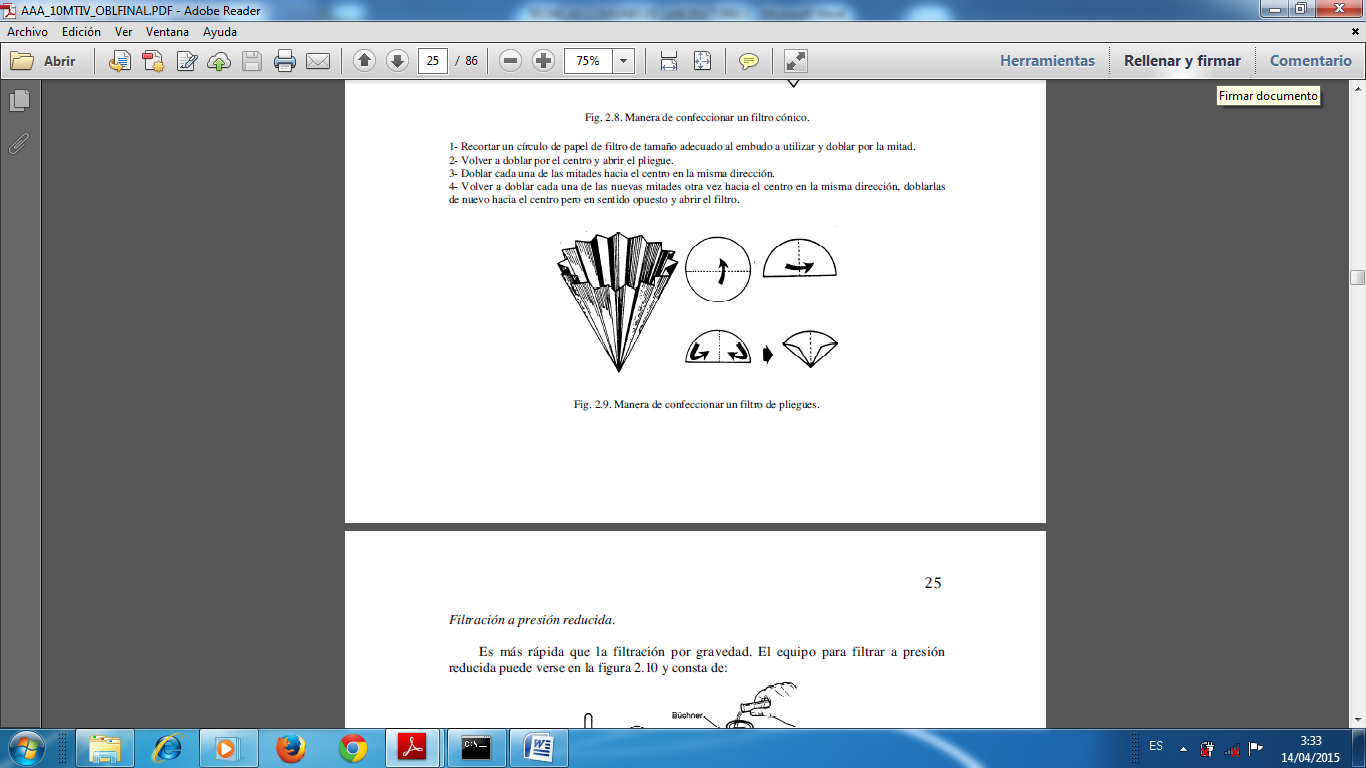


Fig. 2.9. Manera de confeccionar un filtro de pliegues.

*Filtración a presión reducida.*

Es más rápida que la filtración por gravedad. El equipo para filtrar a presión reducida puede verse en la figura 2.10 y consta de:

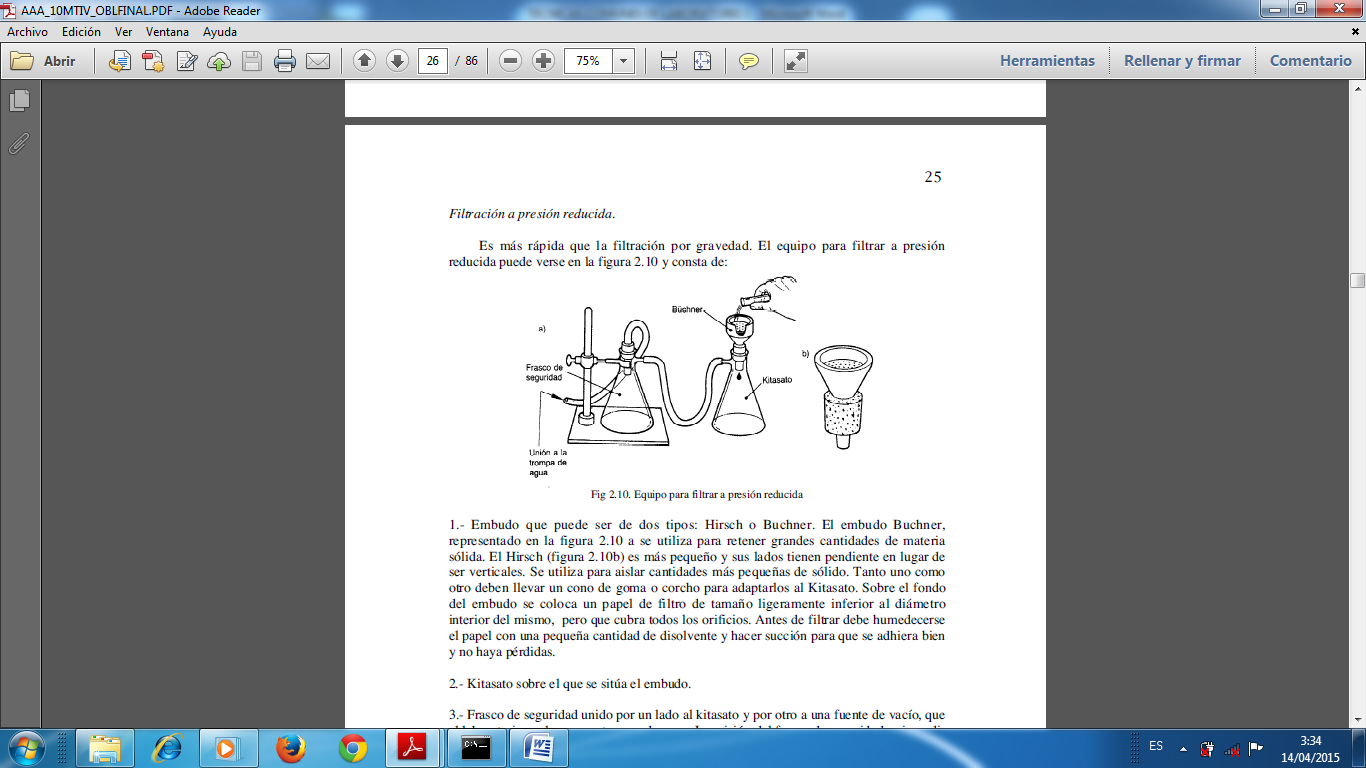


Fig 2.10. Equipo para filtrar a presión reducida

1.- Embudo que puede ser de dos tipos: Hirsch o Buchner. El embudo Buchner, representado en la figura 2.10 a se utiliza para retener grandes cantidades de materia sólida. El Hirsch (figura 2.10b) es más pequeño y sus lados tienen pendiente en lugar de ser verticales. Se utiliza para aislar cantidades más pequeñas de sólido. Tanto uno como otro deben llevar un cono de goma o corcho para adaptarlos al Kitasato. Sobre el fondo del embudo se coloca un papel de filtro de tamaño ligeramente inferior al diámetro interior del mismo, pero que cubra todos los orificios. Antes de filtrar debe humedecerse el papel con una pequeña cantidad de disolvente y hacer succión para que se adhiera bien y no haya pérdidas.

2.- Kitasato sobre el que se sitúa el embudo.

3.- Frasco de seguridad unido por un lado al kitasato y por otro a una fuente de vacío, que el laboratorio suele ser una trompa de agua. La misión del frasco de seguridad es impedir la contaminación del filtrado con agua proveniente de la trompa, lo cual puede ser debido:

- A una caída de presión en la conducción de agua.

- Al cierre del grifo del agua antes de interrumpir el vacío. La interrupción del vacío debe hacerse desconectando la goma que une el kitasato con el frasco de seguridad.

4.- Trompa de agua. Formada por una especie de tubo estrechado en su parte inferior provisto de una ramificación lateral. El paso rápido del agua a través del estrechamiento crea una caída de presión en este punto debido a lo cual aspira el aire a través del brazo lateral. El grado de vacío que puede conseguirse con este dispositivo está limitado por la presión de vapor de agua, y varía al variar la temperatura del agua.

b) *Lavado de precipitados*

Puesto que algo del líquido filtrado se adherirá al precipitado éste debe lavarse a fondo. En primer lugar, para completar la transferencia del sólido hasta sus últimas porciones se lavará el vaso que contenía el precipitado. A continuación, el precipitado se lava sobre el papel de filtro con sucesivas porciones de disolvente. Si el sólido que se filtra es algo soluble en el disolvente no deben utilizarse cantidades excesivas de líquido para lavar. Una misma cantidad de líquido de lavado, vertida en varias pequeñas porciones sucesivas es más eficaz. El líquido de lavado, en general, debe estar frío.

*c) Secado de los cristales*

La eliminación de disolvente de la sustancia cristalizada se realiza mediante secado. El método más común consiste en colocar los cristales de la sustancia obtenida en un vidrio de reloj tapado o entre papel de filtro y dejar que se sequen al aire. Este método no es válido cuando la sustancia es muy higroscópica. Otro método es introducir la sustancia, colocada en un crisol o cápsula de porcelana, en una estufa, teniendo la precaución de que la temperatura no sea superior al punto de fusión de la muestra. Sustancias que subliman fácilmente o se descomponen por el calor no deben secarse por este método.

El tercer método de secado está basado en el empleo de un desecador a vacío, el cual combina la acción del vacío con la de un agente desecante apropiado. Este método tampoco es aplicable en el caso de sustancias que tengan tendencia a sublimar, dado que el vacío incrementa este efecto.

1. AAA\_manual\_practica\_quimica\_I\_II

   Tomado para propósitos académicos de: Manual de prácticas química I y II. DEPARTAMENTO DE QUÍMICA. Aguascalientes Ags., Junio de 2008. Colaboradores: Q.I. J. Jesús Bernal de la Rosa, Q.B.P Alma Cristina Beyhart Moreno, T.L.Q Alma Patricia Correa Delgado, I.I.Q. Ma. Elena Gutiérrez Marfileño, M. en C. Arturo Serna Pérez, M.en A. Ma. del Carmen Valdez Díaz. [↑](#footnote-ref-1)
2. AAA\_manual\_practica\_quimica\_I\_II

   Tomado para propósitos académicos de: Manual de prácticas química I y II. DEPARTAMENTO DE QUÍMICA. Aguascalientes Ags., Junio de 2008. Colaboradores: Q.I. J. Jesús Bernal de la Rosa, Q.B.P Alma Cristina Beyhart Moreno, T.L.Q Alma Patricia Correa Delgado, I.I.Q. Ma. Elena Gutiérrez Marfileño, M. en C. Arturo Serna Pérez, M.en A. Ma. del Carmen Valdez Díaz. [↑](#footnote-ref-2)
3. **AAA\_10MTIV\_OBLFINAL**

   OPERACIONES BÁSICAS DE LABORATORIO. UNIVERSIDAD DE LA RIOJA DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ÁREA DE QUÍMICA INORGÁNICA ELENA LALINDE PEÑA Mª TERESA MORENO GARCÍA. LICENCIATURA DE QUÍMICAS 1er CURSO [↑](#footnote-ref-3)