



## INTRODUCCIÓN AL TRABAJO EXPERIMENTAL<sup>1</sup>

### 1 - Algunas consideraciones generales acerca del trabajo de laboratorio

El trabajo de laboratorio en Introducción a la Química y Química General e Inorgánica I apunta a un doble propósito:

- La adquisición de las primeras habilidades y destrezas manuales en el trabajo de laboratorio en general y el aprendizaje de técnicas de trabajo que habrán de acompañar al futuro profesor en su desempeño. Evidentemente es importante insistir sobre la importancia de saber pesar, o de poder medir el volumen de un líquido sin cometer errores, para no dar más que dos ejemplos. Pero también es fundamental recalcar que junto con las técnicas se van adquiriendo hábitos, y que esos hábitos pueden fácilmente transformarse en vicios de trabajo si no se trabaja adecuadamente.

#### ***Para Pensar:***

Un alumno debe informar sobre el porcentaje de oxígeno que contiene un cierto material. A lo largo del trabajo práctico aparecen dificultades: se derrama una parte del material, debe hacer cola para usar la balanza, sus reactivos tienen aspecto turbio, etc. Al cabo de tres horas de trabajo está en la mitad del procedimiento- De manera fortuita se entera que el resultado esperado es 36%. Informa este valor como si fuera el resultado realmente obtenido por él.

Discutan en grupo de cuatro personas las consecuencias que puede tener para la vida profesional la repetición de situaciones como ésta. Es decir, que se convierta en un hábito ¿Considera que esto ocurre en la realidad?.

- El segundo de los objetivos de los trabajos prácticos es fundamentar experimentalmente los conceptos discutidos en clases de problemas y teóricas. El origen y la finalidad de la Química es el trabajo experimental. Todo concepto teórico tiene su origen en experimentos cuidadosamente diseñados y llevados a cabo. Muchos de ellos servirán para dar una evidencia real a los conceptos que va adquiriendo, o para poner a prueba las teorías discutidas en las clases. Por ello, también es importante que, además de desarrollar una cierta habilidad operativa en cada trabajo práctico, el alumno entienda claramente la relación entre los experimentos realizados y los temas teóricos desarrollados.

La Química es una ciencia cuantitativa. Si bien hay experimentos cuyo objetivo es realizar observaciones cualitativas (como la aparición de un color, el desprendimiento de un gas, entre otros) en su mejor expresión, un ensayo de laboratorio conduce a un resultado numérico, a un NUMERO.

### 2 - Las mediciones en el laboratorio

En el laboratorio de química se suelen hacer diversos tipos de experimentos. En algunos se trata de formar algún tipo de sustancia a partir de otras (síntesis), en otros se trata

---

<sup>1</sup> Material elaborado tomando como referencia las Guías de Laboratorio de Química Inorgánica I y II de la FCEyN – UBA.



de determinar qué hay en determinada muestra, sin importar mucho su cantidad (análisis cualitativo) y, en muchos casos, el experimento tiene por objeto obtener una magnitud, un número que representa alguna propiedad del sistema en estudio. Por ejemplo: la densidad del agua, la velocidad de oxidación de un clavo, el contenido de calcio de una piedra, la temperatura de ebullición de un líquido, entre otros.

En estos casos el resultado puede estar más o menos bien... o más o menos mal! Aquí entra en juego un concepto que hay que tener siempre en cuenta: el error.

### Errores de medición

**Caso 1:** Un hombre tiene problemas con su peso y está realizando un plan con una nutricionista. Va a pesarse todos los días en una balanza digital para hacer el correspondiente control de peso. En una de esas oportunidades pesa 126,4 Kg. Entonces va a una farmacia y se pesa en otra balanza. En esta pesa solamente 122 Kg!!

**Caso 2:** Una persona mide la altura de una heladera y la altura del ascensor con un metro que rebatible metálico que tiene entre sus herramientas. Pretende mudarse y encuentra que la heladera apenas entra: el ascensor tiene 1,93 m y la heladera medio centímetro menos. Al otro día llega una nota del consorcio exigiéndole la plata del arreglo del ascensor, cuya puerta esta destrozada por intentar meter una heladera. ¿Qué pasó?

Estos dos casos son sumamente diferentes: el caso 1 es un típico caso de dos dispositivos diferentes que miden una misma magnitud. ¿Cuál será el peso verdadero de este señor? La balanza digital da un valor con un dígito más: (126,4 Kg), pero eso no garantiza nada. Lo que corresponde es tomar un peso conocido y exacto, por ejemplo una buena pesa de 100 Kg y pesarla en ambas balanzas. No sería nada sorprendente que las dos estuvieran mal. Este tipo de error se llama "**error sistemático instrumental**". Este tipo de error sistemático no es el único, también puede haber error sistemático de procedimiento, si, por ejemplo, siempre se cae solvente, o se evapora líquido, o se pierde gas durante un experimento.

El caso 2, en cambio, es más sutil. El señor midió la heladera y el ascensor *con el mismo metro*, así que no se trata de un error sistemático instrumental. Tal vez mida mal, pero no importaría si mide siempre igual de mal. El problema es que ningún dispositivo mide **siempre** igual. Si es uno de esos metros para coser, se estiran más o menos según cuanta fuerza con la que se lo sostiene, los de madera o metal son mejores, pero aún con estos es difícil medir medio centímetro en algo de dos metros de largo. Los dedos no ponen siempre el metro bien cerca del borde del ascensor, el metro esta inclinado, hay distancia entre el metro y la puerta de la heladera, entre otras posibilidades. Este tipo de error se llama "**error aleatorio**".

*Toda magnitud se mide siempre con error, lo único que se puede hacer es disminuir el error, y a veces ni eso...En el primer trabajo práctico seguiremos discutiendo este tema.*

### 3 – El Cuaderno de laboratorio

Se lo utiliza para guardar registro de todo el trabajo realizado y de los resultados obtenidos a lo largo de un experimento. Al decir cuaderno se quiere significar un conjunto de hojas (lisas, rayadas o cuadriculadas, las más convenientes de acuerdo con el tipo de tareas a realizar) pegadas por su lomo y con una cubierta que lo proteja; no emplees hojas sueltas ya que las mismas pueden desordenarse, perderse, etc., en cuyo caso habrás desperdiciado tiempo y reactivos pues deberás realizar tu trabajo nuevamente.

El registro realizado debe servir no sólo para la elaboración del informe, sino que también debe contener información suficiente como para que cualquier persona repita el



trabajo (y arribe a los mismos resultados que uno!!!): es por ello que es necesario que tus anotaciones sean claras y que registres en el cuaderno cualquier cambio en el procedimiento (también llamado protocolo).

El cuaderno de laboratorio cumple varias funciones:

### **1. Guarda memoria del procedimiento:**

Es de mucha utilidad realizar previamente un esquema del trabajo que vas a desarrollar. La preparación previa del esquema te facilitará la comprensión del experimento a realizar, y la tarea en el laboratorio. De esta forma no sólo vas a saber lo que haces cuando lleves a cabo los ensayos sino que ahorrarás tiempo de trabajo inútil en el laboratorio. Durante el desarrollo del experimento es necesario registrar todo lo que se hace y observa: los materiales que se usan, las condiciones en las que se realiza el experimento (presión, temperatura, pH, etc.), las dificultades en el desarrollo del experimento, las medidas adoptadas para resolverlas, etc. No puede confiarse en la memoria para el registro de un dato u observación, ni deben consignarse en hojas sueltas.

Es muy fácil cometer errores, y de éstos se sacan muchas veces conclusiones positivas. Por eso, hay que registrar siempre lo que ocurra y **no** lo que se sabe que "debería" ocurrir. Si lo que se observa, y los datos que se obtienen no coinciden con lo previsto, es necesario investigar, buscar una explicación, pero no debe falsearse nunca ni las conclusiones ni los datos. El error es parte del proceso de aprendizaje.

### **2. Mantiene el registro de los datos experimentales:**

Es conveniente ordenar los datos que se necesitan registrar en forma de tabla, que se prepara con anticipación, e incluir en ella una breve descripción de los mismos. No utilice lápiz.

### **3. Sirve como un primer borrador para los cálculos a realizar:**

Nuevamente, es necesario ser claro, ordenado y explícito para que los cálculos preliminares sean de utilidad en la elaboración del informe una vez que se ha terminado el trabajo experimental en el laboratorio. Es conveniente escribir con detalle en el cuaderno los cálculos que se realicen para determinar los resultados finales. Conservar siempre el registro de los datos originales.

Un cuaderno de laboratorio realizado responsablemente es un excelente prólogo para un buen informe.

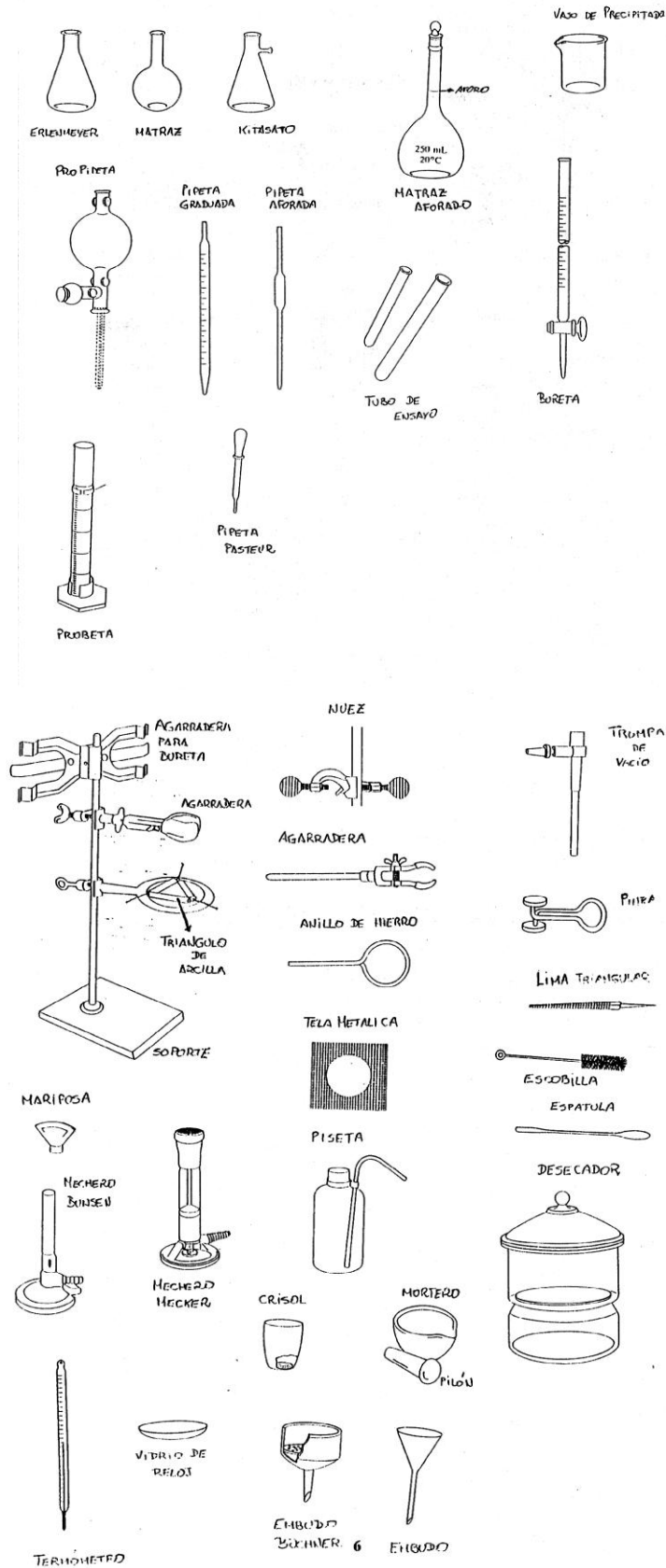
## **4 - Las herramientas del químico**

Las siguientes figuras muestran el material de laboratorio de uso más frecuente. Es conveniente que el alumno pueda reconocerlos antes de empezar a trabajar. Si no puede reconocerlos el alumno tiene que consultar con los docentes.

Es importante también la utilización correcta de estos materiales de uso cotidiano en el laboratorio.



Instituto Superior del Profesorado "Joaquín V. González" –  
"Introducción a la Química" y "Química General e Inorgánica I"  
"Introducción al Trabajo Experimental"





#### 4.1. El Mechero

El mechero es la fuente de calor más común en el laboratorio de química general, por lo que es importante saber cómo funciona y cómo pueden ajustarse el aire y el gas a fin de obtener temperaturas apropiadas.

Existen varios tipos de mechero (Tirrel, Bunsen, Meker), pero el fundamento de todos es la combustión de una mezcla de gases, ya que poseen un orificio en la base por el cual ingresa el aire para formar la mezcla con el gas combustible (en general se utiliza gas natural, que es, en su mayor proporción, gas metano).

Si el abastecimiento de gas es constante, la temperatura de la llama depende de la cantidad de aire premezclado con el gas metano antes de la combustión. Cuando la válvula de entrada de aire de la parte inferior del mechero está cerrada, el proceso de combustión es incompleto (combustión incompleta significa que no todo el metano gaseoso se convierte en  $\text{CO}_2$ ), queda algo de carbono sin consumir (humo, hollín, etc.), y la llama tiene un color amarillo por las partículas incandescentes de carbono presentes. Cuando la válvula de entrada de aire está abierta por completo, el metano gaseoso se transforma en gran medida en  $\text{CO}_2$  y  $\text{H}_2\text{O}$ , productos que a la temperatura de la llama son gaseosos. En este proceso se libera más calor, por lo que la temperatura de la llama aumenta, y el color cambia de amarillo a azul.

En una llama de este tipo se pueden observar tres zonas con distintas características:

Zona interna (i), formada por los gases que todavía no arden; es la zona fría, con temperaturas bajas.

Zona Media (m): en esta zona la combustión es incompleta. Zona externa (e), es la de máxima temperatura por la total combustión de los gases.

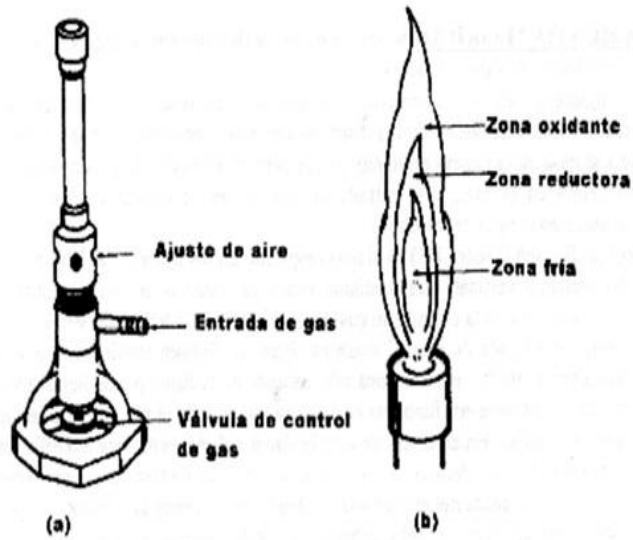
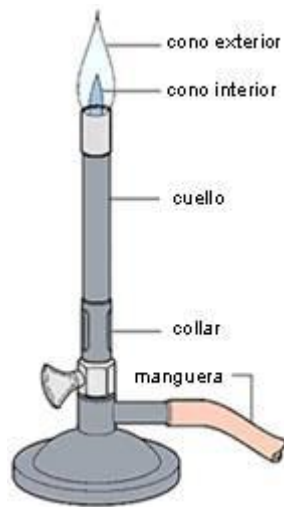
Entonces, en operaciones que requieran gran poder calorífico (calcinación, ablandamiento de vidrio, etc.), la entrada del aire deberá ser grande, para que la combustión sea total (llama azulada). Cuando sea necesario calentar suavemente, habrá que usar una llama con poca o ninguna entrada de aire (llama amarilla).

En el mechero Bunsen se distinguen las siguientes partes: un tubo para la entrada del gas (a), el cual se conecta a la cámara de mezclado con aire (b); en ella se consigue una correcta relación y mezcla de combustible-aire para que la combustión sea completa. Con el anillo (c) se puede regular el paso del aire según convenga. La cámara se prolonga por un tubo de 10 a 12 cm de longitud (d), de donde sale la llama. Cuando se quiera encender, en primer lugar cierre la cámara (b) moviendo el anillo. A continuación abra la llave del gas un momento antes de encender el mechero, así eliminará el aire que se encuentra en su interior, evitando que la llama golpee y arda en el orificio inferior de salida. Por último, regule la entrada de aire con el anillo hasta conseguir la llama deseada. **Figuras 1**





Instituto Superior del Profesorado "Joaquín V. González" –  
"Introducción a la Química" y "Química General e Inorgánica I"  
"Introducción al Trabajo Experimental"





### Precauciones

- ✓ Use anteojos de seguridad.
- ✓ La parte superior del mechero se calienta mucho luego de usarlo. Si necesita mover el mechero, tómelo de la base o espere que se enfríe.
- ✓ Si observa que la llama comienza a extinguirse y se enciende la base del mechero, cierre inmediatamente la llave de gas y espere 5 minutos aproximadamente antes de encenderlo nuevamente. Cierre la entrada de aire antes de encender el mechero

## 5. Instrumentos de medición

### 5.1 La Balanza

La determinación de la masa de un objeto o sustancia es uno de los procedimientos más comunes en la química experimental. La masa es una medida de la cantidad de material que tiene una muestra.

En general hay varios tipos de balanzas disponibles en un laboratorio (balanza mecánica, balanza electrónica (granataria), balanza analítica). Cada una difiere en su construcción, aspecto, precisión y forma de operarla.

Observe qué tipos de balanzas hay en el laboratorio y solicite a un docente instrucciones para su uso.

Tenga en cuenta las siguientes cuestiones generales:

- 1) Asegúrese siempre que la balanza indique 0,000 g (el número de dígitos dependerá de cada balanza) cuando no hay ningún objeto en su platillo. Ajuste la tara o la perilla de cero si es necesario.
- 2) Todas las balanzas, pero especialmente las eléctricas, se dañan con la humedad. Evite en lo posible poner líquidos en la vecindad de la balanza. Seque inmediatamente cualquier gota que vea cerca o sobre de la misma. Barra los sólidos que se caigan sobre el platillo con el pincel destinado a tal fin. Nunca sople los sólidos derramados porque podría inhalarlos accidentalmente.
- 3) Nunca pese un reactivo directamente sobre el platillo de la balanza. Idealmente los reactivos deben ser pesados en el recipiente en que serán usados, siempre y cuando este no supere la capacidad máxima de pesaje de la balanza. Nunca use papel para contener los reactivos a pesar: utilice un vidrio de reloj, un vaso de precipitados pequeño o una porción de papel aluminio.
- 4) Generalmente usted leerá en las guías de trabajos prácticos lo siguiente: "pese 0,5 g de sustancia (al miligramo)". Esto no significa que deba pesarse exactamente 0,500 g. Usted podrá pesar, por ejemplo, entre 0,450 g y 0,550 g pero siempre debe anotar la cantidad pesada con una precisión de 1 mg, por ejemplo 0,485 g o 0,532 g. Sólo si se indica "pese **exactamente** 0,500 g de una sustancia" se deberá pesar esa cantidad (y no 0,475 g o 0,534 g). Si se le indica "pese aproximadamente 0,5 g" usted podrá utilizar cualquier balanza y no importarán las cifras decimales más alejadas de la coma.
- 5) Cuide de pesar los objetos siempre a temperatura ambiente, de lo contrario su pesada será errónea.



6) Las puertas de vidrio de la balanza analítica deben estar cerradas durante las operaciones de lectura, a fin de evitar oscilaciones producidas por las corrientes de aire.

**Nota:** Mantenga siempre la limpieza en el cuarto de balanzas. No deje frascos de reactivos destapados ni espátulas sucias apoyadas sobre las mesadas.

## 5.2 Material de Vidrio

Para el material de laboratorio se utilizan distintos tipos de vidrio. El material más resistente se construye con un vidrio de borosilicato (contiene sílice y bórax) y se lo denomina habitualmente vidrio Pyrex (Corning Glass) o Kimax (Kimble Glass). Este tipo de vidrio se emplea por ejemplo en la fabricación de matraces Erlenmeyer y vasos de precipitados debido a su resistencia a los cambios bruscos de temperatura y a los golpes.

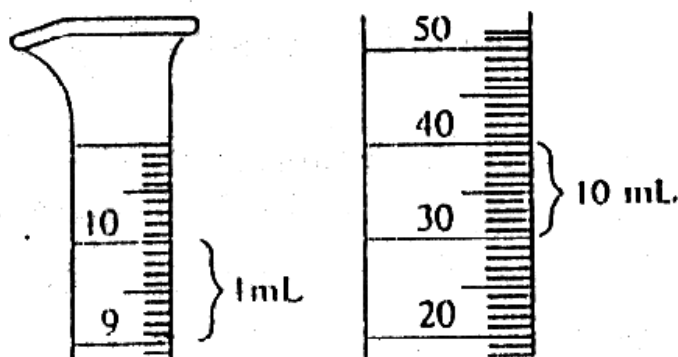
El vidrio utilizado en las conexiones es generalmente "vidrio blando". Su composición química es básicamente sílice. Este vidrio se dobla fácilmente cuando se calienta en la llama de un mechero.

### 5.2.1 Uso del material volumétrico

La mayoría de los elementos de vidrio traen una marca de fábrica indicando el volumen que contienen cuando se los llena hasta dicha marca. La precisión de ésta marca difiere mucho de un material volumétrico a otro. Por ejemplo un vaso de precipitados o un Erlenmeyer tienen graduación poco precisa, que sirve como una guía aproximada del volumen que contienen. Sin embargo una probeta, una pipeta o una bureta tienen una graduación mucho más precisa. Tenga en cuenta esto cuando quiera medir un volumen.

#### 5.2.1.1 La Probeta

El elemento más común para medir un volumen es la probeta. Si bien no permite una gran precisión en la medida, a veces alcanza conocer el volumen con esa aproximación. La Figura 2 compara la diferencia de graduación que hay entre una probeta de 10 mL y una de 100 mL. Indique la mínima cantidad de líquido que puede medir con cada una de ellas.

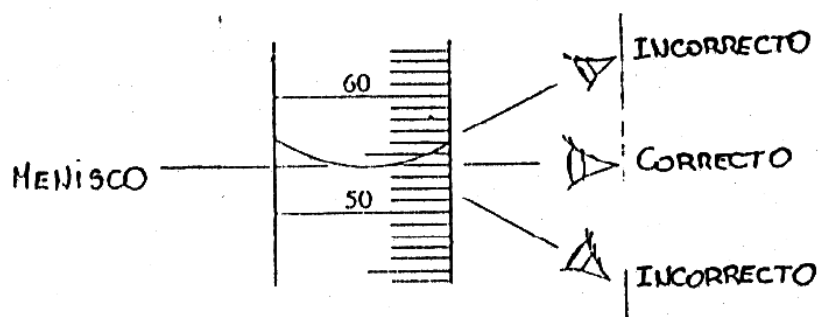


**Figura 2** Graduación de una probeta de 10 mL (A) y de 100 mL (B)





Cuando se introduce un líquido en un recipiente de vidrio angosto, la superficie del líquido se torna curva. A esta curvatura se la llama menisco. Cuando lea un volumen procure tener sus ojos en la línea del menisco como se indica en la Figura 3, a fin de evitar errores de paralaje. Realice todas las medidas leyendo la posición de la parte inferior del menisco.

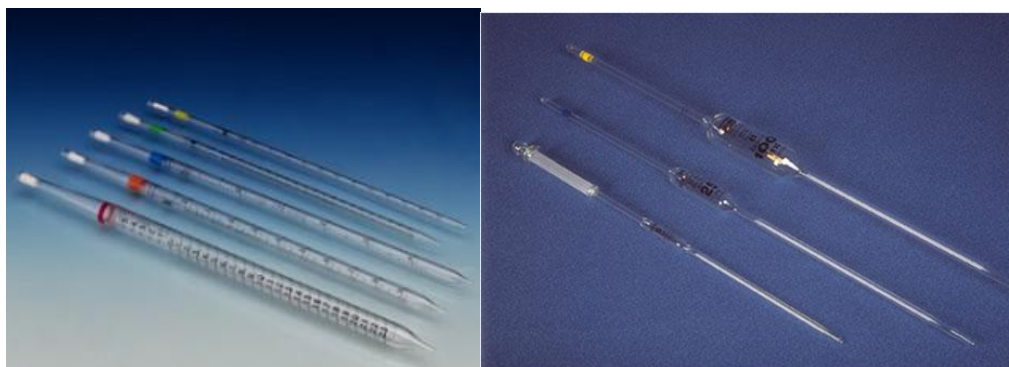


**Figura 3.** Diferentes posiciones de lectura de volumen con menisco

La superficie de un líquido o de una solución generalmente se curva ligeramente hacia arriba cuando hace contacto con las paredes de un recipiente. Debido a la forma de semiluna que adopta se llama menisco (del griego meni que significa luna). Para lograr una mayor exactitud y reproductibilidad, en el uso de material volumétrico como buretas, probetas o pipetas, las mediciones tienen que tomar como referencia la parte inferior del menisco. Solamente en casos poco frecuentes el menisco es convexo, en cuyo caso la lectura toma como referencia la parte superior de la curva mejor.

### 5.2.1.2 Las Pipetas

Cuando es necesario medir volúmenes de líquido con mayor precisión que la que permite una probeta se utiliza una pipeta. Hay dos tipos de pipetas que se usan habitualmente en un laboratorio de química general: la pipeta graduada y la pipeta aforada (Figura 4). La pipeta graduada permite medir distintos volúmenes de líquido dentro de los límites de su graduación. La pipeta aforada permite medir un volumen fijo (el comprendido entre sus aforos) pero tienen la ventaja de ser más precisas que las pipetas graduadas.



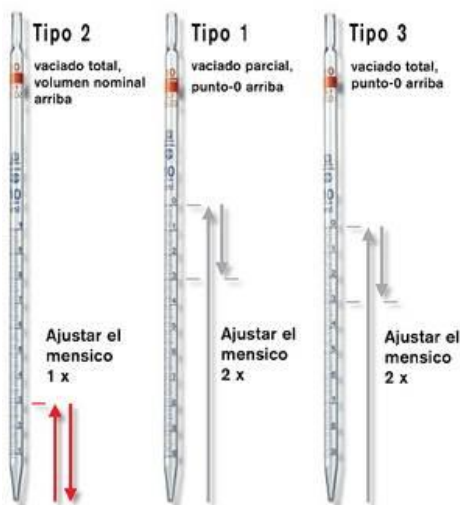


Figura 4: Algunas pipetas comunes.

Entre algunos tipos de pipetas de vidrio de uso común podemos distinguir:

- ✓ graduada (serológica: las marcas de graduación continúan hasta el final de la pipeta, la última gota debe caer para totalizar el volumen requerido)
- ✓ graduada (de Mohr: NO debe vaciarse hasta la última gota)
- ✓ aforada (doble aforo)
- ✓ aforada (simple aforo) de volumen

Las pipetas se usan siempre con una propipeta o pera de goma para succionar o descargar líquido: **NUNCA PIPETEE CON LA BOCA.**

Recomendaciones para el uso de pipetas:

- 1) La pipeta debe estar limpia antes de ser usada. Lávela con agua y detergente diluido si es necesario, enjuagándola luego con agua destilada. Observe que el agua deslice por el interior de la pipeta sin quedar adherida a las paredes.
- 2) Antes de usar una pipeta enjuague la misma con pequeñas porciones de la solución a medir y descarte estas porciones.
- 3) Mientras succiona el líquido a medir mantenga el extremo de la pipeta sumergido en el mismo para evitar que entren burbujas de aire que ocasionarían un error en la medición del volumen.
- 4) En las pipetas graduadas, tenga en cuenta que si esta es serológica, la última gota contenida en ella deberá ser expulsada utilizando la propipeta o pera de goma en forma suave (no es necesario que la pipeta quede seca ya que el volumen de líquido que queda en su interior no cuenta en el volumen que se desee dispensar con la pipeta).
- 5) En el caso de las pipetas aforadas, compruebe **siempre** si la pipeta que va a utilizar es de simple o de doble aforo. En las pipetas de doble aforo o enrase, el volumen especificado en la pipeta es el vertido cuando se desaloja el líquido contenido entre ambas marcas. Por lo tanto NO debe expulsar el líquido hasta la última gota. Si la pipeta aforada es de simple aforo deberá expulsar el líquido hasta la última gota.
- 6) Para asegurar la transferencia completa del volumen indicado, el pico de la pipeta debe apoyar en ángulo de 45° en la pared del recipiente al que se quiere trasvasar.



7) **¡No meta nunca la pipeta directamente en los frascos de reactivos!** Evitará de esta manera la contaminación o dilución de todo el producto. Para tomar un volumen determinado de un reactivo con una pipeta, trasvase a otro recipiente (por ejemplo un vaso de precipitados limpio y seco) un volumen de líquido algo superior a la cantidad que se desea pipetear. Una vez tomada la cantidad necesaria de este recipiente, el exceso se desecha en los recipientes destinados a tal fin.

### 5.2.1.3 La Bureta

Cuando se desea medir volúmenes sucesivos de líquido con bastante precisión, como por ejemplo en el caso de las titulaciones, se usa una bureta.

La bureta permite trabajar con una precisión de 0,02 mL en general. Al igual que la pipeta, la bureta debe limpiarse muy bien antes de ser usada. Para limpiarla proceda igual que con la pipeta pero usando una escobilla larga que le permitirá llegar hasta el fondo de la misma. No mueva la escobilla bruscamente para evitar roturas.

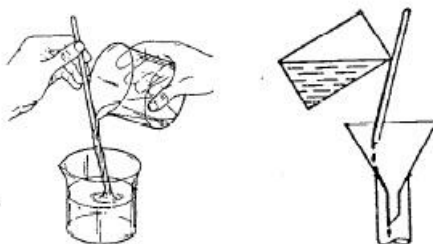
Cuando lea el volumen del líquido en una bureta (al igual que en los otros materiales graduados) procure tener sus ojos al mismo nivel que la superficie del líquido, para evitar errores de paralaje. Procure a su vez identificar la mínima división de la bureta para evitar informar un volumen dispensado erróneo.

### 5.2.1.4 El Matraz

Cuando es necesario preparar soluciones de concentración conocida se utiliza un matraz aforado. Si la solución se va a preparar a partir de un sólido, éste se pesa y se disuelve primero en una cantidad de solvente menor que la capacidad del matraz; una vez realizada la disolución, ésta se trasvasa, mediante un embudo, al matraz. El recipiente que contenía el sólido se lava varias veces con pequeñas porciones del solvente, hasta asegurarse que todo el soluto ha sido transferido al matraz, y finalmente se diluye hasta la marca del aforo. Después de ajustar la solución a su volumen final se coloca el tapón, y manteniendo este firmemente en su lugar se invierte el matraz varias veces, a fin de asegurar una perfecta homogeneización.

## 5.2.2 Transferencia de líquidos

Para evitar salpicaduras al verter un líquido de un recipiente a otro, se apoya una varilla de vidrio sobre el borde del recipiente que contiene el líquido (Figura 5A) de modo que el líquido fluya por la varilla, dirigiéndolo hacia el interior del segundo recipiente. Si el recipiente tiene una abertura pequeña debe utilizarse un embudo limpio en el que caiga el líquido procedente de la varilla.



**Figura 5** Formas correctas de manejo de materiales de laboratorio para la transferencia de líquidos



### 5.2.3 Filtración

La filtración es un método de separación que se utiliza para separar sistemas heterogéneos formados por una fase sólida y otra líquida. Para acelerar el proceso, puede hacerse una filtración al vacío.

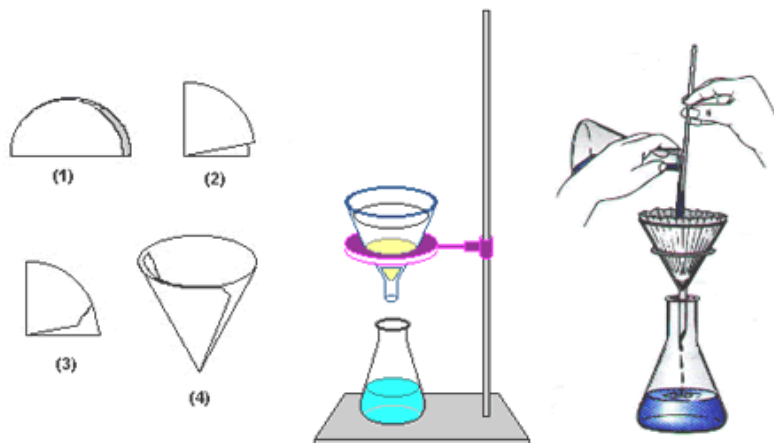


Figura 6 Filtración común

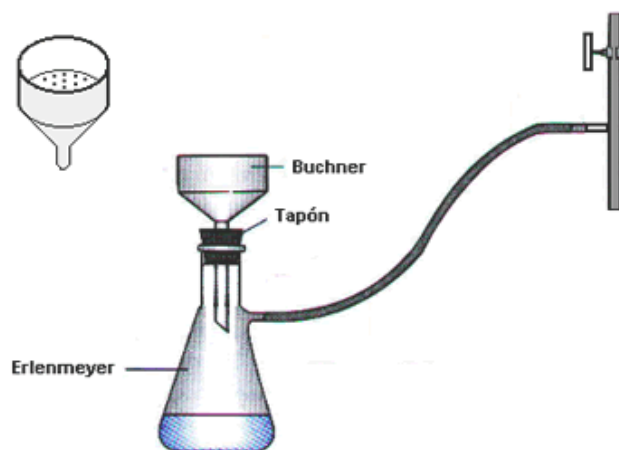


Figura 7 Filtración al vacío

## 6. Calentamiento de líquidos

Una de las operaciones potencialmente más peligrosas en un laboratorio de química general consiste en calentar líquidos en un tubo de ensayos. Si esto no se realiza cuidadosamente el líquido puede proyectarse fuera del tubo por excesivo calentamiento y producir accidentes.

Cuando caliente un líquido en un tubo de ensayos tome el tubo con una pinza de madera e inclínelo 45° aproximadamente cuidando que la boca del mismo esté en dirección opuesta a usted y sus compañeros. Antes de poner el tubo directamente en la llama muévelo suavemente de izquierda a derecha y viceversa, de manera que el tubo "pase" a través de la llama por tiempos cortos. Luego puede dejar el tubo permanentemente en la llama. Mueva suavemente el tubo mientras calienta el líquido. Al primer signo de ebullición aleje el tubo. Llene hasta la mitad un tubo con agua corriente y caliéntelo hasta casi ebullición a fin de familiarizarse con esta técnica.



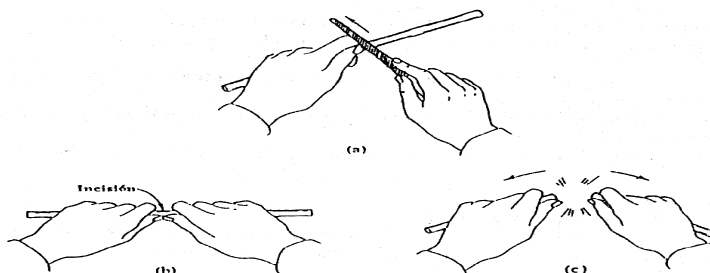
## 7. Trabajo con Vidrio

Como se expresó en párrafos anteriores, el vidrio utilizado en las conexiones es generalmente "vidrio blando". Su composición química es básicamente sílice. Este vidrio se dobla fácilmente cuando se calienta en la llama de un mechero.

Al trabajar con vidrio debe operarse con cuidado, porque es fácil sufrir cortes o quemaduras.

### 7.1 Corte de vidrio

Coloque el tubo o varilla de vidrio sobre una superficie plana y hágale una incisión con sólo una pasada del borde de una lima triangular. Humedezca la incisión con una gota de agua, envuelva el tubo con un trapo (para evitar proyecciones de astillas al cortar el vidrio) y tómelo con ambas manos, de forma tal que la incisión quede hacia afuera. Doble el tubo hasta cortarlo. El trapo debe ser descartado o los restos de vidrio eliminados con cuidado.



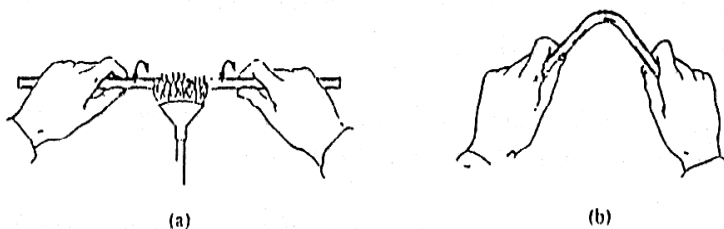
El extremo cortado debe pulirse a fuego, haciéndolo girar lentamente sobre la llama hasta ablandarse.

**Nota:** Al colocarle al mechero un estrangulador de llama (mariposa) se obtiene una llama delgada muy apropiada para doblar vidrio.

### 7.2 Doblado de vidrio

Puede hacerse por dos métodos:

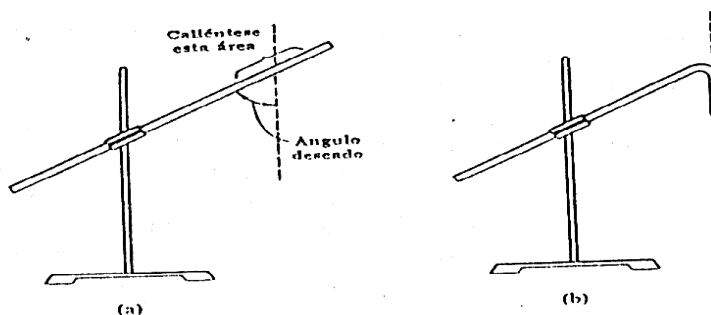
1) Coloque un estrangulador de llama (mariposa) en el mechero y caliente la sección del tubo donde realizará el doblado, haciéndolo girar lentamente con las manos. Cuando el vidrio se ha ablandado bastante retírelo de la llama, gírelo unos segundos y dóblelo hacia abajo hasta lograr el ángulo deseado. Debe obtener el ángulo correcto la primera vez pues es difícil corregirlo a posteriori.





2) En este método el tubo en cuestión se sostiene en un soporte con una pinza, calentándolo en la sección deseada para que el tubo se doble por su propio peso al ablandarse. Puede hacerse con la llama normal o con un estrangulador. Se debe fijar el tubo con un ángulo tal que cuando el extremo libre quede vertical por el doblar, el ángulo obtenido sea el deseado. Caliente la sección donde se debe doblar, sosteniendo el mechero con la mano y moviéndolo alrededor del tubo (no invierta el mechero pues puede extinguirse la llama).

Es importante que el calentamiento sea uniforme en una buena porción del tubo.



### 7.3 Rebordeado de vidrio

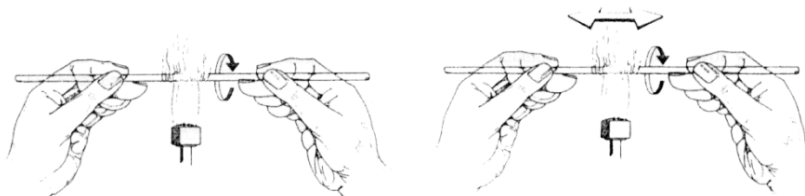
Una vez cortado el tubo de vidrio, los extremos quedan bastante agudos, por lo que antes de utilizarlos será necesario pulirlos bien con una lima aplicada suavemente, o con fuego.

Esta operación se hará manteniendo el vidrio en posición casi vertical con el extremo que se va a pulir introducido en la parte externa de la llama del mechero, y procurando que sea una llama pequeña. Gire el vidrio continuamente a fin de que el calor sea uniforme hasta que el borde se ablande y desaparezcan las aristas.

No mantenga el tubo de vidrio en la llama un tiempo demasiado largo. El extremo calentado se irá estrechando, e incluso llegará a cerrarse.

### 7.4 Estirado del vidrio

Introduzca el tubo al mismo tiempo que lo gira en la zona de la llama con más poder calorífico. Cuando esté completamente blando retírelo del calor estirándolo rápidamente hasta conseguir el diámetro y la longitud deseados.



#### Observaciones:

- El doblado del tubo será imperfecto si:
  - ✓ Se separa de la llama y se dobla sin haberse ablandado lo suficiente.
  - ✓ Se dobla mientras está en la llama.



- ✓ Se dobla cuando algunas porciones se han endurecido por enfriarse. La presión aplicada es tal que el tubo reblandecido a la vez que se dobla se estira.
- No debe colocarse el vidrio caliente en contacto directo con la mesada de laboratorio. El mismo se apoya sobre una tela metálica con amianto: de esta manera se evita deteriorar la mesada y es un control de seguridad, dado que todo operador está informado que el vidrio está caliente y debe tomar precauciones para manipular el mismo, evitando quemaduras.

## 8. Lavado de material de vidrio

La limpieza del material de vidrio tiene que ser esmerada y debe tenerse siempre presente la norma de limpiarlo después de usado, de modo que quede dispuesto para su empleo inmediato. Además si se deja largo tiempo sin limpiar, es más difícil de eliminar la suciedad.

Se usan agentes de limpieza, pero se ayuda con medios mecánicos. Las escobillas son muy utilizadas, pero hay que proceder con cuidado y evitar que el alambre toque al vidrio, pues por ligero golpe se rompería.

Como agentes de limpieza se emplean soluciones de jabón o detergentes. Si la suciedad no se elimina, se emplea un poco de carbonato sódico (sosa Solvay), frotando con la escobilla.

Si en la mancha o impureza se sabe el producto que la compone, se busca en las tablas el disolvente más adecuado al mismo. En caso de desconocer la naturaleza de las manchas, debemos seguir una marcha sistemática:

lavar con agua fría → lavar con agua caliente → lavar con jabón y agua → lavar con lejía de sosa al 15% → lavar con ácido clorhídrico comercial → lavar con ácido nítrico comercial → lavar con agua regia (2 HCl y 1 HNO<sub>3</sub>) → lavar con mezcla crómica → lavar con mezcla nitrosulfúrica → lavar con ácido sulfúrico concentrado y permanganato potásico recién preparado.

Una vez limpio, se lava con agua corriente y después con agua destilada; en caso de que las materias utilizadas para disolver la mancha hayan sido orgánicas, se enjuaga antes con alcohol y después con agua destilada. Se deja escurrir y se seca al aire libre o bien en estufa a 110 °C.

La mezcla crómica es una mezcla de ácido sulfúrico concentrado saturada de dicromato de potasio. Se vierte una pequeña cantidad en el objeto que hay que limpiar o bien se introduce el objeto en un vaso que contenga la mezcla. Hay que procurar que se impregne bien y no introducir nunca la escobilla. Cuando se nota que la suciedad adherida ha desaparecido, se vierte el exceso de mezcla crómica en el frasco y se lava el objeto con agua abundante.

## 9. Manipulación de tapones

Los tapones que se emplean pueden ser de corcho, caucho o vidrio. Estos últimos en general son esmerilados y sólo se utilizan para cerrar frascos de vidrio. Para evitar que se suelden se pone una pequeña capa de grasa de silicona o lanolina. Hay que tenerlo muy presente cuando se manejen las llaves de las buretas. En la actualidad se utilizan materiales como el teflón que es más fácil para su manipulación y no requiere de este tipo de prevenciones.



Los tapones de corcho deben ser de buena calidad, pues si tienen poros o grietas no pueden cerrar bien. Los tapones de corcho antes de ser usados tienen que reblandecerse. Aunque se pueden pedir perforados, lo usual es hacerlo en el laboratorio. Para ablandarlos se emplean los prensacorchos, en los cuales el corcho se comprime suavemente a lo largo de su generatriz. Hay que hacerlo con cuidado para que el corcho no se resquebraje.

Para la perforación de los tapones se usan sacabocados. Consisten en un juego de tubos de latón huecos, de distintos diámetros, que tienen un extremo afilado y en el otro un orificio por el que se introduce un vástago, que sirve de apoyo a la mano para hacer la perforación del tapón.

Para afilar los sacabocados se usa el afilador, formado por un cono metálico y una hoja de acero, que por compresión y rotación simultánea de los tubos de latón sacará el filo.

Para perforar los tapones se apoyan sobre la base más ancha y el sacabocado se comprime paralelamente al eje del corcho, al mismo tiempo que se hace girar. Para que la perforación sea vertical, al llegar a la mitad de la perforación, se inicia una nueva perforación desde la base opuesta.

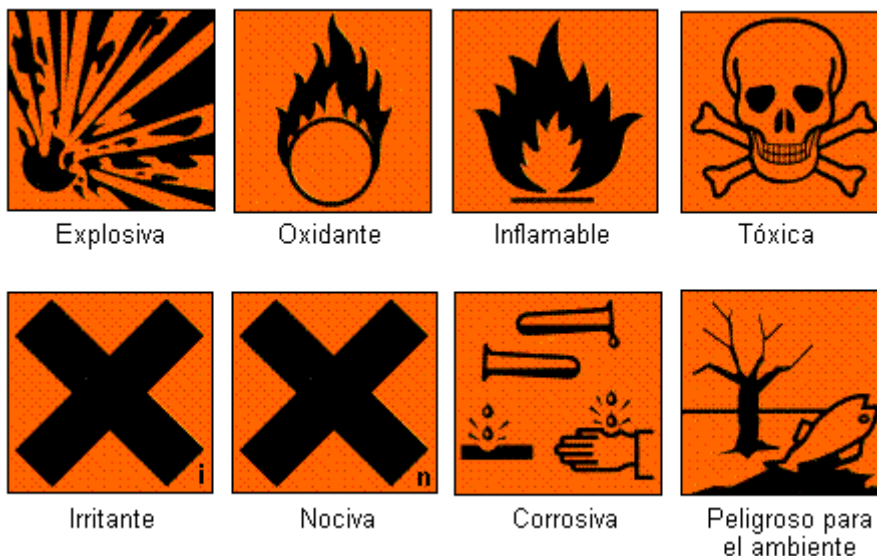
Conviene que el diámetro de la perforación sea un poco inferior a la del tubo que hay que introducir. Si no pasa el tubo por el orificio del tapón se agranda el orificio, poco a poco, con una lima cilíndrica hasta que se pueda introducir el tubo y el cierre sea perfecto.

En el caso de los tapones de caucho no es necesario reblandecerlos, pues el caucho tiene elasticidad. Se perforan igual que los tapones de corcho, pero se taladran mejor si se lubrican los sacabocados con agua o glicerina.

## 10. Disolventes y reactivos

No se debe utilizar un reactivo sin haber leído previamente toda la información contenida en su etiqueta, prestando especial atención a los símbolos de peligrosidad y a las recomendaciones para su correcto manejo (riesgos específicos y consejos de prudencia).

Las etiquetas de disolventes y reactivos contienen una serie de símbolos de peligrosidad de acuerdo con las normas vigentes en la Unión Europea, que deben tenerse en cuenta para el manejo de sustancias.







<b>E Explosivo</b>	Sustancias que pueden explotar espontáneamente. Debe evitarse el calor, fuego, chispas, percusión o fricción.
<b>O Oxidante - Comburente</b>	Sustancias que, en contacto con materiales combustibles, originan una reacción fuertemente exotérmica aumentando el peligro de incendio. Debe evitarse el contacto con sustancias combustibles.
<b>F Inflamable</b>	Sustancias que por acción de una fuente de ignición pueden arder. Deben mantenerse lejos de llamas, chispas y fuentes de calor.
<b>T Tóxica</b>	Sustancias cuya absorción puede tener efectos muy graves e irreversibles para la salud. Deben tomarse medidas especiales para su manejo.
<b>Xi Irritante</b>	Sustancias que, sin llegar a ser corrosivas, pueden provocar inflamaciones de la piel o las mucosas. Debe evitarse el contacto con la piel y los ojos y no inhalarse sus vapores.
<b>Xn Nocivo</b>	Sustancias cuya absorción puede dar lugar a daños agudos o crónicos para la salud. Deben tomarse medidas especiales para su manejo.
<b>C Corrosivo</b>	Sustancias que destruyen los tejidos. Deben tomarse medidas protectoras especiales.

Las etiquetas de los disolventes y reactivos contienen las abreviaturas de unas frases indicativas de los riesgos específicos (frases R) y los consejos de prudencia (frases S). A continuación se especifican algunas de ellas:

- ✓ R-1: Explosivo en estado seco.
- ✓ R-20: Nocivo por inhalación.
- ✓ R-31: Libera gases tóxicos en contacto con ácidos.
- ✓ S-3: Conservar en lugar fresco.
- ✓ S-39: Usar protección para ojos y cara.
- ✓ S-50.1: No mezclar con ácidos.

## 11. Residuos

Según las definiciones comúnmente aceptadas, residuo es cualquier sustancia u objeto del que su poseedor tenga la intención u obligación de desprenderse. La calificación de "peligroso" indica que figura en alguna lista de residuos peligrosos aprobada por organismos oficiales.

Los residuos generados deben ser entregados a un gestor de residuos para su valorización o eliminación.

Los residuos generados en un laboratorio químico suelen ser de pequeña magnitud, pero muy variados y, algunos, peligrosos y tóxicos. Se deben caracterizar e identificar correctamente para evitar riesgos debidos a manipulación, transporte o almacenamiento indebido.

La clasificación de los residuos de laboratorio está hecha en función de sus características físico-químicas y se han establecido ocho grupos:

- Grupo I: Residuos halogenados.
- Grupo II: Residuos no halogenados.
- Grupo III: ácidos
- Grupo IV: Bases
- Grupo V: Disoluciones acuosas.
- Grupo VI: Aceites.



- Grupo VII: Sólidos.
- Grupo VIII: Residuos especiales.

Los residuos deben almacenarse en envases adecuados, sólidos y resistentes, herméticos y que no puedan reaccionar o ser atacados de ninguna forma por el residuo.

Los contenedores donde se depositan los residuos deben estar perfectamente etiquetados de acuerdo a la clasificación. No deben acumularse en el laboratorio, sino en una zona específica de almacenamiento.

Algunas sustancias líquidas, como disoluciones de cloruro sódico o lejías comerciales, no resultan peligrosas si están diluidas, por lo que pueden verterse por el fregadero una vez diluidas.

Si se ha producido un derrame en el laboratorio y se ha limpiado con papel absorbente, éste debe ser considerado como residuo y tratarse como tal.

## 12. Error asociado con una medida

Asociados a toda medida experimental existen un error sistemático instrumental y un error aleatorio. Para avanzar en el tratamiento de los datos tomados durante una medida vamos a familiarizarnos con una serie de términos que se utilizan habitualmente en el tratamiento estadístico del error.

### 12.1 Cifras significativas

El número de cifras significativas es el número mínimo de dígitos que se necesitan para expresar científicamente un valor sin que se pierda exactitud. El número 153,8 tiene cuatro cifras significativas dado que puede escribirse en la forma  $1,538 \times 10^2$ , y las cuatro cifras se requieren para expresar totalmente el valor. Si se escribiera  $1,5380 \times 10^2$ , esto significaría que se conoce el valor del dígito situado después del 8, lo cual no es el caso para el número 153,8. Por lo tanto, el número  $1,5380 \times 10^2$  tiene cinco cifras significativas.

El número  $2,603 \times 10^{-6}$  tiene cuatro cifras significativas, puesto que los cuatro dígitos son necesarios. El mismo número podría escribirse 0,000002603 y también tendría solamente cuatro cifras significativas. Los ceros a la izquierda del 2 simplemente ocupan posiciones decimales, no son cifras significativas.

Los ceros son significativos cuando se localizan:

(a) en el medio de un número o (b) al final de un número y a la derecha del punto decimal.

**La última cifra significativa en una cantidad medida tiene siempre una incertidumbre asociada. Por ejemplo, si pesó en una balanza analítica 1,3112 g el dígito 2 es significativo pues el error de la medida es 0,0001 g.**

### 12.2 Precisión

La precisión es una medida de la reproducibilidad de los resultados; es decir, la concordancia entre los valores numéricos de dos o más medidas que se han realizado exactamente de la misma forma.

Habitualmente se utilizan tres términos para describir la precisión de un conjunto de datos de replicados: la *desviación estándar*, la *varianza* y el *coeficiente de variación*.



### 12.3 Exactitud

La exactitud describe si el resultado experimental es el correcto. Se refiere a qué tan cercano del valor "real" se encuentra un valor medido.

La exactitud se expresa en términos de errores absolutos y relativos. El error absoluto es una expresión del margen de incerteza asociada a una medición. El **error absoluto**  $E_a$  de la media (o promedio) del análisis de un pequeño conjunto de replicados se expresa mediante la relación:

$$E_a = \bar{X} - X_t$$

Donde  $X_t$  es el valor aceptado (como verdadero) de la cantidad medida.

El **error relativo** es una expresión que compara la magnitud de la incertidumbre con la magnitud de la medición que le corresponde

$$\text{Error Relativo} = \frac{\text{Error Absoluto}}{\text{Cantidad Medida}}$$

El error relativo, evidentemente, es una magnitud adimensionada, sin unidades.

El **Error Porcentual** es el producto del error relativo por 100:

$$\text{Error Porcentual} = \text{Error Relativo} \times 100$$

### 12.4 Tipos de errores

Nosotros nos encontramos con dos tipos de errores, **errores aleatorios o indeterminados** ( $E_r$ ) y **errores sistemáticos o determinados** ( $E_s$ ). El error en la medida de un conjunto de replicados es la suma de estos dos tipos de errores:

$$E_a = E_r + E_s$$

#### 12.4.1 Errores aleatorios

Siempre que en una misma muestra se repiten las medidas analíticas, se obtiene una dispersión de los datos debido a la presencia de errores aleatorios o indeterminados; dicho de otra forma, la presencia de errores aleatorios se refleja en la imprecisión de los datos; es decir, el error aleatorio afecta principalmente a la precisión (reproducibilidad) de un resultado.

Los estadísticos normalmente utilizan  $\mu$  para representar la media de una colección infinita de datos y  $\bar{x}$  para la media de un conjunto pequeño de replicados. El error aleatorio  $E_r$  de la media para un conjunto pequeño viene dado por:

$$E_r = \bar{X} - \mu$$

La media para un conjunto finito de datos se acerca rápidamente a la media verdadera cuando el número de medidas  $N$  aumenta por encima de 20 o 30. La naturaleza aleatoria de los errores indeterminados hace posible tratarlos por métodos estadísticos.

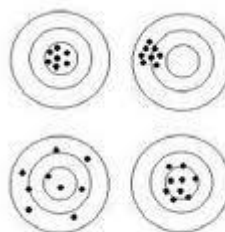


### 12.4.2 Errores sistemáticos. Sesgo

Los errores sistemáticos tienen un valor definido, tienen una causa asignable y son del mismo signo y magnitud para todos aquellos replicados que se analizan de la misma forma. Un error sistemático se puede detectar y corregir. Los errores sistemáticos llevan a un **sesgo** de la técnica de medida, es decir, afectan de manera primordial la exactitud (cercanía al valor “real”). Los errores sistemáticos pueden ser: *instrumentales, personales y del método*.

En síntesis, los errores aleatorios (indeterminados) afectan a la precisión (reproducibilidad) de un resultado, mientras que los errores sistemáticos (determinados) afectan a la exactitud (proximidad al valor "verdadero"). Como ejemplo podemos ver el resultado de 4 personas al tiro al blanco en la Figura 6.

- a) Exacto y Preciso
- b) Preciso pero no exacto



- c) Ni exacto ni preciso
- d) Exacto pero no preciso

**Figura 6.** Resultado del tiro al blanco para cuatro personas distintas [(a) a (d)] ejemplificando los conceptos de precisión y exactitud.

### 12.5 Tratamiento estadístico de los errores aleatorios

El tratamiento estadístico de los errores se aplica a los errores aleatorios; se supone que cualquier error sistemático fue detectado y corregido antes. Muchos factores contribuyen al error aleatorio, pero ninguno puede identificarse o medirse con certeza ya que individualmente son tan pequeños que no pueden detectarse. Sin embargo, el efecto acumulativo de cada uno ocasiona que los datos de una serie de mediciones repetidas fluctúen al azar alrededor de un valor medio. Entonces, si se hace un número suficientemente grande de mediciones se podría esperar una distribución para estos datos.

Empíricamente se ha encontrado que la distribución de los datos repetidos en la mayoría de los análisis cuantitativos se asemeja al perfil de una campana, siempre y cuando las fluctuaciones sean aleatorias. A esta gráfica se le conoce como curva de Gauss (gaussiana) o curva normal de error, volveremos más adelante sobre el tema.

Estos datos aleatoriamente distribuidos se analizan convenientemente mediante técnicas estadísticas. En el tratamiento estadístico de datos se asume que el grupo de resultados experimentales obtenidos en el laboratorio es una fracción diminuta del número infinito de resultados que podrían obtenerse, en principio, si se dispusiera de un tiempo infinito y de una cantidad de muestra infinita. A este grupo de datos se lo llama *muestra* y se la considera como un subconjunto de una *población* infinita. Las leyes estadísticas sólo se pueden aplicar estrictamente a poblaciones; cuando estas leyes se aplican a una muestra de datos de laboratorio, se tiene que asumir que la muestra es verdaderamente representativa de la población.