

INTRODUCCIÓ A L'EXPERIMENTACIÓ EN QUÍMICA INORGÀNICA

Departament de Química Inorgànica

TEXTOS DOCENTS

3

INTRODUCCIÓ A L'EXPERIMENTACIÓ EN QUÍMICA INORGÀNICA

Departament de Química Inorgànica

Publicacions i Edicions



UNIVERSITAT DE BARCELONA

U

B

Aquest text vol ser una guia de viatgers per als primers passos en un laboratori de Química Inorgànica. L'alumne ha cursat prèviament les assignatures *Operacions Bàsiques de Laboratori* i *Química Inorgànica*. Ha de posseir, per tant, un bon coneixement dels principis de reactivitat de les espècies inorgàniques, així com de les operacions més elementals del laboratori químic. Es presenten aquí uns guions per a la realització d'experiments, agrupats en dos grans blocs.

L'objectiu d'una part dels experiments proposats és la preparació d'un compost mitjançant diverses reaccions químiques i operacions físiques. Aquests experiments requereixen d'un *muntatge* i solen durar més d'una sessió de laboratori. En la seva realització s'encadenen diverses operacions bàsiques de laboratori conegudes per l'alumne (com ara escalfament, o filtració), alhora que s'introdueixen noves operacions típiques del laboratori inorgànic (com ara la generació i utilització de corrents de gasos, cristal·lització). Es presenten aquí dividits en tres grups segons el producte que s'obté en cada cas (òxids, sals o compostos de coordinació) i proporcionen un entrenament de nivell introductori en síntesi inorgànica.

D'altra banda, hi ha una sèrie d'experiències senzilles que posen de manifest les reaccions més característiques de les espècies inorgàniques més comunes. Aquests experiments no requereixen de muntatge i són de curta durada. Es proporciona així ensinistrament en la manipulació de petites quantitats de reactius i en l'observació dels canvis perceptibles que acompanyen les reaccions químiques: canvis de pH o de color, desprendiment de gasos, formació i redissolució de precipitats, caràcter exotèrmic o endotèrmic de les reaccions.

Es recull també, en forma d'apèndix, aquella informació que l'estudiant ha de tenir a l'abast per tal de poder comprendre algunes de les reaccions que observarà, així com altra de tipus pràctic. S'ha posat especial atenció en destacar tot allò relatiu a la seguretat en el laboratori, així com a la disposició dels residus, ja que és molt important que les noves generacions de químics tinguin consciència clara dels riscos que poden comportar els experiments que realitzen i de la necessitat ineludible d'evitar abocar a l'entorn quantitats nocives d'un determinat compost químic.

Aquest text és el resultat de les aportacions de moltes persones que al llarg dels anys han participat en la docència experimental del Departament de Química Inorgànica de la Universitat de Barcelona. Elles i ells han contribuït a precisar aquells petits detalls que diferencien els experiments que funcionen i són didàctics d'aquells altres que són de difícil execució per als estudiants o que són de difícil observació o interpretació. La culminació d'aquest procés de depuració ha resultat d'un projecte finançat pel Gabinet d'Avaluació i Innovació Universitària (GAIU) de la Universitat de Barcelona, dut a terme durant l'any 1993 i coordinat pels Drs. Margarita Crespo i Miquel Seco. Aquest projecte ha permès fer una revisió a fons de tots els materials emprats al llarg dels últims anys, comprovant-se al laboratori totes les receptes que aquí es presenten, amb la col·laboració de Ana Isabel López Macipe. En la tasca de recopilació i selecció de material, redacció i revisions d'aquesta versió han participat Albert Escuer, Montserrat Gómez, Jaume Granell, Manuel Martínez, María Luisa Martínez, Lourdes Mestres, Guillermo Muller, Pilar Ramírez de la Piscina, Mercè Rocamora i Ramón Vicente. Els dibuixos han estat realitzats per Ferran Vilardell.

Barcelona, setembre de 1994

DESCRIPCIÓ DE L'ASSIGNATURA

L'assignatura *Introducció a l'Experimentació en Química Inorgànica* és una assignatura troncal de primer cicle, de caràcter experimental, que té assignats 7,5 crèdits, és a dir, 75 hores de pràctiques al Laboratori.

L'objecte d'aquesta assignatura és introduir l'alumne en la metodologia de treball d'un laboratori de Química Inorgànica. En concret, el programa de l'assignatura es basa en la realització de processos de síntesi de compostos inorgànics així com en l'estudi sistemàtic de reaccions inorgàniques. No es tracta tan sols de realitzar aquestes experiències, sinó també d'interpretar els resultats obtinguts i d'adquirir una metodologia de treball correcta. En aquest punt, poden destacar-se aspectes com portar adequadament la llibreta de laboratori, consultar la bibliografia i respectar les normes de seguretat, entre d'altres.

CONEIXEMENTS PREVIS

Els alumnes que cursen aquesta assignatura han d'haver aprovat les assignatures directament relacionades següents:

Operacions Bàsiques de Laboratori (6 crèdits = 60 hores de pràctiques) on els alumnes assoleixen un coneixement general de les manipulacions bàsiques que es fan a un laboratori de química.

Química Inorgànica (7,5 crèdits = 75 hores de classe) on els alumnes adquireixen els coneixements teòrics bàsics de la Química Inorgànica.

RELACIÓ AMB ALTRES ASSIGNATURES

Assignatures prèvies

El fet que els alumnes hagin cursat prèviament les assignatures d'*Enllaç Químic i Estructura, Equilibris iònics i Termodinàmica Química* permet desenvolupar aquesta disciplina dins d'un context ampli, de forma que l'estudiant està en condicions d'assimilar l'ensinistrament amb els nivells exigits.

Assignatures del mateix nivell

Dins l'ensenyament de Química, els alumnes cursen, a més, les assignatures d'*Introducció a l'Experimentació en Química Analítica, Química Física i Química Orgànica*, de 7,5 crèdits cadascuna. D'aquesta forma, es cobreixen les tècniques experimentals més habituals en les diferents branques de la Química.

Assignatures posteriors

L'assignatura *Introducció a l'Experimentació en Química Inorgànica* és un pre-requisit per a cursar l'assignatura *Experimentació en Química Inorgànica*, de caràcter troncal i que s'imparteix al segon cicle de la Llicenciatura en Química.

OBJECTIUS

a) Realitzar un treball senzill de síntesi de diferents compostos inorgànics, posant especial èmfasi tant en la utilització de diferents tècniques preparatives i de separació com en la interpretació dels processos químics que tenen lloc. Entre les tècniques preparatives s'inclou la realització de muntatges senzills per a l'escalfament i l'agitació de dissolucions, per a l'atac de metalls i per a l'obtenció de corrents de gasos.

b) Desenvolupar en l'alumne la capacitat d'observació i interpretació de la reactivitat dels elements i del seus compostos mitjançant la realització d'una sèrie de reaccions químiques inorgàniques a escala semimicro.

PROGRAMA

Introducció

- 1.- Normes de seguretat al laboratori. Classificació i reciclatge de residus inorgànics. Material i diari de laboratori.

Pràctiques preparatives

2. **Òxids:** Preparació de Cu_2O . Preparació de CuO . Preparació de SnO . Preparació de BaO_2 . Preparació de $\text{AlO}(\text{OH})$. Preparació de Fe_2O_3 .
3. **Sals.** Preparació de $\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Precipitació de $\text{NaHCO}_3 \cdot \text{Na}_2\text{CO}_3$ i $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Purificació de NaCl . Preparació de $\text{K}[\text{ICl}_4]$. Preparació de PbI_2 . Preparació de $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Preparació de $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i CuCl_2 .
4. **Compostos de coordinació:** Preparació de $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$ i de $[\text{Co}(\text{ONO})(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$. L'anió oxalat com a lligand bidentat i com a lligand bis(bidentat). Preparació de $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{SO}_4)$ en estat sòlid. Preparació d'un compost d'un lligand macrocíclic. Preparació de $(\text{NH}_4)_2[\text{PbCl}_6]$. Preparació de $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_3$.

Estudi sistemàtic de reaccions

- 5.- *Reaccions dels elements i compostos dels blocs s i p.*
- 6.- *Reaccions dels elements i compostos del bloc d.*
- 7.- *Reaccions dels elements i compostos del bloc f.*

CRITERIS D'AVALUACIÓ

Es valoraran els següents aspectes:

- Avaluació contínua del treball de l'alumne al laboratori.
- Diari de laboratori .
- El nivell de coneixements assolit es valorarà mitjançant:
 - a) Prova pràctica relacionada amb les reaccions a escala reduïda que l'alumne ha realitzat prèviament.
 - b) Prova escrita que inclourà algun aspecte referent a les pràctiques de síntesi, comprensió del treball experimental, seguretat i tractament de residus.

PLANIFICACIÓ

Treball a realitzar

Cada alumne realitzarà les pràctiques preparatives assignades pel professor així com les corresponents a l'estudi sistemàtic de reaccions. Està prevista la realització de seminaris per facilitar l'assimilació de l'assignatura.

Professorat

Al laboratori hi haurà un professor responsable de l'assignatura. A més hi hauran altres professors per aconseguir una millor atenció a l'alumne de forma que la relació considerada adient sigui de 1 professors per cada 10-13 alumnes.

ÍNDIX

INTRODUCCIÓ	3
Llibreta de laboratori	3
SEGURETAT AL LABORATORI	5
Normes	5
Altres precaucions	6
Símbols de perillositat	7
UTILLATGE DE LABORATORI	9
MUNTATGE PER A LA PRODUCCIÓ D'UN GAS	13
ÒXIDS	17
1. Preparació de Cu_2O	19
2. Preparació de CuO	21
3. Preparació de SnO	23
4. Preparació de BaO_2	25
5. Preparació de $\text{AlO}(\text{OH})$	27
6. Preparació de Fe_2O_3	29
SALS	31
7. Preparació de $\text{CrK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	35
8. Preparació de NaHCO_3 , Na_2CO_3 i $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	37
9. Purificació de NaCl	39
10. Preparació de $\text{K}[\text{ICl}_4] \cdot \text{H}_2\text{O}$	41
11. Preparació de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ i de PbI_2	43
12. Preparació de $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	45
13. Preparació de $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i CuCl_2	47
COMPOSTOS DE COORDINACIÓ	49
14. Preparació de $[\text{CoCl}(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$, i de $[\text{Co}(\text{ONO})(\text{NH}_3)_5]\text{Cl}_2$	51
15. Preparació de $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, i de $[\{\text{Cu}(\text{dien})\}_2(\mu\text{-C}_2\text{O}_4)](\text{NO}_3)_2$	53
16. Preparació de $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{SO}_4)$ en estat sòlid	56
17. Preparació d'un compost d'un lligand macrocíclic mitjançant una reacció d'un lligand	58
18. Preparació de $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, de PbCl_2 i de $(\text{NH}_4)_2[\text{PbCl}_6]$	60
19. Preparació de $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]\text{Cl}_3$	62

ESTUDI SISTEMÀTIC DE REACCIONS INORGÀNIQUES	65
Consideracions generals	65
Blocs <i>s</i> i <i>p</i>	66
Bloc <i>d</i>	74
Bloc <i>f</i>	81
 TAULES	 83
Productes de solubilitat	83
Constants de dissociació d'ions complexos	84
Constants d'acidesa d'alguns àcids expressades com a pK_a	84
Concentracions comercials d'àcids i bases	85
Principals indicadors químics àcid-base	85
Potencials de reducció	86

INTRODUCCIÓ

Abans de començar qualsevol experiència s'ha de saber què és el que es farà. Per a això és precís i necessari llegir i comprendre la pràctica i l'experiència en qüestió. Qualsevol dubte que es tingui, s'ha de consultar al professor. Aquesta tasca, que serà prèvia a la manipulació experimental, farà més fàcil el treball posterior.

Fixeu-vos molt bé en tot el que estigui relacionat amb la seguretat del treball en un laboratori. En aquest guió es presenten unes normes generals de seguretat que caldrà complir en tot moment. Per la mateixa raó, abans de les manipulacions s'hauran de consultar els símbols de perillositat de les substàncies que s'utilitzaran.

Llibreta de laboratori

Per tal d'assegurar que tot el que s'escrigui no es perdi, és necessari que el quadern de laboratori sigui una llibreta cosida i que els fulls vagin numerats.

Cada experiència realitzada s'anotarà a la llibreta de laboratori juntament amb les observacions realitzades (precipitació, canvis de color, desprendiment de gasos, etc.). També s'anotaran els càlculs necessaris i els rendiments obtinguts.

Es justificaran totes les observacions amb l'ajut dels llibres indicats i de les taules de potencials i constants.

S'han d'escriure i igualar les reaccions químiques corresponents a **tots els processos realitzats**.

El procediment experimental s'anotarà tal i com es porti a terme. No es tracta de copiar la recepta que es troba al guió. De vegades serà necessari dibuixar (sempre esquemàticament) l'aparell o muntatge amb el qual es fa l'experiment.

SEGURETAT AL LABORATORI

Normes

L'incompliment de qualsevol de les següents normes de seguretat pot donar lloc a l'expulsió del laboratori.

1. No s'ha de treballar mai sol al laboratori ni fer experiments no autoritzats.
2. No s'ha de treballar mai al laboratori sense ulleres de seguretat ni sense bata.
3. És terminantment prohibit l'ús de lents de contacte ("lentillas") al laboratori.
4. No s'ha de menjar, ni beure, ni fumar mai al laboratori.
5. No s'han de fer bromes, ni empènyer, ni córrer, ni jugar al laboratori.
6. Les persones amb el cabell llarg, l'hauran de portar recollit. Tampoc és recomanable portar calçat que deixi al descobert els dits dels peus.
7. Queda terminantment prohibida l'entrada al laboratori de persones alienes.
8. S'ha d'assabentar de seguida al professor de qualsevol accident o incidència per petit que sigui.
9. Es recomana comentar al professor qualsevol dubte que es tingui referent a l'assignatura.
10. No s'ha de pipetejar mai amb la boca, sinó utilitzant els medis mecànics adequats (aspiradors).
11. No s'ha d'utilitzar mai un producte químic sense etiqueta o que doni lloc a confusió.
12. No s'ha de canviar mai cap producte químic ni modificar les condicions dels experiments sense el consentiment del professor. No s'ha de retornar mai cap reactiu, sòlid o líquid, al recipient original.
13. No s'han de manipular ni escalfar productes que desprenguin vapors tòxics o inflamables fora de les vitrines. Per exemple: atac de metalls amb HNO_3 o HCl , obtenció de Cl_2 , treball amb NH_3 concentrat, etc.
14. No s'han de posar dissolvents inflamables a prop de les flames ni escalfar-los a la flama directa. S'ha d'utilitzar sempre calefacció elèctrica.
15. Quan s'escalfin líquids, no s'ha de dirigir mai l'obertura del recipient cap a un mateix o cap a d'altres persones properes. No s'ha d'escalfar mai un recipient tancat. Tampoc no s'ha d'escalfar mai res en un recipient de vidre ordinari sinó fer-ho en un de vidre de borosilicat, com ara *Pyrex* o *Jena*.

16. Cal llençar les peces de vidre que estiguin esquerdades al contenidor de vidre trencat. Quan es trenqui alguna peça de vidre, s'han de recollir de seguida tots els trossos i comunicar-ho al professor per si es pot reparar.
17. No s'han de tocar mai els productes químics; si s'ha tocat algun, s'han de rentar de seguida les mans.
18. En intentar inserir un tub de vidre en un tap, cal protegir-se les mans amb un drap. Abans de tocar quelcom que s'hagi escalfat prèviament, assegureu-vos que està fred, o feu servir un drap.
19. Les vessades de productes s'hauran d'eliminar immediatament i de forma adequada. Quan es vessi un àcid concentrat s'ha d'afegir-hi Na_2CO_3 en pols i quan es vessi una base concentrada s'ha d'afegir-hi NaHSO_4 en pols.
20. Abans de posar en marxa un muntatge, s'ha de demanar l'autorització del professor. No s'ha de deixar mai un muntatge sense vigilància.
21. S'ha de saber la situació, al laboratori, de la manta contra incendis, l'extintor, la dutxa, el rentaüls i l'alarma de foc.
22. Els residus s'emmagatzemaran en els llocs disposats a tal efecte. No s'han de llençar mai materials sòlids a les piques del laboratori.

Altres precaucions

Arrodoniu a la flama les puntes de les varetes de vidre.

Sempre que afegiu un reactiu a un altre feu-ho lentament i amb agitació. La dilució del H_2SO_4 concentrat s'ha de fer amb la màxima precaució possible afegint molt lentament l'àcid sobre l'aigua.

Quan s'escalfa un líquid, cal que aquest no ompli aproximadament més de $1/3$ o $1/2$ de la capacitat del recipient.

No guardeu a la nevera recipients oberts.

No poseu a l'estufa productes que estiguin humits d'àcids o d'amoníac.

Extremeu les precaucions quan es transporti un recipient amb productes.

Estigueu assabentats de la perillositat dels productes químics utilitzats.

Símbols de perillositat



O
comburent

Les substàncies comburents, en contacte amb substàncies inflamables originen una reacció fortament exotèrmica.

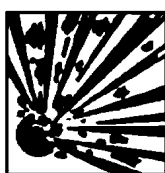
Precaucions: Eviteu el contacte amb substàncies combustibles. Important risc d'inflamació.



C
corrosiu

El contacte amb substàncies corrosives destrueix teixits vius i altres materials.

Precaucions: Eviteu el contacte amb la pell, els ulls i la roba. No n'inhaleu els vapors.



E
explosiu

Productes que poden explotar sota l'efecte d'una flama o fricció.

Precaucions: Eviteu el calor, cops, fricció, foc i espurnes.



T
tòxic
T+
molt tòxic

Productes que inhalats, ingerits o en contacte amb la pell provoquen lesions i fins i tot la mort.

Precaucions: Eviteu el contacte.

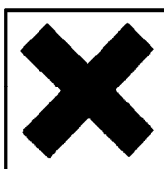


F
inflamable

F+
molt inflamable

Productes autoinflamables, fàcilment inflamables o que en contacte amb l'aigua generen gasos inflamables.

Precaucions: Mantingueu-los lluny de fonts de calor, espurnes i flames.



Xn
nociu

Xi
irritant

Productes que actuen sobre la pell, els ulls i les mucoses en general. Irriten les vies respiratòries

Precaucions: Eviteu el contacte amb els ulls i la pell, no n'inhaleu els vapors.