

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
ÁREA DE FISICOQUÍMICA  
LABORATORIO DE FISICOQUÍMICA

LABORATORIO DE FISICOQUÍMICA 2  
MANUAL DEL ESTUDIANTE

VERSIÓN 2014.1 (FASE 2)



PRIMER SEMESTRE 2014  
GUATEMALA, CENTRO AMÉRICA

## A. PROCEDIMIENTOS

### A.1. INGRESO AL LABORATORIO

- 1 Colocar pertenencias personales en el mueble destinado para eso.
- 2 Entregar los documentos al catedrático o al instructor del curso.
- 3 Someterse a la evaluación de vestimenta y equipo de seguridad.
- 4 Si no se lleva a cabo la evaluación oral: instalarse en su puesto asignado para la realización de la práctica.

### A.2. SOLICITUD Y USO DE CRISTALERÍA Y EQUIPO

- 1 Recibir el pre-reporte calificado de la práctica que se va a realizar.
- 2 Revisar la hoja de cristalería y equipo.
- 3 Actualizar la hoja de cristalería y equipo, anotando material adicional.
- 4 Avisar al instructor cuando la hoja este actualizada para su revisión inicial.
- 5 En caso de daño o ruptura, debe llenarse el formato de reposición y reponerla antes de dos semanas.

### A.3. MEDICIÓN DE REACTIVOS SÓLIDOS

- 1 Descubrir y encender la balanza.
- 2 Colocar un vidrio de reloj sobre la balanza.
- 3 Depositar cuidadosamente el reactivo sólido requerido sobre el trozo de papel mantequilla o vidrio de reloj.
- 4 Colocar el reactivo dosificado en un beacker, **nunca transportarlo sobre el papel o vidrio de reloj.**
- 5 Apagar, limpiar y cubrir la balanza.

### A.4. MEDICIÓN DE REACTIVOS LÍQUIDOS

- 1 Los reactivos volátiles deben ser dosificados dentro de la campana de extracción.
- 2 Tomar el recipiente del reactivo puro y depositar una cantidad discreta en un frasco intermedio.
- 3 Extraer con una pipeta la cantidad exacta de reactivo requerido y depositarla en el recipiente respectivo (generalmente un balón aforado)
- 4 Limpiar la pipeta y cualquier goteo ocasionado con papel absorbente o la toalla con que se cuenta (dependiendo de la identidad de la sustancia).
- 5 Tapar el recipiente del reactivo puro y guardarlo en el mueble de almacenamiento.
- 6 Si existiera reactivo sobrante en una cantidad considerable que pueda seguirse utilizando, este debe etiquetarse, taparse y almacenarse en el lugar destinado para esto, de lo contrario debe lavarse y procesarse con el
- 7 Dejar limpia y despejada el área donde se realiza la operación (en caso de la campana de extracción también debe quedar apagada, tanto la lámpara como el extractor).

### A.5. TITULACIÓN

- 1 Utilizar un soporte y una pinza para bureta adecuadas para la bureta que se requiere utilizar.
- 2 Depositar la disolución titulante en la bureta utilizando una piseta destinada para esto.
- 3 Colocar el analito en un earlenmeyer de tamaño adecuado.
- 4 Agregar 2 o 3 gotas del indicador adecuado.
- 5 Realizar la titulación, evitando cualquier salpicadura.
- 6 Anotar la diferencia de volumen desde el inicio hasta el viraje del indicador.
- 6 El sobrante de disolución titulante debe ser retornado a la piseta.
- 7 Lavar la cristalería y limpiar el área utilizada.

### A.6. FINALIZACIÓN DE LA PRÁCTICA

- 1 Al final de la práctica lavar y secar toda la cristalería y equipo utilizado para su revisión final.
- 2 Anotar toda la información necesaria en la hoja de datos originales.
- 3 Limpiar la mesa de trabajo y realizar la tarea de limpieza asignada.
- 4 Lavarse las manos y los antebrazos antes de salir del laboratorio.
- 5 Fotocopiar la hoja de datos originales y entregar la hoja original al instructor y al grupo que la requiere para su examen parcial.

# Instructivo de Prácticas de Laboratorio

## Práctica No. 5 “Electroquímica”

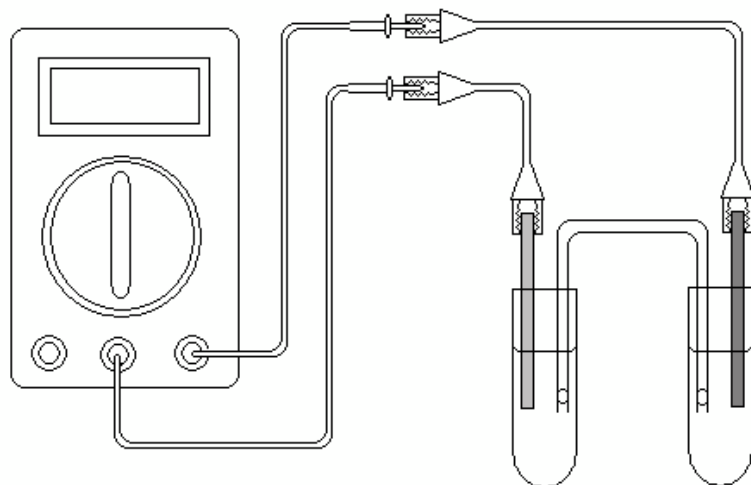
### Procedimiento

#### PUENTE SALINO

1. Se calienta a ebullición 100ml de  $\text{KNO}_3$  0.1M.
2. Se adiciona 1.0 g de agar-agar agitando constantemente hasta que se disuelva el agar.
3. Dejar enfriar la solución anterior hasta una temperatura inferior a  $60^\circ\text{C}$  para luego verterla en los tubos en U, dejando un espacio de aire en cada extremo y dejar enfriar.
4. Colocar tapones de algodón.

#### CONSTRUCCIÓN DE LA CELDA

1. Preparar 50ml de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  0.1M y colocarlos en un tubo de ensayo.
2. Preparar 50ml de  $\text{CuCl}_2$  0.1M y colocarlos en un tubo de ensayo.
3. Preparar 50ml de  $\text{ZnSO}_4$  0.1M y colocarlos en un tubo de ensayo.
4. Conectar en cada lagarto los electrodos de hierro y cobre.
5. Limpiar los electrodos con una lija de agua.
6. Introducir los electrodos en las disoluciones respectivas (sin mojar los lagartos). La pieza de hierro en la solución de hierro y la de cobre en la solución de cobre.
7. Conectar los electrodos al voltímetro.
8. Colocar el puente salino y leer el voltaje en el voltímetro. Si la lectura inicial fue negativa, invierta las conexiones en el voltímetro.
9. Repetir las lecturas de voltaje a  $40^\circ\text{C}$ ,  $35^\circ\text{C}$ ,  $30^\circ\text{C}$ ,  $25^\circ\text{C}$ ,  $20^\circ\text{C}$ ,  $15^\circ\text{C}$  y  $10^\circ\text{C}$ , colocando los tubos en un beaker conteniendo agua para calentar suavemente o en hielo para enfriar.
10. Luego introducir el electrodo de Zinc en la disolución de  $\text{ZnSO}_4$ , y conectarlo junto con el electrodo de cobre y repetir los pasos 5 a 9.
11. Repetir el paso anterior para conectando el electrodo de Zinc con el de hierro, a fin de realizar el proceso con tres celdas diferentes.
12. Repetir el procedimiento del 1 al 11 dos veces más.



### Reportar:

- Gráfica: Fuerza Electromotriz - Temperatura
- Gráfica: Cambio de Energía de Gibbs - Temperatura
- Gráfica: Cambio de Entropía - Temperatura
- Gráfica: Constante de equilibrio - Temperatura
- Gráfica: Cambio de Entalpía - Temperatura

Celdas electroquímicas y galvánicas, Baterías, Circuitos eléctricos, Electroquímica, Termodinámica.

### Nota:

Traer hielo y un Voltímetro.

## Práctica No. 6 “Cinética Química”

### Procedimiento

1. Prepare el indicador de *almidón* y una solución de 500 ml de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.1 M.
2. Prepare directamente las siguientes soluciones según el siguiente cuadro:

No.	Compuesto	Concentración	Volumen de solución
1	KI	0.2 M	250ml
2	$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.1 M	250 ml

3. Prepare por dilución (de las soluciones anteriores) las siguientes soluciones según el siguiente cuadro:

Caso	Pareja de soluciones No.	Compuestos				Volumen de solución
		Soluto 1 (Diluido)		Soluto 2 (Agregado)		
I. Constante cinética y Orden de Reacción	1.1	KI	0.20 M	-	-	50 ml
		$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.10 M	-	-	50 ml
II. Efecto del Catalizador	2.1	KI	0.02 M	$\text{FeSO}_4$	$2 \times 10^{-4}$ M	50 ml
		$\text{K}_2\text{SO}_8$	0.01 M	-	-	50 ml
	2.2	KI	0.02 M	$\text{FeSO}_4$	$4 \times 10^{-4}$ M	50 ml
		$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.01 M	-	-	50 ml
	2.3	KI	0.02 M	$\text{FeSO}_4$	$8 \times 10^{-4}$ M	50 ml
		$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	0.01 M	-	-	50 ml

4. Mezcle con vigorosa y equitativa agitación las respectivas parejas de soluciones en un Erlenmeyer de 250 ml, agregando primero la solución de yoduro y luego empezar a medir el tiempo al agregar la solución de persulfato.
5. Tomar 7 muestras de 10 ml a intervalos de 5 minutos
6. Titular inmediatamente en baño de hielo y de forma rápida con tiosulfato el yodo liberado. Agregue el almidón cerca del punto final y anote el gasto volumétrico desde que el color azul permanezca constante. Tratar en lo posible conservar la temperatura del almidón entre 58-60°C.
7. Repetir cada parte 2 veces más.

### Temas sugeridos:

Análisis cuantitativo, Cinética de reacción química, Química inorgánica, Mecanismos de reacciones inorgánicas compuestas, Métodos de análisis, Teoría cinético-molecular, Teoría del complejo activado, Movimiento browniano, Elementos de Ingeniería en las reacciones químicas.

### Reportar:

- Gráfica: concentración de cada especie – tiempo
- Gráfica: avance de reacción – tiempo
- Gráfica: conversión fraccionaria – tiempo
- Gráfica: velocidad de reacción - tiempo
- Ley de velocidad (órdenes y constante)
- Gráfica: orden de reacción parcial y total – concentración de catalizador.
- Gráfica: constante cinética – concentración de catalizador

### Nota:

Traer hielo.

Las disoluciones sobrantes en buen estado no deben ser desechadas, guárdelas dentro de la campana para que sean utilizadas por el siguiente grupo que realice la práctica.

## Práctica No. 7 "Cinética de reacción: azul de metileno – ácido ascórbico" Primera parte

### Procedimiento

1. Prepare 500 ml de  $H_2SO_4$  0.6 M.
2. Prepare una solución madre de azul de metileno 0.05M.
3. Prepare una solución intermedia de azul de metileno 0.0005M.
4. Prepare una solución para la medición de la longitud de onda de  $8.00E-5M$

### LONGITUD DE ONDA ÓPTIMA

1. Fijar el blanco con agua desmineralizada.
2. Introducir la muestra de Azul de Metileno destinada para la medición de longitud de onda óptima en el espectrofotómetro y generar la curva espectral.

### CURVA DE CALIBRACIÓN 1

1. Prepare las siguientes soluciones por dilución.

Solución No.	Compuesto	Concentración	Aforada con:	Volumen
1	Azul de Metileno	$4.00 \times 10^{-6}$	Agua	25 ml
2	Azul de Metileno	$8.00 \times 10^{-6}$	Agua	25 ml
3	Azul de Metileno	$1.20 \times 10^{-5}$	Agua	25 ml
4	Azul de Metileno	$1.60 \times 10^{-5}$	Agua	25 ml
5	Azul de Metileno	$2.00 \times 10^{-5}$	Agua	25 ml

2. Medir la absorbancia en la longitud de onda óptima para cada concentración

### CONSTANTE CINÉTICA Y ORDEN DE REACCIÓN

1. Prepare las siguientes soluciones por dilución.

Solución No.	Compuesto	Concentración	Aforada con:	Volumen
1.1	Ácido Ascórbico	0.03 M	$H_2SO_4$ 0.6 M	50 ml
1.2	Azul de Metileno	$4.00 \times 10^{-5}$	Agua	50 ml

2. Agregue 5 ml de Ácido Ascórbico en un tubo de ensayo que contenga 5 ml de solución de Azul de Metileno.
3. Agregar una porción de la mezcla anterior a la cubeta de espectrofotómetro Shimadzu y anotar la absorbancia leída cada 10 segundos hasta que el valor de la absorbancia sea constante.
4. Replicar el paso 2 y 3 dos veces más.

### EFECTO DE LA TEMPERATURA

1. Repita el procedimiento anterior a 310K y luego a 325K, tomando en cuenta para los cálculos la corrida realizada a 298 K en la primera parte.

Utilice método diferencial para determinar los datos cinéticos.

### REPORTAR: Véase práctica 8

#### NOTA:

Si alguno de los objetivos no se puede completar durante esta práctica, debe utilizarse los datos de la práctica 8 si esta ya fue realizada.

#### Temas sugeridos

Cinética de reacción química, Métodos de análisis, Teoría cinético-molecular, Factor preexponencial, Teoría del complejo activado, Solvatación, Termodinámica.

## Práctica No. 8 “Cinética de reacción: azul de metileno – ácido ascórbico” Segunda parte

### Procedimiento

1. Encender el espectrofotómetro (Spectronic 20), girando la perilla izquierda al iniciar la práctica.
2. Prepare 500 ml de  $H_2SO_4$  0.6 M.
3. Prepare una solución de relleno de azul de metileno 0.05M.
4. Prepare una solución intermedia de azul de metileno 0.001M

### CONSTANTE CINÉTICA Y ORDEN DE REACCIÓN

1. Prepare las siguientes soluciones:

Solución No.	Compuesto	Concentración	Aforada con:	Volumen
1.1.1	Azul de Metileno	$5.0 \times 10^{-4}$	$H_2SO_4$ 0.6 M	500 ml
1.2.1	Acido Ascórbico	0.01 M	Agua	50 ml
1.2.2	Acido Ascórbico	0.02 M	Agua	50 ml
1.2.3	Acido Ascórbico	0.03 M	Agua	50 ml
1.2.4	Acido Ascórbico	0.04 M	Agua	50 ml
1.2.5	Acido Ascórbico	0.05 M	Agua	50 ml

2. Medir la transmitancia inicial de la solución de azul de metileno.
3. Agregue 5 ml de la solución de azul de metileno y 5 ml de la solución de Ácido ascórbico.
4. Medir dos minutos desde que se mezclaron las soluciones y medir la transmitancia.
5. Repetir el procedimiento anterior dos veces más.
6. Repetir los pasos 3 al 5 para las demás soluciones.

### EFEECTO DE LA TEMPERATURA

1. Repita el procedimiento anterior a 310K y luego a 325K, tomando en cuenta para los cálculos la corrida realizada a 298 K en la primera parte.

Utilice método de velocidades iniciales para determinar los datos cinéticos.

### Temas sugeridos

Cinética de reacción química, Métodos de análisis, Teoría cinético-molecular, Factor pre-exponencial, Teoría del complejo activado, Solvatación, Termodinámica.

### NOTA:

- Durante todo el proceso verificar periódicamente cuando no esté la celda dentro del espectrofotómetro la transmitancia sea cero y con el blanco cero de transmitancia.
- Si alguno de los objetivos no se puede completar durante esta práctica, debe utilizarse los datos de la práctica 7 si esta ya fue realizada.

### REPORTE ÚNICO PRÁCTICA 7 Y 8:

#### Parte 1:

- Gráfica: concentración de azul de metileno – tiempo
- Gráfica: avance de reacción – tiempo
- Gráfica: conversión fraccionaria de azul de metileno – tiempo
- Gráfica: velocidad de reacción – tiempo
- Gráfica: velocidad de reacción – concentración de azul de metileno
- Orden parcial del azul de metileno.
- Gráfica: orden parcial del azul de metileno – temperatura

#### Parte 2:

- Gráfica: velocidad promedio inicial de reacción – concentración inicial de ácido ascórbico
- Orden del ácido ascórbico
- Gráfica: orden parcial del ácido ascórbico – temperatura

#### Global:

- Ley de velocidad
- Gráfica: constante de reacción – temperatura
- Energía de activación de la reacción

## **NOTA IMPORTANTE PARA LOS ESTUDIANTES DEL CURSO:**

Este manual evoluciona de forma constante y presenta modificaciones en su estructura si se compara con los anteriores. El propósito es ajustarlo de forma permanente a los requerimientos de la Escuela de Ingeniería Química, a las innovaciones metodológicas que exige la mejora continua y a motivos de carácter práctico en la secuencia repetitiva de las prácticas incluidas.

El uso de manuales anteriores, de informes técnicos calificados o evaluados y de procedimientos elaborados por grupos de trabajo anteriores es válido como referencia que debe ser reconocida en autoría y colocada en la bibliografía respectiva. Copias textuales o no reconocidas significa la anulación del trabajo que se esté considerando.

Cualquier duda sobre aspectos no considerados en el manual debe ser planteada al profesor del curso o reportada al sitio oficial de comunicación con el laboratorio.