

# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

Facultad de Química

ALGUNAS TECNICAS DE TRABAJOS DE LABORATORIO

413

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

Ingeniero Químico Metalúrgico

P R E S E N T A

MIGUEL SANSON URIBE

México, D. F.

1976



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Tosii  
CLAS \_\_\_\_\_  
AGE 1976  
TECHA \_\_\_\_\_  
PAC \_\_\_\_\_  
ST \_\_\_\_\_

~~392~~ 391



QUIM 02

PRESIDENTE: Alberto Obregón Pérez.

VOCAL: Anibal Bascuñán Blaset.

Jurado asignado originalmente según el tema. SECRETARIO: Carlos Romo Medrano.

1er. SUPLENTE: Jorge Mencarini Peniche.

2do. SUPLENTE: Ma. Luisa Flores G.

Sitio donde se desarrolló el tema: FACULTAD DE QUIMICA. U. N. A. M.

Nombre completo y firma del sustentante: Miguel Sansón Uribe.

Nombre completo y firma del asesor del tema: Alberto Obregón Pérez.

CON ADMIRACION Y CARÍÑO A MIS PADRES.

SR. MANUEL SANSON MARTINEZ.

SRA. ELISA URIBE DE SANSON.

A MIS HERMANOS.

CON PROFUNDO AGRADECIMIENTO AL.

SR. ING. ALBERTO OBREGON PEREZ .

POR LA REALIZACION DE ESTA TESIS.

AL H. JURADO.

## INTRODUCCION

Durante el año de 1974 se propusieron diversos planes tendientes a integrar en un todo armónico los cursos del area de química analítica. El programa presentado contemplaba promover hasta donde fuera posible una especialización en esta disciplina, fundamentalmente destinada hacia los Químicos, tanto desde el punto de vista teórico como desde el punto de vista práctico.

La Dirección de la Facultad estaba consciente de la absoluta necesidad de preparar técnicos a nivel licenciatura que salieran siendo analistas competentes, con suficiente práctica para poder ejecutar las recetas analíticas y suficiente preparación para poder modificarlas inteligentemente.

El plan fue presentado en su conjunto en la tesis profesional "Planeación e Integración de las Prácticas de Análisis" y estaba destinado a desarrollarse en los Cursos de Química experimental aplicada, donde los futuros químicos en el último semestre de su carrera contarán con la preparación óptima.

El trabajo mencionado partía del supuesto de que los alumnos en este nivel poseían un cierto *entrenamiento previo de trabajo en el laboratorio*, así como de capacidad ejecutiva probada e información

suficiente.

Teóricamente estos conocimientos, práctica e información los tendrían que adquirir a través de un curso previo, fundamentalmente práctico en el que se les suministrara además la información que permitiera a los profesores de los análisis siguientes trabajar sobre ella.

La ejecución de este plan no era fácil, dado que había que seleccionar el material didáctico y planear el curso en tal forma que pudiera impartirse en un tiempo razonable. Este material por otro lado, se encontró disperso en numerosas obras, muchas de ellas en la Facultad pero otras, fuera del alcance de la consulta bibliográfica de los alumnos.

Las razones expuestas dieron motivo a pensar en la posible utilidad del presente trabajo, donde se recopila el material posible de impresión y se generan las diapositivas y formas de divulgación necesarias para poder impartir los conocimientos requeridos en forma audiovisual, con un mínimo de tiempo en la enseñanza.

El curso en el que se use el material recopilado es ciertamente intrascendente, aunque obviamente sería muy deseable que se viera en los primeros semestres, lo cual correspondería a los laboratorios de Ciencia Básica.

## TEMARIO

Página

1.	ELEMENTOS DE SEGURIDAD EN UN LABORATORIO INDUSTRIAL.	1
1.1.	Elementos de toxicología.	5
1.2.	Primeros auxilios.	7
2.	EL LABORATORIO Y COMO TRABAJAR EN EL.	9
2.1.	Limpieza y disposición general del mobiliario.	9
2.2.	Cuaderno de informes y su significado.	13
3.	EQUIPO DE USO COMUN EN EL LABORATORIO.	15
3.1.	Equipo térmico del laboratorio.	15
3.2.	Material de vidrio y de porcelana.	19
3.3.	Material de hule y de plástico.	22
3.4.	Materiales de diversas composiciones.	24
4.	OPERACIONES MAS COMUNES EN EL LABORATORIO.	26
4.1.	Determinación de peso, equipo para lo mismo y su calibración.	26
4.2.	Determinación de volumen, equipo para ello y su calibración.	30
4.3.	Determinación de temperatura, equipo para ello.	37
4.4.	Separación de fases y equipo necesario.	39
4.5.	Trabajos en vidrio y montaje de aparatos.	41
5.	MANEJO DE REACTIVOS Y SUBSTANCIAS.	47
6.	PREPARACION DE SOLUCIONES	48
7.	PREPARACION DE INFORMES.	52

	Página
Apéndice I	54
Apéndice II	58
Apéndice III	62
Apéndice IV	65
Apéndice V	67
Apéndice VI	79
Apéndice VII	94
Apéndice VIII	96
Apéndice IX	98

## 1. ELEMENTOS DE SEGURIDAD EN UN LABORATORIO INDUSTRIAL.

En general, todos los laboratorios tienen un buen índice de seguridad a pesar de lo peligroso de las operaciones que en ellos se realizan. En compañías bien organizadas, las buenas situaciones no aparecen por casualidad, sino que se derivan de un cuidadoso programa de seguridad planeado e iniciado por el jefe de laboratorio, los encargados del trabajo de seguridad y otros.

Los jóvenes y trabajadores sin experiencia tienden a tener el mayor número de accidentes, así que son ellos los que necesitan una supervisión más cuidadosa por parte de sus superiores, para tratar de reducir esta tendencia. Por ejemplo se les debe prevenir de los corredores de gran afluencia, así como en el laboratorio, acerca del riesgo que existe en un choque con una persona que lleva una sustancia tóxica. Las reglas y órdenes sobre el trabajo de seguridad son usualmente menos efectivas en los resultados, que el ejemplo personal del jefe que los tiene bajo su mando. Sin embargo es necesario dar un buen ejemplo por medio de un reglamento de seguridad escrito, en donde el jefe del laboratorio tiene la obligación de garantizar que dicho reglamento está disponible para todos los miembros del laboratorio y que éstos lo entienden completamente. Existen algunos reglamentos de seguridad dirigidos principalmente a los jóvenes y trabajadores inexpertos.

Se debe tener en cuenta que un laboratorio es un lugar designado para la realización de un trabajo peligroso, con un mínimo de riesgo, para esto podemos considerar las siguientes reglas de seguridad:

- a) Reportar toda clase de accidente a el jefe de laboratorio.
- b) Limpieza. - Una de las causas de accidente más común, es el mal manejo del mismo, para evitar esto, se debe mantener la mesa y el lugar de trabajo limpios y arreglados, no dejar obstáculos en los pasillos donde otros puedan accidentarse, ni aparatos sucios en los lavabos porque estos pueden ser estorbos en una emergencia. Los líquidos o soluciones con que se trabaja nunca se déjan en recipientes abiertos, porque algunos de estos se pueden secar o volatilizar dejando residuos explosivos.
- c) Material de deshecho. - No tirar solventes o líquidos inflamables en los lavabos, sino usar recipientes especiales para ello.
- d) Recipientes. - Ver que las botellas o recipientes estén claramente rotulados y que indiquen el origen y la pureza del contenido.
- e) Derramamientos. - Cuando haya algún derramamiento de un ácido o base fuerte, se puede neutralizar con - -

bicarbonato de sodio antes de limpiarlo.

- f) Aparatos de vidrio. - Se debe examinar cualquier aparato antes de empezar a trabajar, con el objeto de ver si está limpio y que no tenga defectos (rajaduras). Cuando se lleva un recipiente de vidrio, nunca se toma del cuello puesto que puede romperse y derramarse alguna sustancia tóxica o inflamable.
- g) Campanas de extracción. - En los trabajos en los cuales gases o vapores venenosos y humos desagradables se desprendan, se debe usar la campana y asegurarse que haya una buena ventilación para casos de emergencia.
- h) Gases nocivos y explosivos. - No se debe trabajar en un espacio donde estén presentes, a menos de que no exista riesgo de explosión o de cualquier otro efecto del gas.
- i) Líquidos inflamables. - Para evitar el riesgo de fuego o quemaduras, las botellas que contengan líquidos inflamables se deben conservar en la menor cantidad posible y mantenerlos alejados del fuego y cerrados.
- j) Sustancias corrosivas (Acido Sulfúrico):- Los restos de ácido sulfúrico son una de las causas más co-

munes de accidentes, el exhalar dicho ácido u oleum es muy peligroso.

Nunca se debe verter agua en ácido sulfúrico concentrado, se vierte el ácido lentamente sobre agua fría bien agitada en un vaso abierto.

Los ácidos y materiales parecidos no se deben almacenar en anaqueles altos o en lugares calientes. Para estas sustancias se debe usar protección para los ojos. Algunas otras sustancias son muy destructivas y solo deben ser usadas bajo instrucción.

k) Protección para los ojos. - Los lentes de seguridad se deben usar todo el tiempo que se este en el laboratorio, aún en las operaciones más fáciles.

l) Fuego. - Lo importante es saber donde están los extinguidores y como usarlos.

m) Alimentos en el laboratorio. - Nunca se debe comer en el laboratorio, si se tiene que hacer, se debe tener cuidado de que no haya contaminación.

Para beber, no se usan frascos ni vasos de trabajo, tampoco comer reactivos como sal o bicarbonato, porque pueden estar contaminados.

## 1.1 ELEMENTOS DE TOXICOLOGIA.

Con el desarrollo de la industria, los trabajadores estuvieron expuestos al humo, polvo, gases, sin tomar en cuenta la naturaleza del posible daño de muchas de estas sustancias. Ciertas ocupaciones como la extracción de mercurio, fueron notorias en este aspecto y muchas enfermedades industriales como la intoxicación con fósforo, no fueron detectadas por años. El exámen de la ocupación como un factor en la enfermedad, es un desarrollo comparativamente moderno, en vista de que los médicos industriales limitaban sus dictámenes solo a los factores externos es decir hernias, lumbagos, cataratas, etc.

Sin embargo los conocimientos acerca de la existencia de las enfermedades del trabajo, han llegado a ser más evidentes y así los médicos industriales han detectado el peligro de muchos de los humos, polvos o gases a los cuales están expuestos los trabajadores. Los científicos han investigado activamente los efectos de muchos de estos contaminantes en el aire y los ingenieros han instituido medidas de control en la industria para reducir el peligro de exposición.

La intoxicación generalmente conocida, ocurre como resultado de la ingestión de sustancias tóxicas y esto sin duda ha influido mucho en la higiene industrial. Como resultado, estrictas medidas sanitarias han sido propuestas y adoptadas en ciertos procesos industriales para prevenir la posible intoxicación por ingestión. Estas

medidas incluyen reglas como: un cambio completo de ropa al entrar a trabajar, un cuidadoso lavado de las manos y la cara antes de comer y un completo lavado o un baño al final del período de trabajo. Pero estas medidas no incluyen el saneamiento de la respiración y algunos casos de intoxicación industrial y en el laboratorio han ocurrido, donde los trabajadores han observado estricta limpieza, por que estuvieron expuestos a concentraciones peligrosas de polvo, vapores o gases.

La inhalación es reconocida como una de las más peligrosas formas de intoxicación. Como resultado, el uso de sustancias o material tóxico está basado en un completo conocimiento de su toxicología.

Para mayor información, en el apéndice I se da una tabla con algunas de las sustancias y elementos tóxicos más comunes.

## 1.2. PRIMEROS AUXILIOS.

INTOXICACION. En cualquier caso de envenenamiento, lo primero que se debe hacer es llamar a un médico, una acción rápida es esencial.

- a) Intoxicación por Inhalación. Tratamiento General. - Se debe colocar al accidentado en un sitio donde pueda recibir aire fresco, aflojar la ropa de la cintura y cuello y mantenerlo cubierto, no darle nada por la boca. Si su respiración es débil es necesario suministrarle oxígeno o darle respiración artificial.
- b) Intoxicación por Ingestión. Se debe producir el vómito ( en la mayoría de los casos) mediante un vomitivo (dos cucharadas de sal en un vaso de agua), a menos que el accidentado este inconsciente o que sus labios o boca estén evidentemente quemados, se le tiene que suministrar un antídoto. El antídoto más simple es un vaso de leche. En el laboratorio la causa del envenenamiento es generalmente conocida y por lo tanto se tiene que conocer el antídoto que se va a suministrar. Se debe colocar una lista en cada laboratorio de los venenos más comunes y sus antídotos.

## QUEMADURAS.

- a) Producidas por ácidos. Lavar la herida con un alcali débil, como bicarbonato de sodio o sosa diluida para lavar (una cucharada en un vaso de agua).
- b) Producidas por alcalis. - Lavar la herida en un ácido débil, como ácido tartárico, ácido acético, jugo de limón o vinagre.
- c) Producidas por fuego o fricción. - Si es posible, aflojar la ropa, si está pegada a la piel, cortarla alrededor de la herida y expeler todo el aire para lavar y secar.
- d) Salpicaduras sobre la piel o ropa con peróxido de hidrógeno. - Rociar con agua primero. Si el peróxido entró en el ojo, se debe lavar con agua y después limpiar con un chorro de agua destilada. Es necesario llamar a un médico.  
Las ampollas no deben ser rotas puesto que el acceso de aire aumenta el choque.

## 2. EL LABORATORIO Y COMO TRABAJAR EN EL.

### 2.1. LIMPIEZA Y DISPOSICION GENERAL DEL MOBILIARIO.

Un laboratorio puede ser descrito simplemente como un lugar diseñado y equipado para una observación cuidadosa, manipulaciones, medidas e interpretaciones lógicas. Sin embargo, los laboratorios pueden variar grandemente en extensión, desde un cuarto individual, hasta una larga organización, empleando varios equipos de disciplinas bien integrados, complementados con un apoyo administrativo.

Sería imposible tratar de llegar a unas normas bien establecidas para la disposición general del mobiliario en un laboratorio, porque éstos difieren grandemente en dimensión y propósito. Por otro lado existen laboratoristas que prefieren trabajar con equipo fabricado por ellos mismos y frecuentemente hacen sus propias mediciones y observaciones, además de que ciertas investigaciones requieren de un equipo altamente desarrollado y la habilidad de operadores especialmente entrenados.

Por lo tanto, se debe apreciar que cualquier intento de hacer especificaciones precisas para el diseño de un laboratorio, así como de su organización probablemente serían inexactas, sin embargo podemos seguir algunas sugerencias y recomendaciones empleadas en la disposición general de un laboratorio.

Es esencial que las más altas normas de limpieza y eficiencia posibles sean mantenidas todo el tiempo. Libre acceso a el laboratorio para todos los que trabajen en él y para asegurar continuidad podría ser ventajoso emplear personal de conexión para los diversos departamentos. Es deseable también que el laboratorio esté libre de ruido y alboroto, humo, polvo y vibración, principalmente donde se lleven a cabo mediciones exactas, o se emplee equipo delicado. Por estas razones existen varias ventajas para que los aparatos y equipo de un laboratorio sean colocados en el piso superior del edificio, donde además se tendría más luz natural.

Ciertas características son sin embargo comunes en todos los laboratorios y el primer requisito es el que haya suficiente espacio para cada trabajador. Esto puede variar bastante de acuerdo a la naturaleza y tamaño del equipo que se use, pero por lo que se ha encontrado, lo normal son  $27m^2$  por trabajador.

Donde exista humedad o amplias variaciones de temperatura, es necesario que haya aire acondicionado, para evitar que las lecturas de los aparatos sean erróneas.

La importancia de servicios tales como: energía, gas, aire comprimido, vacío, agua, lavabos y desagüe no debe ser dejada a menos y esto debe hacerse para una conveniencia máxima. Altos gastos en dichos servicios, a la larga permiten operaciones más económicas.

La normalización de puntos de energía y llaves es esencial, porque permite el fácil intercambio de equipo de un lugar a otro.

Las disposiciones varían desde pequeños cuartos de investigación hasta grandes laboratorios con temperatura ambiente y control de humedad.

Cada laboratorio especializado puede ser arreglado de acuerdo a sus exigencias individuales, pero la uniformidad de servicios debe ser llevada a cabo tan pronto como sea posible. Medios para comunicación interna son frecuentemente ventajosos. Teléfonos externos deben también ser puestos en posiciones adecuadas.

Adecuados extinguidores, equipo de primeros auxilios y suficientes salidas de emergencia deben estar localizadas en puntos convenientes y una especie de elevación es importante para el transporte de equipo.

Los abastecimientos de energía son también todos importantes, deben estar distribuidos tan ampliamente como sea posible. Enchufes normales deben estar localizados a determinada altura alrededor de cada laboratorio, sobre un sistema de anillo principal, y la diferencia entre los desconectados y los que están trabajando debe ser clara. Una completa normalización sobre un tamaño de contacto definido, facilitará que el equipo sea rápidamente intercambiable de un laboratorio a otro.

También es posible hacer arreglos para abastecimiento de corriente directa, es más usual obtener ésta por medio de rectificadores locales. La estabilización del voltaje puede ser arreglada localmente, pero puede ser más económico a la larga, estabilizar el abastecimiento en el transformador principal. Algunos laboratorios requerirán indudablemente corrientes muy elevadas a bajos voltajes y ésta puede ser proporcionada por transformadores fijos o móviles o por unidades más grandes en el centro principal de distribución de energía.

Fluctuaciones en la presión del agua pueden causar mucha inconveniencia, por lo tanto un gran tanque principal, con una gran alimentación y con un nivel constante, debe estar situado en el punto más alto del edificio, con tantas tomas como sea posible.

Los servicios de vacío son mejor proporcionados por unidades de bombeo y a menos que algunas circunstancias especiales lo exijan, cuartos fríos y refrigeración pueden ser abastecidos.

Las bancas y los muebles del laboratorio deben estar combinados de tal manera que los rearrreglos que se hagan puedan ser efectuados con un mínimo de dificultad. Los requerimientos por supuesto cambiarán de un laboratorio a otro y las bancas, superficies cubiertas, uso de líquidos corrosivos, etc., serán dictados por factores tales como una posición óptima de trabajo. La seguridad personal es muy importante particularmente desde el punto de vista de un choque eléctrico, -

heridas producidas mecánicamente, quemaduras, superficies resbalosas y la inhalación o ingestión de humos y polvos venenosos.

El laboratorio debe estar siempre dispuesto para cualquier circunstancia que pueda cambiar, como es el estudio de nuevas ideas o procesos.

La disponibilidad de servicios eficientes y equipo moderno, juegan un papel importante en llevar a cabo una máxima productividad.

## 2.2. CUADERNO DE INFORMES Y SU SIGNIFICADO.

El registro es una parte importante en el trabajo de un laboratorio. El cuaderno del laboratorista podría servir en algún momento como un documento legal, o como una evidencia irrefutable ante un juicio. Por lo tanto, las anotaciones deben ser hechas de tal manera que su significado sea claro y si es posible especificar cuando han sido hechas, a que trabajo y a que parte se refieren.

Podemos considerar las siguientes reglas referentes a el cuaderno de informes:

a) Anotar todas las mediciones y observaciones directamente en el cuaderno. Cualquier anotación sobre papel suelto debe ser añadida a el cuaderno de alguna manera permanente, para conservar las notas originales.

b) Seleccionar un cuaderno sólidamente reforzado con una

cubierta resistente, el cual permitirá más comodidad al escribir.

c) Hacer las anotaciones con lápiz o con tinta que no sean afectados por el agua, para esto se puede usar una tinta especial.

d) Numerar las páginas consecutivamente conforme se vayan usando. Nunca arrancar las hojas. Cruzar las anotaciones erróneas en tal forma que puedan ser leídas sin problema , nunca borrarlas.

e) Usar la segunda página para enlistar equipo y otra información necesaria. Reservar unas pocas páginas adjuntas para la colección de datos, los cuales son necesarios frecuentemente: datos de calibración de aparatos volumétricos.

f) En la primera mitad del cuaderno las páginas del lado derecho son más fáciles de usar para apuntar datos y las del lado izquierdo para cálculos pertenecientes a esos datos. Es aconsejable cambiar el procedimiento para la otra mitad del cuaderno.

### 3. EQUIPO DE USO COMUN EN EL LABORATORIO.

#### 3.1. EQUIPO TERMICO DEL LABORATORIO.

(Mecheros, parrillas, estufas, hornos, etc.)

##### MECHEROS.

Cuando se usa cualquier tipo de gas, siempre se debe observar que las conexiones estén bien ajustadas y que los tubos de conexión estén en buen estado.

Algunos gases contienen compuestos sulfurosos y el material expuesto a la llama de gases, puede tomar  $\text{SO}_2$  y  $\text{SO}_3$ . La acción reductora de la llama es algunas veces indeseable.

La mayoría de los mecheros operan bajo el principio de el mechero de Bunsen o sea: Abrir toda la llave y mientras las entradas de aire están cerradas, o solo ligeramente abiertas, ajustar el tamaño de la llama por medio de la válvula en la base del mechero; la regulación en la llave puede no dar el mismo resultado. Entonces abrir las entradas de aire en la base del barril para obtener la flama deseada. Para reducir el tamaño de la llama, siempre se debe disminuir el abastecimiento de aire. Se debe seguir el mismo procedimiento para el uso de las lámparas.

La llama luminosa obtenida cuando las entradas de aire están cerradas corresponde a una llama de vela. Cuando las entradas de

aire están ligeramente abiertas la llama es no luminosa; no es muy caliente y es movida hacia todos lados por corrientes de aire, por lo que puede ser necesario un protector para mechero. La llama llega a ser más caliente y más rígida tanto más aire sea suministrado en la base del barril. Un cono azul luminoso se hace visible y una especie de ruido se oye de acuerdo a el máximo de aire permisible en la mezcla del combustible que sea requerida.

Las partes de la flama son: La más cercana, es el cono de abastecimiento de combustible saliendo del barril, la flama interna representa la reacción del gas combustible con el oxígeno admitido y la llama exterior es la región donde el exceso de combustible reacciona con el oxígeno de los alrededores.

El cono azul delinea el límite entre la llama interna y la mezcla de aire combustible que entra. Es mantenido en posición porque la velocidad hacia arriba de la corriente de la mezcla de combustible, cancela justamente la velocidad hacia abajo de el frente de la llama interior hacia el barril del mechero. Si además la relación de abastecimiento decae, o la velocidad de la llama crece (más oxígeno en la mezcla) el frente de la llama interior se acercará a la abertura del barril ( cono azul estrecho) y puede aún decaer dentro del barril.

La mezcla que no se quema dentro del cono azul, permanece fría, tiene una acción reductora. Las más altas temperaturas se alcanzan justamente arriba de la punta del cono azul.

La temperatura de la llama es determinada por su volumen y por el calor liberado por unidad de tiempo. Mezcla de bastante aire para suprimir completamente la llama exterior, elevaría la temperatura reduciendo el tamaño de la llama. Una considerable reducción de tamaño posterior puede ser obtenida mezclando el combustible con oxígeno en vez de aire, eliminando cuatro volúmenes de nitrógeno por cada volumen de oxígeno necesario. Esto sin embargo debe ser acompañado por el cambio en la construcción de el mechero, en vista de que la llama de oxígeno se metería dentro del barril a causa del aumento en la velocidad de propagación.

#### LAMPARAS.

Introducen la combustión sostenida de gas (aire-oxígeno, o solo uno) en la base de la llama de un tubo situado en el eje del barril, suministrando el combustible. Inclusive, para las más altas temperaturas accesibles, es posible llegar a regularizar el tamaño y la forma de la llama dentro de los límites más amplios. Para este fin, una manga es ajustada a el orificio del barril y el orificio del tubo del aire (oxígeno) puede ser cambiado por medio de puntas.

Siempre se empieza con gas y aire y añadir oxígeno mientras se va disminuyendo la cantidad de aire. El procedimiento inverso es para cerrar.

El diseño de los mecheros debe estar íntimamente ligado al combustible, en vista de que los requerimientos del valor calorífico y el oxígeno (aire) varían ampliamente con la composición del combustible.

#### TEMPERATURAS ACCESIBLES.

Las temperaturas que pueden ser alcanzadas, dependen de el tamaño del objeto, su forma y su capacidad para conducir y radiar calor. Las siguientes temperaturas pueden ser obtenidas dentro de un crisol de platino cubierto de 15 ml. de capacidad: Mechero Bunsen  $900^{\circ}\text{C}$ , mechero de Tirril  $1050^{\circ}\text{C}$ , mechero de Beker  $1200^{\circ}\text{C}$ . Las temperaturas obtenidas en un crisol de porcelana tapado, serán aproximadamente  $200^{\circ}\text{C}$ . más bajas.

Se pueden obtener temperaturas más elevadas mediante un resguardo contra pérdidas de calor.

En el apéndice II se describen otros aparatos de uso común en el laboratorio.

### 3.2. MATERIAL DE VIDRIO Y DE PORCELANA.

Cuando se usan recipientes de vidrio, porcelana y silice se debe tener en cuenta que las soluciones acuosas ejercen cierta acción sobre estos materiales; aunque la porcelana es relativamente menos soluble que el vidrio en la mayoría de las soluciones acuosas y la silice es menos soluble en ácidos que la porcelana.

En el caso del vidrio, el grado relativo de resistencia al ataque por líquidos depende generalmente de la composición, así las variedades conocidas como "duro" o "resistente", las cuales son menos solubles, deben ser usadas en análisis químico.

Generalmente hablando, las soluciones ácidas tienen menos acción sobre el vidrio que la que tienen el agua y las soluciones alcalinas. La prolongación de un análisis indebidamente está expuesto a introducir errores resultados de la solubilidad del vidrio del recipiente. De aquí que las soluciones que tengan que ser mantenidas en un recipiente de vidrio por algún tiempo deban ser acidificadas. No se puede esperar un trabajo exacto cuando el tiempo tomado para la operación es mucho más grande que el necesario.

Hasta cierto punto una determinación en blanco puede servir para eliminar errores debidos a la solubilidad de el recipiente, pero la prueba en blanco es de poco valor en aquellos casos donde hay una

diferencia considerable entre la composición de la solución prueba y la blanca.

En el caso de porcelana, el relativo grado de resistencia depende de la composición de el satinado y solo porcelana de resistencia probada debe ser usada.

A causa de que la buena porcelana está menos expuesta al ataque por las soluciones acuosas que el vidrio, los recipientes de porcelana pueden algunas veces ser usados para cualquier intervalo de tiempo; se debe enfatizar que esta observación se aplica solamente a buena porcelana. La diferencia en composición entre el vidrio y la porcelana se debe recordar, por ejemplo, la contaminación con aluminio es más posible que ocurra de el uso de la porcelana que de el uso del vidrio.

Soluciones de reactivos almacenados en recipientes de vidrio se pueden llegar a contaminar con sílice, alcalis y varios elementos como: Arsénico, antimonio, boro, cinc y manganeso, de acuerdo a la variedad del vidrio. Tal contaminación se puede impedir forrando interiormente las botellas con parafina o haciendo reactivos frescos en intervalos de tiempo frecuentes.

Donde se debe evitar la contaminación con sustancias básicas, se pueden emplear recipientes de sílice fundida.

La porcelana tiene un cuerpo no poroso cubierto con vidrio no poroso. El cuerpo está formado por arcilla (silicatos de aluminio hidratados) con adiciones de sílice y feldespato (silicato de aluminio, sodio-potasio).

En el apéndice III se dan varias clases de vidrio y de porcelana con algunas de sus características.

### 3.3. MATERIAL DE HULE Y DE PLASTICO.

#### MATERIAL DE HULE.

Toda clase de hule contiene de 0.5 a 1% de sulfuro, aún el tipo de hule no laminado libre de sulfuro, contiene algo de él. El hule de goma pura nunca contiene más que el 94% de hule crudo. Los artículos hechos a mano contienen arriba del 30% de aditivos y los hechos en máquina arriba del 70%. Es obvio que el uso de tubos o tapones viejos puede tener serias consecuencias. Así un tapón que ha sido expuesto a HCl puede desprender ésta substancia a un líquido .

Cualquier artículo de hule que dé señas de envejecimiento (duro, blando, quebradizo, etc. ), debe ser descartado.

Las soluciones alcalinas pueden tomar sulfuro de antimonio y óxido de cinc de artículos de hule rojo o blanco. El hule natural se hincha cuando se pone en contacto con solventes orgánicos o sus vapores, pero el neopreno es bastante resistente al petróleo pesado y a aceites vegetales. El hule natural no es completamente impenetrable por gases y vapores de agua, así que el hule butílico es preferible para el almacenaje de gases y vapor de agua.

Tapones para pequeñas aberturas pueden ser cortados adecuadamente. Los tapones con bonete que se sostiene sobre el cuello de la botella pueden ser útiles para almacenar o transportar muestras de líquidos .

El bonete sostiene el tapón en posición segura y también previene contra la evaporación y el goteo.

Los tubos para conexiones de gas deben ser probados, cortando y abriendo un pedazo corto del tubo para la inspección de la parte interior, la cual debe estar limpia, lisa y sin señal de costura. Goma pura color ambar se usa para los gendarmes, los cuales son montados en el extremo de una barra de vidrio .

#### MATERIAL DE PLASTICO.

A causa de su resitencia química y de su poca fragilidad a bajas temperaturas, el polietileno es un material muy útil para propósitos especiales. Se le ha encontrado aplicación en el manejo de ácido fluorhídrico y algunos explosivos. Otras de sus ventajas son su flexibilidad y su transparencia, ésta última propiedad permite medir líquidos exactamente. Por otro lado, tiene la desventaja de que es rápidamente destruido por agua hirviendo y por lo tanto no debe ser calentado arriba de 80°C.

Existe gran variedad de aparatos de polietileno como son: embudos de filtración, tubos para centrífuga, tubos, probetas, etc.

El polietileno es soluble en m-xileno a 90°C. y también en aminas aromáticas y es ablandado y atacado por muchos solventes orgánicos calientes.

En el apéndice IV se describen otros aparatos de plástico con

algunas de sus características.

### 3. 4. MATERIALES DE DIVERSAS COMPOSICIONES.

#### PLATINO.

Su punto de fusión 1770°C. Es bastante suave y debe ser tratado con cuidado para evitar deformación. El platino puro pierde 0.08 mg a 1000°C y 0.8 mg a 1200°C por hora y por 100 cm<sup>2</sup>.

Los aparatos de platino son convenientes para:

Fusiones con carbonato alcalino, carbonato alcalino y nitrato o nitrito, borax, metafosfato de sodio, bisulfato alcalino o piro sulfato, cloruros alcalinos. Ignición de óxidos y sulfatos de metales, los cuales no son fácilmente reducidos (Mg, Al, Ti, Zr, Th, Ta, Cr, W, Mn), carbonatos y compuestos orgánicos de alcalis. Acido sulfúrico, nítrico y fluorhídrico hirviendo, mezcla de estos tres, ácido clorhídrico en ausencia de agentes oxidantes, soluciones de hidróxidos alcalinos.

Los hidróxidos alcalinos fundidos y el ácido fosfórico concentrado y caliente, lo atacan ligeramente pero no lo destruyen.

Los aparatos de platino son destruidos por:

Calentándolos en cloro, gases orgánicos y vapores, calentando los con metales como: S, Se, Te, P, As; compuestos de Au, Ag, Cu; sulfuros, cloruros volátiles, óxidos alcalinos y peróxidos, cianuros; pirofosfato de Mg arriba de 900°C, óxidos de hierro arriba de 1200°C,

silicatos, óxidos de Al y Mg arriba de  $1600^{\circ}\text{C}$ . Soluciones que contengan o liberen cloro: agua regia y las soluciones ácidas que contengan cloro y un agente oxidante como, nitrito, nitrato, cloratos, peróxidos, etc.

#### NIQUEL.

Su punto de fusión es cercano al del hierro. Es fácilmente disuelto por el ácido nítrico. Se utiliza para hacer crisoles para la fusión de muestras y en aleaciones.

#### CIRCONIO.

Tiene un punto de fusión de  $1860^{\circ}\text{C}$ . Se utiliza en los moldes de arena para que no se pegue el metal a la arena.

#### 4. OPERACIONES MAS COMUNES EN EL LABORATORIO.

4.1. DETERMINACION DE PESO. Equipo para lo mismo y su calibración.

Las determinaciones de peso se llevan a cabo pesando, es decir comparando los efectos de la gravedad sobre un cuerpo. Si los efectos de las fuerzas llamadas pesos, son iguales, se supone que las masas son iguales partiendo de la definición:

$$\text{Peso} = \text{Masa} \times \text{Aceleración de la gravedad.}$$

La unidad de masa del sistema métrico es el kilogramo Prototipo Internacional. Los conjuntos de pesos son arreglados en décadas, los nombres de las cuales se derivan del gramo, el cual es la unidad práctica. Solamente el gramo, decígramo y centígramo son frecuentemente utilizados para el trabajo analítico.

Especificaciones para pesos. - El material y el proceso de fabricación deben garantizar una masa constante durante largo tiempo. La forma debe ser tal que permita una rápida identificación, limpieza eficiente y fácil de manejar con pinzas.

Todos los gramos son hechos frecuentemente de latón, bronce, plata o níquel y la superficie puede ser protegida por un pulido o cubriéndola con rodio, platino u oro.

Las fracciones de los gramos son hechas de láminas delgadas

de platino, oro, tantalio, zirconio etc. Estas deben ser cortadas para una identificación rápida por area y forma: rectángulos grandes para 10 y 100 mg, cuadrados para 20 y 200 mg, triángulos para 30 y 300 mg y pentágonos para 50 y 500 mg.

De acuerdo a la Oficina Nacional de Normas, existen siete clases de pesos, de los cuales los cuatro primeros son masas patrón de precisión en un laboratorio y los últimos tres son pesos de laboratorio para diversos usos: clase J pesos pequeños 0.05-50 mg, para usarlos con microbalanzas, clase M patrones de alta precisión; clase S pesos de alta precisión analítica; clase S-1 pesos para análisis rutinario; P pesos analíticos de segunda calidad; clase Q pesos para el laboratorio en general; clase T pesos de utilidad general.

Uso de los pesos. - Los pesos analíticos no deben ser tocados con los dedos o pinzas de metal. Se usan pinzas especiales provistas de plástico, éstas deben ser hechas y ajustadas de tal manera que las puntas hagan contacto sobre una pequeña parte del area de los pesos para recogerlos.

Los conjuntos de pesos son usualmente guardados en una caja de madera, con una separación para los múltiplos y las fracciones. Los pesos deben estar en el cuarto donde está la balanza. Para trabajos avanzados es mejor que cada balanza esté equipada con un conjunto de pesos que consista de decigramos, centigramos y gramos.

Limpieza de los pesos. - Los pesos analíticos nunca deben tocar una superficie cuya limpieza sea dudosa y nunca deben ser usados en una balanza de uso general o sobre una balanza auxiliar. Si alguno de los pesos se llega a ensuciar, se debe enjuagar con agua.

### BALANZAS.

La conveniencia de una balanza para una tarea específica se de termina por tres criterios:

- a) Su capacidad, es decir su máxima carga permisible.
- b) La precisión para pesar.
- c) El tiempo requerido para la operación.

Instrumentos de los siguientes tipos son útiles en un laboratorio de análisis.

### BALANZAS DE PRECISION.

Balanza física para la calibración de frascos volumétricos, ca pacidad 1-2Kg precisión  $\pm 0.2$  mg.

Balanza Analítica, capacidad 50-100 g, precisión  $\pm 0.01-0.05$  mg.

Balanza de uso general, capacidad 50-200 g, precisión  $\pm 1$  mg.

Balanza Microquímica o de Ensaye, para tareas especiales, ca pacidad 1-20 g, precisión  $\pm 1-3$   $\mu$ g.

Balanzas auxiliares para pesar reactivos: capacidad 1-2 Kg precisión  $\pm 0.1-0.5$  g. Balanza auxiliar, capacidad 10-20 g, precisión  $\pm 1$  mg.

El cuarto de la balanza. Las balanzas de precisión deben estar en un cuarto especial, las auxiliares deben estar según las conveniencias, pero el mejor lugar es un cuarto que esté conectado con el laboratorio.

El cuarto de balanzas debe estar orientado de tal forma que la luz del sol no llegue directamente a los instrumentos. Aire filtrado se debe alimentar al cuarto y pasarlo al laboratorio. El calentamiento y la luminosidad deben ser arreglados de tal forma que los gradientes de temperatura no afecten a las balanzas. Las balanzas deben estar sobre mesas fuertes sujetas a el muro, a una altura que permita al observador estar sentado confortablemente mientras pesa.

En el apéndice V se da una descripción general de las balanzas, así como su calibración.

#### 4.2. DETERMINACION DE VOLUMEN. Equipo para ello y su calibración.

El volumen de materia; gas o líquido, se mide llenando un recipiente rígido con dicha materia. El volumen del hueco del envase se determina (calibra) pesando la cantidad de un líquido de densidad conocida que llene el recipiente.

El litro que es la unidad de volumen es definido por la Oficina Nacional de Normas, como el volumen de un kilogramo de agua pura a 4°C. Esta definición equivale a la de la Comisión Internacional de Pesos y Medidas o sea que el litro es el volumen ocupado por la masa de un Kg de agua pura a su máxima densidad y bajo presión atmosférica normal.

Para propósitos prácticos, el litro y el decímetro cúbico así como el mililitro y el centímetro cúbico se pueden considerar iguales.

Efectos de la temperatura. - El volumen de los líquidos varía en cierto modo con la temperatura y un informe de esta debe acompañar el reporte de todas las mediciones de volumen o de cualquier otra cantidad que se refiera al volumen.

Para conveniencia todas las medidas se deben referir a una temperatura estandar. La escogida por la oficina es de 20°C. La expansión

térmica de los aparatos de vidrio puede ser despreciada. Un cambio de 5 partes en 10000 se produce por un cambio de temperatura de  $15^{\circ}\text{C}$  en vidrio suave y de  $50^{\circ}\text{C}$  en Pyrex. Como regla tales cambios de temperatura no existen.

Sugerencias para el trabajo volumétrico. Los baños a temperatura constante son usados raramente en trabajo analítico. Para prevenir cambios incontrolables durante el trabajo, es mejor realizar todas las mediciones volumétricas a la temperatura del cuarto, mejor que a la estandar. Es deseable usar un cuarto de temperatura constante y razonable para un trabajo volumétrico preciso.

Una precisión de  $\pm 0.0001$  requiere una temperatura constante de  $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$  para una medición de volumen; una precisión de  $\pm 0.001$  para una medición de volumen permite cambios de temperatura de  $\pm 3^{\circ}\text{C}$ . Estas variaciones de temperatura se permiten cuando se trabaja con agua, soluciones acuosas diluidas; solventes no acuosos tienen coeficientes de expansión térmica más grandes y los límites de ajuste de temperatura anteriores deben ser limitados al menos a  $\pm 0.03^{\circ}\text{C}$  y  $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$  respectivamente.

Puesto que la precisión relativa del análisis de gases, alcanza rara vez una precisión de  $\pm 0.001$ , para esto es suficiente mantener la temperatura constante dentro de  $\pm 0.3$  a  $\pm 1^{\circ}\text{C}$ .

El límite del volumen medido. (En buretas, probetas, pipetas)

El volumen de un gas o líquido que está completamente encerrado por un recipiente rígido que tiene un coeficiente de expansión térmica muy bajo, está perfectamente definido. Esta idea puede ser prácticamente aproximada usando para medir un bulbo de vidrio equipado con llaves propiamente diseñadas. Sin embargo como una regla, el recipiente está provisto de aberturas tubulares para llenar y vaciar, que llevan una o varias marcas que indican el límite del volumen medido.

Para mayor facilidad al llenar, sin dejar huecos y para una completa recuperación al vaciar, la cavidad de medición y sus aberturas deben tener superficies altamente pulidas y formas aerodinámicas: tubos cilíndricos, bulbos elipsoidales, conos afilados etc. Afortunadamente estos requerimientos se pueden encontrar fácilmente mediante la construcción de aparatos de vidrio de bajo coeficiente para medición.

Su transparencia permite la observación al llenar o vaciar y la localización del límite y de las marcas de calibración.

Lectura de la posición del menisco. La superficie de un líquido contenido en un tubo circular, está usualmente curvada por la acción de la tensión superficial. La observación muestra una media luna llamada menisco. La posición de éste se lee en referencia a las marcas de graduación en la parte de afuera del tubo. Las graduaciones deben ser perpendiculares al eje del tubo y el espacio claro entre dos mar-

cas adyacentes no debe ser menor que 1 mm.

El procedimiento para leer la posición del menisco depende de su forma y de la transparencia de el líquido. La forma está determinada por el ángulo de contacto, diámetro del tubo y densidad del líquido.

La mayor parte de los líquidos presentan un menisco plano en aparatos forrados con siloxane . Tal menisco aparece como una línea recta cuando se ve horizontalmente. Su posición puede ser leída fácilmente, ya sea que el líquido sea incoloro o de color obscuro.

La tarea es menos fácil si el ángulo de contacto se desvía de  $90^\circ$ , como es usual en la mayor parte de los líquidos en vidrio limpio. (si la superficie del vidrio no está limpia, la forma del menisco se distorsiona y su localización no puede ser determinada con precisión). La primera línea de contacto de líquidos coloreados con la pared es difícil de ver porque la capa de líquido es muy delgada a ese nivel. Es mucho más fácil fijar la posición del menisco. Este se ve contra un fondo que es claro por arriba del menisco y obscuro por debajo de él. Para esto se puede usar una cartulina con la mitad blanca y la otra negra, sosteniéndola atrás del menisco, o el menisco puede ser visto contra una pared brillante o una ventana y la posición justo por debajo del menisco cubierta con la mano o con un pedazo de hule obscuro.

Con soluciones oscuras( yodo, permanganato) que tienen un

menisco concavo, es preferible leer la posición de la línea de primer contacto con la pared del recipiente. Se siguen los mismos pasos de iluminación descritos anteriormente para los líquidos incoloros.

La posición de la cúspide del menisco convexo opaco del mercurio se lee contra un fondo no iluminado fuertemente.

El evitar los errores de paralaje se consigue fácilmente si los aparatos pueden ser sostenidos en la mano, mantenerse derechos y escoger como referencia un objeto distante localizado a la altura de los ojos. Sujetar el aparato por la parte de arriba de tal modo que quede libre para que tome una posición vertical y sostenerlo así de tal manera que se lea el menisco mientras aparece enfrente de la marca de referencia.

Si los aparatos no pueden ser movidos de su base es necesario llevar la vista a el plano del menisco. Son más convenientes las líneas de graduación, las cuales se extienden a todo alrededor del tubo de medición. Si el menisco está cerca a cierta línea es necesario solamente mirar el nivel al cual se ve la marca como una línea recta. Si el menisco está a la mitad entre dos marcas circulares, se mira el nivel que muestre línea elípticas de ambas marcas.

Instrumentos auxiliares para la lectura. Una lente barata puede ayudar a localizar la posición del menisco en relación a la escala, es-

pecialmente en el caso de tubos calibrados estrechos (capilares). Lecturas de termómetros fijos en el tubo graduado.

Marcas de graduación y escalas. Las líneas son generalmente grabadas en la superficie del vidrio y las ranuras cubiertas con un pigmento para hacerlas más visibles. Las líneas y números de los aparatos Kimble línea azul, se llenan con vidrio azul, el cual es fundido dentro de las ranuras. Los aparatos de vidrio Pyrex tienen una delgada capa de vidrio rojo en el exterior la cual es grabada para dar las letras y las marcas de graduación.

#### Liberación de volumen de líquidos medidos.

Un volumen de un líquido o una solución precisamente medido puede servir como muestra para análisis o se puede necesitar como reactivo. De cualquier modo el volumen debe ser transferido a otros aparatos para un tratamiento posterior y el transporte debe ser hecho cuantitativamente enjuagando el recipiente de medición con un solvente adecuado. Para evitar este procedimiento incomodo, se cubre la superficie del aparato con siloxane para que no se quede ningún residuo al vaciar. Finalmente se pueden calibrar los aparatos para liberar volúmenes especificados, esto es hecho simplemente midiendo el volumen liberado después de escurrir el aparato. El volumen contenido en el aparato (su capacidad) será entonces *más grande que el volumen liberado*. La diferencia es igual al pequeño volumen de líquido residual de-

jado cuando se ha terminado de vaciar.

#### Aparatos Volumétricos.

Como regla general los aparatos volumétricos nunca deben ser expuestos a elevadas temperaturas, porque éstas pueden causar cambios de volumen. Esto se debe seguir especialmente con los aparatos Exax y Normax hechos de Kimble R-6. Si el aparato debe ser calentado se debe dejar enfriar poco a poco de tal manera que permita contraerse a un tamaño cercano al original.

La descripción de algunos aparatos volumétricos, así como de su calibración y una tabla de tolerancias están dados en el apéndice VI.

#### 4.3. DETERMINACION DE TEMPERATURA. Equipo para ello.

Las mediciones de temperatura en trabajo científico, se hacen tomando como referencia la escala internacional de temperatura, la cual es una escala práctica basada en varios puntos fijos, contra el punto de ebullición del oxígeno,  $-182.97^{\circ}\text{C}$ ; el punto de fusión del hielo,  $0^{\circ}\text{C}$ ; el punto de ebullición del agua,  $100^{\circ}\text{C}$ ; el punto de ebullición del azufre,  $444.6^{\circ}\text{C}$ ; el punto de fusión de la plata  $960.8^{\circ}\text{C}$ ; y el punto de fusión del oro,  $1063^{\circ}\text{C}$ . La precisión de estos valores varía sobre el rango de temperatura de cerca de  $\pm 0.0001^{\circ}\text{C}$  en el punto de fusión del hielo a  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$  en el punto de fusión del oro. Esta escala internacional de temperatura intenta reproducir la escala termodinámica, la cual es una escala absoluta de temperatura, independiente de las propiedades de cualquier sustancia.

El instrumento más común en el laboratorio para la medición de la temperatura, es el termómetro de mercurio en vidrio. Su uso se basa en la alta expansión relativa de un líquido o un gas con respecto al recipiente de vidrio. El termómetro de mercurio tiene las ventajas de simplicidad y la de una escala uniforme, para trabajo exacto debe ser checado.

El rango de temperaturas de el termómetro de mercurio está limitado a  $-39^{\circ}\text{C}$  a  $+357^{\circ}\text{C}$ , las cuales son el punto de fusión y de ebullición respectivamente.

El termómetro de resistencia mide la temperatura en términos del cambio en la resistencia de acuerdo con la temperatura del metal (por ejemplo cobre, níquel o platino).

Con estos elementos, un rango de cerca de  $1100^{\circ}\text{C}$  puede ser medido exactamente. Existe otro método para la medición de temperatura, basado también en el cambio en la resistencia, usando un circuito de el tipo del puente de Wheatstone.

En el apéndice VII se citan las características de varios termopares, así como varios tipos de termómetros con sus rangos de temperaturas.

#### 4.4. SEPARACION DE FASES. Equipo necesario.

Un gran número de determinaciones analíticas están basadas en el hecho de que los productos de una reacción pueden diferir en fase y deben ser rápidamente separados por medios físicos.

El grupo más importante es el de las separaciones líquido-sólido, comunmente conocido como método gravimétrico de análisis. En esta técnica una substancia en solución se hace reaccionar para formar un producto sólido de reacción. Este sólido es entonces removido de la solución por un proceso de filtración, es lavado, secado y pesado. La cantidad de la substancia original presente puede ser calculada por medio del peso del sólido obtenido.

Las determinaciones basadas en la separación física de otros pares de sistemas de fases son conocidos, pero el número de aplicaciones de éstos procedimientos es más limitado. Por ejemplo, la pérdida de peso observada cuando los sólidos son calentados, ha sido usada para determinar la cantidad de producto volátil presente en la muestra. Una técnica más refinada conocida como termogravimetría, registra la pérdida de peso como una función de la temperatura.

La composición de mezclas de solventes ha sido estimada, calentando la fase líquida y colectando los vapores liberados de acuerdo a los puntos de ebullición de los componentes. Después de la condensación de los vapores, el volumen de cada componente es medido.

En el análisis de gases, la composición de las muestras es determinada midiendo el volumen de gas absorbido por diferentes soluciones químicas.

Gases como el amoníaco, dióxido de azufre, ácido sulfhídrico pueden ser destilados de soluciones de ensaye y determinados subsecuentemente por la absorción en una segunda fase líquida anterior a una titulación con un reactivo conveniente.

En todos los análisis basados en la separación de fases, el factor primordial que debe ser considerado, es la distribución del componente de interés entre las fases presentes. Para cada temperatura y presión, una situación de equilibrio se desarrolla y la concentración del componente en cada fase puede ser calculada por substitución de datos fisicoquímicos convenientes en la ecuación de equilibrio apropiada.

En el apéndice VIII se mencionan varios sistemas de fases con algunos ejemplos.

#### 4.5. TRABAJOS EN VIDRIO Y MONTAJE DE APARATOS.

El vidrio suave se ablanda suficientemente para trabajarlo a una temperatura aproximada de  $650^{\circ}\text{C}$ , para esto se puede usar un mechero Bunsen ordinario. El vidrio Pyrex se ablanda lo suficiente para trabajarlo a una temperatura de  $800^{\circ}\text{C}$  y se debe usar una flama gas-oxígeno.

Varillas de vidrio. Para cortar varilla de vidrio ; se hace una pequeña rayadura con una lima donde se quiere cortar. La rayadura debe ser perpendicular al eje de la varilla. Después de ser rayada; se sujeta firmemente con una mano en cada lado de la rayadura, con los pulgares haciendo presión contra el otro lado de la varilla. Se mantiene a la altura del pecho, con los codos hacia afuera y para romperla se empuja con las manos. Es conveniente humedecer la rayadura justo antes de romperla.

El nuevo extremo es muy filoso. Para prevenir severas cortaduras se debe pulir, esto se hace sosteniendo el extremo de la varilla justo por arriba del cono azul de la flama, hasta que el extremo filoso se empieza a redondear. La varilla se gira de tal forma que el calentamiento sea uniforme. El grado de redondez depende del tiempo de calentamiento. Es importante mantener la varilla rodando después de quitarla de la flama, o de lo contrario el extremo puede deformarse. Después de quitar el vidrio de la llama nunca se debe enfriar rápidamente, se debe dejar sobre la mesa o en algún otro soporte, de tal manera que la parte ca-

liente este en el aire.

Para doblar varillas de vidrio, éstas se sostienen en la zona más caliente del mechero. Para dobleces sobre pequeñas porciones de varilla se usa una flama recta. El vidrio nunca se dobla en la flama; se calienta hasta que esté lo suficientemente blando para trabajar y se quita de la flama, entonces se comienza a doblar.

Los puntos importantes que se deben recordar al trabajar vidrio son:

- a) Rodar continuamente para asegurar un calentamiento uniforme.
- b) Sincronizar los movimientos de las manos para evitar torceduras.
- c) Mantener ambos segmentos de la varilla en línea recta y no dejar que el vidrio se doble en la zona blanda.
- d) No empujar o separar los segmentos a menos que se quiera cambiar el grosor.
- e) Todo el trabajo se hace fuera de la flama, ésta solo se usa para ablandar vidrio.
- f) Facilidad, confort y relajación son esenciales.

Tubos de vidrio. El corte y pulido se hacen en la misma forma que las varillas. Al pulir las aberturas del tubo, éstas se pueden contraer al calentar o se pueden cerrar si se calientan mucho. El doblado de tubo es algo más difícil que la varilla: el tubo tiene la tendencia a hundir

se o enredarse si se calienta solo una pequeña porción o no se calienta lo suficiente.

Para hacer capilares, se calienta un segmento del tubo en la flama como en el caso de la varilla. Cuando el tubo se ablanda, se quita de la flama y se jala lentamente girando hacia atras y hacia adelante, manteniendo la tensión y rotación hasta que esté rígido.

#### Inserción de tubos en tapones de hule.

Probablemente el mayor número de accidentes menores dolorosos en el laboratorio provienen de los intentos de insertar tubos en tapones. Un lubricante (agua, glicerol o jabón en solución) se debe usar siempre. El tubo debe ser envuelto con una toalla, agarrado cerca del tapón e insertado con un movimiento de rotación y empujando ligeramente, tan pronto como aparece el extremo por el otro lado del tapón, se debe jalar en vez de empujar. Una manera segura de insertar tubo es: primero insertar un barrenillo de corcho ligeramente largo dentro del hoyo, se inserta el tubo a través del barrenillo, el cual es retirado dejando el tubo en posición. Después de que el vidrio ha estado en el tapón por algún tiempo se adhiere o se fija a el hule y es difícil de quitar. En estos casos, es mejor no arriesgarse con fracturas o lesiones y cortar el tapón.

## 5. MANEJO DE REACTIVOS Y SUBSTANCIAS.

Los reactivos se pueden obtener en seis diferentes grados aproximadamente, los cuales no varían necesariamente en pureza, pero sí en el grado de seguridad de especificaciones de pureza. A continuación se dan estos seis grados:

1. - Estandares Primarios. - Cada lote es analizado y el porcentaje de pureza es certificado.

2. - Los reactivos analizados caen en dos clases: a) cada lote es analizado y los porcentajes de impurezas son reportados; b) se exige la conformidad con las tolerancias especificadas o el máximo porcentaje de impurezas es enlistado.

3. - Productos químicos de acuerdo a la U. S. P. (Farmacopea de los E. U.) o el N. F. (Formulario Nacional). Que han fijado tolerancias para impurezas peligrosas para la salud.

4. - Reactivos "puros", "c.p"., "la más alta pureza" son reactivos cualitativos sin significado definido.

5. - Reactivos "puros", "purificados", grados prácticos. Son usualmente usados como sustancias para comienzo de síntesis en el laboratorio.

6. - Grados Técnicos o Comerciales de amplia variedad de pureza.

Los tres primeros grados pueden ser usados para trabajo analítico sin ser probados, pero cada nuevo lote de los otros grados debe

ser probado. Puesto que pueden suceder errores y a esto, es necesaria una completa seguridad. Obviamente el rótulo del fabricante garantiza la calidad del reactivo solo hasta el tiempo de rompimiento del sello original.

Manejo de reactivos. Nunca se debe abrir una botella si su parte exterior está sucia. Hay que poner especial atención a el cuello y el tapón. Estas partes se lavan y se secan con una esponja.

Solo se usan herramientas recientemente lavadas para tomar reactivos de la botella. Se toma solo lo justo que se va necesitar y nunca se regresa algún exceso, si es que lo hay al recipiente. Este se colecta en un recipiente especial.

Las botellas que contienen reactivos nunca deben estar abiertas, por que pueden colectar polvos y contaminantes gaseosos presentes en la atmósfera, pueden atraer humedad o perder agua.

Un correspondiente volumen de aire entra al tomar un poco de reactivo si el aire de cerca de la botella está contaminado, habrá contaminación cuando el reactivo se vacie directamente del recipiente al vaso en el cual pueden estar presentes vapores o gases de cualquier clase (agua, ácido clorhídrico, óxidos etc.) . Un sólido puede tomar agua cuando se vierte algo de él en un recipiente que tenga agua o que no este seco, el ácido nítrico toma cloro cuando se vierte en ácido clor

hídrico y los ácidos se contaminan con amoniaco al neutralizar soluciones amoniacales. Para evitar esto primero se deben pasar los reactivos a un recipiente limpio (probetas, vasos) y luego agregarlos a la reacción.

Reactivos en solución. Para impedir un prolongado almacenaje, la preparación de soluciones se pospone hasta que éstas se vayan a utilizar. Las soluciones que han sido almacenadas durante largo tiempo deben ser usadas bajo consideraciones especiales.

Las siguientes recomendaciones son hechas para almacenar soluciones. Usar: botellas de vid rio con tapones de vidrio para ácidos fuertes, soluciones fuertemente ácidas, solventes orgánicos; botellas de vidrio con tapones de hule, para soluciones acuosas neutras o mediana mente ácidas; recipientes de polietileno para amoniaco, alcalis, para soluciones amoniacales y altamente alcalinas.

Los reactivos que desprenden gases se deben mantener en una cubierta ventilada. Todas las botellas que contengan líquidos corrosivos se deben colocar sobre bandejas y éstas se deben limpiar frecuentemente.

Para almacenar soluciones con concentraciones definidas, se requiere de provisiones especiales para evitar la contaminación, también como la evaporación de solventes o ingredientes activos. Se debe

evitar la exposición al calor o a la luz directa del sol.

Cantidades de 2 litros o menos se guardan en botellas de material conveniente. Las botellas de vidrio se deben cerrar con un tapón de hule atado al cuello, si la solución va a ser almacenada por largo tiempo.

Para la protección contra el polvo, un pequeño vaso o gorro de papel puede ser invertido sobre el tapón y el cuello, o las botellas pueden ser envueltas en papel celofán o aluminio.

Antes de abrir la botella para vaciar, el contenido debe ser agitado para remover los gradientes de temperatura y para combinar toda la solución.

El almacenaje de grandes cantidades de soluciones estandar, agua destilada etc., puede ser bastante más difícil dependiendo de los requerimientos. Para mantener la más alta pureza, un cuarto de almacenamiento con atmósfera limpia se debe usar, además el aire que entra al recipiente debe ser filtrado y purificado. Un método práctico, es una botella provista de agitador para mantener uniforme la concentración y la temperatura y un termómetro que puede estar colocado dentro del mismo frasco.

## 6. PREPARACION DE SOLUCIONES.

La composición cuantitativa de las soluciones está dada por las cantidades relativas del soluto o solutos y por lo tanto se entiende que el resto de la solución consiste de el solvente. Existen varias relaciones posibles en vista de que la masa o el volumen del soluto pueden ser establecidos en relación a la masa o el volumen del solvente o solución. Aparte de que la masa y el volumen pueden ser expresados en varias unidades. Frecuentemente aparecen dificultades al convertir una forma de relación a otra, puesto que: el proceso de disolución es acompañado usualmente por una contracción o expansión de volumen; el volumen está en función de la temperatura y los datos sobre densidades se pierden frecuentemente. Estos problemas se evitan parcialmente de acuerdo a la siguiente tabla:

VARIOS SISTEMAS PARA LA DESIGNACION DE LA CONCENTRACION  
DE SOLUCIONES.

Sistema	Notación	Base
Masa de soluto por masa de solución:		
Tanto por ciento	%	Se acostumbra multiplicar la fracción masa por 100 para obtener el por ciento en peso.
Masa de soluto por volumen de solución:		
Molaridad	M	Moles de soluto por litro de solución
Formalidad	F	Peso fórmula de soluto por litro de solución,

Normalidad	N	Equivalente de soluto por litro de solución.
Partes por millón	ppm	mg de soluto por litro de solución.
Masa de soluto por masa de solvente:		
Molalidad	m	Moles de soluto por 1000 g de solvente.

Si la concentración está dada con más de tres cifras se debe añadir un estado de la temperatura.

La concentración de los reactivos de almacén se da comúnmente con una o dos cifras.

#### Procedimiento.

Primero se decide la cantidad de solución requerida y se calculan las cantidades de soluto y solvente necesarias. Se consulta la precisión exigida, procedimiento a ser usado, calidad de soluto y solvente, precaución y almacenamiento de la solución. Se debe limpiar y si es necesario secar el recipiente para almacenar. Se monta todo el material necesario y se procede con uno de los siguientes métodos.

#### A) Soluciones de concentración aproximadamente conocida.

Una precisión aproximada de  $\pm 0.05$ .

Por disolución del soluto. Se muelen los sólidos gruesos a polvos para apresurar la disolución. Las operaciones de peso se llevan a cabo en balanzas auxiliares. Los sólidos higroscopios o corrosivos se pesan en vasos o frascos, así como también los líquidos.

Se prepara la solución en un vaso que pueda almacenar toda la solución. Se apresura la disolución agitando y calentando, finalmente se enfría a la temperatura del cuarto y se pasa a la botella, después de inspeccionar la solución para ver si no hay turbiedad, residuos o partículas de impurezas.

Las soluciones de gases se preparan burbujeando el gas a través del solvente contenido en un frasco. Si el gas es muy soluble, la cantidad disuelta puede ser estimada determinando la ganancia de peso con una balanza conveniente. Si un gas que no es rápidamente absorbido se suministra bajo una presión constante de aproximadamente una atmósfera, una solución saturada se puede preparar convenientemente tapando el frasco apretadamente, llenándolo de un tercio a la mitad con solvente antes de tapar y adaptando un tubo al tapón para que a través de éste pase el gas a la solución. La solución estará saturada cuando ya no entre nada de gas al frasco.

B) Soluciones de concentración definida precisamente.

Precisión  $\pm 0.001$  o mejor.

El procedimiento es el mismo que se sigue en el método anterior, pero en este caso no se permiten descuidos. Los cambios de volumen al diluir o disolver deben ser tomados en cuenta.

Si la solución va a tener una concentración predeterminada estrechamente, debe ser posible ajustar precisamente la cantidad de so

luto para la cantidad dada de solución o viceversa. Si el soluto es higroscópico o inestable en contacto con la atmósfera, es impráctico ajustar precisamente su cantidad a un valor predeterminado, por lo tanto los dos primeros de los siguientes procedimientos se aproximan estrechamente a una concentración deseada.

(1) Soluciones entre 2 y 5 litros. Puesto que existen frascos volumétricos para capacidades arriba de 5 litros. La solución se hace en un frasco de acuerdo al siguiente método: Se pesa o se mide el soluto con la precisión necesaria y se pasa a un frasco volumétrico. Se diluye hasta la marca, se tapa y se mezcla completamente. Si el recipiente donde se va a almacenar no está limpio, se enjuaga varias veces con pequeñas porciones de la solución.

(2) Soluciones de más de 5 litros. Es posible combinar varios lotes que han sido preparados de acuerdo al método anterior. Es posible también adaptar un frasco de ebullición para usarlo como frasco volumétrico. Un procedimiento se puede basar en el hecho de que la mayor parte de los cambios en volumen suceden durante la preparación de una solución de concentración media y que una dilución posterior de tal solución produce solo pequeños cambios de volumen. Una precisión de  $\pm 0.001$  se obtiene fácilmente. Procedimiento: se limpia y se seca la botella para la solución. Se obtiene un frasco de 2 lt., calibrado para liberar. Se pesa o se mide el soluto con la precisión requerida y se pasa al frasco de 2 litros, se mezcla y se diluye con solvente hasta

la marca. Se coloca un embudo en la boca de la botella donde se va almacenar y se pasa el contenido del frasco. Sin enjuagar se usa el frasco volumétrico para añadir el volumen necesario de solvente, llenando hasta la marca y vaciando otra vez en la botella. Se repite la operación hasta que se obtiene la dilución deseada. Finalmente se retira el embudo y se mezcla el contenido completamente.

(3) Grandes volúmenes de solución de concentración predeterminada. Se pesa el soluto y se pasa a la botella. Se mide el volumen requerido de solvente dentro de la botella por medio de frascos volumétricos, pipetas o buretas. Se lleva a cabo la disolución agitando, tan pronto como suficiente solvente ha sido añadido. Se agrega el resto del solvente y se mezcla completamente.

## 7. - PREPARACION DE INFORMES.

Es obvio que así como en cualquier empresa, en el laboratorio debe existir cierta organización, en el sentido de recibir las muestras y hacer el informe respecto al análisis, en el apéndice IX se citan los informes de dos laboratorios de análisis de servicio, con los cuales se ahorra más tiempo al hacer el reporte puesto que ya nada más es poner las cantidades de las determinaciones efectuadas en la muestra.

APENDICES.

## APENDICE I

Elementos y compuestos tóxicos.	Máxima concentración* permisibles.	Antídoto.	Grado.
1. - Be, BeSO <sub>4</sub> , BeO, BeF <sub>2</sub>	0.002 mg/m <sup>3</sup>	Cortisona, EDTA, Corticotropin.	II
2. - Cd, CdO, Cds	0.1 mg/m <sup>3</sup>	EDTA	II
3. - Ba, BaCO <sub>3</sub> , BaCl <sub>2</sub> , BaO	2 mg/m <sup>3</sup>	Sales de Espom o Glauber. Sol. al 5%	II
4. - Hg, HgO, HgCl <sub>2</sub> , Hg (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0.1 mg/m <sup>3</sup>	Bal. Sol. 2-5% de Bicarbonato de Sodio.	II
5. - Tl	0.1 mg/m <sup>3</sup>	Carbón Activado Cloruro de Potasio	I
6. - Pb	Sulfuro Pb 0.5mg/m <sup>3</sup> Tetraetilo 0.1 Otros 0.2	EDTA	II
7. - P, amarillo, rojo PCl <sub>3</sub> , PCl <sub>3</sub> , PCl <sub>5</sub>	0.1 mg/m <sup>3</sup>	Sulfato de Cobre en agua, Permanganato de K	II
8. - PH <sub>3</sub>	0.1 ppm.	Tratamiento Gral.	I
9. - As, As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , AsCl <sub>3</sub>	0.25 mg/m <sup>3</sup>	BAL, Carbonato de Na y Cloruro férrico	I
10. - AsH <sub>3</sub>	0.05 mg/m <sup>3</sup>	BAL	I
11. - F, HF, SiF <sub>4</sub> CaF <sub>2</sub> Fluoracetatos	2 mg/m <sup>3</sup>	Hidróxido de Calcio Cloruro de Calcio	II
12. - Ni, Ni (CO) <sub>4</sub> , NiSO <sub>4</sub> , Ni <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.5 mg/m <sup>3</sup> 0.5 Ni (CO) <sub>4</sub>	BAL	III
13. - Fosgeno COCl <sub>2</sub>	0.5 ppm	Tratamiento Gral.	I
14. - Dióxido de Azufre	5 ppm	Tratamiento Gral.	III
15. - Dióxido de Nitrógeno NO <sub>2</sub>	5 ppm	Tratamiento Gral.	I

16. - Acidos: $H_2SO_4$ , $HNO_3$ otros.	1 mg/m <sup>3</sup>	Gel Hidróxido de Al Leche Magnesia Alkali débil.	II+
17. - Alcalis: Carbonatos Hidróxido de K y Na	50-100 ppm	Vinagre diluido jugo de naranja o de limón	II+
18. - Iodo, Cloro, Bromo	1-0.1 ppm	Toisulfato de Sodio Agua almidonada	II
19. - Monóxido de C. CO	100 ppm	Oxígeno	I
20. - Cianuros alcalinos (CN) <sub>2</sub> NaCN, KCN, CNCI	5 ppm	Permanganato de K Nítrito y tiosul- fato de sodio.	I
21. - Acido Cianhídrico	10 ppm	Tiosulfato y Nitri- to de Sodio.	I
22. - Acido Sulfhídrico	10 ppm	Tratamiento Gral.	III
23. - Benceno C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	25 ppm	Aceite mineral o vegetal	I+
24. - Naftaleno	indeterminada	Bicarbonato de so- dio	II
25. - Metanol CH <sub>3</sub> OH	200 ppm	Bicarbonato de so- dio	II
26. - Dioxano 0 (CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> ) <sub>0</sub>	50 ppm	lavado gástrico	II
27. - Celosolves	25 ppm	Tratamiento Gral.	II
28. - Cloruro de Metilo Bromuro, Ioduro	50, 10, 50 ppm	Lavado gástrico	II
29. - Cloroformo CHCl <sub>3</sub>	75 ppm	Gluconato de cal- cio	II, I
30. - Tetracloruro de c. CCL <sub>4</sub>	25 ppm	Sulfato de Magne- sio agua de la lla- ve.	I
31. - Tetracloro etano	5 ppm	Sulfato de Magne- sio	II

33. - Etilen cloridrín	5 ppm		
34. - Nitrobenceno	1 ppm	Lavado gástrico con ácido acético Metileno 1%	
35. - DDT	2 mg/m <sup>3</sup>	Fenobarbital o Pen tabarbital	II
36. - Paratión	0.1 mg/m <sup>3</sup>	Atropín	I

+ En caso de envenenamiento con estas sustancias, no se debe provocar el vómito.

Significado de la clave:

I Intoxicación fatal.

II Severa.

III ligera.

ANTIDOTO	ADMINISTRACION	DOSIS
BAL: 2, 3 Dimercapto- propanol	Intramuscular	4-5mg/Kg de peso
EDTA: Etilendiamintetraa- cético	Intravenosa	36 mg/Kg
Gluconato de Calcio	Oral o Intravenosa	0.73 Gm/Kg
Azul de Metileno	Intravenosa	2.2 mg/Kg
Carbón Activado	Oral	Una cucharada en un vaso de agua
Sales de Espom y	Oral	Solución al 5%
Glauber: Sulfato de- Potasio y Sodio		20-30 ml
Fenobarbital	Oral	30-100 mg
	Intramuscular	100-320 mg
	Intravenosa	65 mg
Bicarbonato de Sodio	Oral	Solución al 5%
Perlas de Nitrato de Amilo	Inhalaciones	
Nitrato de Sodio	Intravenosa	10 ml de solución al 3%
Tiosulfato de Sodio	Intravenosa	
Almidón	Oral	80 Gm en 1000 ml de agua
Antídoto Universal	Oral	Carbón Activado 2 Oxido de Magnesio 1 Acido Tánico 1
Permanganato de Potasio	Oral	Solución 1:10000

Cuando la naturaleza del veneno es desconocida, se puede usar con seguridad al antídoto Universal.

## APENDICE II

## Hornos eléctricos.

Hornos de crisol con cámara de calentamiento cilíndrica vertical accesible por la parte de arriba para colocar un crisol a un determinado tiempo. Hornos de mufla con cámara de calentamiento en forma de bóveda relativamente grande, permite usualmente la regulación de la circulación de aire por medio de una puerta frontal ajustable y una abertura en la parte posterior de la cámara. Para la selección de hornos eléctricos es aconsejable asegurarse que los elementos a ser calentados puedan ser fácilmente recolocados. Es deseable que el horno este equipado con un indicador de temperatura, con medios para una regulación satisfactoria de la energía suministrada. Resistencias metálicas por lo común no pueden sostener muy altas temperaturas y las máximas permisibles para una operación continua pueden ser tan bajas como de 800 a 1090°C, temperaturas más elevadas se pueden permitir para períodos cortos solamente. Otras aleaciones permiten operación continua a una temperatura de 1260 a 1450°C.

Temperaturas más elevadas se pueden obtener con hornos de inducción de alta frecuencia de aproximadamente 1700°C.

*Se debe prestar atención a que el interior de los hornos de mufla y crisol debe estar meticulosamente limpio.*

### Estufas.

En las estufas, el aire circula por el interior, así que los vapores están continuamente saliendo. El aire es admitido a través de pequeñas aberturas en el piso de la cámara y la deja por varios hoyos situados arriba, los cuales deben estar cubiertos con embudos de preferencia invertidos para evitar la entrada de polvo a la cámara. Las estufas eléctricas más comunes permiten la conservación de cualquier temperatura entre la temperatura ambiente y  $240^{\circ}\text{C}$  aproximadamente, con fluctuaciones de pocos grados.

### Uso de las estufas.

Las estufas deben estar provistas de termómetros que tengan el punto cero al menos a 12 cm., de el bulbo. Si la temperatura debe ser ajustada dentro de límites muy estrechos, se debe colocar el aparato tan cerca como sea posible del bulbo de el termómetro. Probablemente la temperatura no será la misma en todas las partes de la cámara y puede ser necesario fijar la temperatura cuando todas las divisiones estén ocupadas. La naturaleza y la cantidad de trabajo realizado dictará la capacidad y el número de estufas. Estufas que pueden ser desalojadas, reducen el tiempo de secado y permiten el uso de bajas temperaturas. Es necesario mantener siempre las puertas cerradas. Remover las substancias secas de la cámara antes de que la estufa sea apagada; cuando la temperatura decae dichas substancias tomarían humedad

de el aire del laboratorio, el cual circula a través de la cámara.

Dentro de la estufa no se debe colocar: material que desprenda vapores corrosivos, inflamables o explosivos, eter, carbón, oxidantes como cloratos, percloratos, etc., si están presentes vapores combustibles (orgánicos), cualquier cosa que pueda interferir con otras operaciones que se realizan en la estufa. (No secar equipo de vi drio si la estufa es utilizada para el secado de substancias).

Parrillas y baños de vapor.

Una placa de metal que se calienta a una temperatura constan te, da la seguridad de que la temperatura elegida no será excedida, una condición que no se puede ser obtenida por el más cuidadoso ajuste de una llama Bunsen, bajo una malla de alambre. Así una placa caliente debe ser usada para evaporaciones o digestiones, o de otro modo el exceso de cierta temperatura llevaría a efectos indeseables tales como ebullición o evaporización. Una placa caliente puede ser rápidamente improvisada. Es necesaria alguna experiencia y en la primera prueba el material calentado debe ser observado cuidadosamente. Las parrillas eléctricas pueden contener algunos conjuntos de bobinas de calentamiento, los cuales pueden ser conectados juntos o separados para dar varias temperaturas de superficie. Aparatos de control de paso pueden ser suministrados para dar cualquier temperatura deseada entre 40 y 500°C.

Baños de vapor, los cuales dan una temperatura de cerca de 95°C. Sirven para la evaporación o digestión segura de soluciones acuosas. Son calentados convenientemente por vapor generado en otro aparato. En los llamados baños María el vapor es generado en el mismo aparato. El nivel del agua debe ser bastante bajo; esto es usando solamente poca agua de la que uno puede esperar el vapor, dentro de un corto tiempo después de empezar a calentar. Esta situación puede llegar a ser en cierto modo insegura. Si el abastecimiento de agua se detiene por cualquier razón, el baño se secará rápidamente; las determinaciones pueden estropearse y las bobinas quemarse. A continuación se dan los problemas más comunes:

- a) Fallas en las conexiones de hule.
- b) El agua de suministro gotea directamente en el tubo de salida, así que ésta no puede alcanzar el baño.
- c) Desprendimiento de los ajustes del tubo de salida, éste debe estar permanentemente fijo.
- f) Suciedad o atascamiento de la conexión.

Uso de los baños de vapor y agua.

Se deben mantener siempre cerradas todas las aberturas que no estén en uso. Manejar los anillos cuidadosamente, en vista de que si se deforman no dan cierres perfectos.

### APENDICE III

#### MATERIAL DE VIDRIO Y DE PORCELANA

(Clase, cuidados.)

#### PROPIEDADES

Nombre y marca de identificación	Coefficiente térmico de expansión cúbica $10^7 \cdot 30^\circ\text{C}$ Punto de <u>ablandamiento</u> Densidad	Características, resistencia química, pérdida de peso en mg por $\text{cm}^2$ de su perficie.
Sílice Vitrea	<u>15</u>	Muy resistente al choque térmico, puede ser calentado a $1350^\circ\text{C}$ . Abajo de
Cuarzo claro fundido	<u><math>1700^\circ\text{C}</math></u> 2.2	$300^\circ\text{C}$ no es atacado por agua hirviendo.
Vitreosil (opaco)	Vitreosil 2.7	Es atacado por $\text{H}_3\text{PO}_4$ a altas temp. 4 días en KOH 3% $18^\circ\text{C}$ . pérdida 0.01 3 días en KOH 2N $100^\circ\text{C}$ pérdida 0.3
"Vycor"	<u>24</u>	Muy resistente al choque térmico.
Corning No. 790	<u><math>1500^\circ\text{C}</math></u> 2.18	96hr. 100 lb vapor $165^\circ\text{C}$ pérdida 0.5 72 hr. HCl 5% $80^\circ\text{C}$ pérdida negligible
		6 hr. NaOH 5% $100^\circ\text{C}$ pérdida 1.5
"Pyrex"	<u>96</u>	Pared gruesa, bastante resistente al
Corning	<u><math>820^\circ\text{C}</math></u>	choque mecánico y térmico.

No. 744

2.23



Kimble

147

Resistente

799°C

Vidrio N-51A

equipo 660°C

K

2.36

Equipo Schott

equipo 2.42

G 20

línea roja



Resistente

190

A Alcalis

770°C

Corning

--

No. 728



Fiolax

(Schott Jena)

Línea negra

96 hr. en vapor 165°C pérdida 0.5

72 hr. HCl 5% 80°C pérdida 0.002

6 hr. NaOH 5% hirviendo pérdida 2

Transferencia de calor lenta, debido al espesor de la pared.

Pared delgada, rápida transferencia de calor, poco menos resistente al choque térmico que el Pyrex, la resistencia al choque mecánico decrece de acuerdo al grueso de la pared. Ataque químico: Casi igual que el Pyrex para ácidos, pérdida de peso con soluciones alcalinas cerca de la mitad del Pyrex.

Para uso en la determinación de Boro, para trabajo con soluciones alcalinas.

96 hr. en vapor 165°C. pérdida 0.5

24 hr. HCl 5% hirviendo " 0.3

6 hr. NaOH 50% hirviendo " 0.3

Pared delgada. Ningún dato sobre resistencia química, pero la experiencia ha demostrado que la pérdida de peso es insignificante aún en trabajo microanalítico.

Kimble R-6	<u>279</u>	Vidrio suave sosa-cal, usado para aparatos químicos. Se supone que la resistencia es superior a la del vidrio suave, las primeras veces de su uso.
K	<u>705°C</u>	
	2.53	
Vidrio	<u>290</u>	Poca resistencia al choque térmico.
Suave	aprox.	Más o menos es atacado por agentes químicos, agua, ácidos y soluciones alcalinas.
sosa-cal	600°C	
Frascos de vidrio		Vidrio suave sosa-cal. Probablemente baja resistencia al ataque químico. Debe ser usado solamente para almacenar sólidos no higroscópicos que no desprendan vapores.

APENDICE IV

MATERIAL DE PLASTICO (Clases, cuidados y usos,)

PROPIEDADES FISICAS.

	Poli-etileno y convencional	Poli-etileno lineal	Polyallomer	Polipropileno	TPX	Teflón FEP	Poli-carbonato	Cloruro de polivinilo
Temperatura límite en °C	80	120	130	135	175	205	135	70
Peso específico	0.92	0.95	0.90	0.90	0.83	2.15	1.20	1.34
Resistencia a la Tracción	2000	4000	2900	5000	4000	3000	8000	6500
Temperatura de fragilidad °C	-100	-100	-40	0	--	-270	-135	-30
Absorción de agua en %	<0.01	<0.01	<0.02	0.02	<0.01	<0.01	0.35	0.06
Flexibilidad	excelente	rígida	suave	rígida	rígida	excelente.	rígida	rígida
Transparencia	translúcido	opaco	translúcido.	translúcido	claro	transparente	claro	claro
Permeabilidad de O <sub>2</sub> (escala arbitraria para propósitos de comparación)	0.40	0.80	0.20	0.11	2	0.59	0.15	0.01
Cierre hermético bajo presión	NO	Con precaución	SI	SI	SI	SI	SI	NO

Los datos de la tabla anterior sirven únicamente como guía general para uso y condiciones normales. Temperaturas elevadas aumentan el ataque y la fuerza de agrietamiento. Cuando la máxima temperatura usual del plástico es alcanzada, la resistencia al ataque disminuirá de acuerdo al tiempo y grado de ataque a temperatura normal. Otras condiciones extremas afectarán el plástico.

## APENDICE V

## Balanzas Auxiliares.

Uso. - Se debe tratar a estas balanzas con especial consideración, después de pesar, inmediatamente limpiar cualquier derrame sobre la balanza o sobre la banca que la sostiene. Usar un cepillo de pelo de camello para la balanza y una esponja o tela húmeda servirá para terminar la limpieza. Al usar los pesos, limpiarlos inmediatamente y regresarlos a la caja. Una limpieza meticulosa es esencial para prevenir la contaminación de los reactivos y pesos de muestras en estas balanzas.

Nunca se deben colocar reactivos directamente en el platillo de cualquier balanza. Los sólidos no higroscópicos se pesan en hojas de papel satinado (nunca en papel filtro). Cucharas de peso conocido deben usarse si el material es higroscópico o corrosivo.

## Balanzas para uso general.

Este tipo de balanzas sirven para pesos que no requieren la alta precisión que se obtiene con las balanzas analíticas, por otro lado siguen un procedimiento (incluyendo manejo de material) que no mantiene una consideración extrema como la que debe ser dada a las balanzas analíticas.

Una buena balanza para uso general se puede obtener reduciendo la sensibilidad de una balanza analítica.

Uso. - Se debe observar la limpieza del instrumento con más cuidado para contrarrestar la posibilidad de derrames con una subsecuente contaminación.

#### BALANZAS DE PRECISION.

Todas las balanzas de precisión que se acostumbra usar, son balanzas del mismo brazo de palanca, esencialmente de la misma construcción. Consecuentemente la siguiente descripción de la balanza analítica y las instrucciones para su uso se aplican generalmente a todas las balanzas de precisión, desde la de ensaye a balanzas de 500 Kg. de capacidad. La indicación de todas estas balanzas se ve afectada por corrientes de convección en el aire que las rodea, gradientes de temperatura y cambio en la humedad del aire, especialmente si las partes móviles están construidas de agata. Los efectos llegan a ser más serios, en la relativa precisión que se trata de obtener de cerca de  $\pm 0.00002$  a  $0.000005$  con balanzas analíticas. Obviamente se debe poner más atención a la constancia de las condiciones de trabajo cuando se trata de una precisión de  $\pm 0.0000001$  con balanzas microquímicas.

#### Descripción General.

Las balanzas de precisión están montadas dentro de una caja con ventanas al frente y a los lados. Si se tienen puertas laterales es preferi

ble usarlas en vez de la frontal.

Las partes de una balanza analítica sin operar son como se muestra en la figura: La columna central comontada en la base de la placa. Usualmente sujeta a ella la escala graduada y un nivel de burbuja.

La viga es sostenida en el punto central por la placa de ágata pl en la parte de arriba de la columna. Sujeto a ésta, está el indicador nt con el ajustador de sensibilidad sa. La escala del jinetillo rs, ns, o cs a lo largo del borde de la viga. Los estribos st descansando con placas de ágata sobre los bordes terminales te de la viga. Los platillos pn suspendidos de los estribos por los arcos b con ganchos ah y bh. Deteniendo, los brazos a aparecen de la columna central y llevan vigas de descanso br y estribos de descanso sr; los descansos de los platillos pa tocan la parte inferior de éstos.

La viga. - La longitud efectiva de la viga y sus brazos está determinada por la distancia entre los extremos. El trabajo de la viga es de sostener rígidamente los tres extremos en sus propias posiciones, o sea: cercanos en un plano, paralelos uno a otro y a distancias iguales.

Todo el material usado en la construcción de una balanza debe ser no magnético y resistente a la corrosión.

Apoyos. - La más cercana aproximación física de las longitudes de los brazos se obtiene cortando los bordes de tal manera que tengan la agudeza de una navaja. Para mantener esta agudeza, las cuchillas son hechas de material muy tenaz (ágata) o duro (carburo de boro). La ágata es sílice amorfa. Puesto que la precisión depende de la agudeza de las cuchillas, es necesario tomar precauciones para mantener su perfección.

El mecanismo de descanso. - Realiza dos importantes tareas: eleva la viga y los estribos una fracción de milímetro y los mantiene sostenidos en esta posición de tal forma que las cuchillas no pueden tocar las placas. Esto permite hacer ajustes mientras los apoyos están sueltos y las partes móviles están separadamente sostenidas por los brazos de descanso.

Cuando la balanza no trabaja, el mecanismo de descanso siempre restituye las mismas posiciones relativas de la columna, viga y estribos.

El platillo detenido, toca la parte baja de estos, principalmente si rve para mantenerlos fijos durante la carga y para parar los movimientos de oscilación de los platillos antes de liberar la viga.

Los instrumentos auxiliares se proporcionan generalmente para una mayor conveniencia y velocidad al pesar.

El jinetillo elimina lo tedioso de manejar pequeños pesos. Su uso, como el de otro cualquiera, el cual debe moverse a lo largo de la escala en la viga esta basado en la ley de la palanca. La forma más común del jinetillo, el cual está hecho de platino, tantalio o de alambre de aluminio, es la de la figura ri. La viga debe estar en equilibrio cuando el jinetillo ocupa la posición cero.

La cadena de peso. - Es una cadena ligera (oro) sujeta en uno de sus extremos a la viga, a una distancia corta hacia la derecha del centro. El otro extremo de la cadena esta suspendido de un gancho el cual puede ser levantado o bajado por medio de una manivela fuera de la caja. De este modo la fracción del peso de la cadena, actuando sobre la viga puede variarse mientras la viga está oscilando. Las cadenas de peso son recomendables para pesar rápidamente, pero un jinetillo propiamente escogido es problamente superior para pesar con precisión.

Los pesos operados automáticamente por medio de una llave por fuera de la caja, permiten operar más rápidamente, sin afectar la precisión, pero tiene la desventaja que el método de subtitución debe ser usado pra su calibración.

#### Limpieza de las Balanzas.

Una completa limpieza, tal como se describe en las siguientes líneas, debe ser necesaria solo en períodos de uno a dos años, si las ba-

lanzas son usadas adecuadamente y el cuarto de estas bien manejado. La vida de las balanzas se prolongará con una atención continua de los siguientes puntos:

- a) la viga y los platillos siempre deben estar en descanso, excepto en los períodos de operación.
- b) el sistema de descanso debe funcionar adecuadamente (esto es que la viga y los estribos estén levantados).
- c) los platillos y la placa del piso deben estar limpios.
- d) la caja se debe mantener completamente cerrada.
- e) el jinetillo debe tener la forma adecuada y debe estar en la posición cero cuando no se usa.

La limpieza se empieza por el cuarto de la balanza y por las bancas. La parte de afuera de la caja de la balanza se limpia con una esponja húmeda, se debe poner especial atención a las partes de la balanza que sean difíciles de alcanzar.

Existe equipo de mantenimiento con instrucciones para la limpieza de las balanzas microquímicas. Es deseable tener una lente de aumento y los siguientes accesorios listos en vasijas: lana ligera o guantes de seda; pequeños cepillos de pelo de camello que hayan sido enjuagados en acetona y secados en aire; pedazos de esponja o lana que no desprendan pelusa y que hayan sido lavados cuidadosamente.

Hay que asegurarse que la balanza esté completamente descansando. Abrir la ventana y limpiarla por completo. Quitar el jinetillo sin usar pinzas, limpiarlo y regresarlo a la viga, esto evitará su deformación.

Desenganchar los platillos y colocarlos cerca de la balanza; el izquierdo de ese lado y el derecho del otro. Quitar los estribos de sus contactos y colocarlos en sus respectivos platillos. Sujetar la viga en la parte superior del indicador y elevarla de los puntos de descanso. Revisar los extremos filosos y los puntos de descanso con la ayuda de una lente.

Empezar una limpieza sistemática con la parte inferior de la caja de la balanza. Con un pedazo de esponja ligeramente mojado, limpiar la estructura que sostiene la columna central así como el mecanismo que mueve el jinetillo. Para los puntos inaccesibles de la balanza se utiliza un palillo con un pedazo de lana enrollado en la punta, no usar pinzas con puntas de meta!. Con un pedazo grande de esponja húmeda limpiar las superficies interiores de vidrio, el piso de la caja y el mecanismo de descanso de los platillos.

Cuando el interior de la caja este limpio, se limpia la placa de ágata de arriba de la columna y todos los puntos de descanso. Mientras se están revisando estas partes con la lente, se sacuden con un cepillo de pelo de camello. Checar la limpieza de la placa del piso y de los descansos de los platillos. Por último revisar y sacudir el indicador de la escala asegurándose que no hay cabellos o fibras en el, porque causaría oscilaciones irregulares.

Se debe asegurar que los puntos de descanso no tengan grasa.

Limpiar uno por uno los estribos, revisarlos y colocarlos en su posición de descanso nuevamente.

Limpiar los platillos y arcos con una esponja húmeda y limpiarseguida con una tela y un cepillo. Recolocarlos en los ganchos de los estribos e inmediatamente probar y ajustar el mecanismo de descanso. La limpieza habrá tenido éxito si los contactos de descanso caen sin impulsar las partes móviles y si la oscilación del indicador es regular sin ninguna señal de efectos de humedad. Si es necesario se ajusta el equilibrio de la viga.

Características de ejecución.

Las siguientes definiciones usan una terminología, en parte considerada y en parte recomendada por el Comité de Balanzas y Pesos de la Sociedad Americana de Química.

Capacidad. - Será la máxima carga segura recomendada por el fabricante.

Carga. - Será la masa total actuando sobre el platillo que lleva el objeto que se va a pesar.

Precisión de la balanza. - Será la desviación estandar de las indicaciones de los instrumentos observada en varias pesadas repetidas de la misma masa (constante). Depende no solamente de los instrumentos y de la carga, sino también de las condiciones que existan en el cuarto, el

procedimiento seguido y la habilidad del operador.

Punto de descanso. – Es la localización del indicador sobre su escala cuando la viga ha asumido su posición de equilibrio.

Evaluación del peso.

Es necesario que al preparar un objeto para pesarlo, se asegure que la masa permanecerá constante durante la operación.

Al empezar a trabajar se debe usar una esponja limpia y húmeda para limpiar cualquier polvo que pudiera haber en la parte de arriba de la balanza o en la placa del piso. Estar seguro que la balanza está completamente detenida (en la posición de descanso) abrir la ventana y limpiar los platillos.

Si la balanza parece haber sido movida, regresarla a su posición original y nivelarla. Esto se hace moviendo los discos que están a los lados, observando el indicador de nivel. El nivel de burbuja se observa mejor mirando hacia abajo a través del vidrio superior de la caja.

Si en la determinación de la lectura cuando la balanza está vacía, difiere de cero a más de  $\pm 0.3$  divisiones, se debe preguntar al supervisor para el ajuste de equilibrio.

Durante un período de trabajo en la balanza se debe evitar cualquier operación de ajuste o de limpieza, pero si ocurre algún derrame se limpia completamente y se checa la lectura con la balanza vacía.

La balanza debe estar en posición de descanso todo el tiempo excepto en los períodos de trabajo. Al terminar el trabajo ésta se debe dejar en la posición de descanso y el jinетillo en la posición cero. Revisar los platillos y la placa del piso, por último cerrar la balanza.

### Calibración.

Método de Richard. - Este método es ampliamente propugnado para que lo usen los analistas. La simplicidad de su razonamiento es ciertamente atractiva. Se supone que el peso más pequeño es el correcto y las masas de todas las demás piezas se determinan relativas a ese peso. Las masas verdaderas se obtienen finalmente determinando la masa verdadera de la pieza más grande del conjunto y multiplicando la masa relativa encontrada de todos los pesos por la relación masa verdadera sobre la masa relativa de la pieza más grande. Una investigación teórica y práctica ha demostrado que el método de Richard da las correcciones a la masa verdadera con una sorprendente exactitud y precisión. El uso del método de Richard es satisfactorio si solo unos pocos pesos (la década más pequeña) van a ser calibrados.

Procedimiento de la Oficina Nacional de Normas. Este método es menos fatigoso que el anterior y sobre todo inspira más confianza en los resultados.

La masa verdadera de la pieza más grande del conjunto se determina primero, entonces las piezas se pesan contra otras piezas en va--

rias combinaciones de tal manera que cada una sea usada al menos dos veces. Cada operación representa una ecuación de pesos, y las correcciones o el peso verdadero se encuentran resolviendo las ecuaciones simultáneas.

#### Peso de Muestras.

La cantidad de substancia que se toma, se selecciona de acuerdo a las consideraciones prácticas tales como: volumen deseado de soluciones, concentraciones requeridas, peso de precipitado, capacidad de los aparatos etc.

Se entiende que se deben tomar todas las precauciones que se aplican al uso de las balanzas de precisión: la parte de afuera de la balanza se debe mantener limpia, los aparatos se deben manejar breve y delicadamente de tal forma que se conserven a la temperatura del cuarto y el número de invasiones dentro de la balanza deben de ser mínimas.

Los aparatos y procedimientos son determinados esencialmente de si el material que se va a pesar mantiene su masa constante en un recipiente abierto o no. Si no la mantiene constante, o si despiden vapores corrosivos, el material debe ser pesado en recipientes cerrados. Sin embargo una muestra raramente se pesa en el aparato en el cual va a ser tratada, recipientes para pesar son hechos para facilitar la transferencia de la muestra a el aparato que se quiere. Aun los sólidos inertes son, como regla pesados en algunos recipientes, porque su colección de los platillos en la balanza se-

ría muy embarazoso.

Existen dos posibles métodos para obtener el peso de una muestra:

1. - Se pesa el recipiente con la substancia en él, la cual se pasa después donde se necesita; el recipiente sin substancia se pesa nuevamente.
2. - El recipiente vacío se pesa primero y se vuelve a pesar con la muestra.

## APENDICE VI

Las desviaciones de los valores nominales (tolerancias) permitidas por la Oficina Nacional de Normas, así como también las normas adaptadas para los aparatos de Pyrex, Normax y Exax se dan en la siguiente tabla. La Oficina se esfuerza en obtener una precisión de  $\pm 0.001$  con pipetas de transferencia, buretas y por una mayor precisión en frascos volumétricos de gran capacidad. La precisión que se puede obtener en la calibración y en el uso es de 2 a 5 veces mejor que las tolerancias de la Oficina. -

Los requerimientos para la admisión y prueba que han sido establecidos por la Oficina, deben ser acatados por todos los instrumentos volumétricos usados en trabajo crítico.

Cada aparato debe tener un diseño perfecto. Debe tener inscrita permanentemente la capacidad o liberación, el método de uso (para almacenar o liberar), la temperatura a la cual debe ser usado, nombre y marca y un número de identificación en todas las partes que son de quitar y poner. - Los aparatos que han sido probados por la oficina y que cumplen con las especificaciones, reciben el sello oficial de precisión.

Tolerancias para grado de precisión de Instrumentos Volumétricos de vidrio permitidas por la Oficina Nacional de Normas.



Se exige que las mismas tolerancias se mantengan con los aparatos Kimble Normax (frascos volumétricos, pipetas y buretas mostrando la marca de identificación), Pyrex marcado con "A" y Pyrex certificado (frascos vo

lumétricos mostrando la marca de identificación).

Las tolerancias que se se tienen con los utensilios Exax Kimble línea azul y con Pyrex (no marcado con "A") son dos, permitidas por la oficina.

Las pipetas de medición Exax y Pyrex de pequeña capacidad tienen las siguientes tolerancias:

<u>Capacidad</u>	<u>Tolerancia</u>
0.1 ml	$\pm 0.005$ ml
0.2 ml	$\pm 0.008$ ml
1.0 ml y 2 ml	$\pm 0.02$ ml

Capacidad (ml)	Frascos Para Contener	Volumétricos Para Liberar	Pipetas de Transferencia y Buretas Para Liberar	Pipetas de Medición. Para liberar.
2	-	-	$\pm 0.006^{++}$	$\pm 0.01$
5	-	-	0.01	0.02
10	-	-	0.02	0.03
25	$\pm 0.03$	$\pm 0.05$	-	-
30	-	-	0.03	0.05
50	0.05	0.10	0.05	0.08
100	0.08	0.15	$0.08^{+}$	0.15
200	0.10	0.20	$0.10^{++}$	-
300	0.12	0.25	-	-
500	0.15	0.30	-	-
1000	0.30	0.50	-	-
2000	0.50	1.00	-	-
3000	0.75	1.50	-	-
4000	1.00	2.0	-	-
5000	1.2	2.4	-	-

+ +0.10 ml para buretas

++ Se aplica solamente a pipetas.

### Probetas.

Las probetas están hechas para capacidades desde 5 ml a 2000 ml. La mejor precisión posible se obtiene usando la probeta más pequeña que pueda medir el volumen deseado. Además de que solo se usan para una medición aproximada de una solución o reactivo. Para obtener una buena exactitud y precisión la probeta debe estar limpia y libre de agua. A continuación se dan algunas sugerencias para su uso: cuando se llena una probeta, se deja que el líquido corra por un lado hasta que el menisco llegue a la marca. Para evitar turbulencia, se debe vaciar poco a poco, inclinando la probeta con un tiempo de 30 seg. en la operación. Cuando todo el lí- quido ha salido, se sostiene la probeta en forma vertical otros 30 seg. y - por último la gota adherida a la boca de la probeta se suelta tocando la su perficie del recipiente que esta recibiendo la solución.

Probetas para mezclar son útiles para diluir y mezclar soluciones. Existen además probetas repartidoras que dan un perfecto control cuando una solución es añadida en pequeñas cantidades.

### Matraces Aforados.

Existen desde 5 ml a 5 litros de capacidad, se calibran usualmente para guardar el volumen especificado de un líquido cuando el menisco se ajusta a la marca como en la calibración. Algunos matraces se calibran para contener y para liberar y tienen dos marcas, por supuesto la marca más baja indica la capacidad.

Es posible obtener una precisión de  $\pm 0.0001$  en el uso y la calibración de estos frascos, si se les da una atención adecuada para el ajuste de la temperatura como se dijo anteriormente.

Uso de los frascos para contener. Se acostumbra usarlos en la preparación de soluciones de concentración definida, al diluir un volumen definido y para tomar partes alícuotas. Se debe ver que el frasco esté limpio. En este tipo de frasco solo se deben realizar operaciones que no requieran calentamiento y las cuales no liberan calor en ninguna cantidad, pasar los solutos que se disuelven rápidamente sin efectos térmicos fuertes al frasco para tratarlos con solventes. Las operaciones que desprendan calor o requieran la aplicación de calor, se realizan en aparatos adecuados, después de enfriar la solución a la temperatura ambiente antes de pasarla al frasco. Finalmente se tapa el matraz y muy cuidadosamente se mezcla el contenido. Esto se hace volteando lentamente el frasco hacia arriba y hacia abajo tomándolo de la base y del cuello y agitando, esto se hace repetidamente. No se deben almacenar soluciones en matraces aforados, se deben pasar a botellas, en caso de que la botella no este seca, se enjuaga varias veces con pequeñas porciones de la solución que se va a almacenar.

El uso de los frascos para liberar, se justifican con frascos de pequeña capacidad, pero volúmenes de 250 ml y más pueden ser medidos sin necesidad de frasco con bastante buena aproximación. Se debe

evitar el calentamiento del líquido mientras se pasa al frasco, el cual se llena cuando el menisco alcanza la marca. Al vaciar el frasco se hace -- gradualmente inclinándolo para evitar turbulencias dentro de él. Se dejan 30 seg. para vaciar y cuando el flujo ha cesado se mantiene el frasco en posición vertical otro tiempo igual y para quitar la última gota, se toca la boca del frasco con la superficie del vaso que recibe la solución.

#### Pipetas de Transferencia.

La Oficina Nacional de Normas exige que el tubo de succión sea al menos de 16 cm de largo y que la longitud de el tubo de entrega no sea menor de 3 cm y no más de 25 cm. El diámetro exterior de los tubos nunca debe ser menor de 5 mm.

Se puede obtener una precisión de  $\pm 0.0001$  en el uso y la calibración de las pipetas si éstas están libres de agua y la temperatura está dentro de los límites.

Uso de las pipetas. Si la pipeta está limpia y seca, se prueba primero para ver si no tiene rupturas. Se lleva el líquido que va a ser medido arriba de la marca y se deja escurrir la pipeta. Si no hay rupturas se sigue con la medición. En caso de que la pipeta no esté seca, se enjuaga de 2 a 3 veces con pequeñas porciones del líquido que se va a medir.

Para llenar la pipeta se mete la punta en el líquido lo suficiente para poder llenarla, se va succionando ya sea con una bomba o con la

boca. Si la succión es suficiente la pipeta se llenará rápidamente. Cuando el menisco alcance el tronco, se disminuye la succión y se deja que el líquido suba unos 2cm arriba de la marca, se quita la bomba de succión o la boca y se tapa la pipeta con la punta del dedo índice. Se retira la pipeta del líquido y se seca la parte exterior del tubo. Se mantiene en posición vertical con la marca a nivel del ojo. Se toca la punta con un papel filtro y se reduce la presión del dedo hasta que el menisco alcanza la marca, cuando esto pasa se vuelve a la presión original del dedo y la punta de la pipeta se lleva al fondo del vaso donde se va a recibir el líquido, esto se hace con una cierta inclinación de la pipeta. Se quita el dedo de la boca del tubo, cuando termina de salir el líquido se toca la punta de la pipeta con la superficie del líquido liberado o con la superficie húmeda del frasco.

Se ve claro que el líquido deja la punta de la pipeta cuando se hace el contacto. El pequeño líquido que se queda en la punta de la pipeta corresponde al volumen que es chupado dentro de la pipeta cuando toca el líquido. Nunca se debe soplar para que este líquido salga.

Después de la operación, se limpia inmediatamente la pipeta, se seca la parte exterior y se guarda en posición vertical para que se escurra.

Existen pipetas automáticas y máquinas para pipetear de varios diseños, éstas son útiles cuando se requiere un gran número de porciones medidas del mismo volumen, y del mismo líquido.

### Buretas y Pipetas de medición.

Como regla, las buretas y las pipetas de medición tienen un tubo cilíndrico calibrado, del cual cualquier volumen de líquido necesario puede ser separado y a la vez medido. Las buretas se usan para titulación y están equipadas con un medio para controlar el flujo, están montadas en una posición conveniente para su uso. Las pipetas de medición, se sostienen en la mano y se operan como pipetas de transferencia, se usan algunas veces para titulación, pero su principal propósito es como el de las probetas para la repartición de pequeños volúmenes de solución.

La exactitud que se obtiene sin calibración está dada en la tabla de tolerancias.

La longitud de la porción graduada no debe exceder de 70 cm y la marca de graduación más alta no debe estar ni muy cerca ni muy lejos de el extremo de la bureta.

Un aspecto muy importante es que la porción calibrada de la bureta o de la pipeta de medición tenga un tubo de diámetro uniforme. Esto asegura que una división de una escala uniforme representa el mismo volumen en cualquier parte del tubo calibrado.

Indicaciones generales para el uso de buretas (pipetas de medición).

El volumen ocupado se calcula por la diferencia entre la lectu-

ra final menos la lectura inicial o cero. Es característico en el uso de las buretas y pipetas de medición que una gran parte del líquido se pueda dejar en el aparato después de una titulación. Puesto que un tiempo considerable puede transcurrir entre la lectura inicial y la final, la temperatura del líquido en el aparato puede cambiar y cualquier cambio de volumen de una gran cantidad de líquido dejado en la bureta cuando se toma la lectura puede presentar un error significativo. Es esencial que la temperatura del líquido en la bureta permanezca constante desde la lectura inicial hasta la final, especialmente si solo se usa una pequeña fracción de la capacidad total. Las soluciones no deben adquirir rápidamente la temperatura del cuarto después de pasarlas a la bureta o pipeta. Si una solución está  $10^{\circ}\text{C}$  arriba o abajo de la temperatura del cuarto, 10 minutos son suficientes para que su temperatura se aproxime a  $2^{\circ}\text{C}$  de la temperatura del cuarto, para una aproximación de  $0.3^{\circ}\text{C}$  se necesitan de 45 a 60 min.

A continuación se dan algunas sugerencias esenciales para todo tipo de buretas:

- a) Si la bureta está limpia y seca, se prueba con una pequeña cantidad de la solución que se va usar; o con agua.
- b) Montar la bureta en sitios propiamente iluminados donde no este expuesta a corrientes o fuentes de calor. (luz del sol directa)
- c) Si el líquido que se va a ocupar va a ser recibido en un frasco, éste se sostiene en la mano derecha, *teniendo la punta de la bureta lo suficientemente alta sobre la mesa para el manejo del frasco.*

La bureta se llena con el líquido arriba de la marca, de tal forma que ninguna burbuja de aire quede entre el orificio de la punta y la marca. Se vacía el líquido lentamente hasta que el menisco alcance la marca cero y se limpia cualquier líquido adherido a la parte exterior de la punta.

d) Se vacía el líquido hasta la proporción deseada y se pasa cualquier gota que pueda permanecer en la parte exterior de la punta a el frasco receptor como en el caso de las pipetas de transferencia.

e) Cuando se termina de trabajar se escurre la bureta, se enjuaga varias veces con agua y se guarda en una posición que permita que se escurra sin que se esponga a la grasa o al polvo. Cuando se vuelve a ocupar se enjuaga varias veces con pequeñas cantidades del líquido que se va a usar.

#### La llave de la bureta.

En todo el tiempo que se trabaja con la bureta, la llave se opera de tal manera que se prevenga la pérdida del sitio donde entra el barril. Aún si no se pierde líquido por el barril, se puede formar una emulsión de líquido y lubricante la cual no es más que una barrera para el líquido y puede causar una fuga.

Frecuentemente la parte interior de la punta se contamina con pequeñas cantidades de lubricante. Esto no es muy importante si el lubricante no reacciona con el líquido. Si alguna pequeña cantidad de lubricante pasara al vaso, la cantidad de volumen sería insignificante.

Si la punta se tapa debido al lubricante se trata de quitar poniendo un vaso debajo de la punta, abriendo toda la llave y calentando la punta por la parte exterior con un objeto caliente cerca del obstáculo. No se usan alambres duros porque se puede romper la punta al tratar de meterlos. Se puede vaciar la bureta y sacar el obstáculo aplicando aire o agua a una presión razonable. Si la punta se llega a contaminar mucho con lubricante, se quita la llave, se limpia y se seca el barril y la punta y el lubricante se extrae con un solvente adecuado.

Para probar y practicar se llena la bureta con agua de la llave.- Observando si no hay alguna fuga por medio del menisco. Tratar de ocupar gotas y fracciones de gotas para remover burbujas de aire de la llave y de la punta después de llenar la bureta, se le da un giro rápido a la llave para abrirla por pocos segundos.

Para operar la llave, primero se descansa la parte de atrás del dedo meñique y anular de la mano izquierda contra la punta, luego se sujeta el mango de la llave con los demás dedos. Esto se hace de tal manera que se presione ligeramente el barril dentro del hueco mientras se opera la llave. Para tener solo gotas de líquido, se detiene el flujo girando la llave justamente para lograrlo, un movimiento casi imperceptible es suficiente para alcanzarlo y para pararlo cuando se quiera. Cuando se quieren obtener fracciones de gota, se observa el orificio de la punta, cuando la gota ha crecido hasta el tamaño deseado se para el

flujo y se quita la gota tocando la punta con la pared del vaso o con un agitador.

Las pipetas de medición de pequeña capacidad son útiles para la titulación de trazas. La regla dada para las probetas son también para las buretas y las pipetas de medición, la mejor precisión se obtiene usando los aparatos de más pequeña capacidad para ocupar el volumen del líquido requerido.

#### Calibración de Instrumentos Volumétricos.

En general el uso de aparatos (tipo de líquidos, procedimiento de uso) debe ser cuidadosamente considerado en la calibración y las condiciones de uso deben ser lo suficientemente aproximadas. Una corrección de la diferencia en la forma del menisco puede ser necesaria y los datos para la corrección de la forma del menisco pueden ser encontrados en manuales. Se debe tener en cuenta que el menisco del mercurio cambia en presencia de agua como también con impurezas de metal. Si el aparato es para liberar líquido, la calibración debe ser precedida por una determinación del tiempo de flujo.

En la determinación de la capacidad y la liberación total, se puede obtener una precisión relativa de  $\pm 0.0001$ , para esto a continuación se dan las siguientes condiciones:

a) La temperatura se debe mantener constante dentro de un límite de -

$\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ . El trabajo debe ser realizado en el cuarto de la balanza o al -  
gún otro lugar que no esté expuesto a fuentes de calor. Los aparatos -  
y el abastecimiento de agua deben estar a la temperatura del cuarto. Los  
aparatos volumétricos se deben tocar brevemente y solo en las partes -  
que no contienen líquido. Los instrumentos que van a ser pesados deben  
ser cuidadosamente limpiados y manejados con guantes.

b) Los aparatos en los cuales se va a pesar agua deben ser tapados lige-  
ramente para retardar la evaporación.

c) En general las operaciones para pesar se llevan mejor a cabo en balan-  
zas de precisión analítica.

La calibración de todo instrumento volumétrico usado en determi--  
naciones que requieren exactitud deben ser checados.

Para checar la calibración de aparatos para contener, el aparato -  
que va a ser probado, es provisto de un ligero tapón, se pesa limpio y va-  
cío y se vuelve a pesar después de llenarlo hasta la marca.

Se usa agua para la calibración si la capacidad es de 5 ml o más. -  
Si la capacidad es menor que 5 ml el uso de mercurio da la ventaja de su -  
alta densidad y su más pequeña tensión de vapor.

Para checar la calibración de aparatos para liberar, se pesa el fras-  
co donde se va a recibir, ligeramente tapado antes y después de recibir el-  
líquido del instrumento volumétrico que va ser checado.

### Volumen de sólidos.

Muy pequeñas cantidades de metales nobles pueden ser fundidas en una cuenta esférica compacta de tal manera que su diámetro pueda ser usado para el cálculo de su volumen y peso. Los sólidos en forma granular y en polvo pueden ser medidos aproximadamente por medio de una cuchara o una taza, llenándola con el sólido y luego enrazando al nivel de la boca de la taza. Los reactivos pueden ser medidos de esta manera si se abastecen con un tamaño de grano normal.

Estimación Sedimétrica. Estas determinaciones se basan sobre la medición del volumen de un precipitado compacto o residuo. El sólido usualmente se colecta por fuerza centrífuga en la punta calibrada de un tubo, ésta técnica ha sido usada para determinaciones rutinarias de trazas de fósforo, azufre, potasio, etc.

### Tamaño de partícula y distribución de tamaño.

El tamaño de partícula no es muy esencial en la determinación de las características y uso de material (tierra, arena, pigmentos), pero concierne directamente al analista por dos razones: determina la mínima cantidad de muestra para análisis y fija la proporción de ataque químico de solventes y fundentes.

El procedimiento para la determinación del tamaño de partícula depende del rango del tamaño. La separación (cribado) se realiza gene-

ralmente si el diámetro de las partículas está arriba de 0.037 mm (tamaño de criba). Otra parte puede ser dividida en el microscopio para tamaños más pequeños . Lo que interesa al analista está enfocado a la fracción de tamaño más grande y el método más simple que satisfaga - sus necesidades; cribado, medición bajo el microscopio o posiblemente sedimentación.

Cribas patrón y series de cribas. Las especificaciones de la Oficina Nacional de Series patrón, las series de Tyler están basadas en el uso de cribas de malla tejida. Esta malla está tejida de alambre de latón, bronce u otros. Tienen forma circular con un diámetro de 20.3 cm y se pueden usar varias al mismo tiempo de mayor a menor abertura ensamblándolas y trabajando con un vibrador.

Limpieza y almacenamiento de las cribas. Inmediatamente después de su uso se desempolva la criba con un cepillo blando y se lava con jabón. Se enjuaga con agua y etanol y se seca a 105°C. Se guardan y se protegen con una cubierta.

APENDICE VII

3.3. DETERMINACION DE TEMPERATURA. Equipo para ello.

CARACTERISTICAS DE LOS TERMOPARES.

Tipo	Rango de uso en °C	Temp. Máxima.	f. e. m. aprox. en mv/°C.	Exactitud.
Cobre/Constantan	-200 a + 500	600	4.3	$\pm 1^{\circ}\text{C}$
Hierro/Constantan	-200 a + 800	1100	5.3	$\pm 1^{\circ}\text{C}$
Cromel/Alumel	-200 a + 1100	1300	4.1	$\pm 3^{\circ}\text{C}$
Platino/Platino	-180 a + 1600	1750	0.95	$\pm 2^{\circ}\text{C}$
10% Rodio				
Platino/Platino	-180 a 1600	1750	1.05	$\pm 3^{\circ}\text{C}$
13% Rodio				
Platino-20% Rodio	100 a 1600	1750	1.0	--
Platino-5% Rodio				
Platino-40% Rodio	200 a 1800	1880	0.4	$\pm 10^{\circ}\text{C}$
Platino -20% Rodio				
Tungsteno/Tungsteno	1000 a 2800	--	1.6	--
26% Renio				

Composiciones; Constantan: 60% de Níquel, 40% de Cobre; Cromel: 90% de Níquel, 10% de Cromo; Alumel: 98% de Níquel, 2% de Aluminio.

COLOR Y TEMPERATURA. Temperatura en °C.

Rojo incipiente----- 600

Rojo opaco ----- 700

Rojo cereza incipiente -----	800
Rojo Cereza -----	900
Rojo brillante -----	1000
Naranja -----	1100
Amarillo -----	1200
Blanco -----	1300
Blanco brillante -----	1400
Blanco luminoso -----	1500 -1600

#### DIFERENTES TIPOS DE TERMOMETROS:

Tipo	Rango
Termómetros A. S. T. M. -----	- 38 a + 400
Termómetros de Inmersión -----	- 20 a + 400
Parcial para uso general	
Termómetros grabados de -----	0 a + 550
precisión.	
Termómetros grabados de -----	- 35 a + 360
laboratorio	
Termómetros de baja tem- -----	- 200 a + 30
peratura	
Temperatura en °C.	

## APENDICE VIII

## SEPARACION DE FASES.

## SOLIDO-LIQUIDO.

Papel filtro. A continuación se da una tabla con los distintos tipos de papel filtro y su uso:

No.	Tipo	Velocidad	Uso
5	Duro	Lenta	Para trabajo cualitativo, cuantitativo burdo. Retiene precipitados finos.
30	Lavado con ácido	Media	Trabajo analítico general. Retiene precipitados medios.
31	Lavado con ácido	Rápida	Para filtrar precipitados gelatinosos.
40	Lavado doble con ácido	Media	Para la mayoría de los precipitados.
540	Endurecido lavado doble con ácido	Media	Para la mayoría de los precipitados. Más resistente a los alcalis que el No. 40
41	Lavado doble con ácido	Rápida	Para precipitados flocculentos.
541	Endurecido lavado doble con ácido	Rápida	Más resistente a ácidos y alcalis que el No. 41
42	Lavado doble con ácido	Lenta	Precipitados finos. Ba SO <sub>4</sub> .
542	Endurecido lavado doble con ácido	Lenta	Más resistente a ácidos y alcalis que el No. 42
50	Endurecido	Lenta	Retiene precipitados finos. Alta resistencia a alcalis.

Equipo para filtración.

Crisoles con fondo filtrante: de vidrio y con tres tipos de filtro; fino, medio-

y grueso.

De porcelana, con los mismos tipos de filtros.

Equipo para filtración sin fondo filtrante: Embudo Buchner.

### LIQUIDO-LIQUIDO.

La destilación es una separación líquido-líquido muy común, la cual podemos ver en la industria del petróleo.

Para la separación de líquidos no miscibles se emplean embudos de separación de la siguiente forma y material:

Forma	Material
Cilíndrica	Vidrio
De globo	Vidrio y de plástico

### GAS-LIQUIDO.

La separación de gas-líquido se emplea en la absorción selectiva de gases en soluciones. Un volumen conocido de una mezcla de gases es puesta en contacto con soluciones que absorben componentes individuales. Por ejemplo el dióxido de carbono es removido por soluciones de hidróxido de potasio.

### GAS- SOLIDO.

Las determinaciones analíticas basadas en las separaciones gas-sólido se describen mejor como métodos de pérdida o ganancia de peso. Un ejemplo bien conocido es la determinación de carbono e hidrógeno en compuestos orgánicos. La determinación de humedad en carbón etc.





99  
QUIMICO

Fecha

Análisis

Muestra

Número

H<sub>2</sub>O- y H O+

Crisol

Crisol+ Muestra

Muestra

Peso A 110°

Pérdida

H<sub>2</sub>O- %

Peso A 1000°C

Pérdida

Perd. Por Calc. %

- CO<sub>2</sub> %

- SO<sub>3</sub> %

+ Corr: por FeO

H<sub>2</sub>O + %

PRIMERA PORCION

Crisol + Silica

Crisol

Silice Impura

Residuo R %

SiO<sub>2</sub> Dis. Lect:



Muestra

Número

## Segunda Porción

Na<sub>2</sub>O (lectura)Na<sub>2</sub>O %K<sub>2</sub>O (Lectura)K<sub>2</sub>O %Li<sub>2</sub>O (Lectura)Li<sub>2</sub>O %TiO<sub>2</sub> (Lectura)TiO<sub>2</sub> %

MnO (lectura)

MnO %

P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> lecturaP<sub>2</sub>O<sub>5</sub> %

Fe total (lect. )

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %

Fe total (ml Ce )

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %Tercera Porción Fe<sup>+</sup>

Testigo de la Solución \_\_\_\_\_ ml

Fe<sup>2</sup> (ml de sal de Mohr)

Diferencia en ML.

FeO %

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> correspondiente %Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> neto %

Cuarta Porción CO

Testigo \_\_\_\_\_ ml.

CO<sub>2</sub>(ml de HCl

ml de NaOH

Diferencia Ml.

CO<sub>2</sub>%


IGMA

LABORATORIOS DE CONTROL

INDUSTRIAL

Análisis \_\_\_\_\_

Muestra \_\_\_\_\_

DETERMINACIONES


## BIBLIOGRAFIA.

Arana Jay. M.

Poisoning: Chemistry. Simptoms. Treatments.

Charles C. Thomas. Publisher

Illinois. U. S. A. (1963)

Capítulo 1; páginas 13-22

Capítulos 4, 5, 6; páginas 79-322

Benedetti. A. A. - Pichler.

Essentials of Quantative Analysis.

Ronald Press Company.

New York. (1956)

The laboratory and its aparatus; páginas 38 y 625-627

Determination of mass; páginas 53-103

Determination of volume; páginas 104-148

Blaedel W. J. and V. W. Meloche.

Elementary Quantitative Analysis.

Harper and Row.

New York and London (1970)

Glassworking; páginas 134-138

Elkis Hervey Bertrand.

The Chemistry of Industrial Toxicology.

Wiley and Sons.

New York(1959)

Elementos, Com. Orgánicos, Com. Inorgánicos. páginas 27-184

Fairhall Lawrence Turner.

Industrial Toxicology .

The Williams and Wilkins Company.

Baltimore (1957)

Introduction; páginas 1-7

Haddock. L. A.

Analysis in the Chemical Industry.

Pergamon Press (1970)

Safety; páginas 7-20

Pickering Williams F.

Fundamental Principles of Chemical Analysis

Elsevier Publishing Company.

Amsterdam. London. New York (1966)

Determinations based on phase separations;páginas 7-31

Parr. N. L.

Laboratory Handbook

Georges Newnes Limited.

London. (1963)

Temperature Measurements; páginas 3.73-3.81

Strouts . C. R. N. , J. H. Gillfiland y H. N. Wilson

Analytical Chemistry

At the Clarendon Press.

Oxford (1955)

Manipulations; páginas 6-7 y 16

Fisher Cientific Company

Modern Laboratory Appliances.

U. S. A. (1958)

Cole Parmer.

Equipment Instruments Supplies.

Chicago Illinois (1973-1974)

The Emil Greiner Co.

Termometers.

U. S. A. (1973)