


	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	1 de 15

**MANUAL DE LABORATORIO QUÍMICA INORGÁNICA 1.**

**JOSÉ HERNANDO QUINTANA MENDOZA**

**DEPARTAMENTO DE QUÍMICA,  
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS, UNIVERSIDAD DE PAMPLONA  
PAMPLONA, NORTE DE SANTANDER.  
2018.**

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	2 de 15

# Practica No 1.

## 1. Título.

Ácidos y bases duras y blandas


## 2. Objetivos.

1. Determinar la dureza de los cationes  $Mg^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Ag^+$  y  $Hg^{2+}$ ,  $Cr^{3+}$ .
2. Entender los conceptos de Dureza y blandura de los cationes  $Mg^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Ag^+$  y  $Hg^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Sn^{4+}$  basándose en su reactividad química.

## 3. Marco teórico.

“El principio de ácidos y bases duros y blandos tiene un origen empírico, ya que surgió de la observación de algunos científicos sobre numerosos ejemplos de las millones de diferentes combinaciones ácido-bases que existen. Para comprender dicho principio, se puede comenzar por escoger algunas bases de Lewis comunes, como por ejemplo los iones halogenuro  $F^-$ ,  $Cl^-$ ,  $Br^-$  e  $I^-$ .

Todos estos aniones tienen el mismo valor de carga total (-1). Ahora bien, si los consideramos como esferas cargadas negativamente y recordamos que su tamaño aumenta considerablemente al descender en la tabla periódica, llegamos a la conclusión de que en el  $F^-$  la carga es atraída más fuertemente al núcleo que en el  $I^-$ . Esta situación provoca que la nube electrónica de este último sea mucho más fácil de deformar ante la cercanía de otra carga. A esta deformación se le conoce como polarización. Se dice entonces que el  $I^-$  es una especie muy polarizable. Para el fluoruro, en cambio, la polarización es más difícil y se dice que este ion es poco polarizable. La polarizabilidad es una propiedad que ha sido asociada con la idea mecánica de la resistencia o la tendencia a la deformación, es decir, a la dureza o a la blandura. De esta manera, se puede postular que el  $F^-$  es una base dura, mientras que el  $I^-$  es una base blanda. Si de las posibles combinaciones entre ácidos y bases de las que se habló al principio se toman en cuenta las que forman los cationes metálicos con estas dos bases de propiedades tan distintas, se encuentra que incluso en los yacimientos minerales hay cierta selectividad. En los minerales, el  $F^-$  se asocia con cationes con los que el  $I^-$  jamás se combina, y viceversa. Como resultado de esta marcada preferencia, se decidió llamar duros a los ácidos que se unen comúnmente con las bases duras y blandas a los que lo hacen con las bases blandas. Es posible advertir que los ácidos duros y los ácidos blandos ocupan distintas zonas de la tabla periódica. Sin embargo, hay un número importante de cationes metálicos que se resisten a ser clasificados en cualquiera de estas dos categorías, ya que no reaccionan preferentemente con un sólo tipo de base. Es interesante notar también que estos ácidos de naturaleza

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	3 de 15

intermedia se encuentran cercanos entre sí en la tabla periódica”[1].

#### 4. Materiales.

10 tubos de ensayo.  
1 Pipeta de 2mL.  
1 pera.  
Papel pH

25mL de NiCl<sub>2</sub> a 0,1M, s/n 5.  
25mL de PbCl<sub>2</sub> a 0,1M, s/n 6.  
25mL de AgNO<sub>3</sub> a 0,1M, s/n 7.  
25mL de HgCl<sub>2</sub> a 0,1M, s/n 8.  
25mL de CrCl<sub>2</sub> a 0,1M, s/n 9.  
25mL de SnCl<sub>4</sub> a 0,1M, s/n 10.

#### 5. Reactivos

25mL de LiCl a 0,1M, s/n 1  
25mL de MgCl<sub>2</sub> a 0,1, s/n 2  
25mL de SrCl<sub>2</sub> a 0,1M, s/n 3.  
25mL de CaCl<sub>2</sub> a 0,1M, s/n 4

50mL de NaI a 0,1M.  
50mL de NaF a 0,1M  
50mL de NaS a 0,1M  
50mL de NaOH a 0,1M.  
20mL de NH<sub>4</sub>OH.

#### 6. Procedimiento.


- a) Preparar las soluciones.
- b) Coloca 1 mL de las disoluciones de los cationes (de la 1 a la 10) de prueba en diferentes tubos de ensayo y, a cada uno, añadirle el volumen de la disolución de fluoruro F<sup>-</sup> para completar la estequiometría del catión. Agitar y registrar cambios, si no observa cambios de coloración agregar 2 gotas de NH<sub>4</sub>OH en el tubo, agitar y registrar los cambios observados.
- c) Repita la operación del paso a, sólo que en esta ocasión adicionar la sal de yoduro de sodio. Registrar cambios.
- d) Tomar cinco tubos de ensayo y en cada uno añada 1 mL de una de las disoluciones de los siguientes cationes: Mg<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Ag<sup>+</sup> y Hg<sup>2+</sup>, Cr<sup>2+</sup>, Sn<sup>4+</sup>.
- e) Agregar a cada uno de los cinco tubos el volumen de disolución de sulfuro de sodio necesario para completar la estequiometría. Registrar cambios”
- f) Repita el procedimiento del ítem c y d, pero en esta ocasión adicionar la disolución de NaOH”.

#### 7. Nivel de riesgo.

Medio

#### 8. Bibliografía.

1. [http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Practica-14\\_3102.pdf](http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/Practica-14_3102.pdf)  
(Accesado 22/10/2015).

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	4 de 15

## Practica 2.

1. **Título:** Química de los halógenos.

2. **Objetivos:**

Entender la influencia de las propiedades periódicas en la reactividad de Halógenos.

3. **Marco Teórico.**

Los halógenos pertenecen al grupo 17 de la tabla periódica y son muy útiles para marcadores químicos, en la industria textil para la decoloración de telas y pigmentos. Adicionalmente en Química orgánica sintética sirven de intermediarios, promotores y/o herramientas para ejecutar extensión de enlaces carbono-carbono, sustitución de grupos nitros, aminos entre otros que presentan aplicaciones biológicas. Otro enfoque importan es la generación de sales orgánicas que facilitan el encapsulado de medicamentos y la estabilización de moléculas sin afectar sus sitios farmacofaros. Por lo anterior se hace importante conocer su reactividad y comportamiento en diversos medios.

4. **Materiales.**

15 tubos de ensayo con corcho 4 pipetas de 5mL

6 vasos de 100mL 10 pipitas pasteur

1 pipeteador

3 churruscos

2 gradillas

\*10 jeringas de 2mL con aguja

Una lupa

\*Papel higiénico

\*Un encendedor

5. **Reactivos**

KCl (s)

KBr (s)

KI(s)

Agua destilada Heptano H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Peróxido de hidrogeno NaOH

Fenolftaleina Yodo(s)

Tiosulfato de Potasio Yodato de Potasio


6. **Procedimiento.**

Parte A. Obtención de Halógenos por oxidación de Haluros

Preparar tres tubos de ensayo con tapón de hule. Colocar en cada tapón dos jeringas con agujas hipodérmicas. Posteriormente, llenar una de las jeringas hasta la mitad con carbón activado vegetal.

Paso 1.

Tubo 1. Agregar una fracción lo más pequeña posible de cloruro de potasio sólido, 2mL de agua destilada, 4mL de heptano y 20 gotas de ácido sulfúrico 1:10 en agua

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	5 de 15

Tubo 2. Agregar una fracción lo más pequeña posible de Bromuro de potasio sólido, 2mL de agua destilada, 4mL de heptano y 20 gotas de ácido sulfúrico 1:10 en agua.

Tubo 3. Agregar una fracción lo más pequeña posible de Yoduro de potasio sólido, 2mL de agua destilada, 4mL de heptano y 20 gotas de ácido sulfúrico 1:10 en agua.

Por último tapar cada uno de los tubos con el corcho, colocar la jeringa que contiene el carbón activado y su aguja, luego, la segunda jeringa llenarla con 1mL de peróxido de hidrogeno al 3% y agregar lentamente sobre cada tubo. Al finalizar la adición agitar y registrar cambios.

Paso 2.

Repetir la los pasos de la Paso con otros tres tubos, pero la jeringa dos llenándola con 1mL de dicromato de potasio al 1%.

Al término de las seis reacciones de los pasos 1 y 2, conservar los crudos de reacción. Para extraer derivados en los pasos que se describen a continuación.

Parte B. Reacciones de desplazamiento de halógenos.

Prepara tres tubos con corcho y aplicar el procedimiento descrito a continuación:


Tubo 1. Agregar una porción pequeña de bromuro de potasio y 1mL de agua destilada, luego agregar tres gotas de cloro disuelto de heptano, tomados de una de las seis reacciones anteriores en las que se obtuvo cloro. Tapar el tubo, agitar, dejar reposar y registrar los cambios.

Tubo 2. Agregar una porción pequeña de yoduro de potasio y 1mL de agua destilada, luego agregar tres gotas de cloro disuelto de heptano, tomados de una de las seis reacciones anteriores en las que se obtuvo cloro. Tapar el tubo, agitar, dejar reposar y registrar los cambios.

Tubo 3. Agregar una porción pequeña de yoduro de potasio y 1mL de agua destilada, luego agregar una gota del heptano de la superficie del tubo 1, de esta sección. Tapar el tubo, agitar, dejar reposar y registrar los cambios.

Parte C.

Preparar 3 tubos de ensayo con 0,5 mL de solución 0.4 % de hidróxido de sodio con una gota de fenolftaleina. Adicionar al primero una muestra del heptano que contiene cloro. Agitar suavemente y observar.

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	6 de 15

En los otros dos tubos hacer la misma prueba, pero con las muestras de heptano que contienen bromo y yodo.

**Parte D.**

En un tubo de ensayo limpio y seco colocar un grano de yodo (solamente uno). Calentar suavemente el fondo de tubo, con un cerillo o la flama de un encendedor, haciendo todo lo posible por mantener frías las paredes del tubo. Se observará que el grano de yodo se evapora sin pasar por el estado líquido (fenómeno que se conoce como sublimación) y que el vapor forma cristales muy pequeños en las paredes frías (fenómeno que se conoce como condensación sólida o resublimación. Observe el color del grano inicial de yodo, el color del vapor y el de los granos resublimados.

Esperar que el tubo se enfríe y enjuagar el tubo con 0,5 mL de agua (¿se disuelve el yodo?) Luego añadir unos granos de yoduro de potasio y agitar (¿se disuelve el yodo?).

Luego añadir gota a gota, agitando, una solución 0,1 M de tiosulfato de potasio, hasta la desaparición del color del yodo.

**7. Nivel de riesgo.**

Medio. Todos los reactivos son corrosivos y presentan riesgo para la salud, por ello se debe ejecutar la práctica con proporciones mínimas de los haluros alcalinos y en compañía del docente.

**8. Bibliografía.**

Universidad de Azcapotzalco, editorial Universidad Autónoma de México, 2014.  
Inorgánica 1.



## Práctica 3.

### 1. Título

Síntesis de zeolitas y el efecto de la relación Si/Al en la remoción de níquel y cobre en agua.

### 2. Objetivo

Sintetizar zeolitas para intercambio iónico.

### 3. Marco Teórico

Las zeolitas son aluminosilicatos con estructura cristalina, que contiene cavidades en forma de canales, ocupadas por grandes iones y moléculas de agua, ambos con libertad de movimiento permitiendo el intercambio iónico y la deshidratación reversible (Salam, et al., 2013; Wang & Peng, 2010, Qiu & Zheng, 2009).

### 4. Materiales

Manta de calentamiento  
Papel filtro franja azul  
Tarros de Orina Polipropileno (Trae el estudiante)  
Jeringas de 10mL (Trae el estudiante).

Papel pH.

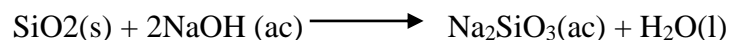
### 5. Reactivos

NaOH  
SiO<sub>2</sub>  
Papel Aluminio

### 6. Procedimiento

Solución 1.


Pesar 2g de SiO<sub>2</sub> y llevarlos a un reactor de Polipropileno que previamente se le ha registrado su volumen, posteriormente agregar NaOH 3M, hasta completar la estequiometría de la reacción 1, cerrar el reactor y dejarlo a presión autógena a 80°C por 15 minutos, al término de la reacción filtrar y calcular la concentración de Silicio disuelto (Denominar Solución 1).



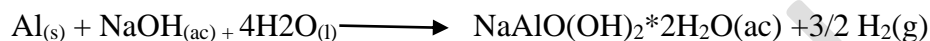
Reacción 1.

Solución 2.

Lavar el papel aluminio con agua potable, secarlo con una toalla absorbente, picarlo

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	8 de 15

en trozos de 0,5cm. Luego, pesar 5g del papel picado, llevarlo a un Erlenmeyer de 2L, calcular la base de NaOH 5M agregando un 15% en exceso, de acuerdo a la reacción 2. Seguir indicaciones del docente debido a la liberación de gases y calor de la reacción. (Filtrar y recuperar la solución 2).



Reacción 2.

Síntesis de zeolitas LTA y Faujasita NaX

Mezclar la solución 1 y 2, conservando una relación molar Si/Al de 1,0 y 2,4, hasta completar el 60% del volumen del autoclave (Tarro de polipropileno), agregando gota a gota cada una de las soluciones agitando constantemente, al término de la adición, cerrar el autoclave y someter a 80°C por 1h, filtrar el sólido obtenido y lavarlo hasta ajustar un pH en la última gota del filtrado de 8.

Intercambio Iónico

0,1g de la zeolita sintetizada lleva a un vasa precipitado de 50mL, posteriormente, adicionar 20mL de una solución 0,1M de Cationes +2 (50% CoCl<sub>2</sub> y 50% NiCl<sub>2</sub>), dejar por 30min, filtrar, recuperar el sólido y el filtrado (Registrar su volumen y pasar por Absorción atómica).

## 7. Nivel de Riesgo

Moderado

## 9. Bibliografía

Jose H. Quintana, Andrea P. Aparicio, Leidy K. Parra. José A. Henao, Carlos A. Ríos “Estudio de Parámetros de Síntesis de las estructuras zeolíticas Linde Tipo A (LTA) y Faujasita (FAU) X a partir de aluminio post-consumo y diatomita, para la remoción de metales pesados”. . Rev. Acad. Colomb. Cienc. 38(Supl.):167-80, 2014, DOI: <http://dx.doi.org/10.18257/raccefyn.162>

Salam K., Al-Nasri & SM Holmes, 2013. Effect of Different Conditions on the Sorption Behavior of Co<sup>2+</sup> Using Celatom-Zeolite Y Compisite, MATER SCI ENG, Vol. 7 N° 9 (1-7).

Wang S. & Peng Y., 2010, Natural zeolites as effective adsorbents in water and wastewater treatment, CHEM. ENG. J., 156 (11-24).

Qiu W. & Zheng Y., 2009, Removal of lead, copper, nickel, cobalt, and zinc from water by a cancrinite-type zeolite synthesized from fly ash, CHEM. ENG. J., 145 (483-488).





## Práctica No. 4

### 1. Título:

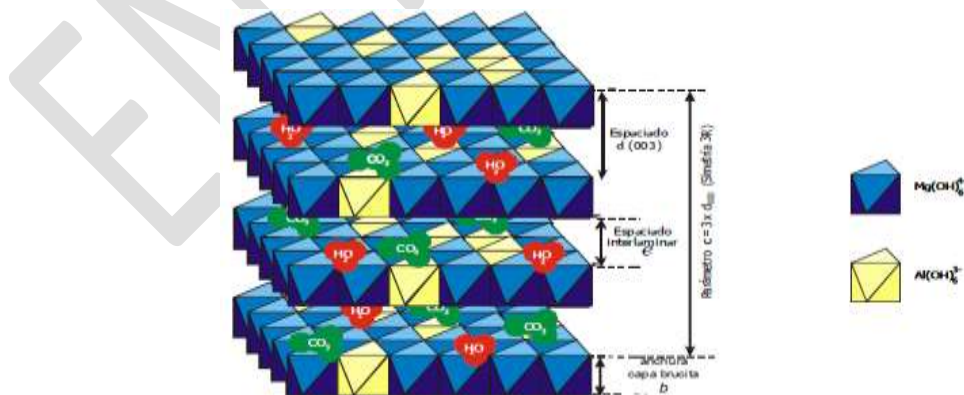
Síntesis de hidrotalcitas y estudio de su capacidad de remoción de naranja de metilo.

### 2. Objetivos.


Sintetizar estructuras de coordinación octaédrica y comprobar la aplicación de la sustitución isomorfica en una estructura tipo.

### 3. Marco teórico.

La hidrotalcita es un mineral que molido es un polvo blanco parecido al talco, que se encuentra en la naturaleza como una masa fibrosa o en forma de láminas, es conocido como hidroxicarbonato de magnesio y aluminio[1], su estructura está determinada por cationes de  $Mg^{2+}$  y  $Al^{3+}$ , coordinados octaédricamente a los seis grupos hidróxilo, la carga positiva generada por la presencia del aluminio es compensada por aniones carbonato ( $CO_3^{2-}$ ) presentes en la capa interlaminar, junto con las moléculas de agua (Figura 1).[2-3] La primera fórmula exacta de éste HDL,  $[Mg_6Al_2(OH)_{16}]CO_3 \cdot 4H_2O$ , fue presentado por el profesor de mineralogía de la Universidad de Florencia (Italia) E. Manasse [4], en posteriores investigaciones realizadas por Aminoff y Broome[5] empleando difracción de rayos X, identificaron la existencia de dos politipos de la hidrotalcita debido al apilamiento de las láminas tipo brucita, el primero de simetría romboédrica con ejes hexagonales y el segundo hexagonal, el último de ellos fue nombrado manaseita en honor a Manasse;[6] las dos formas presentan las mismas propiedades y descomposición en óxidos mixtos.



**Figura 1.** Presentación esquemática de la hidrotalcita,  $d(003)$  es la distancia entre parte comunes de las láminas adyacentes y  $c$  es el espacio interlaminar,  $c$

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	10 de 15

corresponde al parámetro de la celda unidad, que es igual a tres veces la distancia de los planos (001)[3].

#### 4. Materiales

2 frascos de polipropileno con tapa.  
 3 jeringas de 5mL  
 4 vasos de 100mL  
 2 vidrio reloj  
 Un vaso de 250mL  
 Un agitador magnético  
 Una manta de agitación

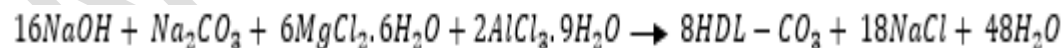
#### 5. Reactivos

Cloruro de magnesio.  
 Cloruro de Aluminio.  
 Hidróxido de sodio.  
 Carbonato de sodio.  
 Agua destilada.  
 Papel filtro.

#### 6. Procedimiento.

Los hidróxidos doble laminares se prepararan mediante el método de coprecipitación a baja supersaturación [7], preparando tres soluciones, la primera es 10mL de la mezcla de dos soluciones acuosas de Cloruro de magnesio hexahidratado ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ) y el cloruro de aluminio nonahidratado ( $AlCl_3 \cdot 9H_2O$ ) a una relación molar (Mg/Mg+Al) de  $x = 0.25$ , la segunda es 10mL de carbonato de sodio ( $Na_2CO_3$ ) a 0.0934M y la tercera son 10mL hidróxido de sodio (NaOH) a 2M, todas la soluciones se prepararan con agua destilada, posteriormente se agregaran gota a gota con agitación constante a 250rpm. La fórmula teórica del sólido obtenido será .La reacción originada es la siguiente:

Esquema 1. Síntesis del HDL




#### 7. Nivel de riesgo

Medio

#### 8. Bibliografía.

[1] LÓPEZ – SALINAS, E., PEDRAZA, F., Hidrotalcitas: precursores de materiales adsorbentes de SOx, Instituto mexicano del petróleo, subdirección de transformación industrial.

[2] CAVANI, F., TRIFIRO, F., VACCARI, A.,. Hydrotalcite-type anionic clays:

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	11 de 15

preparation, properties and applications. Catal. Today, Vol 11, 1991, p 173–301.

[3] OCAÑA M., Síntesis de hidrotalcitas y materiales derivados, aplicación en catálisis básica; tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid, Madrid 2005.

[4] DUAN, X., EVANS, D, Layered Double Hydroxides, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2006, 234.

[5] VEGARD, V., Die Konstitution der mischkristalle und die raumfüllung der atome, Zeitschrift für physik a hadrons and Nuclei, vol 5. Number 1. January 1921.

[6] MANASSE, E., Atti Sot. Toscanu SC. Nat., Proc. Verb., Vol 24, 1915, p 92.

[7] Quintana Jose H. J.A Henao, Amanda Lucia Chaparro. Universidad de Pamplona. Tesis de pregrado.

EN REVISIÓN



## Práctica No 5.

### 1. Título:

Cristalización por evaporación lenta de solvente.

### 2. Objetivo

Estudiar la cristalización por evaporación lenta de solvente.

### 3. Marco teórico

En la cristalización se enfoca en procesos mediante los cuales, un líquido o un gas llega al estado sólido, esta transición de fase, puede ocurrir por múltiples factores, entre los que están la temperatura, pureza de la sustancia, presión y superficie sobre la que se tenga el compuesto. Para el caso de las soluciones, el proceso de cristalización depende de la solubilidad, es decir, hasta sujeta de manera directa a la saturación del compuesto o sal en la solución [1]. Este factor puede ser vulnerable a cambios de temperatura y presión, a la presencia de superficies externas, como cristales inductores, disolventes del solvente, pero no del soluto, evaporación lenta del solvente, impacto mecánico, aumento o disminución de la temperatura y tamaño de la superficie de contacto de la solución. Ver figura 2.

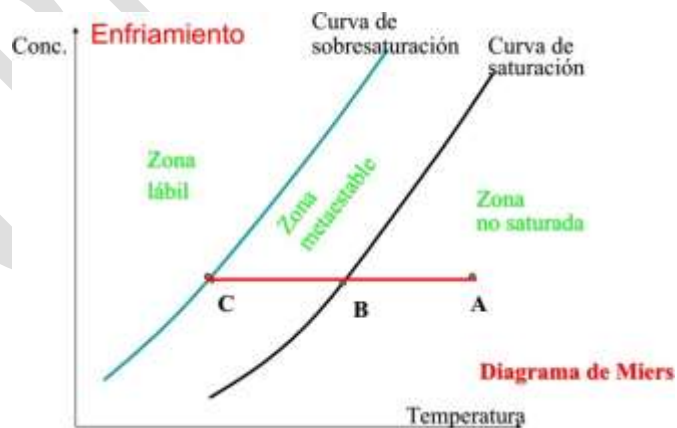



Figura 2. Diagrama de Ostwald – Miers para un sistema soluto/solvente.  
Fuente [2]

La cristalización tiene lugar en dos fases: nucleación y crecimiento de

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	13 de 15

partículas. Durante la nucleación, las moléculas que se encuentran en la disolución se unen al azar y en el crecimiento los núcleos formados, se redistribuyen formando fases cristalinas que evolucionan en estabilidad, de la menos estable a más estable, a medida que transcurre el tiempo. Lo anterior implica que un material puede formar un hábito cristalino de menor simetría ya sea monoclinico o triclínico, después de la nucleación, y transcurrido el tiempo, este hábito evoluciona o un mayor ordenamiento, por ejemplo tetragonal o cúbico [2]

#### 4. Materiales

Dos vidrio de reloj.  
Tres vasos de 100 mL  
Un sistema de filtración a vacío  
Dos espátulas.  
Un manta de calentamiento  
Una varilla de agitación  
Microscopio.

#### 5. Reactivos

Sulfato de cobre pentahidratado ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )  
Sacarosa ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ )  
Cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ ),  
Agua destilada ( $\text{H}_2\text{O}$ ).

#### 6. Procedimiento.

Se pesan en una balanza 4 g de sulfato de cobre comercial. Se calientan 10 mL de agua destilada a 50-60°C. Cuando la temperatura ha sido alcanzada, se adiciona el sulfato de cobre pesado y se agita. Una vez que la sal está totalmente disuelta, se filtra la solución para separar las impurezas no solubles.

El filtrado se recoge en un vaso de precipitados de 100mL y se calienta a ebullición, hasta que la solución se haya reducido a la mitad. Al cabo de unos minutos, dando tiempo a que se enfríe el vaso, se enfría hasta temperatura ambiente con un cristalizador que contiene agua. Transcurrido un cierto tiempo se observarán los cristales que se forman. Los cristales formados se separan de las aguas madres por filtración y se dejan secar sobre el papel de filtro.


Repetir el procedimiento con el NaCl y la mezcla cloruro de sodio sacarosa. Posteriormente, observar cada solido obtenido en un microscopio, con el fin de establecer su morfología.

#### 7. Nivel de Riesgo

Bajo.

#### 8. Bibliografía

J. H. Quintana Mendoza, J. A. Henao, E. Robles Marin, J. M. Urbina Gonzalez, and IUCr, "4-Benzyloxy-1-oxaspiro[4.6]undec-3-en-2-one," *IUCrData*, vol. 1, no. 10, p. x161538, Oct. 2016.

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	14 de 15

## Práctica No 6.

### 1. **Título:**

Cristalización por evaporación lenta de solvente.

### 2. **Objetivos**

Síntesis de compuestos de níquel por reacciones de metátesis.

Obtención del metal finamente dividido para así llevar a cabo un análisis gravimétrico del proceso.

Identificación de un metal como níquel.

### 3. **Marco teórico**

El formiato de níquel se utiliza como fuente de níquel finamente dividido para aplicaciones catalíticas. Este compuesto, como la mayoría de los formiatos metálicos, se prepara generalmente: i) por metátesis entre otras sales y formiatos; ii) por cristalización de disoluciones acuosas obtenidas de la reacción entre el ácido fórmico y carbonato, óxido o hidróxido de níquel.

En esta práctica se propone como alternativa la preparación de formiato de níquel por reacción de acetato de níquel y ácido fórmico. Este método presenta ventajas respecto a los dos anteriores: se obtiene el producto con mayor pureza que en el método i), ya que la contaminación con otras sales metálicas no es posible; además el procedimiento experimental es mucho más sencillo que el utilizado en el método ii) dada la mayor solubilidad en agua del acetato respecto del formiato, lo que permite manejar volúmenes más pequeños.

### 4. **Materiales**

Equipos e insumos.  
 Tubo de ensayo,  
 Vidrio de reloj Balanza  
 Probetas 10 mL-25 mL  
 Soporte  
 Pinza  
 Nuez  
 Ampolla de vidrio (Se hace

con un tubo de ensayo partido y el mechero).

Espátula  
 Horno mufla  
 Imán  
 Termómetro  
 Varilla de vidrio  
 Embudo de vidrio  
 Sistema de filtración al vacío.

### 5. **Reactivos**

	<b>Guía Unificada de Laboratorios</b>	<b>Código</b>	FLA-23 v.00
		<b>Página</b>	15 de 15

Acetato de níquel  
 tetrahidratado  
 Ácido fórmico  
 Éter dietílico

Agua destilada  
 Etanol absoluto  
 Hielo  
 Papel Filtro

## 6. Procedimiento.

Se añade 1 g de acetato de níquel(II) tetrahidratado y 4 mL de agua destilada en un tubo de ensayo. La mezcla se calienta en un baño de agua a 70°C, mientras se agita con una varilla de vidrio, hasta que se obtiene una disolución verde completamente transparente. A la disolución aún caliente se le añaden 3 mL de ácido fórmico comercial y se sigue calentando durante unos 10 min, al tiempo que se agita la mezcla. Luego se enfría la suspensión formada en baño de hielo y se añaden lentamente, mientras se agita, 15 mL de etanol absoluto. Se filtra el precipitado por gravedad, se lava con éter y se seca a 70°C. Se pesan 300 mg del precipitado anterior en una ampolla de vidrio y se calienta en un horno mufla a 400 °C empleando una rampa de temperatura de 15°C/min, mantener en 400°C durante 30 min,. Se deja enfriar y se pesa el níquel metal formado. Se llevará a cabo la identificación del metal con un imán así como la comprobación estequiométrica del proceso.

Nota: Para preparar la ampolla emplee un tubo de ensayo partido, o que no esté en uso, posteriormente, pese el sólido y con ayuda de un mechero selle el tubo de ensayo, usando guantes térmicos y pinzas.

## 7. Nivel de Riesgo

Medio

## 8. Bibliografía

F.J. Arnáiz, J. Chem. Ed., 1995, 72, A200