

TEXTOS DOCENTS

269

QUÍMICA INORGÀNICA PRÀCTIQUES DE LABORATORI

Departament de Química Inorgànica



UNIVERSITAT DE BARCELONA



TEXTOS DOCENTS

269

QUÍMICA INORGÀNICA PRÀCTIQUES DE LABORATORI

Departament de Química Inorgànica

Publicacions i Edicions



UNIVERSITAT DE BARCELONA

U

B

ÍNDIX

INTRODUCCIÓ	3
Normes de seguretat i d'actuació al laboratori.	3
Símbols de perillositat	4
Material de laboratori	6
Diari de laboratori	9
TÈCNIQUES DE LABORATORI	11
1. Separació d'una mescla de BaCO_3 i $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	11
2. Identificació dels components d'una mescla.....	12
3. Recristal·lització de l'alum ordinari, $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	13
REACTIVITAT	15
4. Equilibris iònics	15
5. Reaccions sistemàtiques d'elements dels blocs <i>s</i> i <i>p</i>	18
6. Reaccions sistemàtiques d'elements del bloc <i>d</i>	25
PRÀCTIQUES PREPARATIVES	27
7. Preparació de l'òxid d'estany(II), SnO	27
8. Preparació de l'òxid de coure(II), CuO	30
9. Preparació del tris(oxalato)cromat(III) de potassi, $\text{K}_3[\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	31
10. Preparació de complexos aminats de níquel(II) i de coure(II)	33
APÈNDIX	35
Càlcul de rendiments	35
Potencials normals de reducció	37
Relació de reactius	38

INTRODUCCIÓ

Normes de seguretat i d'actuació al laboratori

1. Està absolutament prohibit treballar al laboratori sense **ulleres de seguretat**.
2. No es permet fumar, beure ni menjar al laboratori.
3. No s'admeten lents de contacte al laboratori i cal portar el cabell llarg recollit.
4. Informeu-vos d'on són les mesures de seguretat del laboratori (extintors, alarmes, sortides, dutxes, rentatúlls, etc.)
5. En cas d'**accident** aviseu immediatament el **professor**.
6. En començar el treball al laboratori es lliurarà a cada alumne el material necessari per fer les pràctiques. Un cop acabades, aquest material haurà de tornar-se net i en bon estat.
7. Si es trenca una peça de material, s'haurà d'avisar el professor per reposar-la, i s'haurà d'emmagatzemar al contenidor de recuperació de vidre.
8. Abans de sortir del laboratori, en acabar la pràctica del dia, cada alumne deixarà net i sec el seu lloc de treball i el material haurà de quedar en perfectes condicions. La col·lecció de reactius s'haurà d'ordenar d'acord amb les instruccions rebudes.
9. Cal que les balances quedin sempre netes i no s'hi han de deixar ni productes ni papers.
10. Els papers de filtre que s'han fet servir, les restes de productes sòlids, vidre trencat, solvents clorats i la brossa sòlida de qualsevol tipus **no s'han de tirar a la pica** ni s'han de deixar a la taula de treball. L'alumne els recollirà i els emmagatzemarà en els llocs disposats a aquest efecte en els contenidors corresponents .
11. Les restes d'àcids concentrats **s'han de tirar a les piques laterals** de cada taula de treball, que són de gres, i **sempre** amb l'aixeta oberta a fi i efecte que es dilueixin el màxim possible.
12. Totes les pràctiques amb despreniment de gasos s'han de fer a la vitrina amb l'aspirador funcionant. En cas de dubte pregunteu-ho al professor.
13. No escalfeu mai cap solvent orgànic directament al foc.

14. Quan es vessi un àcid concentrat, cal afegir-hi Na_2CO_3 en pols, i quan es vessi una base concentrada, cal afegir-hi NaHSO_4 en pols.
15. La dilució d'un àcid concentrat s'ha de fer amb la màxima precaució, afegint **lentament l'àcid sobre l'aigua**. Aquestes precaucions s'han d'extremar en el cas del H_2SO_4 .
16. Sempre que en les pràctiques es parli d'aigua com a solvent cal entendre que s'ha d'emprar aigua desionitzada. El material que es farà servir en qualsevol experiment ha d'estar esbandit amb aigua desionitzada.
17. No retorneu mai l'excés de reactiu al recipient originari.
18. Mentre es fa la pràctica cal apuntar a la llibreta de laboratori tots els processos i totes les observacions que puguin ser interessants. Cal respondre a les qüestions de cada pràctica a la llibreta. Raoneu tot el que feu.
19. A cada pràctica hi ha fixades les quantitats de reactiu que són necessàries, segons el material de què es disposa i el temps de duració de les experiències. Posar-n'hi més és una despesa inútil, porta a una pèrdua de temps que malmet la marxa de les pràctiques i pot arribar a fer-les perilloses.

Símbols de perillositat



O
comburent

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

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

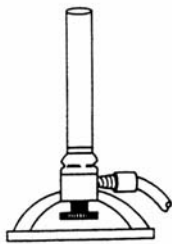


C
corrosiu

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

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

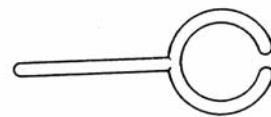
Material de laboratori



Bec Bunsen



Càpsula



Cèrcol



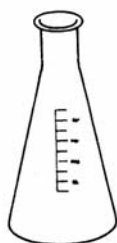
Cristal·litzador



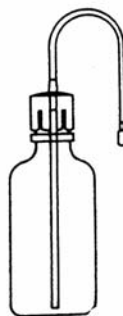
Embut de Buchner



Embut de forma alemanya



Erlenmeyer



Flascó rentador



Escovilló

PRÀCTIQUES PREPARATIVES

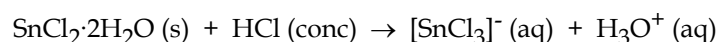
7. Preparació de l'òxid d'estany(II), SnO

Objectius

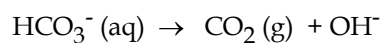
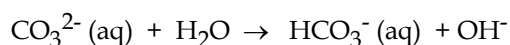
Obtenció d'un òxid metàl·lic, a partir de la seva forma hidratada. Càlcul de rendiment.

Reaccions químiques del procés

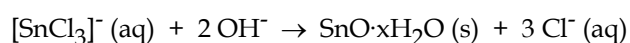
- a) Dissolució del clorur d'estany:



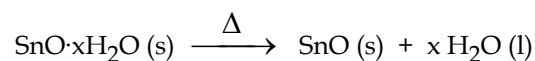
- b) Hidròlisi de l'anió carbonat:



- c) Precipitació de l'òxid d'estany hidratat:



- d) Obtenció de l'òxid d'estany anhidre:



Tècniques

Manipulació d'àcids i bases. Precipitació. Rentat de productes. Filtració. Assecat de productes.

Productes i material

Productes: 15 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
HCl 12 M
30 g $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Material: Proveta, vasos de precipitats, paper indicador universal de pH, kitasato, embut de Buchner, vidre de rellotge, comptagotes, trespeus, reixeta, bec Bunsen, vareta de vidre.

Perillositat

L'àcid clorhídric concentrat és corrosiu (C). Eviteu-ne el contacte amb la pell, els ulls i la roba. No n'inhaleu els vapors.

Procediment experimental

En primer lloc es prepara una solució saturada de Na_2CO_3 (aproximadament 30 g de $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ es dissolen en uns 100 mL d'aigua). **A la vitrina**, en un vas de precipitats, s'escalfen uns 6 mL d'àcid clorhídric concentrat i s'hi afegeixen, a poc a poc, els 15 g de $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. En calent, s'agita amb una vareta fins que es dissolgui tot el clorur d'estany. Durant aquest procés cal anar reposant el HCl que es perd per evaporació.

Finalitzada la dissolució del clorur d'estany, molt lentament i amb molta precaució, es va afegint la solució de Na_2CO_3 sobre la solució àcida d'estany(II). Aquesta addició cal fer-la amb molta cura, ja que la mescla reaccionant pot sobreeixir del vas de precipitats amb facilitat. Un cop hagi precipitat l'òxid d'estany hidratat, es verifica el pH de la solució mitjançant paper indicador. Les addicions de solució saturada de carbonat s'aturaran quan el medi de la reacció sigui bàsic (pH $\approx$ 10).

A continuació, la mescla de reacció s'escalfa durant un temps mínim de 45 minuts (no cal fer-ho a la vitrina). Cal remenar, de tant en tant, amb una vareta de vidre. A mesura que passa el temps, s'observa l'enfosquiment del sòlid, fins que finalment es veu un precipitat de color blau-negrós, de llússor metàl·lica. Tot seguit, s'atura la calefacció i el sòlid es deixa sedimentar. S'aspira el líquid sobrenedant amb la bomba de buit i sobre el residu sòlid s'hi afegeixen uns 50-70 mL d'aigua, s'agita, es deixa sedimentar i es decanta. Aquest procés es continua fins que les aigües de rentat siguin transparents. Finalment, es filtra amb el kitasato i l'embut de Buchner. El sòlid es traspasa a un vidre de rellotge (prèviament tarat) i s'asseca a l'estufa a 100 °C. Un cop sec, i a temperatura ambient, es pesa i es calcula el rendiment del procés.

Propietats

El SnO és una substància cristal·lina, de color negre-blavós i lluïssor metàl·lica. Escalfat a l'aire, s'oxida a SnO₂ per sobre dels 220 °C. És insoluble en aigua i soluble en àcids amb formació de sals de Sn(II).

Assajos

- a) Per comprovar la puresa de l'òxid d'estany(II) obtingut tracteu, en un tub d'assaig, una mica del SnO pur amb aigua desionitzada. Agiteu bé, amb l'ajut d'una vareta de vidre. Centrifugueu, i decanteu la solució dins d'un altre tub d'assaig. Afegiu-hi unes gotes de solució de AgNO₃. Si l'òxid d'estany(II) està impurificat amb Cl⁻ precipita clorur de plata.
- b) En un tub d'assaig, afegiu una petita quantitat de SnO. A continuació, assageu la solució del producte amb unes gotes de HCl concentrat.
- c) En un gresol, calcineu una mica de SnO. Escalfeu fins que observeu canvi de coloració del residu sòlid. Assageu la solubilitat del SnO₂ en HCl concentrat.

Qüestions

- a) Expliqueu l'acció del HCl concentrat sobre el SnCl₂·2H₂O.
- b) Quin gas es desprèn en afegir-hi Na₂CO₃?
- c) Per què es fa servir Na₂CO₃ i no NaOH en la preparació de l'òxid d'estany(II)?