

EXPERIMENTACIÓN EN QUÍMICA I

Esta es una materia introductoria a la experimentación; representa el primer contacto del alumno con el laboratorio dentro de sus estudios universitarios. Por ello, mediante seminarios en aula se describirán los fundamentos teóricos que el alumno necesita para poder llevar a cabo las experiencias, y el resto de las clases se impartirán íntegramente en el laboratorio. La finalidad de esta materia es la adquisición, por parte del alumno, de buenos hábitos de trabajo en el laboratorio, de manera que le sirvan de pauta para cursar, con el máximo aprovechamiento, las diferentes asignaturas prácticas que componen el plan de estudios de la titulación de Ingeniería Química.

La implantación de esta asignatura responde a la necesidad, por parte del alumno, de conocer lo mejor posible cuáles son las metodologías que se siguen y las técnicas que se emplean en los trabajos que se realizan en un laboratorio de Química. Este conocimiento es imprescindible para poder desarrollar las experiencias prácticas que se le exigirán en cursos superiores y en su vida profesional.

Los conocimientos que se imparten en esta asignatura presentan dos vertientes: una de claro contenido expositivo (seminarios) y la otra de contenido totalmente práctico. En la primera, el profesor presenta al alumno el material y los aparatos que posteriormente utilizará en el laboratorio, así como las bases teóricas que necesitará para el desarrollo de las prácticas. En la segunda, el alumno realizará el trabajo experimental. Como es de suponer, esta última es la que comporta el mayor número de horas en el conjunto de la disciplina.

OBJETIVOS GENERALES

1. Conocer y aplicar las normas de seguridad y de trabajo en el laboratorio.
2. Reconocimiento de productos, material e instrumental de laboratorio.
3. Familiarización con las técnicas de trabajo:
 - Pesada de productos: funcionamiento de la balanza.
 - Preparación de disoluciones.
 - Volumetrías.
 - Filtración.
 - Calentamiento a reflujo y enfriamiento.
 - Extracción y lavado.
 - Cristalización.
 - Destilación.
 - Cromatografía.
4. Fundamentos teóricos básicos para la realización de las prácticas.
5. Realización de cálculos. Exactitud y error relativo, precisión, rendimiento y cifras

significativas. Representaciones gráficas.

6. Primeras nociones y aprendizaje de la sistemática investigadora: recogida de datos, elaboración de tablas de resultados y representaciones gráficas. Elaboración de un cuaderno de laboratorio. Elaboración de un informe con las conclusiones e interpretación de los resultados.

TEMARIO

PRÁCTICAS DE QUÍMICA FÍSICA

PRÁCTICA 1: Determinación del peso equivalente del magnesio

Objetivos específicos: Aplicación de la ecuación de los gases ideales y de la Ley de las presiones parciales de Dalton. Determinación del peso equivalente de un metal midiendo el volumen de hidrógeno desprendido. Cálculo del porcentaje de error. Establecer si una reacción es termodinámicamente posible en base a los valores de los potenciales estándar de las semirreacciones implicadas.

PRÁCTICA 2: Determinación de la entalpía de reacción entre el cinc y el sulfato de cobre.

Objetivos específicos: Comprensión termodinámica de los conceptos de calor, transferencia de calor y capacidad calorífica. Determinación de la capacidad calorífica de un calorímetro. Determinación de la variación de entalpía de una reacción química.

PRÁCTICA 3: Determinación de la presión de vapor de agua a varias temperaturas y su entalpía de vaporización

Objetivos específicos: Comprensión termodinámica del intercambio de calor asociado a un cambio físico. Comprobación experimental del equilibrio de fases entre un líquido y un gas. Realizar una gráfica: determinación de la entalpía de vaporización a partir de la pendiente de la representación gráfica de la ecuación que rige el equilibrio líquido-gas.

PRÁCTICA 4: Determinación de magnitudes termodinámicas del KNO_3 a partir de su solubilidad en agua a varias temperaturas

Objetivos específicos: Estudio de un equilibrio químico: solubilidad de una sal. Comprobación experimental de la relación solubilidad-constante de equilibrio-temperatura. Cálculo de la

entalpía del proceso a partir de la pendiente de la ecuación que relaciona la constante de equilibrio con la temperatura (ecuación de Van't Hoff). Determinación de otras magnitudes termodinámicas en función de la temperatura: energía libre y entropía.

PRACTICA 5: Estudio cinético de la reacción del etanol con el Cr (VI)

Objetivos específicos: Introducción a un estudio cinético. Realizar una yodometría (volumetría de óxido-reducción). Determinación del orden de reacción respecto al HCrO_4^- mediante un tratamiento gráfico. Cálculo de la velocidad inicial y de la pseudoconstante de velocidad. Incentivar la búsqueda de bibliografía.

PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA

PRÁCTICA 6: Reconocimiento de funciones orgánicas. Reacciones químicas en tubo de ensayo

Objetivos específicos: Reconocimiento cualitativo de funciones orgánicas mediante la observación de los cambios de color, olor o estado de reacciones realizadas en tubo de ensayo.

PRÁCTICA 7: Extracción de la cafeína de las hojas del té

Objetivos específicos: Aprender las técnicas básicas de laboratorio de extracción y de filtración, para aislar un producto natural.

PRÁCTICA 8: Síntesis de la aspirina

Objetivos específicos: Utilización de la filtración por gravedad y a vacío. Purificación de un ácido carboxílico. Recristalización. Determinación cualitativa de la pureza. Determinación del punto de fusión como criterio de pureza de un producto.

PRÁCTICA 9: Síntesis del acetato de isoamilo

Objetivos específicos: Calentamiento de una mezcla de reacción en un sistema a reflujo. Purificación de una fase orgánica mediante la extracción líquido-líquido. Uso de la destilación simple para la purificación de un líquido.

PRÁCTICA 10: Cromatografía. Separación de fluoreno y fluorenona

Objetivos específicos: Separación de compuestos orgánicos de distinta polaridad por cromatografía de columna y su caracterización por cromatografía de capa fina. Métodos de visualización.

PRÁCTICAS DE QUÍMICA INORGÁNICA

PRÁCTICA 11: Síntesis del óxido de aluminio

Objetivos específicos: Síntesis de un óxido metálico. Oxidación alcalina de un metal y comportamiento anfótero de un compuesto.

PRÁCTICA 12: Síntesis del óxido cuproso

Objetivos específicos: Obtención de un compuesto por proceso redox, precipitación y deshidratación. Estabilización de un estado de oxidación inestable por complejación.

PRÁCTICA 13: Poder oxidante de los halatos y gradación del carácter oxidante de los halógenos

Objetivos específicos: Comprobar el carácter oxidante de los iones clorato y bromato. Comparar el carácter oxidante de una serie de halógenos. Uso de los potenciales de reducción estándar.

PRÁCTICA 14: Propiedades redox del peróxido de hidrógeno y propiedades del hidróxido de estaño (II)

Objetivos específicos: Comprobar las propiedades redox del peróxido de hidrógeno y el comportamiento anfótero del hidróxido estannoso.

PRÁCTICA 15: Alumbre de cromo

Objetivos específicos: Preparación de una sal doble.

METODOLOGÍA

La asignatura se desarrolla temporalmente en veinte sesiones de tres horas diarias. Cuatro de ellas estarán destinadas a la presentación de la asignatura y las explicaciones teóricas de cada una de las prácticas a realizar (seminarios). A continuación, se invertirá una sesión de laboratorio en el reconocimiento del material y la preparación de disoluciones, y quince sesiones

donde los alumnos llevarán a cabo las prácticas propuestas para cada una de las disciplinas implicadas. Estas sesiones experimentales se desarrollan en tres módulos que presentan una dificultad gradual en su realización. Por otra parte, cada práctica puede cubrir una operación básica o bien varias concatenadas, de manera que las primeras se basan en manipulaciones sencillas y las últimas implican la utilización de equipos más sofisticados, mayor habilidad en el laboratorio o mayor elaboración de los resultados. La descripción de estas prácticas constituye la tercera parte de este libro.

Las prácticas se dividen en tres grupos según la disciplina a las que están asignadas. Así, el primer grupo lo constituyen las prácticas con contenidos asignados a Química Física, en las que se determinarán solubilidades, se aplicarán las propiedades de los gases, se calcularán algunas magnitudes termodinámicas y se realizará el estudio cinético de una reacción. El siguiente bloque lo constituyen las prácticas de Química Orgánica, que abarcan el reconocimiento de funciones orgánicas, la extracción de un producto natural o la síntesis de un fármaco, donde se aplicarán técnicas básicas de laboratorio como la extracción o la destilación. Finalmente, en las prácticas de Química Inorgánica se obtendrán distintos compuestos en cuya síntesis se aplican distintas operaciones básicas como la filtración, la precipitación o la cristalización, y se llevan a cabo diferentes volumetrías.

EVALUACIÓN

La evaluación de los alumnos que cursan esta asignatura se realizará mediante un control continuado de la tarea realizada y no únicamente a través de una prueba final. Este control, por parte del profesorado, sirve tanto para enseñar de una manera crítica al alumno la forma correcta de trabajar, como para poder constatar el aprendizaje y la asimilación de los diversos conceptos por parte de los estudiantes. De esta manera se incentiva al alumno a mejorar y optimizar su forma de operar en el laboratorio, cumpliendo así con los objetivos marcados para esta disciplina.

La evaluación se realiza teniendo en cuenta los siguientes parámetros:

- **Asistencia:** dado que se trata de una asignatura experimental, resulta fundamental la realización de las prácticas en el laboratorio. De acuerdo con su estructura, una falta de asistencia significa que una de las prácticas no se realiza, y por tanto, que el alumno quede con alguna laguna en su formación, y no se cubran los objetivos para los cuales estaba diseñada esa práctica.
- **Actitud, constancia, método de trabajo y habilidad manual:** como se ha comentado anteriormente, la finalidad de esta materia de primer curso es que el estudiante adquiera destreza en el trabajo experimental, creando unos hábitos que sean la base de su comportamiento en el laboratorio de cualquiera de las asignaturas de la titulación, o incluso en su futuro trabajo. Por ello, factores como una actitud positiva e interesada, la constancia en el trabajo, la sistemática y el orden, así como su habilidad como experimentador, serán

considerados y valorados, dándoles mayor importancia que a la obtención de resultados exactos.

- **Presentación de informes:** el alumno deberá entregar individualmente un informe de cada una de las prácticas que realice, y lo más productivo es que lo elabore cuando aún recuerde con claridad el procedimiento, las observaciones, los cálculos y los resultados de la experiencia realizada. El informe individual de cada práctica debe comprender todo lo necesario para que el profesor pueda valorar, en la mejor medida posible, la labor llevada a cabo por el estudiante, así como su nivel de comprensión de los fundamentos teóricos que soportan al trabajo experimental. No se trata de copiar el guión de prácticas ni todo lo que se ha anotado en el cuaderno del laboratorio. Éste último resulta fundamental porque contiene todo lo que el alumno ha considerado relevante en el desarrollo de la práctica, y por tanto, será la base para el informe. Sin embargo, muchas de las anotaciones son importantes como observaciones personales que le permiten recordar la práctica cuando deba repasarla para el examen escrito, o en su caso si tiene que repetirla, pero no forman parte de lo que el profesor pretende valorar en el informe.

El informe debe recoger las respuestas a las cuestiones que se plantean al final de cada práctica. Deben ser claros y escuetos, limitándose a contestar lo que se pide. El hecho de divagar es una muestra evidente de que las ideas no están claras. El informe más largo no necesariamente es el mejor ni el que tendrá mejor nota. Sin embargo, teniendo en cuenta la peculiaridad de que la asignatura se imparte con profesorado de tres Departamentos, puede ocurrir que cada profesor tenga requerimientos diferentes en la elaboración de dichos informes, acordes con la especialidad de que se trate.

Los informes se devolverán corregidos con suficiente antelación antes del examen para que el estudiante pueda, con ayuda de las indicaciones del profesor, asimilar los errores cometidos. Además, las tutorías de los profesores podrán servir para aclarar las dudas que hayan surgido tras la corrección.

- **Comprensión:** finalmente se llevará a cabo un *examen escrito* que permita un control, de forma más objetiva, de los conocimientos adquiridos. La prueba escrita estará dividida en cuatro partes, tres con un peso del 90% sobre la nota final (30% para cada uno de los Departamentos), y una cuarta donde se planteará el reconocimiento de material y cuestiones sobre el empleo del material volumétrico, con un valor del 10%. Cada profesor hará preguntas concretas sobre las prácticas realizadas, que abarcarán desde la manipulación en el laboratorio, las técnicas básicas aplicadas, los fundamentos teóricos, el procedimiento, hasta los cálculos realizados para llegar al objetivo del experimento. También se podrá pedir la resolución de problemas similares al de la experiencia que se ha llevado a cabo, o cálculos de rendimientos, concentraciones, etc.

Hay que señalar que, al tratarse de técnicas diferentes para cada una de las especialidades, deben quedar manifiestos unos conocimientos suficientes de cada una de las disciplinas.

Para concluir, hay que recordar que el examen se realizará, por lo general, bastante tiempo después de la terminación del periodo de prácticas, de acuerdo con el calendario que la Facultad haya previsto. De ahí que tenga una gran importancia, por una parte, revisar bien el informe corregido de cada una de las prácticas que los profesores les entregan para aclarar todos los planteamientos erróneos que se hayan hecho, y por otra, haber elaborado un cuaderno de laboratorio limpio, claro y completo, con anotaciones sobre todas aquellas observaciones que ayuden a aclarar los procedimientos empleados.

Los tres primeros puntos se valorarán mediante el seguimiento en el laboratorio y la corrección de los informes realizados de forma individual por el alumno, lo que permite al profesor tener una primera apreciación sobre el grado de conocimiento adquirido y sobre las dificultades que ha encontrado el alumno en las prácticas realizadas. Al mismo tiempo, el estudiante puede conocer los errores cometidos y subsanar las dudas que se le plantean. Sin embargo, estos aspectos no son suficientes para evaluar al alumno, y teniendo en cuenta las características de esta asignatura, no sólo el trabajo en el laboratorio, sino su comprensión (reflejada en el examen escrito), se tendrán en cuenta en la calificación final.

Bibliografía

1. Experimentación en Química: Principios y Prácticas. E. Pastor Tejera, I. López Bazzocchi, P. Esparza Ferrera, J.L. Rodríguez Marrero y P. Lorenzo Luis. Ed. ARTE Comunicación visual, ISBN: 84-699-3660-3, 2001.
2. Experiments in Physical Chemistry (6ª Edición). D.P. Schoemaker, C.W. Garland y J.W. Nibler. Ed. McGraw-Hill, New York, 1996.
3. Experimental Organic Chemistry. Principles and Practice (2ª Edición). L.M. Harwood, C.J. Moody y J.M. Percy. Ed. Blackwell Science, London, 1999.
4. C. Valenzuela Calahorra. *Introducción a la Química Inorgánica*. Ed. McGraw-Hill/Interamericana de España, S.A.U., 1.999.
- 5.- Nomenclatura y Formulación Química. Aspectos Descriptivos de los Compuestos. A.Vivo Serrano, B.Domínguez Hernández, F.Jiménez Moreno, M.M.Sánchez Sarmiento. Ed. ARTE Comunicación visual, 2002.