

## QUÍMICA DEL ESTADO SÓLIDO BANCO DE PRÁCTICAS

**ESTE MANUAL SE CONSTITUYE EN DOS PARTES:**

**LA PRIMERA CONSTA DE PRÁCTICAS QUE SE PUEDEN REALIZAR EN UNA O DOS SESIONES DE LABORATORIO, LA SEGUNDA PARTE DESARROLLA EXPERIMENTOS EN FORMA DE PROYECTO QUE REQUIERE VARIAS ETAPAS Y POR LO MISMO VARIAS SESIONES DE TRABAJO EN EL LABORATORIO**

### **I PARTE**

Reconocimiento de minerales a través de sus propiedades físicas.

María A. Castellanos Román, María del Pilar Gutiérrez Amador y Carlos Rodríguez Way.

Crecimiento de monocristales

María A. Castellanos Román, Patricia Quintana Owen y María del Pilar Gutiérrez Amador.

Morfología de un cristal

María A. Castellanos Román, María del Pilar Gutiérrez Amador y César Shimizu Durán.

Preparación de vidrios de colores

Margarita Chávez Martínez y Mercedes Meijueiro Morosini.

Análisis de sodio en Vidrios

Mercedes Meijueiro Morosini.

Vidrio. Reciclando vidrio de desecho

Ma. de Lourdes Chávez García

Construcción de modelos de estructuras cristalinas

María A. Castellanos Román y María del Pilar Gutiérrez Amador.

Reacciones Químicas en Estado Sólido

María A. Castellanos Román y María del Pilar Gutiérrez Amador.

Propiedades Físicas de una Arcilla

Margarita Chávez Martínez y Mercedes Meijueiro Morosini

Preparación de una pasta cerámica para la fabricación de crisoles

María del Pilar Gutiérrez Amador, María A. Castellanos Román y Patricia Quintana Owen

Piezas Cerámicas

Mercedes Meijueiro Morosini

Procesos en la producción de un cuerpo cerámico

Liberto de Pablo Galán

Síntesis de un material luminiscente por el método de coprecipitación

María A. Castellanos Román, Carlos Rodríguez Way y Beatriz Gómez Looh.

Síntesis de BaTiO<sub>3</sub> por el método sol-gel

María A. Castellanos Román, Marina Vega González y María del Pilar Gutiérrez Amador.

Reacción de intercalación de iones bromuro en grafito.

María A. Castellanos Román, Greys Vega Flores y María del Pilar Gutiérrez Amador.

Reacción de intercalación iones litio en pentóxido de vanadio.

María A. Castellanos Román y María del Pilar Gutiérrez Amador.

Reacción de intercalación de protones en óxido túngstico.

María A. Castellanos Román y María del Pilar Gutiérrez Amador.

Síntesis de un material superconductor

María A. Castellanos Román, Isaías Alcalde Segundo y María del Pilar Gutiérrez Amador.

Pigmentos

Mercedes Meijueiro Morosini

Sólidos en sólidos

Ma. de Lourdes Chávez García

Pruebas específicas en muestras de cemento

Liberto de Pablo Galán

Difracción de rayos X de polvos

María A. Castellanos Román y María del Pilar Gutiérrez Amador.

Microscopía electrónica.

María del Pilar Gutiérrez Amador y María A. Castellanos Román.

Análisis Térmico Diferencial y Análisis Térmico Gravimétrico.

María del Pilar Gutiérrez Amador y María A. Castellanos Román.

Microscopía electrónica de barrido y Microscopía electrónica de transmisión

María del Pilar Gutiérrez Amador y María A. Castellanos R.

Análisis Termogravimétrico y Análisis Térmico Diferencial

María del Pilar Gutiérrez Amador y María A. Castellanos R.

## II PARTE

Estudio de fluoruros dobles de potasio y cobalto (II), potasio y cobre (II) y potasio y zinc.

Cira Piña Pérez

Estudio de un tetrayoduro de mercurio y cobre

Cira Piña Pérez

Estudio de un aluminato de cobalto

Cira Piña Pérez

Estudio de un óxido 123 de ytrio, bario y cobre

Cira Piña Pérez

Estudio de Películas conductoras en placas de vidrio

Cira Piña Pérez

Preparación de una vitro cerámica de  $(\text{Fe,Ca})\text{SiO}_3$

Ma. de Lourdes Chávez García

Granates de  $\text{Y}_x\text{Gd}_{3-x}\text{Fe}_5\text{O}_{12}$

Ma. de Lourdes Chávez García

Catalizador de níquel  
Liberto de Pablo Galán

## RECONOCIMIENTO DE MINERALES A TRAVÉS DE SUS PROPIEDADES FÍSICAS

### PROBLEMA

Reconocer qué tipo de minerales le han sido asignados realizando las diferentes pruebas que se indican en el procedimiento.

SUBSTANCIAS	MATERIAL	EQUIPO
Colección de minerales	Navajas de un filo	Lámpara de luz UV (que incluya fuente de poder y filtros, con $\lambda=254\text{nm}$ (corta) y $\lambda=365\text{nm}$ (larga) y de $400/600\text{ mW/cm}^2$ de intensidad)
	Placas de porcelana sin vidriado	
	Martillo	
	Espátula	

### Recomendaciones

- Se recomienda llevar a cabo cuando menos 5 de las 8 pruebas propuestas en el guión para asegurar una buena identificación de los minerales.
- Cuando se utilice la luz UV se debe evitar mirar directamente la fuente de luz.

### PROCEDIMIENTO

1. El profesor hará una presentación previa de una colección de minerales y una breve introducción a las diferentes pruebas físicas. Las tablas de clasificación para cada una de las pruebas a realizar se anexan al final de este guión.
2. **Pruebas:**
  - 2.1 Aspecto físico.- Observe la morfología del mineral tomando como base la tabla 1 y clasifíquelo de acuerdo a las características que presenta.
  - 2.2 Fusibilidad.(Método de Kobell)- Tome una pequeña muestra del mineral y realice las pruebas indicadas en la tabla 2. Anote sus observaciones.
  - 2.3 Color de la raya.- Raye la superficie del mineral con una navaja o lima y observe el color del polvillo que se desprende en la raspadura. Si el mineral es muy duro, raye con el mineral la superficie de un trozo de porcelana sin vidriar y observe el color de la raya.
  - 2.4 Lustre.- Observe el grado en el que la luz se refleja sobre la superficie del mineral y clasifíquelo de acuerdo a las tablas 3 y 4.
  - 2.5 Tenacidad.- Observe la resistencia que oponen los átomos del mineral para separarse bajo una acción mecánica mediante las pruebas de la tabla 5.
  - 2.6 Fractura.- Aplique un golpe seco al mineral y observe los fragmentos obtenidos. Diga si se trata de fractura (pedazos informes) o exfoliación (superficies planas paralelas a las caras cristalográficas). Clasifique el mineral de acuerdo a la tabla 6.
  - 2.7 Dureza.- Observe la resistencia que ofrece la superficie del mineral a la abrasión y el rayado según se indica en la tabla 7.
  - 2.8 Iluminación con luz UV.- Ilumine el mineral con luz ultravioleta de onda larga y corta y registre sus observaciones.
3. Concentre todos los resultados de las pruebas anteriores en una tabla general que contenga todos los minerales que le han sido asignados.
4. Consulte la tabla general de resultados con su profesor, para identificar los minerales.

## CUESTIONARIO

1. Ilustre y describa el aspecto físico de cada una de sus muestras.
2. Indique si sus muestras son opacas, transparentes o traslúcidas.
3. Defina los siguientes conceptos: mineral, roca, mena y yacimiento. (dos puntos)
4. Dibuje, para cada muestra, las formas que quedan expuestas por la fractura o exfoliación.
5. Cuando las muestras son iluminadas por la luz UV: a) ¿Fluorescen?, b) ¿Fosforescen?, c) ¿en longitud de onda larga?, d) ¿en longitud de onda corta?, e) ¿qué color presentan?, f) ¿existe alguna diferencia al observar las muestras con luz visible y con luz UV? (dos puntos)
6. Elabore una tabla que contenga el nombre de los minerales asignados y los resultados de las pruebas realizadas, en el siguiente orden: aspecto físico, color, dureza, fractura, tenacidad, lustre, color de la raya y efecto de la luz UV.
7. De los minerales identificados, distinga cuáles están en forma pura y cuáles son una mezcla de fases.
8. Anote los nombres y las fórmulas de cada uno de los minerales identificados.

## TABLAS

**Tabla 1.- Morfología del mineral**

<b>Granudo</b>	Agregados de pequeños cristales en forma de granos de mayor o menor tamaño
<b>Fibroso</b>	Agregados de cristales finos y largos acomodados paralelamente
<b>Laminar</b>	Minerales de amplias placas exfoliables o por lo menos separables
<b>Micáceo</b>	Agregados de pequeñas plaquetas fácilmente separables
<b>Espático</b>	Minerales de exfoliación amplia en determinadas direcciones, produciéndose superficies brillantes o nacaradas
<b>Dendrítico</b>	Mineral infiltrado por grietas o porosidades de otro, ofreciendo formas arborescentes o ramificadas
<b>Arriñonado</b>	Formas globulares o mamelonares
<b>Testáceo</b>	Aspecto de formas globulares o mamelonares con convoluciones muy amplias
<b>Deleznable</b>	Mineral sin brillo, sin cristalizaciones, terroso y muy parecido a masas de barro seco.

**Fusibilidad.-** Es la mayor o menor facilidad que posee un mineral para alcanzar la fusión o estado de libertad de las partículas, de sus posiciones en la red.

**Tabla 2.- Escala de fusibilidad según Kobell.**

Número	Característica del mineral	Temperatura (°C)
1	Funde fácilmente a la llama de una vela	500
2	En pequeños fragmentos funde fácilmente a la llama de un mechero Bunsen	800
3	Infusible a la llama del mechero Bunsen pero fácilmente fusible a la llama de un soplete	1000
4	Un trozo puntiagudo funde fácilmente a la llama del soplete	1200
5	Las aristas de bordes o fragmentos se redondean con dificultad a la llama del soplete	1300
6	Los extremos finos de astillas se redondean con dificultad a la llama del soplete	1400
7	Infusible a la llama del soplete	1700

**Tabla 3.- Clases de lustre.**

Tipo de lustre	Características
<b>Metálico</b>	No transmite luz alguna en los bordes de astillas delgadas. Índice de refracción 2.5
<b>Adamantino</b>	Alto índice de refracción asociado con densidad y dureza relativamente grande. Índice de refracción entre 1.9 y 1.5
<b>Vítreo</b>	Son los minerales más comunes, reflejan la luz con toda la superficie. Índice de refracción entre 1.3 y 1.8

<b>Resinoso</b>	Lustre de las resinas amarillas
<b>Grasoso</b>	Lustre de vidrio aceitoso
<b>Perlino</b>	Se muestra en los minerales laminados como el talco, que tienen una exfoliación perfecta. Pueden estar parcialmente separados en capas sucesivas, como en el plano básico de la apofilita
<b>Sedoso</b>	Como de seda. Es el resultado de una estructura fibrosa

**Tabla 4.- Grados de intensidad del lustre**

1	<b>Esplendente</b>	Refleja con brillantez y da imágenes bien definidas
2	<b>Resplandeciente</b>	produce imagen por reflexión, no bien definida
3	<b>Centelleante</b>	Reflexión general de la superficie, pero sin imagen
4	<b>Destelleante</b>	Reflexión imperfecta y aparentemente de puntos sobre la superficie
5	<b>Mate</b>	Carece totalmente de lustre

**Tabla 5.- Clases de Tenacidad**

<b>Frágil o quebradizo</b>	Al golpear el mineral con un martillo sobre un yunque, se rompe en fragmentos mas o menos pequeños, pudiendo convertirse en polvo
<b>Séctil</b>	Puede cortarse mediante una hoja de cuchillo y da lugar a virutas
<b>Maleable</b>	Puede reducirse a láminas delgadas sin romperse
<b>Dúctil</b>	Puede reducirse a hilos delgadísimos
<b>Flexible</b>	Puede doblarse sin romperse y queda doblado después de retirar el esfuerzo
<b>Elástico</b>	Se presenta en forma laminar o pueden separarse láminas delgadas de él. Las láminas se pueden plegar y recuperan su configuración inicial al retirar el esfuerzo

**Tabla 6.- Tipos de fractura**

<b>Concoidal</b>	Se rompe con cavidades curvadas mas o menos profundas
<b>Plana</b>	La superficie de fractura, aunque áspera, con pequeñas protuberancias y depresiones, aún se aproxima a una superficie plana
<b>Desigual</b>	La superficie de fractura es áspera y enteramente irregular
<b>Mellada</b>	Cuando las protuberancias son agudas o serradas
<b>Terrosa</b>	El carácter de esta fractura no es necesario describirla. Ejemplos: caliza, caolín, ópalo, etc.
<b>Astillada</b>	Presenta una superficie con salientes que le dan una aspereza semejante a la de las astillas que se forman cuando una pieza de madera se rompe en sentido transversal a su hilo
<b>Ganchuda</b>	La superficie se halla erizada de ganchos como en algunos ejemplares de cobre nativo

**Tabla 7.- Grados de dureza. Escala empírica. (Mottana, et. al., 1977)**

	<b>Dureza</b>	Característica
1	<b>Blandísimo</b>	Se puede rayar con la uña. Dureza 1-2
2	<b>Blando</b>	Apenas se puede rayar con un alambre de cobre o una moneda. Dureza 2-3
3	<b>Semiduro</b>	Se raya fácilmente con un cortaplumas. Dureza 3.5-4.5
4	<b>Duro</b>	Se puede rayar difícilmente con un cortaplumas o navaja de acero. Dureza 5-6.5
5	<b>Durísimo</b>	Difícilmente se puede rayar con una lámina de acero

## APLICACIONES

Sugiera aplicaciones del conjunto de pruebas aquí descritas.

## CRECIMIENTO DE MONOCRISTALES

### PROBLEMA

Establecer las condiciones para obtener un monocristal con un volumen mínimo promedio de  $1\text{cm}^3$ , por el método de evaporación del disolvente.

SUBSTANCIAS	MATERIAL	EQUIPO
Clorato de sodio	1 vaso de precipitados de 250 ml	1 parrilla de agitación magnética
Dicromato de potasio	1 vaso de precipitados de 100 ml	1 barra magnética
Nitrato de sodio	1 vidrio de reloj	1 balanza
Nitrato de potasio	1 varilla de vidrio	
Sal de la Rochelle	1 embudo de tallo largo	
Acetato cúprico monohidratado	Cinta adhesiva	
Sulfato de níquel heptahidratado	Parafilm	
Alumbre	Espátula	
Nitrato de plomo	Papel filtro	
Cloruro de sodio		
Hexacianoferrato (II) de potasio		
Hexacianoferrato (III) de potasio		
Sulfato de cobre pentahidratado		
Agua		

### RECOMENDACIONES

- Mantenga la solución a temperatura ambiente, sin movimiento y libre de polvo.
- Tenga cuidado de que el recipiente de crecimiento esté muy limpio .
- Favorezca la evaporación parcial del disolvente.
- Utilice los guantes o pinzas para manipular los monocristales, no los toque con las manos.
- Para favorecer el reciclaje de los reactivos utilizados, deposite los licores madre previamente evaporados en frascos de recolección y recristalice la sustancia utilizada.

### PROCEDIMIENTO

1. Determine la solubilidad de la sustancia asignada, en 100 ml de agua destilada a temperatura ambiente.
2. Inicie disolviendo la cantidad de sustancia indicada por el profesor y pese cada vez con una precisión de 0.1g.
3. Deje reposar la solución (por lo menos 24 horas) permitiendo la evaporación lenta para favorecer la formación de las semillas.
4. Seleccione la semilla con ayuda del microscopio y suspéndala en el seno de una disolución que permita el crecimiento del monocristal.

## CUESTIONARIO

1. Para la muestra problema asignada, escriba el nombre, la fórmula química, la temperatura y el valor de la solubilidad máxima que determinó.
2. ¿Qué observaciones le permitieron determinar la saturación de la solución?
3. ¿Qué criterio utilizó para seleccionar la semilla?
4. ¿Cómo favoreció la formación de un monocristal y no de aglomerados?
5. ¿Por qué piensa que le sugerimos mantener la temperatura constante?
6. Dibuje los cambios que vaya observando en las formas geométricas y en el tamaño aproximado durante el crecimiento de su monocristal en función del tiempo.
7. ¿Fue necesario repetir el experimento? ¿Por qué?
8. Describa con un dibujo la geometría final del monocristal obtenido.
9. Anote los datos que se le solicitan en la siguiente tabla. (2 puntos)

**Tabla Análisis de simetría del monocristal obtenido**

No. de ejes de simetría	No. de planos de simetría	No. de centros de simetría	Sistema Cristalino

## APLICACIONES

Describa dos procesos industriales que involucren técnicas de cristalización.

## MORFOLOGÍA DE UN CRISTAL

### PROBLEMA

Inferir el sistema cristalino de los modelos proporcionados y comprobar la ley de Steno de la constancia de los ángulos.

<b>MATERIAL</b>
Transportador
Pegamento
Tijeras
Papel caple

### PROCEDIMIENTO

1. Construya los modelos asignados.
2. Identifique las diferentes formas de las caras de los modelos.
3. Mida los ángulos interfaciales.
4. Encuentre los ejes de simetría, los planos de simetría y el centro de inversión en cada modelo.

### CUESTIONARIO

1. Enuncie la ley de Steno de la constancia de los ángulos.
2. Identifique y dibuje el polígono correspondiente de cada una de las caras distintas del modelo.
3. Observe el modelo y llene la Tabla 1. (3 puntos)
4. Estudie el modelo y llene la Tabla 2. (3 puntos)
5. Haga un esquema de cada modelo representando los ejes de simetría. Utilice la notación gráfica para indicar el orden de cada eje de simetría presente en ese modelo.
6. Haga los esquemas necesarios para indicar todos los planos de simetría encontrados en cada uno de los modelos.

Tabla 1. Forma externa

Modelo No.	No. de polígonos identificados	No. total de caras	Valores de los ángulos diedrales

Tabla 2. Análisis de Simetría

Modelo No.	Ejes de simetría	Planos de simetría	Centro de inversión	Sistema cristalino

## **APLICACIONES**

¿Cuáles serían las aplicaciones más importantes derivadas de esta práctica?

## PREPARACION DE VIDRIOS DE COLORES

### PROBLEMA

¿Cuáles son los factores que afectan el color en los vidrios?

### REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO

Balanza  
Vidrios de reloj  
Espátula  
Mortero  
Crisoles  
Muflas  
Guantes  
Lentes de protección  
Pinzas para mufla

$\text{Na}_2\text{CO}_3$   
 $\text{H}_3\text{BO}_3$   
 $\text{MnO}_2$   
 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$   
 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

### PROCEDIMIENTO

1. Pesar las cantidades señaladas en el Cuadro No. 1, para cada tipo de vidrio, moler y mezclar en un mortero.
2. Colocar la mezcla en un crisol. Llevar el crisol a la mufla a  $650^\circ$  una hora.
3. Posteriormente elevar la temperatura a  $900^\circ\text{C}$ . Cuando la mezcla esté perfectamente fluida sacar el crisol de la mufla y vaciar el líquido viscoso sobre una placa de metal.

**Cuadro N°. 1**

VIDRIO	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ (g)	$\text{H}_3\text{BO}_3$	$\text{MnO}_2$ (g)	
A	0.5	4.67	0.07	
B	1.0	4.67	0.07	
C	1.67	4.67	0.07	
VIDRIO	$\text{Na}_2\text{CO}_3$ (g)	$\text{H}_3\text{BO}_3$	$\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (g)	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (g)
D	1.0	4.67	----	0.03
E	1.0	----	5.33	0.03

**MEDIDAS DE SEGURIDAD:** Para efectuar el procedimiento en la mufla deberá de realizarse con protección de guantes, lentes de protección y cubriéndose con bata de algodón abrochada. Previamente deberá colocarse a un lado de la mufla un piso de ladrillo refractario y arriba de éste la placa de metal.

### CUESTIONARIO

- 1.- ¿A qué se debe el color en los vidrios?.
- 2.- ¿Es posible obtener vidrios sin sílice?.
- 3.- De la composición de cada vidrio formado, indique cuáles de los vidrios tendrán propiedades básicas o ácidas y qué compuestos les dan estas propiedades.
- 4.- ¿A qué se deben las tonalidades diferentes que presentan los vidrios obtenidos?

5.- Qué sucedería con el color en estos vidrios si se cambia:

(a) el elemento que imparte el color por otro

(b) el  $\text{H}_3\text{BO}_3$  ó el  $\text{NH}_4 \text{H}_2\text{PO}_4$  por  $\text{SiO}_2$

6.- Determine para cada ion metálico el número de coordinación sabiendo que generalmente es 6 en vidrios ácidos y 4 en vidrios básicos.

La mayoría de los metales de transición pueden existir en más de un estado de valencia, por ejemplo:  $\text{Cu}^+$  o  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  o  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$  o  $\text{Cr}^{6+}$ .

7.- ¿ Podría haber un estado de equilibrio entre los estados de oxidación cuando el ión metálico se disuelve en el vidrio ?

Los colores de los elementos en los diferentes estados de oxidación son distintos, así que cualquier cambio en el equilibrio cambiará el color. Por lo que en términos generales, mientras más básica sea la composición del vidrio, mayor será la proporción del elemento en el estado de oxidación mayor.

8.- De los vidrios obtenidos que contienen  $\text{MnO}_2$  y  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  las tonalidades que presentan estarán relacionadas a un cambio de los estados de oxidación.

9.- ¿ Cuáles serán los posibles estados de oxidación en estos vidrios ? Complete el cuadro

## ANÁLISIS DE SODIO EN VIDRIOS

### PROBLEMA

Se tienen tres muestras de vidrios A, B, C  
Se analiza la cantidad de sodio en cada una

### REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO:

Diferentes muestras de vidrio  
Molino  
Mortero  
Lentes de seguridad  
Vasos de precipitados  
Matraz volumétrico  
Balanza  
Espátula  
Flamómetro  
Baño María  
Parrilla de calentamiento

Agua destilada  
HCl 0.01 N  
NaCl

### PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

Se pesa 1 g de cada muestra  
(previamente molida y pesada por malla 250)

Se colocan las muestras en un vaso de precipitados, se agrega a cada uno 50 ml de HCl 0.01N, se tapan los vasos y se colocan a baño maría durante una hora a 70°C.

Si se presenta turbidez se filtra la muestra.

Se determina la cantidad de sodio en la solución, por medio del flamómetro

### CUESTIONARIO

¿Por la cantidad de sodio presente en las muestras A, B, C; indique a ¿qué tipo de vidrio corresponden?

¿Qué es un formador, un conformador y un modificador de estructura de vidrio?

## VIDRIO

### PROBLEMA

¿Reciclando vidrio de desecho?

### SUSTANCIAS, MATERIAL Y EQUIPO

$\text{CaCO}_3$

$\text{MnO}_2$

$\text{Na}_2\text{SiO}_3$

Vidrio de desecho: de botella, de ventana, otros

Molino, tamices, 0.16mm, lentes protectores, crisoles de porcelana, guantes de asbesto, pinzas para crisoles, Horno a 1000°C

### I. SÍNTESIS

El desecho de vidrio se muele en molino, a diferentes tamaños de partícula. Se separan los diferentes tamaños de partícula, por medio de los tamices (0.16 a 0.4mm).

El polvo de vidrio se mezcla con (3% en peso)  $\text{CaCO}_3$  ó (3 a 10% en peso)  $\text{MnO}_2$  ó (hasta 50% en forma de gotas de solución) ó  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  y/o (30% peso) agua y se homogeniza, de la forma siguiente:

Mezclas de vidrio con  $\text{CaCO}_3$  con agua y sin agua, se calientan desde temperatura ambiente hasta un intervalo de temperatura de 730 a 830°C, a 5°C/min, enfriándose dentro del horno.

Mezclas de vidrio con  $\text{MnO}_2$  con agua y sin agua, se calientan desde temperatura ambiente hasta un intervalo de temperatura de 830 a 930°C, a 5°C/min, enfriándose dentro del horno.

Mezclas de vidrio con  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  con agua y sin agua, se calientan desde temperatura ambiente hasta 800°C, a 5°C/min, por uno cuantos minutos, enfriándose dentro del horno.

Mezclas de vidrio preparadas con agua, se llenan pequeños moldes, para ser sometidos a temperaturas altas después de reposar la mezcla 24 h.

¿Qué características presentan las mezclas preparadas con y sin agua? ¿Qué ventajas presenta una respecto a la otra?

¿Qué se observa después de reaccionar las mezclas con temperatura?

¿Qué papel juegan los reactivos adicionados al vidrio?

¿Hay alguna diferencia si se usan partículas de menor o de mayor tamaño?

### II. CARACTERIZACIÓN

¿Qué cambios se observan?

¿Qué pruebas piensa desarrollar?

### III. ESTRUCTURA

¿Qué cambios estructurales hay y a qué se atribuyen?

### IV. PROPIEDADES

¿Observando las reacciones ¿qué propiedades se pueden derivar?

¿Vale la pena reciclar el vidrio de desecho?

### V. APLICACIONES

¿Qué aplicaciones propone y como puede probarlas?

## CONSTRUCCIÓN DE MODELOS DE ESTRUCTURAS CRISTALINAS

### PROBLEMA

Comprender una estructura cristalina en tres dimensiones y describirla de acuerdo a los diferentes modelos de representación de las estructuras cristalinas.

MATERIAL
Esferas de poliestireno de diferentes tamaños
Pegamento
Tijeras
Palitos de madera
Pinturas de agua
Pistola de Silicón
Cartulina

### PROCEDIMIENTO

Construya una estructura cristalina del compuesto asignado según los modelos: a) de esferas y barras, b) poliedrales y c) empaquetamiento compacto.

### CUESTIONARIO

1. Dibuje la estructura asignada en una proyección en planta (utilice una escala de  $2 \text{ cm} = 1 \text{ \AA}$ ).
2. Anote las coordenadas fraccionarias de los átomos involucrados en la estructura.
3. a) Anote el número de coordinación de cada una de las especies químicas involucradas.  
b) ¿Qué poliedro tiene asociado cada una de las especies químicas según su número de coordinación?  
c) ¿Cómo están unidos los poliedros?
4. ¿La estructura está eléctricamente neutra?
5. Determine el número de unidades formulares por celda (Z) del compuesto.
6. Calcule la densidad teórica del compuesto y compárela con los datos reportados en la literatura.
7. ¿Cuál de los diferentes modelos de representación cree usted que es el más descriptivo para su compuesto?
8. Explique una desventaja de cada uno de los diferentes modelos de representación.
9. Explique una ventaja de cada uno de los diferentes modelos de representación.
10. Anote la fórmula, el nombre químico y el nombre trivial del compuesto asignado.

### APLICACIONES

Mencione aplicaciones del compuesto asignado para la construcción del modelo.

## REACCIONES QUÍMICAS EN ESTADO SÓLIDO

### PROBLEMA

Aprender la metodología para el desarrollo de reacciones químicas en estado sólido.

SUBSTANCIAS	MATERIAL	EQUIPO
BaCO <sub>3</sub>	Morteros de agata o de cerámica	1 Horno
CaCO <sub>3</sub>	Crisoles de cerámica o de alúmina	1 balanza
SrCO <sub>3</sub>	Vidrio de reloj	
TiO <sub>2</sub>	Espátula	
Acetona	Guantes de asbesto	
	Pinzas para crisol	

### RECOMENDACIONES

- Use guantes de asbesto y pinzas para manipular las muestras dentro del horno.
- Recuerde al sacar la muestra del horno que debe colocarla sobre una superficie refractaria.

### PROCEDIMIENTO

1. Pese las cantidades estequiométricas necesarias de los reactantes disponibles, para obtener 2g de los siguientes compuestos: CaTiO<sub>3</sub>, BaTiO<sub>3</sub> y SrTiO<sub>3</sub>.
2. Mezcle y muele los constituyentes de la reacción utilizando acetona durante la molienda y una vez terminado el proceso deje evaporar completamente la acetona.
3. Descarbonata la mezcla durante una hora a 650°C.
4. Muela el producto en frío y complete la reacción hasta 1050°C durante dos horas.
5. Envíe a difracción de rayos X para su caracterización, una muestra representativa del producto obtenido.
6. Utilice el Manual Alfabético de difracción de rayos X para identificar el producto de la reacción.

### CUESTIONARIO

1. ¿Cuál es el mecanismo general por el cual procede una reacción química en estado sólido?
2. Escriba la ecuación que representa la reacción química que usted realizó.
3. Anote los cálculos realizados para saber las cantidades que debe pesar de cada reactivo.
4. ¿Por qué la molienda de los reactivos favorece la rapidez de una reacción química en estado sólido?
5. ¿Cuál es el propósito de utilizar acetona durante la molienda?
6. ¿Por qué se debe evaporar completamente la acetona?
7. Dibuje la estructura cristalina del producto obtenido e indique el número de coordinación de cada uno de los iones.
8. ¿Por qué la elevación de la temperatura es indispensable en la realización de una reacción química en estado sólido?
9. ¿Qué fases cristalinas esperaría usted encontrar en un difractograma después del tratamiento térmico a 650°C?
10. ¿Cuáles son las fases presentes en su producto de reacción?

### APLICACIONES

La producción industrial de cemento se basa en reacciones químicas en estado sólido, anote otros ejemplos.

## PRUEBAS FÍSICAS DE UNA ARCILLA

**PROBLEMA:** ¿Qué propiedades físicas pueden relacionarse con las determinaciones de las pruebas físicas de Plasticidad, Dilatación, Grado de Expansión y color de quemado de una arcilla.

REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO:

Molino  
Mortero  
Tamices (números: 8, 20,40, 60, 80, 100, 150 y 200)  
Estufa  
Microscopio óptico  
Lentes de protección y cubre boca  
Placa metálica

Arcillas de diferentes procedencias

### I. PROCEDIMIENTO:

Pesar una muestra 200g de una arcilla en bruto. Triturar y después moler hasta obtener un polvo fino. Tamizar con mallas de los números 8, 20, 40, 60, 80, 100, 150 y 200, utilizando agua en cantidad necesaria. Secar a temperatura ambiente cada una de las fracciones obtenidas de cada malla, después secar a la estufa. Pesar cada una de estas fracciones para obtener el rendimiento. Tomar una pequeña cantidad de cada fracción y observar en el microscopio óptico. En el cuadro No.1 escriba el peso y rendimiento obtenidos. Reporte el peso perdido y la región del yacimiento también.

**Cuadro No.1**

Número de malla	Peso obtenido (g) Vía	Rendimiento

Peso perdido: \_\_\_\_\_g.

Yacimiento (lugar o región): \_\_\_\_\_.

**Cuadro No. 2.**

Tipo de arcilla(lugar o región)	peso en (g)	Cantidad de agua (ml)

**Determinación de Dilatación.** Fabricar una barra cilíndrica de arcilla de 10 cm de largo y de 1 a 2 cm de diámetro. Pesar y secar a temperatura ambiente, medir la contracción de la barra y determinar el peso después de haber transcurrido 24 horas. Posteriormente llevar al horno a 1050°C, volver a medir y a pesar. Obtener el porcentaje de dilatación, así como la diferencia de pesos. Repórtelo en el cuadro No. 3.

**Cuadro No.3.**

Tipo de arcilla	Longitud (cm)			Diámetro (cm)			Peso en (g)		
	Temp. Ambiente (°C)	Después de 24 hrs	Después de 1050° C	Temp. Ambiente (°C)	Después de 24 hrs	Después de 1050° C	Temp. Ambiente (°C)	Después de 24 hrs	Después de 1050° C

**Determinación del Grado de Expansión.** Pesar 50 g de muestra de una arcilla que pasó por la malla 100, colocar en una probeta de 500 ml, añadir el doble de la cantidad de arcilla en agua. Determinar el volumen de agua a las 2 horas, a las 24 horas y a las 48 horas. Determinar el grado de expansión utilizando la fórmula:

$$G.E. = [(V_i - V_f)/V_i] \times 100$$

G.E. = Grado de Expansión

V<sub>i</sub> = volumen inicial

V<sub>f</sub> = volumen final

Repórtelo en el cuadro No.4.

**Cuadro No. 4.**

Tipo de arcilla	peso en (g)	Volumen de agua (ml) en probeta			Grado de Expansión
		2 hrs	24 hrs	48 hrs	

**Determinación del Color de Quemado.** Toma una muestra de 1 g de arcilla molida, ponerla en un crisol y llevarla al horno a 1050°C. Observar el color de la arcilla antes de que esta se introduzca al horno y después del tratamiento térmico. Repórtelo en el cuadro No. 5.

**Cuadro No. 5.**

Tipo de arcilla	Color Inicial	Color de Quemado

**MEDIDAS DE SEGURIDAD:**

Durante la trituración y molienda puede proyectarse material, por lo que se deben utilizar lentes de protección y cubre boca, para evitar que los polvos no irriten o lastimen los ojos y no sean inhalados.

Para efectuar el procedimiento cuando utilice la mufla, deberá de realizarse con protección de guantes, lentes de protección y cubriéndose con bata de algodón abrochada. Previamente deberá de colocarse a un lado de la mufla un piso de ladrillo refractario y encima de éste la placa de metal.

### **EXPERIMENTACION ADICIONAL:**

Realice este pequeño ensayo y conteste las siguientes preguntas. Tome cantidades iguales de arcilla separada por las mallas 60, 100 y 200. Mezcle con agua suficiente hasta obtener una masa moldeable de cada una. Mida el agua que se necesitó. Elabore una barrita de cada muestra y divida en tres fracciones cada barra, de tal manera que tenga 3 fracciones de cada una, en total deben ser 9 fracciones. Después de secar a temperatura ambiente y a la estufa a 100°C. Sométalas a diferentes tratamientos térmicos Tres fracciones diferentes a 500°C, otras tres fracciones diferentes a 800°C y otras tres fracciones diferentes a 1050°C. Posteriormente pese cada una, sumérlas en una cantidad conocida de agua durante 5 minutos. Sacar y pesar cada una, puede medir el volumen final del agua también. Organice estos datos y represéntelos en una tabla. Parece sencillo pero concéntrese e intuya lo que resultará de este ensayo, lo cual le apoyará para que usted pueda comprender la importancia que tienen las propiedades físicas en estos tipos de materiales cerámicos.

- 1.- ¿Cuál necesito mayor cantidad de agua?
- 2.- ¿Cuál resultó tener mejor plasticidad?
- 3.- ¿En qué propiedades físicas influirá el tamaño de partícula?
- 4.- ¿Qué propiedades físicas se tendrán con los diferentes tratamientos térmicos.
- 5.- Con los datos obtenidos de la tabla que usted mismo elaboró ¿podría obtener alguna gráfica?, inténtelo, constrúyala y distinga qué propiedad física esta usted determinando.

## PREPARACIÓN DE UNA PASTA CERÁMICA PARA LA FABRICACIÓN DE CRISOLES

### PROBLEMA

Preparar la pasta cerámica adecuada para fabricar crisoles de cerámica que puedan utilizarse a 1000°C.

SUBSTANCIAS	MATERIAL	EQUIPO
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Embudo de tallo largo	1 Horno
Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	Probeta de 100 ml	1 báscula con capacidad de 1 kg
Arcilla	Espátula	
Caolín	Guantes de asbesto	
Talco	Pinzas para crisol	
Agua		

### RECOMENDACIONES

- Use guantes de asbesto y pinzas para manipular las muestras dentro del horno.
- Recuerde al sacar la muestra del horno que debe colocarla sobre una superficie refractaria.

### Procedimiento

1. Prepare una pasta cerámica que contenga 52.5% en peso de arcilla, 25% en peso de caolín y 22.5% en peso de talco. Por cada kg de pasta, agregar 0.5 l de agua y 1 g de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.
2. Haga una curva de calibración (tiempo Vs volumen de silicato de sodio) del defloculante, añadiendo a la barbotina (pasta cerámica) pequeñas cantidades de solución de silicato de sodio en diferentes proporciones. Homogeneizar la barbotina y medir el flujo de un volumen determinado de ésta.
3. Prepare los moldes para vaciar la barbotina y viértala.
4. Permita el engrosamiento de la pared de la pieza ( aproximadamente 2 mm ) y vacíe el exceso.
5. Saque la pieza, déjela secar y llévela al horno.

### CUESTIONARIO

1. Defina los términos: floculante y defloculante. Mencione algunas de estas sustancias que sean muy utilizadas en materiales cerámicos.
2. ¿Cuál es el objetivo de realizar una curva de calibración para el defloculante?
3. ¿Porqué es importante conocer la composición de una pasta cerámica?
4. ¿Cuánta arcilla, caolín y talco debe pesar para preparar 1 kg de la pasta cerámica indicada?
5. Una vez preparada la pasta cerámica de acuerdo a las indicaciones, calcule el porcentaje en peso de MgO, SiO<sub>2</sub> y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> que contienen los materiales utilizados en la preparación de la barbotina, empleando la tabla de composiciones proporcionada por el profesor. Convierta los valores a porcentaje en mol y con estos nuevos valores localice la composición en un diagrama de fases ternario MgO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. (dos puntos)
6. Suponiendo que se llevó a cabo un tratamiento térmico de 1400°C, anote las fases presentes.
7. Suponiendo que se dispone de MgO, SiO<sub>2</sub> y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> puros ¿cuánto debe pesar de cada uno de ellos para preparar una pasta de cordierita a 1400°C ? Anote la reacción. (dos puntos)
8. Anote los puntos de fusión de los componentes puros.

### APLICACIONES

¿ Cuáles aplicaciones sugiere relacionadas con este tema ?

## REACCIONES EN PASTAS DE PIEZAS CERÁMICAS

### PROBLEMA:

¿ Qué reacciones ocurren en la preparación de una pieza cerámica?

### REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO

Mortero de ágata  
Tamices (malla 200)  
Hornos  
Pinzas para horno  
Guantes de asbesto

Pastas cerámicas

### PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

Pesar tres muestras de 20 g cada una de una pasta cerámica comercial, moler en mortero de ágata y tamizar a malla 200.

Colocar 5 g de cada una de las muestras en crisol de ágata y quemar durante 20 minutos a diferentes temperaturas cada muestra a 900 °C, 1000°C Y 1100°C, respectivamente.

Enfriar las muestras.

Tomar una muestra y analizar por difracción de rayos-X

### CUESTIONARIO

- 1 ¿Qué reacciones se llevaron a cabo a 900°C, 1000°C, 1100°C?
- 2 ¿Qué aplicaciones tienen las pastas cerámicas?
- 3 Analizar los difractogramas de rayos-X
- 4 Comparar los resultados con el diagrama de fases  $Al_2O_3$  -- $SiO_2$  - $Na_2O$  y  $Al_2O_3$  - $SiO_2$  MgO

## PROCESOS EN LA PRODUCCIÓN DE UN CUERPO CERÁMICO

### PROBLEMA

¿Cuáles son las fases finales?

### SUSTANCIAS, MATERIAL Y EQUIPO

CaO-SiO<sub>2</sub>, 10 g  
Caolinita, 5 g

Mortero  
Crisoles  
Horno, 1300°C  
Pinzas para horno  
Guantes de asbesto

### 1. SÍNTESIS O PROCESAMIENTO

Realice los cálculos para obtener la composición final de la cerámica que obtendrá después de horneada la muestra a partir de CaO·SiO<sub>2</sub> y de caolinita.

Prediga la temperatura del líquido y las fases del producto final, en el diagrama de tres componentes.

Adicione 5 g de caolinita a 10 g de CaO·SiO<sub>2</sub>, mezcle, seque y reaccione a 1300°C hasta obtener el equilibrio.

### CARACTERIZACIÓN

¿Cómo puede identificar la mezcla inicial y el producto final?

¿Cuáles son las fases antes y después de la reacción?

¿Coinciden éstas con la predicción antes de la reacción?

### ESTRUCTURA

¿Cuál es la reacción que se lleva a cabo?

¿Cuál es la estructura de la fase o fases obtenidas del producto?

¿Sí se quisiera hacer una cerámica resistente a la deformación a mayores temperaturas, hacia dónde se debería mover la composición y que habría que agregarle o quitarle ?

-

### PROPIEDADES

Según la identificación anterior diga ¿qué propiedades presenta el sólido obtenido?

### APLICACIONES

¿Qué aplicaciones propone, según las propiedades propuestas?

## SÍNTESIS DE UN MATERIAL LUMINISCENTE POR COPRECIPITACIÓN

### PROBLEMA

¿Cuál es la concentración de manganeso que produce una luminiscencia máxima en la calcita sintetizada?

SUBSTANCIAS	MATERIAL	EQUIPO
MnCl <sub>2</sub>	2 vaso de precipitados de 250 ml	1 parrilla de calentamiento con agitación magnética
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	1 termómetro con escala de -5 a 200°C	1 barra magnética
CaCl <sub>2</sub>	Vidrios de reloj	1 balanza
Agua destilada	1 probeta de 100 ml	1 bomba de vacío
	1 embudo Buchner	1 lámpara de luz ultravioleta
	Matraces aforados de 100 y 500 ml	
	Espátula	
	Papel filtro de poro fino	

### PROCEDIMIENTO

Haga los cálculos necesarios y prepare las siguientes soluciones:

1. 700 ml de una solución de cloruro de calcio al 1.8%.
2. 700 ml de una solución de carbonato de amonio al 1.5%.
3. 100 ml de una solución de cloruro de manganeso al 0.04%.
4. 100 ml de una solución de cloruro de manganeso al 0.06%.
5. 100 ml de una solución de cloruro de manganeso al 0.08%.
6. 100 ml de una solución de cloruro de manganeso al 0.2%.
7. 100 ml de una solución de cloruro de manganeso al 0.6%.
8. Sintetice la calcita pura mezclando 100 ml de la solución de cloruro de calcio y 100 ml de solución de carbonato de amonio. Observe el producto formado. Eleve la temperatura poco a poco sin rebasar 60°C (aproximadamente 15 minutos) .
9. Sintetice la calcita ( CaCO<sub>3</sub> ) dopada mezclando 100 ml de la solución de cloruro de calcio y 100 ml de la solución de cloruro manganeso al 0.04%. Adicione 100 ml de la solución de carbonato de amonio y observe el producto formado. Es importante que la temperatura se eleve poco a poco sin rebasar 60°C (aproximadamente 10 minutos).
10. Habiendo obtenido el producto, deje la reacción por 10 minutos a 86-88°C.
11. Filtre en vacío y lave el producto con agua destilada.

12. Repita el procedimiento desde el paso 7 para todas las concentraciones restantes de de cloruro de manganeso.
13. Observa cada una de las muestras obtenidas bajo la luz ultravioleta en el UV lejano y en el UV cercano.

### **CUESTIONARIO**

1. Escriba la reacción de obtención de la calcita pura.
2. ¿Porqué es necesario lavar el producto obtenido con agua destilada?
3. ¿Cuál de los reactantes utilizados presenta el fenómeno de deliquesencia?
4. Además de la calcita, ¿cuáles son las otras formas polimórficas del carbonato de calcio?
5. ¿Cómo caracterizarías el precipitado formado para saber que efectivamente se sintetizó la calcita?
6. ¿Esperarías observar la presencia del  $MnCl_2$  en el difractograma de rayos X? ¿Por qué?
7. ¿Cómo se comporta la calcita pura que usted sintetizó, bajo la luz UV?
8. ¿A qué concentración de Mn existe una mayor intensidad de luminiscencia en la calcita sintetizada?
9. ¿Qué subproducto se obtendría si la concentración de manganeso fuera de 3 ó 5%?
10. Apague la lámpara de luz UV y observe si permanece o no la luminiscencia del material. ¿Existen nombres para distinguir entre estos dos diferentes comportamientos?

### **APLICACIONES**

Escriba aplicaciones importante de los material cerámico fosforescentes ( fósforos).

## SÍNTESIS DE BaTiO<sub>3</sub> POR EL MÉTODO SOL-GEL

### PROBLEMA

Utilizar el método sol-gel como método para la síntesis del BaTiO<sub>3</sub> y determinar la temperatura óptima de calcinación para obtener el producto puro.

SUBSTANCIAS	MATERIAL	EQUIPO
Isopropóxido de titanio (IV) (Ti(OC <sub>3</sub> H <sub>7</sub> ) <sub>4</sub> )	1 vaso de precipitados de 250 ml	1 parrilla de agitación magnética
Butóxido de titanio (IV) (Ti(OC <sub>4</sub> H <sub>9</sub> ) <sub>4</sub> )	1 matraz erlenmeyer	1 barra magnética
Nitrato de bario	1 termómetro	1 balanza
Agua destilada	1 mortero de porcelana o de ágata	
Etanol	1 crisol de cerámica o alúmina	
	Papel pH	
	Espátula	

### RECOMENDACIONES

- Disuelva y evapore con cuidado, evite pérdidas por salpicaduras.

#### Procedimiento

1. Disuelva en el vaso de precipitados 2.241g de Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> en 20 ml de agua destilada. Si es necesario, caliente suavemente. Mida el pH del sistema (**solución 1**).
2. En el matraz Erlenmeyer coloque 15 ml de etanol y agregue 2.5 ml de Ti(OC<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>4</sub> ó 3 ml de Ti(OC<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>4</sub> bajo agitación vigorosa (**solución 2**).
3. Añada gota a gota la disolución 1 en la 2 bajo agitación vigorosa.
4. Deje la mezcla en agitación por 10 minutos.
5. Evapore el exceso de disolvente del producto a 90°C en una parrilla eléctrica.
6. En el crisol de porcelana calcine la muestra en una mufla eléctrica durante una hora a la temperatura asignada de acuerdo al siguiente cuadro:

Equipo (máximo 2 alumnos)	Temperatura (°C)
1	650
2	750
3	850

7. Muela el producto y envíe a difracción de rayos X una muestra representativa.

### CUESTIONARIO

1. Calcule la relación en gramos Ti(OC<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>4</sub> : Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> ó Ti(OC<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>4</sub> : Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> necesaria para preparar 2 g de BaTiO<sub>3</sub>. ( dos puntos )
2. Indique el pH medido ¿Qué importancia tiene el pH durante la reacción?
3. ¿Porqué es necesario someter a un tratamiento térmico en el horno al producto?
4. ¿Qué ventajas representa la síntesis por el método sol-gel sobre la síntesis clásica por estado sólido?
5. ¿Qué desventajas representa la síntesis por el método sol-gel sobre la síntesis clásica por estado sólido?
6. Dibuje la estructura del BaTiO<sub>3</sub> e indique en un esquema cada uno de los números de coordinación de los iones presentes.

7. ¿Cuál es la temperatura óptima de obtención del  $\text{BaTiO}_3$ ?
8. Identifique en el difractograma de rayos-X las fases cristalinas presentes en el producto obtenido, a la temperatura de reacción propuesta ( dos puntos ).

### **APLICACIONES**

El  $\text{BaTiO}_3$  tiene múltiples aplicaciones, cite las de interés en el área de la electrónica. Cite aplicaciones del método sol-gel.

## REACCIÓN DE INTERCALACIÓN EN GRAFITO

### PROBLEMA

Insertar iones bromuro en grafito sólido y observar el efecto en su color y en su conductividad.

SUBSTANCIAS	MATERIAL	EQUIPO
2 g de grafito	1 vaso de precipitados de 150 ml	1 multímetro
4 ml de una solución al 10% de Br <sub>2</sub> en metanol	1 probeta de 100 ml	1 balanza
	1 vidrio de reloj	1 pastilladora
	2 tubos capilares	
	1 embudo de tallo largo	
	alambre de cobre	
	1 liga y unas pinzas pequeñas	
	Espátula	
	Papel filtro	

### RECOMENDACIONES

- Realice la reacción con la solución de bromo dentro de la campana y evite la inhalación directa.
- Cubra con parafilm el vaso de precipitados mientras se lleva a cabo la reacción.

### PROCEDIMIENTO

1. Haga dos pastillas de grafito de 1 g cada una aplicando una presión de 2 Ton/cm<sup>2</sup>.
2. Mida y anote la resistencia eléctrica de cada una de las pastillas.
3. Coloque una de las pastillas dentro de un vaso de precipitados pequeño y cúbrala con 4 ml de la solución de bromo. Tape el vaso de precipitados.
4. Deje que el agua de bromo impregne la pastilla por 15 minutos y observe.
5. Retire la pastilla del vaso y permita que se seque sobre un papel filtro.
6. Mida la resistencia eléctrica de la pastilla nuevamente.
7. Deje la pastilla al aire durante una semana y mida nuevamente la resistencia eléctrica.

### CUESTIONARIO

1. ¿En qué consiste una reacción de intercalación?
2. ¿Qué color tiene el grafito?
3. ¿Qué sucede cuando el grafito entra en contacto con el agua de bromo?
4. ¿Cuál es el color del producto al terminar la reacción?
5. Escriba la reacción de intercalación.
6. Escriba el valor de la resistencia del grafito puro.
7. Escriba el valor de la resistencia del producto de intercalación. Comente si existe diferencia con el valor del grafito puro.
8. ¿Qué sucede cuando se deja el Br<sub>x</sub>C expuesto al aire? ¿Por qué?
9. ¿Cuál es el valor de la resistencia medida en la pastilla tratada con agua de bromo después de una semana?
10. ¿Cree que sea posible sustituir el Br<sub>2</sub> por Cl<sub>2</sub> o I<sub>2</sub>?

### APLICACIONES

Anote algunas aplicaciones para la reacción anterior.

## REACCIÓN DE INTERCALACIÓN EN $V_2O_5$

### PROBLEMA

Insertar iones litio en  $V_2O_5$  sólido y observar el efecto en su color y en su conductividad.

SUBSTANCIAS	MATERIAL	EQUIPO
0.7 g de $V_2O_5$	1 vaso de precipitados de 50 ml	1 multímetro
3 g Lil	1 probeta de 100 ml	1 balanza
Agua destilada	2 tubos capilares de 6 cm de largo	
20 ml blanqueador comercial (hipoclorito de sodio)	1 embudo de tallo largo	
	Papel filtro	
	alambre de cobre	
	1 liga	
	1 mortero de cerámica	
	Espátula	

### RECOMENDACIÓN

- Maneje la solución de blanqueador con precaución.

### PROCEDIMIENTO

1. En un tubo capilar empaque un centímetro con el polvo de  $V_2O_5$  molido, pasar por malla 325. Conecte un alambre de Cu en cada extremo del tubo capilar y mida la resistencia eléctrica.
2. Coloque 0.7 g de  $V_2O_5$  en el vaso de precipitados. Añada 10 ml de agua destilada y deje sedimentar por 2 minutos.
3. Agregue 3 g de Lil cuidadosamente sin agitar. Deje reposar durante 10 minutos.
4. Agite ligeramente y deje reposar nuevamente durante 10 minutos.
5. Filtre y separe el filtrado, diluyendo esta solución a 100 ml.
6. Lave dos veces el residuo sólido con agua destilada y divídalo en dos porciones.
7. En otro capilar empaque un centímetro con una de las porciones del producto obtenido de la reacción de intercalación. Conecte un alambre de Cu en cada extremo del tubo capilar y mida la resistencia eléctrica.
8. Prepare una solución que contenga 20 ml de blanqueador y 80 ml de agua destilada en un vaso de precipitados. Añada la segunda porción del producto de intercalación. Agite suavemente y deje sedimentar el sólido de 10 a 15 minutos.
9. Filtre el producto y lávelo con agua destilada.
10. Mida nuevamente la resistencia eléctrica del residuo.

### CUESTIONARIO

1. ¿En qué consiste una reacción de intercalación?
2. ¿Qué color tiene el  $V_2O_5$ ?
3. ¿Qué sucede cuando el  $V_2O_5$  entra en contacto con el agua?
4. ¿Cuál es el color del producto al terminar la adición del Lil?
5. ¿A qué se le puede atribuir el cambio de color?
6. Escriba la reacción de intercalación.
7. Escriba el valor de la resistencia eléctrica del producto obtenido.
8. Anote el valor de la resistencia eléctrica del  $V_2O_5$ .
9. ¿Qué sucede cuando se deja el  $Li_x V_2O_5$  se deja expuesto al aire?
10. Anote sus observaciones sobre lo que ocurre al agregar el  $Li_x V_2O_5$  a la solución del blanqueador.

### APLICACIONES

Anote algunas aplicaciones para la reacción anterior.

## REACCIÓN DE INTERCALACIÓN EN WO<sub>3</sub>

### PROBLEMA

Observar el efecto de insertar átomos de hidrógeno en la estructura cristalina del óxido WO<sub>3</sub>.

SUBSTANCIAS	MATERIAL	EQUIPO
0.5 g de WO <sub>3</sub>	1 vaso de precipitados de 150 ml	1 multímetro
50 ml de HCl 3M	1 probeta de 150 ml	1 balanza
2 o 3 granallas de Zn	1 vidrio de reloj	
	2 tubos capilares de 3 cm de largo	
	1 embudo de tallo largo	
	alambre de cobre	
	1 liga	
	Espátula	
	1 mortero de cerámica	
	1 malla 325	
	Papel filtro de poro cerrado	

### RECOMENDACIÓN

- En esta reacción hay liberación de hidrógeno. Tenga la precaución de evitar que haya flamas en los alrededores.

### Procedimiento

1. En un tubo capilar empaque un centímetro con el polvo de WO<sub>3</sub> molido, pasar por malla 325.
2. Coloque 0.5 g de WO<sub>3</sub> en el vaso de precipitados. Vierta lentamente 50 ml de HCl 3M sobre el WO<sub>3</sub>.
3. Agregue las granallas de Zn y mida el tiempo de reacción.
4. Filtre y lave dos veces el residuo con agua destilada.
5. Recupere por separado la granalla (si hay) y el WO<sub>3</sub>.
6. En otro tubo capilar empaque un centímetro con el producto obtenido de la reacción de intercalación.
7. Introduzca un alambre de Cu en cada extremo de los tubos capilares y mida la resistencia del producto obtenido y del WO<sub>3</sub> puro.
8. Deje el producto al aire durante una semana y observe nuevamente el color.

### CUESTIONARIO

1. Dibuje la estructura del WO<sub>3</sub> en poliedros.
2. Observe la estructura anterior y diga dónde cree usted que se lleve a cabo la inserción de los átomos de hidrógeno.
3. ¿Qué color tiene el WO<sub>3</sub> puro?
4. ¿Qué sucede cuando se añade el HCl al WO<sub>3</sub>?
5. ¿Cuál es el color del producto al terminar la reacción con la granalla de Zn? ¿A qué se le puede atribuir el cambio de color?
6. Escriba la ecuación balanceada de la reacción entre el zinc y el ácido clorhídrico.
7. Complete la siguiente reacción de intercalación: \_\_\_\_\_ + WO<sub>3</sub> → H<sub>x</sub>WO<sub>3</sub>
8. Anote el valor medido de la resistencia del WO<sub>3</sub> puro y del producto de intercalación.
9. ¿Qué sucede se deja el H<sub>x</sub>WO<sub>3</sub> expuesto al aire? ¿Por qué?
10. Complete la siguiente reacción: H<sub>x</sub>WO<sub>3</sub> + \_\_\_\_\_ → 4 WO<sub>3</sub> + 2xH<sub>2</sub>O

### APLICACIONES

Anote algunas aplicaciones para la reacción anterior.

## SÍNTESIS DEL MATERIAL SUPERCONDUCTOR $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$

### PROBLEMA

Realizar la síntesis por reacción química en estado sólido, del óxido superconductor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  para observar el efecto Meissner.

SUBSTANCIAS	MATERIAL	EQUIPO
$\text{Y}_2\text{O}_3$	1 navecilla de alúmina de alta temperatura de 90x17x11.5 mm	1 horno con capacidad de operar hasta 1000°C
CuO	1 mortero de ágata	1 prensa para hacer pastillas
$\text{Ba}(\text{CO}_3)_2$	1 vidrio de reloj	1 dado para hacer pastillas
Acetona	1 pinzas para crisol	1 balanza
Nitrógeno líquido	Guantes de asbesto	1 imán pequeño que genere un campo intenso (Sm-Co-Nd),
	Pinzas de plástico o teflón	1 multímetro
	Recipiente pequeño de unicel	
	Espátula	

### RECOMENDACIONES

- Use guantes de asbesto y pinzas para manipular las muestras dentro del horno.
- Recuerde al sacar la muestra del horno que debe colocarla sobre una superficie refractaria.
- Maneje el nitrógeno líquido con extrema precaución. No introducir los dedos al recipiente.

### PROCEDIMIENTO

1. Calcule la cantidad de cada reactivo que debe pesar para obtener 2 g del superconductor.
2. Coloque la mezcla de los reactivos en un mortero de ágata agregando acetona para lograr una mezcla homogénea.
3. Deje evaporar completamente la acetona.
4. Coloque la mezcla en la navecilla de alúmina.
5. Introduzca la navecilla en el horno a 850°C durante 24 horas.
6. Saque la navecilla del horno y deje enfriar la muestra. Muela el polvo y regréselo al horno por 12 horas a una temperatura de 950°C.
7. Saque la muestra del horno y déjela enfriar. Muéla la nuevamente.
8. Con el producto obtenido prepare pastillas aplicando una presión de 5 ton/cm<sup>2</sup>.
9. Sinterice las pastillas a una temperatura de 950°C por 2 horas. Después de estas dos horas se baja la temperatura del horno a 500°C y se dejan las pastillas dentro por 72 horas.
10. Retire la pastilla del horno y déjela enfriar. Para observar el efecto Meissner coloque la pastilla en un recipiente de unicel y vierta sobre ella nitrógeno líquido de manera cuidadosa. Cuando deje de burbujear, coloque el imán sobre la pastilla con las pinzas de plástico. Si el imán levita sobre la pastilla, entonces el compuesto es un superconductor.
11. Mida la resistencia eléctrica de la pastilla.

### CUESTIONARIO

1. ¿Cómo definiría un material superconductor?
2. Discuta las dos propiedades físicas usualmente asociadas con la superconductividad en sólidos.
3. ¿Cómo se define la temperatura crítica de un material superconductor?
4. ¿Por qué se observa el efecto de levitación del imán? Denomine y describa este efecto.
5. Escriba la ecuación de la reacción química para la obtención del óxido  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ .
6. Dibuje la celda unitaria del óxido  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ .

7. Anote el número de coordinación para cada uno de los iones presentes.
8. ¿Existe algún ión que presente más de un tipo de coordinación ? Anote cuál y dibújelo en sus diferentes tipos de coordinación.
9. Anote los valores de la resistencia medida en el producto a temperatura ambiente y a la temperatura del nitrógeno líquido.
10. Comente acerca de los valores de la resistencia medida en las dos temperaturas.

#### **APLICACIONES**

¿Cuáles serían las aplicaciones más importantes de los materiales superconductores?

## PIGMENTOS

### PROBLEMA

SE PREPARAN DOS PIGMENTOS A Y B

### REACTIVOS Y MATERIAL DE LABORATORIO

Balanza  
Espátula  
Mortero  
Pinzas para horno  
Guantes de asbesto

Pb<sub>3</sub>O<sub>4</sub>  
Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
SnO<sub>2</sub>  
KNO<sub>3</sub>  
AL(OH)<sub>3</sub>  
CAOLIN  
CoO  
Acetona

### PROCEDIMIENTO:

1 Pese los reactivos para la preparación A ó B

#### PIGMENTO A

Pb <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	2.7g	10.5 %	
Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,5g	48.6 %	
SnO <sub>2</sub>	9.5g	37.1 %	
KNO <sub>3</sub>	1,0g	3.8 %	

#### PIGMENTO B

AL(OH) <sub>3</sub>	0.3 g	30 %
CAOLIN	0.3 g	30 %
CoO	0.4 g	40 %

2 Los reactivos se llevan a un mortero y se muelen con un poco de acetona para homogenizar los sólidos, hasta la evaporación de la misma.

3 La mezcla se coloca en un crisol y se coloca en el horno desde temperatura ambiente hasta 1000°C, una hora. El crisol se enfría.

4 El producto se muele y se tamiza

5 Se lava con agua caliente

6 Se seca el producto

7 Se analiza por difracción de rayos-X.

### CUESTIONARIO

1. ¿Qué color da el pigmento sintetizado? ¿A qué se debe?
2. ¿Qué información proporcionan la difracción de rayos-x de polvos?
3. De la información anterior escriba las reacciones que se llevaron a cabo y ¿cuál es la fórmula final del producto?
4. Investigue la clasificación de los pigmentos de acuerdo a su estructura.
5. ¿A qué estructura corresponden los pigmentos preparados?
6. ¿Qué aplicación propone y cómo la puede llevar a cabo?

## SÓLIDOS EN SÓLIDOS

### PROBLEMA

¿Viajan los sólidos en los sólidos?

### SUSTANCIAS, MATERIAL Y EQUIPO

$\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Tubos de ensaye  
Pinzas para tubo  
Soporte para tubos  
Bunsen  
Guantes  
Varilla de vidrio  
Reloj

Campana

### 1. SÍNTESIS O PROCEDIMIENTO

Llene parcialmente un tubo de ensaye con  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

**(PRECAUCIÓN: HCl gaseoso se produce cuando  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  se calienta, por lo que el experimento se debe realizar en campana)**

Caliente lentamente y cuidadosamente el tubo con un Bunsen, ajuste el calor al fundido del cloruro de cobre sin derramarlo.

Introduzca la varilla de vidrio al cloruro de cobre líquido por 10 minutos. Registre el tiempo exacto que la varilla está en contacto con el fundido.

**(Precaución el tubo está muy caliente).**

Apague el Bunsen, remueva la varilla y deje enfriar sobre una superficie resistente al calor.

Enjuague la varilla con agua.

Después de que la varilla ha sido enfriada, caliéntela nuevamente.

Finalmente enfríe y corte transversalmente la varilla.

Investigue el punto de fusión y la estructura del  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

### II CARACTERIZACIÓN

¿Qué observa después de haber sometido por primera vez la varilla en el fundido?

¿Qué sucede con el segundo calentamiento? ¿Qué reacción se lleva a cabo?

¿Qué finalidad tiene contabilizar el tiempo? ¿Qué propiedad importante puede obtener con este dato? Haga el cálculo.

### III. ESTRUCTURA

Investigue la estructura del  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

¿Qué transformaciones ha sufrido el  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , después de los dos calentamientos?

### IV PROPIEDADES

¿Qué finalidad tiene contabilizar el tiempo?

¿Qué propiedad importante puede obtener con este dato? Haga el cálculo.

### V. APLICACIONES

Proponga alguna aplicación de las observaciones realizadas en los anteriores apartados.

## PRUEBAS ESPECÍFICAS EN MUESTRAS DE CEMENTO

### PROBLEMA

¿Daños en el cemento?

### SUSTANCIAS, MATERIAL Y EQUIPO

Etilenglicol, 20 ml  
Cemento o clinker, 0.5 g  
Alcohol etílico

Matraz erlenmeyer  
Papel filtro, No. 42  
Büchner  
Baño de agua

### 1. SÍNTESIS O PROCEDIMIENTO

20ml de etilén glicol se vierten en el matraz erlenmeyer, el cual se tapa y se calienta en el baño de agua a 70°C hasta que equilibrio térmico se obtenga. El cemento (0.5 g) se pesa y se transfiere al erlenmeyer, el frasco se tapa y se agita en el baño por 15 min. Se filtra al vacío, el erlenmeyer y el residuo del papel se lavan varias veces con un volumen total de 15 ml de etanol.

Una alícuota (3.00 ml para la muestra) de 0.10 M de ácido clorhídrico, se adiciona al filtrado en el frasco de succión. Se continúa con la adición de 50 ml de yodato de potasio, 0.005 M y 0.5 g de yoduro de potasio sólido. El yoduro liberado se titula con una solución de tiosulfato de sodio, agitando constante hasta que la muestra cambie a un color amarillo pálido. Posteriormente 5 ml de 0.2% w/v de solución inicial se adiciona y la titulación se continúa hasta que la solución cambia desde azul hasta incolora.

**Precaución: Etanol puro es altamente inflamable. Contacto con la piel deberá evitarse con el yoduro de potasio y el yodato de potasio.**

¿Cuál es el objetivo de realizar lo anterior?

Investigue la clasificación y la importancia tecnológica y de investigación de los cementos.

### 2. CARACTERIZACIÓN

¿cuál es el significado de óxido metálico libre en el clinker,

¿qué daños potenciales tendría en el cemento?

¿cómo afectaría la calidad del cemento

¿cuáles serían otras formas posibles de analizarlo?

### 3. ESTRUCTURA

Investigue ¿cuáles son las fases principales que conforman al cemento y las estructuras de cada fase?

Cuál es la estructura del óxido metálico investigado y como su estructura influye en las propiedades del cemento.

### 4 PROPIEDADES

¿Cuáles son las propiedades de realizar este tipo de identificación?

### 5 APLICACIONES

De los apartados anteriores proponga aplicaciones concretas de este tipo de identificación

## DIFRACCIÓN DE RAYOS X ( MÉTODO DE POLVOS)

### PROBLEMAS

- Conocer el modo de operación , obtención y manejo de datos de un difractómetro de rayos X para polvos.
- Interpretar los datos del difractograma de rayos X obtenido para la identificación de una muestra problema utilizando el método Hanawalt.
- Asignar índices de Miller de una sustancia cúbica dada.

<b>MATERIAL</b>
Lápiz
Escuadra
Calculadora

### PROCEDIMIENTO

1. Calcule las distancias interplanares de las muestras asignadas sabiendo que  $k_{\alpha Cu} = 1.5418 \text{ \AA}$ .
2. Identifique las sustancias asignadas de acuerdo al método Hanawalt.

### CUESTIONARIO

1. Señale en un esquema las partes principales de que consta un difractómetro de rayos X para polvos.
2. Describa la forma de preparar la muestra.
3. Anote el número de registro de las muestras problema, su nombre químico y su fórmula química.
4. Proponga los veinte primeros índices de Miller posibles para una red cúbica tipo P.
5. Proponga los ocho primeros índices de Miller posibles para una red cúbica tipo I.
6. Proponga los tres primeros índices de Miller posibles para una red cúbica tipo F.
  - a) Ordene los 3 grupos de índices de Miller anteriores en orden ascendente de la suma de sus cuadrados y colóquelos en la siguiente tabla:
  - b) Organice los datos de los incisos a) hasta d) en la siguiente tabla:

	hkl	hkl	hkl	$h^2+k^2+l^2$	$d_{hkl}$	$a_0$	$a_0$	$a_0$
tipo de red	P	I	F			P	I	F

1. En la tabla anterior incluya los valores de las distancias interplanares ordenadas de manera descendente.
2. Con los datos de la tabla calcule el parámetro de red  $a_0$  para cada tipo de celda.
3. Indique el valor del parámetro de red  $a_0$ , para la sustancia cúbica identificada y su tipo de red de Bravais. Compare los valores de  $a_0$  calculado y el anotado en la tarjeta del PDF.
4. Calcule la densidad  $D_x$  de la sustancia cúbica identificada. Compare los valores de  $a_0$  calculado y el anotado en la tarjeta del PDF.

### APLICACIONES

Indique cinco aplicaciones específicas del método de difracción de rayos X de polvos.

## MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

### PROBLEMA

Calcular el tamaño de partículas en una micrografía de un material cerámico.

MATERIAL
Lápiz
Escuadra
Calculadora

### PROCEDIMIENTO

En las micrografías proporcionadas, mida cinco diferentes partículas y calcule el tamaño promedio para:

1. Las partículas más pequeñas
2. Las partículas más grandes

### CUESTIONARIO

1. Describa mediante un esquema las partes que conforman un equipo de microscopia electrónica de barrido (MEB).
2. Describa mediante un esquema las partes que conforman un equipo de microscopia electrónica de transmisión (MET).
3. ¿En qué consiste la microscopía electrónica de barrido?.
4. ¿En qué consiste la microscopía electrónica de transmisión?.
5. ¿Cómo es básicamente la preparación de la muestra para un análisis por microscopía electrónica de barrido? .
6. ¿Cómo es básicamente la preparación de la muestra para un análisis por microscopía electrónica de transmisión?
7. ¿Qué tipo de información proporcionan la técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB)?
8. ¿Qué tipo de información proporcionan la técnica de microscopía electrónica de transmisión (MET)
9. ¿Cuáles son los tamaños mínimos observables con un Microscopio Electrónico de Barrido?
10. Si fuera necesario realizar un análisis elemental describa el dispositivo indicado para realizarlo.

### APLICACIONES

Proponga un problema que deba analizarse mediante: (a) microscopía electrónica de barrido y (b) microscopía electrónica de transmisión.

## ANÁLISIS TÉRMICO DIFERENCIAL (ATD) Y ANÁLISIS TÉRMICO GRAVIMÉTRICO (ATG)

### PROBLEMA

Interpretar los datos de un (unos) termograma(s).

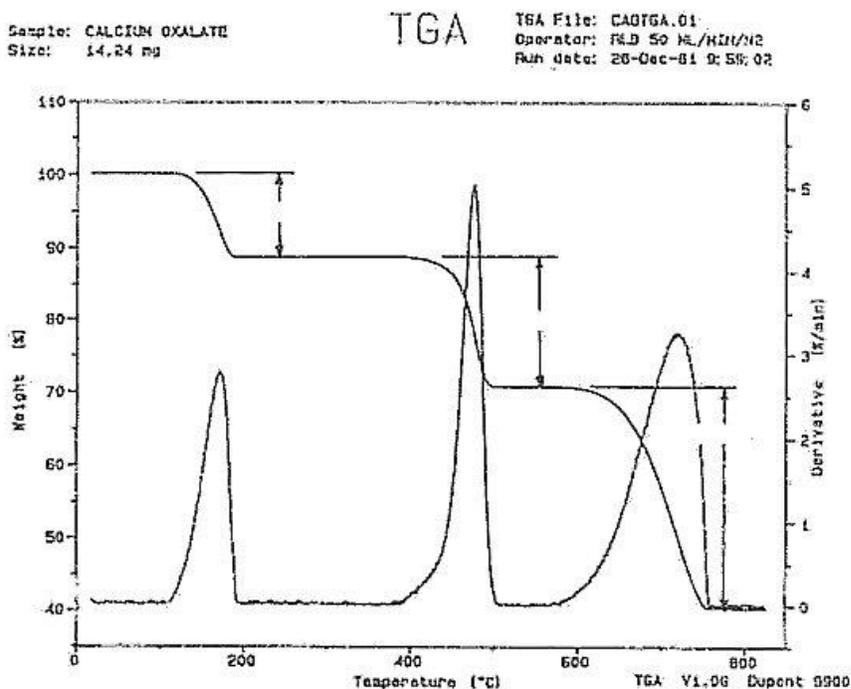
MATERIAL
Lápiz
Escuadra
Calculadora

### PROCEDIMIENTO

Con la ayuda de una escuadra señale las temperaturas a las cuales se observan cambios en el termograma proporcionado.

### CUESTIONARIO

1. Anote el peso de la muestra y las condiciones de operación del registro del termograma para los equipos de ATD y/o ATG. (Según la gráfica asignada)
2. ¿Por qué es importante controlar la velocidad de calentamiento de la muestra cuando se realiza un ATD o un ATG?
3. ¿Qué influencia tiene el tipo de atmósfera utilizado durante un experimento de ATD o ATG?
4. En la siguiente figura se muestra un termograma de una muestra de oxalato de calcio monohidratado ( $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ). ¿Qué cambios observa?



5. Escriba las temperaturas a las cuales se observan los cambios.
6. De acuerdo a la figura, calcule los porcentajes de diferencia en peso de la muestra en cada etapa y también la cantidad de muestra en gramos que se pierde en cada etapa (2 puntos).
7. ¿Qué tipo de cambios físicos y/o químicos podría sufrir el compuesto en cada una de sus etapas?
8. Escriba la reacción (es) que describe (n) el proceso anterior.
9. Anote los resultados del termograma(s) asignado(s).

**APLICACIONES**

Mencione usos importantes del análisis térmico diferencial (ATD) y del análisis térmico gravimétrico (ATG).

## **II PARTE: PREFACIO**

La enseñanza experimental que se propone\* es que el estudiante realice en el laboratorio experimentos que estén relacionados con el programa teórico. Tomando en cuenta que la teoría abarca varios aspectos relacionados en cierto orden; los experimentos que se proponen son en etapas acordes con el desarrollo teórico.

En resumen se propone la siguiente secuencia:

### **I. La síntesis de un sólido cristalino y/o amorfo**

Para la síntesis del compuesto el profesor establece las condiciones del método de síntesis seleccionado, para que lo realice el estudiante, incluyendo: sustancias, material, equipo, condiciones de seguridad, etc.

### **II. La caracterización del compuesto**

Debido a que la mayoría de los compuestos son cristalinos en la caracterización se utilizará la difracción de polvos de rayos-X o bien alguna otra técnica de caracterización según el compuesto obtenido. Microscopía óptica, electrónica, métodos térmicos, otros.

### **III. El análisis de la estructura**

En el análisis de la estructura, el estudiante aplicará los conocimientos teóricos adquiridos. Dibujará y construirá el modelo estructural y así podrá deducir la celda unitaria, el tipo de estructura, los parámetros y número de átomos por celda unitaria, el tipo de empaque compacto, los números de coordinación, direcciones y planos (índices de Miller), los elementos de simetría realizando las operaciones de simetría, los grupos puntuales, la existencia o no de defectos, etc. Y podrá deducir la(s) propiedad(es).

### **IV. La determinación de propiedad(es)**

Dependiendo de las propiedades que posea el compuesto, el estudiante podrá determinar alguna(s) propiedad(es). Óptica, eléctrica, magnética, térmica, etc. Y sugerir alguna aplicación que sea posible de realizar. La creatividad del estudiante es muy importante.

**\* Los experimentos propuestos han sido probados por estudiantes con resultados satisfactorios.**

## ESTUDIO DE FLUORUROS DOBLES DE POTASIO Y COBALTO (II), POTASIO Y COBRE (II) Y POTASIO Y ZINC\*.

### PROBLEMA:

¿Cuál es la formula general del compuesto sintetizado y a qué tipo de estructura corresponde?

### SUSTANCIAS, MATERIALES Y EQUIPO

KF

CoCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O

CuCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O

ZnO

H<sub>2</sub>O destilada

HNO<sub>3</sub>

HCl

Etanol

Acetona

Tolueno

Vasos de precipitados de 100ml

Vidrios de reloj

Parrilla

Agitador (magnético)

Mortero de ágata

Picnómetro

Difractómetro de rayos-X

Balanza de Gouy

### I. SÍNTESIS

**\*Precaución: se debe evitar el contacto de los fluoruros con la piel.**

En vasos de precipitados se preparan soluciones (por separado) de los cloruros divalentes (Co, Cu) disolviendo 0.04 moles en un volumen mínimo de agua. Por otro lado, se disuelven 0.12 moles de fluoruro de potasio en una cantidad mínima de agua que contenga tres gotas de ácido nítrico concentrado. Esta disolución se calienta a ebullición en una parrilla, se baja un poco la temperatura (cercana al punto de ebullición) y se agrega poco a poco la disolución del cloruro metálico divalente lavando con algunos mililitros de agua que se añaden a la disolución del fluoruro. Se retira el vaso de la parrilla y se agregan 30 ml de agua fría. El precipitado se deja asentar y el líquido sobrenadante se decanta. El sólido se lava dos veces con etanol y dos veces con acetona y se eliminan por decantación. El precipitado se seca colocándolo en un vidrio de reloj.

En el caso del óxido de zinc, a 0.04 moles se le añade ácido clorhídrico concentrado y se forma una pasta adicionando algunos mililitros de agua hasta disolverlo por completo y se continúa con el mismo procedimiento.

### PREGUNTAS:

¿Por qué se utiliza ZnO en lugar de cloruro de zinc?

Escribe las reacciones químicas balanceadas

Tomando en cuenta formula química ¿Cuál puede ser la formula general de los fluoruros?

¿De que color son cada uno de los compuestos y por qué son coloridos?

### II. CARACTERIZACIÓN Y ANALISIS DE LA ESTRUCTURA

#### PROBLEMA:

Químicamente son diferentes los compuestos sintetizados pero ¿Qué se puede hacer con ellos desde el punto de vista estructural y por qué?

### **a) Difracción de polvos**

Los precipitados obtenidos se colocan en morteros de ágata y se muelen agregando acetona. Ya secos (cuando se evapora la acetona) se corren sus difractogramas en un difractómetro de polvos de rayos-X con radiación  $K\alpha$  de Cu, en un intervalo  $2\theta$  de  $20^\circ$  a  $70^\circ$ .

#### **PREGUNTAS:**

¿Cuál es la estructura de cada uno de los compuestos?

Dibuja la celda unitaria y construye un modelo con esferas de un solo color para cada tipo de átomos.

Dibuja los planos 100, 010 y 001 y ¿Qué relación tienen con los ejes a, b y c?

¿Cuántos átomos hay por celda unitaria?

¿Cuál es la fórmula cristalográfica?

¿Cuál o cuales son los valores de los parámetros de la celda unitaria?

¿Cuales estructuras coinciden y como se denominan?

### **b) Experimentación**

Repite la síntesis con los compuestos que poseen la misma estructura, disolviendo 0.02 moles de los cloruros de los cationes y agregándolas a la solución de 0.12 moles de fluoruro de potasio siguiendo exactamente el mismo procedimiento. Saca un difractograma.

#### **PREGUNTAS:**

¿Qué observas en el difractograma y por qué obtienes ese resultado?

Teóricamente demuestra que es posible obtener el resultado anterior.

## **III. DETERMINAR PROPIEDADES**

### **PROBLEMA:**

¿Qué propiedad magnética poseen los compuestos y por que?

#### **a) Medida de Susceptibilidades Magnéticas**

Se determinan en una balanza de Gouy..

#### **PREGUNTAS**

¿A cuales compuestos determinarías las susceptibilidades magnéticas? ¿Por qué?

¿Qué tipo de comportamiento magnético pueden tener?

¿En que podrían utilizarse los compuestos?

## ESTUDIO DE UN TETRAYODURO DE MERCURIO Y COBRE

### PROBLEMA:

¿Cuál es la fórmula química del compuesto sintetizado y con cual tipo de estructura se puede comparar?

### SUSTANCIAS, MATERIALES Y EQUIPO

Solución 0.5M de  $\text{CuSO}_4$

Solución 1.0M de KI

Solución 0.05M de  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$

Solución 6M de ácido acético

$\text{Na}_2\text{SO}_3$

Agua desionizada

Vasos de 150ml y 250ml

Tubos capilares

Alambre delgado de cobre

Banda de goma o hule

Parrilla de agitación magnética y magneto

Papel filtro, Buchner con embudo y vacío

Voltímetro

Difractómetro de rayos-X

### I. SÍNTESIS

- **\*Los compuestos de mercurio son tóxicos, evitar el contacto con los ojos y piel**

En un vaso de 150ml poner 50ml de agua desionizada y agregar 5ml de sulfato de cobre 0.5M, 6ml de yoduro de potasio 1M y algunas gotas de ácido acético 6M formándose un precipitado.

Se pesan 0.2g de sulfito de sodio y se disuelven en 10ml de agua. Al vaso que contiene el precipitado se agrega la solución del sulfito mediante agitación continua. Se deja asentar el precipitado y se decanta parte del líquido.

En el vaso de 250ml se vierten 25ml de nitrato mercúrico 0.05M, 3ml de yoduro de potasio 1M y 100ml de agua desionizada. Adicionar toda la suspensión del precipitado preparado agregando agua.

Se calienta la suspensión hasta casi el punto de ebullición en la parrilla con agitación magnética durante 20 minutos. Durante el periodo de digestión debe formarse un sólido café oscuro. Se filtra el precipitado a vacío mientras la solución permanece caliente, se lava varias veces con acetona y se deja al aire por 10 minutos.

### PREGUNTAS:

¿Cuál es la fórmula del primer precipitado?

Escribe la reacción química balanceada

¿Cuál es la reacción química al adicionar la solución de sulfito de sodio?

Escribe la reacción química balanceada

Escribe la fórmula del compuesto obtenido

### II. CARACTERIZACIÓN Y ANÁLISIS DE LA ESTRUCTURA

#### PROBLEMA:

##### a) Difracción de polvos

Colocar el precipitado en el mortero de ágata y molerlo agregando acetona. Ya seco determinar el patrón de difracción en el equipo de difracción de polvos de rayos-X con radiación  $K\alpha$  de Cu.

### PREGUNTAS:

¿Cuál es la estructura del compuesto?

Dibuja la celda unitaria y construye un modelo con esferas de un solo color para cada tipo de átomos.

¿Cuál es la fórmula cristalográfica?

### III. DETERMINAR PROPIEDADES

Una pequeña cantidad del compuesto pegarlo en la superficie de un pedazo de papel filtro y colocarlo en un vaso con agua caliente a una temperatura determinada (80°C) adicionar pequeñas cantidades de agua fría controlando la temperatura hasta la observación de un cambio de color (anotar la temperatura y el color). Un método alternativo consiste en colocar pequeñas cantidades de precipitado seco en un tubo de capilar sellado por un lado y sumergirlo en agua caliente. El cambio de color se observa cuando la temperatura del agua disminuye mediante la adición de agua fría.

#### PREGUNTAS:

**¿Qué es lo que sucede con la estructura a baja temperatura y en que puede utilizarse el compuesto y por qué?**

Dibuja la estructura del compuesto modificando las direcciones hasta obtener la estructura cúbica del de ZnS blenda.

¿Cuáles son los números de coordinación de los iones de Cu y Hg?

¿Qué tipo de empaque forman los iones de yodo?

¿Por qué la celda unitaria no es cúbica?

¿A que se debe el cambio de color en la temperatura de transición?

¿Cuáles sería la **utilidad** del compuesto obtenido?

## ESTUDIO DE UN ALUMINATO DE COBALTO

### PROBLEMA:

¿A que tipo de estructura corresponde el compuesto sintetizado y por qué posee color?

### SUSTANCIAS, MATERIALES Y EQUIPO

$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  o  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$

Acetona

Espátula

Mortero de ágata

Crisoles de alúmina o zirconio

Mufla

Balanza analítica

Difractómetro de rayos-X

Reflectancia difusa

### I. SÍNTESIS

Calcula la estequiometría de los reactivos en la relación  $\text{Co}:2\text{Al}$  de acuerdo a las sustancias proporcionadas por el profesor. Pesa con gran precisión en la balanza analítica. Muele los reactivos en mortero de ágata agregando acetona hasta obtener una mezcla homogénea y la volatilización total de la acetona. Coloca el polvo en un crisol e introdúcelo a la mufla desde temperatura ambiente hasta  $950^\circ\text{C}$  durante 12h. Saca el crisol déjalo enfriar y somete el polvo a moliendas frecuentes alternadas con periodos de 12h de calentamiento a  $950^\circ\text{C}$ . Eleva la temperatura a  $1000^\circ\text{C}$  y deja el crisol por 6h.

### PREGUNTAS:

Escribe la reacción química balanceada.

¿Cuál es la fórmula química del compuesto?

¿De que color es el compuesto ?

¿A que se debe la coloración?

### II. CARACTERIZACIÓN

#### a) Difracción de polvos

El polvo se muele en mortero de ágata y se corre un difractograma en el equipo de rayos-X con radiación  $K\alpha$  de Cu en un intervalo  $2\theta$  de  $25^\circ$  a  $75^\circ$ .

### PREGUNTAS:

¿Cuál es la estructura del compuesto?

Dibuja la celda unitaria y construye con esferas de un solo color para cada tipo de átomos.

¿Cuántos átomos hay por celda unitaria?

¿Cuál es la fórmula cristalográfica?

¿Qué iones forman el empaque compacto y a que tipo de empaque corresponden?

¿Qué iones ocupan los huecos tetraédricos?

Calcula si los datos teóricos de la ocupación de los huecos tetraédricos y octaédricos van acordes con los resultados experimentales.

### III. PROPIEDADES

Corre una muestra en un el aparato de reflectancia difusa bajo las instrucciones del (a) profesor (a)

#### PREGUNTAS:

¿Cómo interpretas las gráficas obtenidas?

### IV. APLICACIÓN

Se agrega una pequeña cantidad del compuesto a un vidrio\* y se muele en mortero de ágata. Se coloca en un crisol y se mete a la mufla a 800°C por 60 minutos.

\* Se puede preparar un vidrio moliendo en mortero de ágata pesando cantidades equimoleculares de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y  $\text{SiO}_2$ . Se meten a la mufla por 4h a 750°C y 2h a 850°C.

¿Que resultado obtuviste?. Explícalo.

## ESTUDIO DE UN ÓXIDO 123 DE YTRIO, BARIO Y COBRE

### PROBLEMA:

¿Cuál es la fórmula química del compuesto sintetizado y con qué tipo de estructura puede estar relacionado?

### SUSTANCIAS, MATERIAL Y EQUIPO

$Y_2O_3$ ,  $Ba_2CO_3$ ,  $CuO$

Acetona

Espátula

Vidrios de reloj

Mortero de ágata

Navecillas o crisoles de alúmina, zirconio o porcelana

Mufla

Prensa y molde para pastillas

Voltímetro

Imán

Guantes des asbesto

Pinzas de plástico

Nitrógeno o aire líquido

Tanque de oxígeno con regulador

Difractómetro de polvos de rayos-X

### SÍNTESIS\*

**\* Tener cuidado de no aspirar los polvos ni que estén en contacto con la piel.**

Se pesan con gran exactitud las cantidades calculadas de los reactivos en relación  $Y_1:Ba_2:Cu_3$ . Mezclarlos en mortero de ágata moliendo con mucho cuidado por lo menos durante 10 minutos agregando acetona hasta que ésta se evapore totalmente y la mezcla sea homogénea. Se coloca el polvo en los crisoles y se calienta en la mufla a  $950^\circ C$  por una hora. Se deja que el polvo se enfríe a la temperatura ambiente. Ya frío se observa la coloración del polvo (anotarlos) y se vuelve a moler en el mortero (sin acetona). Se calienta nuevamente en la mufla a  $950^\circ C$  por 5hr. Se vuelve a moler el polvo con acetona hasta evaporación total. Se hacen dos pastillas (pastilla-1 y pastilla-2) con el polvo en la prensa (de aproximadamente 13mm de diámetro y 3mm de grueso) y se colocan en los crisoles. Se meten a la mufla a  $950^\circ C$  por 1hr y al término se sacan para volverlas a moler con acetona y se pastillan nuevamente. Se colocan nuevamente en la mufla a  $950^\circ C$  por otras 8 hr, se saca una de las pastillas (pastilla-1) y la otra (pastilla 2) se deja en la mufla y se desciende la temperatura hasta  $500^\circ C$  por 1h. Si no hay oxígeno se abre y cierra la mufla hasta la temperatura ambiente y se saca la segunda pastilla.

### PREGUNTAS

¿Por qué es preferible usar carbonato de magnesio en lugar de óxido de magnesio?

¿Para qué tantas moliendas?

¿Por qué pastillas el polvo?

¿Qué efecto puede tener sobre el compuesto el oxígeno?

¿Qué coloración tiene polvo después del primer proceso térmico?

¿Qué coloración tienen las pastillas al final del proceso?

Escribe la reacción química balanceada con los reactivos químicos que hayas utilizado.

## I. CARACTERIZACIÓN Y ANÁLISIS DE LA ESTRUCTURA

## PROBLEMA:

¿Qué cambios puede sufrir una estructura al variar las condiciones de experimentación?

### a) Difracción de polvos

Un trozo de cada una de las pastillas (por separado) se reduce a polvo en el mortero de ágata agregando acetona. Ya secos los polvos se colocan en el equipo de difracción de polvos de rayos-X utilizando radiación  $K\alpha$  de Cu ( $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ).

## PREGUNTAS:

¿Son iguales los difractogramas de las pastillas 1 y 2?

Dibuja la celda unitaria del compuesto estequiométrico y construye un modelo con esferas de un solo color para cada tipo de átomos.

¿Cómo relacionas esta estructura con la estructura tipo  $\text{CaTiO}_3$ ?

¿Qué tipo de defectos presenta la estructura comparándola con el  $\text{CaTiO}_3$ ?

¿Cuáles son los números de coordinación del Y, Ba y Cu en la relación estequiométrica?

¿Qué cambio observas en el difractograma de la pastilla 2?

De acuerdo a la experimentación ¿Qué deduces de lo que pasó con el compuesto?

¿Cuáles son los números de coordinación del Y, Ba y Cu en la pastilla 2?

¿Qué puedes deducir de lo anterior?

## II DETERMINAR PROPIEDADES

a) Con el voltímetro a 150mA coloca las terminales a las pastillas 1 y 2 y observa que sucede.

## PREGUNTAS:

¿Qué mides con el voltímetro?

¿Cuál de las pastillas dio respuesta positiva?

b) **Efecto Meissner.** Coloca la pastilla que dio respuesta positiva con el voltímetro en un vidrio de reloj y sobre ella coloca el imán. Vierte sobre ellos el aire o nitrógeno líquido\* poco a poco y con sumo cuidado, **evitando caiga sobre tu piel**, hasta que el imán flote\*\* sobre la pastilla. En caso de que el imán se caiga, con las pinzas de plástico colócalo nuevamente sobre la pastilla.

\* El nitrógeno líquido es extremadamente frío, tiene un punto de ebullición de  $-196^\circ\text{C}$  (77K). Puede **congelar la piel** o cualquier otro objeto reduciéndolos a polvo. La mezcla del nitrógeno líquido con oxígeno líquido es muy oxidante y puede **reaccionar violentamente con sustancias fácilmente oxidables**.

\*\* **El experimento de levitación del imán no debe realizarse cerca de flamas, chispas o materiales inflamables.**

## PREGUNTAS:

¿Qué propiedad magnética se manifiesta en el experimento anterior?

¿Qué repercusiones puede tener un compuesto que presenta tales propiedades?

¿Qué obstáculos tecnológicos se pueden presentar en un material de este tipo?

## ESTUDIO DE PELÍCULAS CONDUCTORAS EN PLACAS DE VIDRIO

### PROBLEMA:

¿Que compuesto o compuestos se depositaron en la placa de vidrio y que tipo de conductividad se produce?

SUSTANCIAS	MATERIALES	EQUIPO
SnCl <sub>4</sub> , SnCl <sub>2</sub> ,	Portaobjetos	Mufla
Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , In <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,	filtro de vidrio	baño María
As <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	2 Atomizadores	Voltímetro
HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , HNO <sub>3</sub> ,	Vasos o matraces de 250ml	
Metanol, benceno, acetona,	Placa refractaria	
etanol, agua.	Pinzas para portaobjetos	

**RECOMENDACIONES:** Se debe evitar el contacto de los reactivos con la piel y la dirección de las atomizaciones.

### PROCEDIMIENTO

Se conecta la mufla a 600°C. y mientras tanto se prepara en un vaso o matraz una solución de 20g de cloruro estanoso disolviéndola en 10ml de metanol. Para ayudar a la solubilidad se calienta un corto tiempo a baño María. Si se forma un gel se filtra en un filtro de vidrio. La mitad de la solución se coloca en una atomizador (1). A la otra mitad de la solución se le añade 2ml de una solución de Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Esta solución se prepara disolviendo 1g de Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en 3ml de HCl concentrado y diluyendo con 17ml de metanol y se coloca en el atomizador (2). Se coloca un portaobjetos(1) en una placa de material refractario y se introduce a la mufla a 600°C. durante 15 minutos. Se saca la placa e inmediatamente se atomiza, con la primera solución (1), durante algunos segundos evitando se prolongue. La atomización se realiza a 20cm de distancia del portaobjetos.(Cuidado en no dirigir la atomización hacia la mufla). Se coloca nuevamente el portaobjetos en la mufla por 2.5minutos y se aplica una segunda atomización y recalentar 2.5minutos más. Se sacan de la mufla el portaobjetos y la placa refractaria y se dejan enfriar a la temperatura ambiente. Se introduce la placa refractaria para otro experimento, repitiendo el mismo procedimiento, con la segunda solución que contiene el trióxido de antimonio segundo atomizador (2) y segundo portaobjetos (2).

Se mide la resistividad de las películas en los portaobjetos (1) y (2) con un voltímetro.

Se lavan las películas con los disolventes de benceno, acetona, etanol y agua y se introducen por 30 segundos en HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, y HNO<sub>3</sub> concentrados; se enjuagan con agua, se secan y nuevamente se mide la resistividad.

### CUESTIONARIO

¿Que reacción se realiza al efectuar la atomización (1) sobre el portaobjetos caliente?

¿Cual es el objetivo de agregar trióxido de antimonio en la disolución (2)?

¿Que diferencia en conductividad hay entre la placa(1) y la placa (2) y a que se debe?

Dibuja la estructura del compuesto de la placa (1) y de la placa (2).

¿Por qué se deben lavar las películas con los diferentes disolvente en el orden señalado?

¿Que se pretende con la introducción de los portaobjetos en los diferentes ácidos?

¿A que tipo de conductividad corresponden las placas (1) y (2)?

¿En que tipo de aditamentos se pueden utilizar estas placas?

### PROCEDIMIENTO COMPLEMENTARIO

Es un estudio complementario para obtener las condiciones óptimas en cuanto a la preparación de superficies conductoras. Con el procedimiento señalado anteriormente realizar las siguientes variables:

Temperatura de la mufla de 500 a 700°C.

Tiempo de calentamiento: 5, 10, 15, 20 minutos.

Número de atomizaciones: 2, 3, 4, 5.

Concentración de los ácidos y tiempo de exposición.

Preparación de otro tipo de películas conductoras utilizando otros reactivos: trióxido de indio, pentóxido de arsénico, etcétera.

Diferencias entre los dos tipos de películas.

## PREPARACIÓN DE UNA VITRO CERÁMICA DE (Fe,Ca)SiO<sub>3</sub>

**PROBLEMA** ¿Cómo obtener una vitro-cerámica?

### SUSTANCIAS, MATERIAL Y EQUIPO

% mol: 45% SiO<sub>2</sub> (8.112g), 45 CaO (13.5 g, CaCO<sub>3</sub>), 10% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (4.788 g) y  
3% en peso Na<sub>2</sub>O (1.126g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>).

Crisoles de porcelana y Pt  
Horno 800°C y 1400°C  
Guantes de asbesto  
Pinzas largas para horno de 1400°C  
Lámina de metal

N<sub>2</sub>  
Molino  
Mortero  
Prensa hidráulica 1.5 ton – 5 ton  
Discos para pulido

### I. SÍNTESIS

#### *I Etapa*

Se pesan y homogenizan las sustancias, con el mortero. La mezcla se coloca en crisol y se somete a calentamiento desde temperatura ambiente hasta 800°C, a 10°C/min, y se deja a esa temperatura, 3 h.

¿Para qué se muelen los polvos?  
¿Con qué objetivo se deja la mezcla a 800°C?

Se continúa el calentamiento a 5°/min, desde 800°C hasta 1400°C, 30 min.  
El contenido del crisol se enfría entre dos láminas de acero a temperatura ambiente, o se vierte sobre una lámina a temperatura ambiente, o el crisol se enfría bruscamente en una mezcla de agua líquida/sólida.

¿Con qué objetivo se hizo lo anterior? ¿Qué observó?

#### *II Etapa*

El producto de la I etapa se muele con mortero o en molino, o corta con disco o se utiliza la lenteja obtenida. Se hacen pastillas de 600 mg, 12 mm de diámetro por 15 mm de altura (1.5 ton uniaxial) y presión isostática (5 ton) o se cortan láminas delgadas de 15 mm de espesor y de aproximadamente 12 mm de longitud. Éstas se calientan hasta 800°C, 5°C/min, y a 800°C, 3 h, posteriormente se enfrían a temperatura ambiente. El proceso se desarrolla en atmósfera de N<sub>2</sub>. La superficie se pule.

¿Con qué objetivo se calientan nuevamente las muestras a 800°C?  
¿Para qué se desarrolla el proceso en N<sub>2</sub>?

### II. CARACTERIZACIÓN

¿Cómo piensa identificar lo obtenido?  
¿Qué información le puede dar la técnica escogida?

### III. ESTRUCTURA

¿Qué tipo de reacciones se llevan a cabo? Escríbalas  
¿Qué estructura propone para los productos obtenidos en la I etapa y en la II etapa?  
Consulte el diagrama de fases del sistema SiO<sub>2</sub>-CaO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ¿qué información le proporciona?  
¿Cuál es el objetivo de adicionar Na<sub>2</sub>O?

#### **IV PROPIEDADES**

¿El producto obtenido que propiedades podría desarrollar?

¿Cómo probará estas propiedades y qué aplicación o aplicaciones propone?

#### **V. APLICACIONES**

Comprobación de propiedades, para la aplicación propuesta.

Indique ¿cómo esta investigación contribuye a diferentes áreas de aplicación?

## GRANATES DE $Y_xGd_{3-x}Fe_5O_{12}$

PROBLEMA                               ¿Qué relación hay entre estructura y propiedades?

### SUSTANCIAS, MATERIAL Y EQUIPO

$Y(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ , 1M (en promedio 3 ml por estudiante)

$Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ , 1m (3 ml por estudiante)

$FeCl_3 \cdot 6H_2O$  (20 ml por estudiante)

NaOH, 6 M

Papel pH

Papel filtro, embudos de filtración

Crisol de porcelana

Guantes de asbesto

Pinzas para crisol

Imán duro

Estufa, 120°C

Horno, 900°C

### I. SÍNTESIS

A 10 ml de  $FeCl_3$  se adicionan 3ml de  $Gd(NO_3)_3$  y 3ml de  $Y(NO_3)_3$ .

Se vierte por goteo, lentamente de 5 a 10 ml de NaOH a la solución metálica, hasta la formación del producto.

La solución se decanta y lava abundantemente. Se filtra y seca a 120°C una noche.

¿Qué tipo de reacción se llevó a cabo?

¿Cuál es el objetivo de adicionar NaOH?

¿Cómo es el producto obtenido?

Se realizan pastillas. Se calientan a 900°C de 18 a 24 hr. Hasta que la reacción se ha llevado a cabo.

¿Cómo sabe que la reacción después del calentamiento ya se desarrolló? ¿cómo se le llama a este proceso?

### II. CARACTERIZACIÓN

¿Cómo puede identificar el producto final?

### III. ESTRUCTURA

Investigue la estructura de los granates, ¿cuál es su nombre químico?

Indique cada una de las posiciones de los átomos presentes en la estructura.

### V. PROPIEDADES

Dependiendo de lo investigado y obtenido en los anteriores apartados ¿qué propiedades puede presentar el producto obtenido?

¿Cómo propone medir estas propiedades?

¿Qué relación tienen las propiedades exhibidas con la estructura?

### V. APLICACIONES

¿Qué aplicaciones propone derivadas de las propiedades obtenidas?

## CATALIZADOR DE NÍQUEL

**PROBLEMA:** ¿Cómo preparar un catalizador de Ni sobre un soporte?

Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, 0.17 M

Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>, 0.34 M

NH<sub>4</sub>OH, 0.6M

Vaso de precipitados, Termómetro, Agitador magnético y parrilla de agitación, Büchner, Frasco para vacío y vacío.

Estufa, Horno, 800°C, pinzas para horno, guantes de asbesto, PHmetro

### SÍNTESIS O PREPARACIÓN

#### I ETAPA

En un vaso de precipitados mezcle 100 ml de nitrato de níquel, 0.17 M y nitrato de aluminio, 0.34 M, adicionando lentamente hidróxido de amonio, 0.6 M, con agitación constante hasta pH = 8.

El precipitado obtenido se lava con abundante agua (destilada) y se seca a 120°C, una noche.

El producto se lleva hasta 500°C, 5 h.

¿Qué método de síntesis es el que se llevó a cabo con este procedimiento?

¿Cuál es el objetivo de agregar NH<sub>4</sub>OH?

¿Escriba la reacción que se lleva a cabo y de la fórmula del sólido obtenido?

#### II ETAPA

Adicione aproximadamente 1 ml/g de la solución de nitrato de níquel hexahidratado lentamente, al producto de la I etapa homogenizando con la espátula. Finalmente la muestra se seca a 120°C, una noche.

¿Qué objetivo tiene agregar el Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O al producto obtenido en la I etapa?

¿Cómo identifica esta etapa de preparación?

#### III ETAPA

1g del nitrato de níquel hidratado, 1g de producto obtenido en la II etapa, se colocan en el horno durante 30 min, a 350°C. Si se cuenta con  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> comercial como soporte, realice el procedimiento desde la etapa II, como medio de comparación.

**PRECAUCIÓN:** las sales de níquel y sus soluciones, pueden irritar los ojos y piel. El amonio es corrosivo y causa quemaduras en la piel y ojos. Los gases de NO<sub>2</sub> con el calentamiento de las muestras son corrosivos por lo que se deben evitar. Cuando las muestras se preparen es importante utilizar bata, guantes, lentes de protección y protección para la boca y trabajar en campana.

### CARACTERIZACIÓN

¿Qué técnicas de identificación le permitirán conocer los productos de la II y III etapas?

¿Qué estructura presenta el sólido obtenido en la II etapa?

¿En esta estructura en donde se localiza el Ni?

### PROPIEDADES

Si el sólido obtenido es catalizador, ¿cuál es el mecanismo de funcionamiento como tal?

### Aplicaciones

Según el apartado anterior ¿qué aplicaciones potenciales presenta este sólido obtenido?

¿Cómo podría probarlas?

## BIBLIOGRAFÍA

- Crystals and Crystal Growing, A. Holden and P. Morrison, The MIT Press, Cambridge M.A., 9ª Ed., 1993.
- Manual de Mineralogía, C. Klein and C.S. Hurlbut, Jr., 4ª Ed., Basado en la obra de J. Dana, Editorial Reverté, S.A., Barcelona, 1996.
- Guía de Minerales y Rocas, A. Mottana, R. Crespi y G. Liborio, Ed. Grijalbo, Toledo, España, 1980.
- Kingery, W.D. Introduction to Ceramics, John Wiley and Sons, New York, 1960.
- Reed, J. S. Introduction to the Principles of Ceramic Processing, John Wiley and Sons, New York, 1988.
- Singer, F. y Singer, S.S. Enciclopedia de la Química Industrial, Cerámica Industrial. Vols. 1, 2 y 3., URMO, S.A. Ediciones, Bilbao, 1971.
- Yacamán, J.M. y Reyes Gasga, J. Microscopía Electrónica. Una visión del cosmos. CONACyT y Fondo de Cultura Económica, México, 1995.
- Barrio Paredes, R.A. Cuadernos del Instituto de Investigaciones en Materiales. Formación de imágenes en el microscopio electrónico 3. Dirección General de Publicaciones UNAM, México, 1982.
- Dodd, R.E. and Robinsosn, P. L.. Química Inorgánica Experimental, Editorial Reverté, S.A., México, 1965.
- Mc Crone, W.C. and Delly, J.G. The Particle Atlas, "nd Edition. An Encyclopaedia of Techniques for Small Particle Identification. Vols. 2 y 3. Anna Arbor, Science Publishers Inc., 1973.
- Wishnitzer, S. Introduction to Electron Microscopy. Pergamon Press, New York, 1970.
- Mackenzie, R. Differential Thermal Analysis. Academic Press, LondoN, 1972.
- Wendlandt, W.W. Thermal Methods of Analysis. J. Wiley, New York, 1973.
- José María Fernández Navarro. El Vidrio. Constitución, Fabricación, Propiedades. Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Fundación Centro Nacional del Vidrio. 2ª Edición, Madrid 1991.

**MANUAL DE PRÁCTICAS DE**  
**QUÍMICA DEL ESTADO SÓLIDO**

COLABORADORES

Ma. A. Castellanos Román  
Ma. De Lourdes Chávez García  
Margarita Chávez Martínez  
Pilar Gutiérrez Amador  
Mercedes Meijueiro Morosini  
Liberto de Pablo Galán  
Cira Piña Pérez

