

7214

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
"CUAUTITLAN"



"ELABORACION Y DISEÑO DEL MANUAL DE
PRACTICAS DEL EQUIPO DE QUIMICA DEL PETROLEO
DEL CENTRO DE ESTUDIOS TECNOLOGICOS
INDUSTRIAL Y DE SERVICIOS No. 92"

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A

IGNACIO MARTINEZ GUZMAN

Director de Tesis ING. GLORIA BORJON APAN

Cuautitlán, Izcalli, Edo. de Méx., 1987



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 está 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.

I N D I C E

	pag.
Capítulo I. OBJETIVO-----	1
Capítulo II. INTRODUCCION -----	3
1.- Breve historia del C.E.T.i.s. No. 92 -----	3
2.- Necesidad de la carrera de Técnico en Refinación - del Petróleo -----	3 3
3.- Presentación del programa de estudios de la ca- rrera. -----	4 4
4.- Programa de la asignatura: Pruebas de Laboratorio	5
5.- Diseño del programa de prácticas -----	6
Capítulo III. PROGRAMA DE PRACTICAS. -----	7
1.- Determinación de la densidad de un líquido -----	8
2.- Determinación de la humedad de un sólido (dióxido de manganeso) -----	21 21
3.- Determinación de sólidos totales -----	34
4.- Determinación de cenizas de un medio filtrante (placa de asbesto celulosa) -----	39 39
5.- Contenido de ácido en el vinagre comercial -----	50
6.- Determinación de agua y sedimentos de un aceite lu- bricante por el método de centrifugación. -----	58 58
7.- Determinación de la penetrabilidad de un material blando -----	70 70
8.- Determinación de la concentración de azúcar de una solución mediante un refractómetro manual -----	81 81
9.- Determinación de fierro mediante la determinación de transmitancia -----	95 95
10.- Determinación de la corrosión en acero y cobre por productos derivados del petróleo -----	109 109

Capítulo IV. DISCUSION AL PROGRAMA TEORICO-PRACTICO	
DE LA MATERIA -----	119
a) Programa teórico -----	119
b) Programa práctico -----	120
Capítulo V. POSIBLES MEJORAS A IMPLEMENTAR PARA EL FUTURO	
DEsarrollo DE LA MATERIA -----	120
Capítulo VI. CONCLUSIONES. -----	122
Capítulo VII. APENDICES. -----	124
A) Tratamiento de datos experimentales. -----	124
B) Balanzas. -----	141
C) Normas básicas de seguridad en el laboratorio.-----	149
Capítulo VIII. BIBLIOGRAFIA GENERAL. -----	152

Capítulo I. OBJETIVO.

Este trabajo es producto de un análisis de necesidades que presenta el CENTRO DE ESTUDIOS TECNOLOGICOS INDUSTRIAL Y DE SERVICIOS No. 92 (C.E.T.i.s. No. 92); ubicado en Calacoaya, Atizapán de Z. Edo. de México.

Ante la problemática que presenta una Institución de reciente creación, surge la necesidad de implementar e implantar programas y prácticas en todos los niveles académicos, por lo que el presente trabajo tiene como finalidad, presentar un diseño de prácticas para desarrollarse en la asignatura: PRUEBAS DE LABORATORIO, correspondiente a la especialidad: Refinación del Petróleo (5o.sem) y que se imparte en el laboratorio llamado laboratorio de química del petróleo.

Los trabajos que se presentan, están orientados a la especialidad dentro del marco académico regido por la S.E.P. y se busca que sean útiles a la Institución y de aplicación en la Industria Química.

Por otra parte, hemos de señalar que en acuerdo con la Academia de Química en el plantel, se han hecho modificaciones al programa original de la asignatura, de tal forma que sea acorde a las necesidades presentes de la especialidad como se indica más adelante.

Las prácticas serán diseñadas de tal forma, de que cuando se cuente con el equipo necesario, y que se avise un mejor panorama para la especialidad, éstas puedan adaptarse a cursos de semestres anteriores o bien, que con algunas modificaciones, sean adaptadas a la asignatura para la que se están proponiendo.

Los objetivos que han de lograrse en un laboratorio como el ___ que ahora nos ocupa, serán principalmente: que el estudiante reafirme conceptos teóricos, adquiera habilidad psicomotriz en el manejo del equipo existente, así como las técnicas más comunes de ___ laboratorio relativas a la especialidad, o bien a la química en ___ general, si es que se trata de un laboratorio de esta índole.

Se pretende también, cubrir aunque a nivel teórico, lo referente a tratamiento de datos experimentales, que en el caso de contar con datos suficientes, permiten llegar a resultados y conclusiones claras sobre el trabajo experimental.

Para lograr los objetivos propuestos, se procurará hacer un ___ buen diseño de las prácticas, adecuándolas al nivel intelectual y académico de los alumnos.

Capítulo II. INTRODUCCION.

1.- BREVE HISTORIA DEL C.E.T.i.s. No. 92.

Este centro de estudios, surge a consecuencia de que en ese momento y en el futuro próximo, se contemplaba la necesidad de ciertas especialidades técnicas que, o bien no existían instituciones en donde se impartieran, o no satisfacían la demanda de ese tipo de técnicos en el mercado de trabajo.

El centro de estudios mencionado, inicia sus funciones, en septiembre de 1981, impartándose en él, las especialidades de : Técnico en refinación del petróleo, Técnico en programación y Técnico en fomento industrial.

Es importante hacer notar, que sus actividades dan principio en medio de una serie de carencias, desde, no contar con instalaciones propias, talleres, laboratorios, hasta no contar con recursos económicos con que afrontar tales necesidades.

No es sino hasta septiembre de 1983 cuando toma posesión de instalaciones propias, pero aún sin contar con los recursos materiales para lograr fielmente los objetivos por los que fue creado.

En el presente, si bien no se han cubierto estas carencias, se cuenta ya con cierto equipo y mobiliario, con lo que se intenta dar los primeros pasos para desarrollar algunas actividades complementarias en el proceso de enseñanza-aprendizaje.

2.- NECESIDADES DE LA ESPECIALIDAD DE TECNICO EN REFINACION DEL PETROLEO.

Como se indicó con anterioridad, la institución aludida, es crea

da debido a que se observa la necesidad de ciertas especialidades técnicas, una de las cuales es precisamente la de Técnico en refinación del petróleo.

Como puede verse, esta especialidad, nace en la época en que la Industria Petrolera en México, se encuentra en franco desarrollo. No obstante, en nuestros días, esta industria pasa por un período de recesión, por lo que los técnicos de esta área han visto modificadas sus perspectivas de trabajo. Por esta razón, en el presente trabajo, se trata de dar un panorama más general a este profesionalista, con el propósito de que encuentre acomodo en cualquier industria del área química.

3.- PRESENTACION DEL PROGRAMA DE ESTUDIOS DE LA ESPECIALIDAD.

La especialidad que ahora nos ocupa, es una carrera terminal que se cursa en un período de seis semestres y que comprende las asignaturas siguientes:

I

Matemáticas I
Técnicas de estudio,
Lectura y redacción
Introducción al derecho
Administración
Química Inorgánica
Dinámica y estática
Dibujo Técnico Ind. I
Inglés Técnico I
Actividades paraescolares I

II

Matemáticas II
Técnicas de estudio,
Lectura y redacción II
Inglés Técnico II
Introducción a la Ecología
Materiales y equipo para fluidos
Química Orgánica
Electricidad y Magnetismo
Dibujo Técnico Ind. II
Actividades paraescolares II

III

Matemáticas III
Ciencia y tecnología I
Ecología regional
Resistencia química
de los materiales
Análisis Cualitativo
Mecánica de fluidos I

IV

Ergonomía
Introducción a la economía
Ciencia y Tecnología II
Distribución y racionalización de tareas
Análisis Cuantitativo
Mecánica de fluidos II

Sistemas de operaciones
básicas
Actividades paraescolares III

V

Deontología
Desarrollo socioeconómico
de México
Ciencia y Tecnología III
Pruebas de laboratorio
Procesos de destilación
y refinación del petróleo I
Química del petróleo
Materiales y equipos para
la industria petrolera I

Mineralogía y Petrología
Fisicoquímica

VI

Deontología II
Desarrollo socioeconómico
estatal
Seminario de titulación
Control de calidad
Procesos de destilación y
refinación del petróleo II
Métodos de recuperación
secundaria
Seguridad industrial
Materiales y equipos para
la industria petrolera II

4.- PROGRAMA DE LA ASIGNATURA: PRUEBAS DE LABORATORIO.

Esta asignatura, se cubre en el quinto semestre de la especialidad mencionada y con cinco horas a la semana.

Por las razones expuestas posteriormente, se han hecho algunas modificaciones a éste, a continuación, mostramos en forma sintética ambos programas.

PROGRAMA ORIGINAL

I.- Pruebas de control.

- a) Grados API
- b) Calor de los productos refinados del petróleo
- c) Temperatura de inflamación e ignición
- d) Residuo de carbón
- e) Agua y sedimento
- f) Corrosión por el método A.S.T.M.
- g) Viscosidad
- h) Presión de vapor
- i) Destilación de gasolina, Kerosina y compuestos del petróleo
- j) Índice de octano

II.- Pruebas analíticas de hidrocarburos.

- a) Determinación de azufre
- b) Contenido de sal
- c) Temperatura de anilina
- d) Número de bromo
- e) Índice de refracción

PROGRAMA MODIFICADO

I.- Pruebas de control.

- a) Densidad: Grados API
- b) Calor de los productos derivados del petróleo
- c) Temperatura de inflamación e ignición
- d) Residuo de carbón
- e) Determinación de humedad y cenizas
- f) Acidez
- g) Agua y sedimento en aceites lubricantes
- h) Viscosidad
- i) Corrosión por el método A.S.T.M.
- j) Presión de vapor
- k) Índice de octano
- l) Penetrabilidad
- m) Espectrofotometría

II.- Pruebas analíticas de hidrocarburos.

- a) Determinación de azufre
- b) Contenido de sal
- c) Número de bromo
- d) Índice de refracción

5.- DISEÑO DEL PROGRAMA DE PRACTICAS.

Por las razones expuestas en el punto (2), el juego de prácticas propuestas, se ha alejado en cierta medida del programa original de la asignatura y se han elaborado según un panorama más general.

Otra razón, es debido a la carencia del equipo necesario para realizar prácticas apegadas a lo que marca el programa original y por otra parte, debido a que en los semestres que anteceden no se han realizado las prácticas que involucran técnicas apegadas a alguna prueba de aplicación industrial, sino más bien, se han desarrollado prácticas cualitativas elementales, teniendo como objetivo principal, reafirmar conceptos teóricos del área de Química Pura.

Capítulo III

PROGRAMA DE PRACTICAS

PRACTICA No. I

DETERMINACION DE LA DENSIDAD DE UN LIQUIDO.

OBJETIVOS.

Reafirmar el concepto de densidad, determinando esta propiedad para diferentes líquidos por medio de un mismo método.

Adquirir habilidad en el manejo adecuado de la balanza analítica y digital.

Evaluar la importancia de esta propiedad.

PARTE TEORICA.

Es de gran importancia en la industria y en los laboratorios de química en general, determinar la masa de diferentes sustancias; por tal razón, es necesario que el estudiante adquiriera habilidad en el manejo de las balanzas más comunes en el campo de trabajo, y que además haga uso correcto de ellas dándoles los cuidados recomendables.

Una variable de interés, relacionada con la masa, es la densidad, determinación en la que se centra la siguiente práctica.

La densidad, se define como la cantidad de materia (masa) contenida en la unidad de volumen a una temperatura determinada:

$$\rho = m/v$$

Donde: ρ = densidad; m = masa ; v = volumen

Dependiendo de la forma como ésta se exprese, se clasifica como densidad absoluta y relativa (gravedad específica).

La densidad absoluta, como su nombre lo indica, está expresada sin considerar ninguna sustancia como referencia, en cambio la densidad relativa, es el resultado de comparar, cuantas veces la sustancia en estudio, es más o menos densa respecto a otra tomada como referencia, esta última, generalmente es el agua, cuando

se trabaja con líquidos o sólidos, y el aire cuando se trabaja ___ con gases.

El valor de la densidad para la substancia de referencia debe_ estar determinada a las mismas condiciones de presión y temperatura de trabajo que para la substancia en estudio.

El método más común en la industria, para determinar la densidad de un líquido, es por medio de areómetros o densímetros, los cuales proporcionan directamente el valor de la "concentración" o densidad respectivamente.

Los areómetros y densímetros están formados por un tubo. Dentro de él, va la escala correspondiente. Estos sufren un ensanchamiento en su diámetro para constituir el bulbo, el cual lleva en_ su parte inferior un material denso (perdigones o mercurio) formando así el lastre que le permite flotar en posición vertical.

Los areómetros y densímetros, basan su funcionamiento en el _ Principio de Arquímedes, aplicado al caso particular de un cuerpo que flota. En efecto, cuando un cuerpo sólido e insoluble se introduce en un líquido, pueden ocurrir tres hechos.

- a) Que el cuerpo se hunda
- b) Que el cuerpo quede suspendido
- c) Que el cuerpo flote

Analizando estos tres casos, se ve que en todos ellos hay dos_ fuerzas fundamentales que actúan: el peso del cuerpo que es una _ fuerza vertical dirigida hacia abajo, y el empuje que es una fuerza vertical dirigida hacia arriba (fuerza bollante), es decir, en dirección contraria a la primera. Teniendo en cuenta estas dos _ fuerzas, se observa que cuando es el peso mayor que el empuje del cuerpo, éste se hunde (primer caso), si el peso es igual al empuje del cuerpo, queda suspendido en el seno del líquido, conservando la posición que se le da (segundo caso), si el peso es menor,

que el empuje, el cuerpo flota (tercer caso).

Refiriéndonos a este último caso que es el que nos interesa, se puede establecer el siguiente principio: "Todo cuerpo sumergido en un líquido, recibe un empuje de abajo hacia arriba, igual al peso del líquido desalojado".

DIVERSAS ESCALAS DE AREÓMETROS.

Aun cuando la forma de los areómetros esencialmente es la misma, la escala que los caracteriza es muy diversa, pues ha sido graduada según los fines a los que se va a destinar. De este modo, se encuentran areómetros llamados: pesa legías, pesa-leches, alcoholímetros, sacarímetros (Brix), Baumé, API (American Petroleum Institute), etc. Además, hay una cierta división de los areómetros, y esto se muestra en la forma de graduar la escala, según se utilice en líquidos menos densos que el agua o más densos que ella.

Cuando estos areómetros, se introducen en los líquidos apropiados, se sumergirán hasta una determinada marca de la escala, llamándose grado a cada una de estas marcas. Así por ejemplo, si un areómetro Baumé para líquidos más densos que el agua, se introduce en ácido sulfúrico concentrado, marcará 66 grados Baumé, indicando entonces que la concentración de dicho ácido, es de 66 grados Baumé, lo cual lógicamente tiene una correspondencia en una concentración común.

En la misma forma, si el areómetro Brix, que ha sido graduado para que cada marca equivalga a 1% de sacarosa (azúcar) en agua, se introduce en una solución acuosa azucarada y marca 20 grados Brix, significará que esa solución contiene 20% de sacarosa. Resumiendo los areómetros proporcionan un cierto grado de concentración de un soluto determinado, pero ellos, no dan ninguna información precisa

acerca de la densidad del líquido en el que se introducen, en cambio, los densímetros marcan exclusivamente la densidad de los líquidos y no proporcionan ninguna información acerca del grado de concentración, pero hay relaciones matemáticas para relacionarlas.

Algunas de las industrias, en donde se utilizan con frecuencia los areómetros son: Industria Vinícola, Azucarera, Petrolera, etc. y las escalas más comunes, son las siguientes:

Grados API ($^{\circ}$ API).- Esta escala de "densidad", es usual para líquidos derivados del petróleo y se relaciona con la densidad del agua por medio de la siguiente expresión.

$$^{\circ}\text{API} = \frac{141.5}{S_{60^{\circ}\text{F}/60^{\circ}\text{F}}} - 131.5$$

En donde: (S) es la gravedad específica, definida: $S = \frac{\rho_{\text{Líquido } 60^{\circ}\text{F}}}{\rho_{\text{Agua } 60^{\circ}\text{F}}}$

Grados Baumé.- Esta escala es aplicable a líquidos más y menos densos que el agua. Las relaciones de esta escala con la densidad del agua son las siguientes:

Para líquidos más ligeros que el agua.

$$S = \frac{140}{60^{\circ}\text{F}/60^{\circ}\text{F} \cdot 130 + \text{Baumé}}$$

Para líquidos más densos que el agua.

$$S = \frac{145}{60^{\circ}\text{F}/60^{\circ}\text{F} \cdot 145 - \text{Baumé}}$$

Grados Brix.-Esta escala está relacionada con la industria azucarera, y un grado Brix, equivale al 1% de azúcar en solución. La relación de esta escala con la densidad del agua, es :

$$^{\circ}\text{Brix} = \frac{400}{S_{60^{\circ}\text{F}/60^{\circ}\text{F}}} - 400$$

Grados Gay-Lussac.- Esta escala está relacionada con la Industria Vinícola, y un grado Gay-Lussac, representa el contenido de alcohol en por ciento en volumen.

La forma más común de un areómetro o densímetro (ambos tienen forma parecida), se muestra en la figura (1).

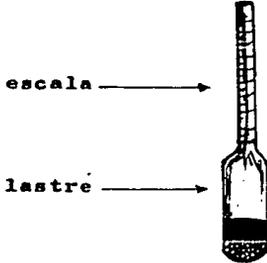


Fig. 1 Densímetro o areómetro.

Los instrumentos estudiados, se usan muy frecuentemente, debido a la facilidad y rapidez con que se usan.

Un segundo método para determinar densidades, consiste en utilizar un picnómetro, de éstos, existen algunos más precisos que otros, un ejemplo de picnómetro preciso, es el de Ostwald. No obstante en más común en los laboratorios, es el de tapón, que no da muy buenos resultados, a menos que se maneje con sumo cuidado, pero su uso, se debe más que nada a su bajo costo y fácil manejo. Su forma más común, se muestra en la figura (2).



Fig. 2 Picnómetro de tapón.

El método del picnómetro, consiste básicamente en aplicar la definición de la densidad ($\rho = m/v$).

Una vez que se ha calibrado el picnómetro (conocer su volumen real), se llena con el líquido al que se desea determinar la densidad y se pesa este conjunto; por diferencia de pesos entre el picnómetro lleno y vacío, se determina la masa del líquido. Con estos datos, se procede a calcular la densidad de la sustancia.

Un tercer método, consiste en utilizar la balanza de Westphal. La balanza de Westphal, es un instrumento que sirve para medir la densidad de un líquido por la aplicación también del Principio de Arquímedes. La exactitud que se obtiene en ésta, es mejor a la obtenida por los métodos anteriores, aunque es más tardado.

Esta Balanza mide gravimétricamente el empuje experimentado por un cuerpo vítreo de volumen definido sumergido en el líquido. El cuerpo, es un bulbo de vidrio de forma alargada y lastrado con mercurio que contiene un termómetro en su interior. Se cuelga en el brazo de la balanza por medio de un alambre delgado de platino.

Su volumen ha sido ajustado cuidadosamente a un valor definido. por ejemplo, 5ml, puliendo la parte inferior del vidrio. Una pesa colocada en el extremo superior del hilo de platino, permite calibrar la balanza utilizando agua.

El brazo tiene nueve muescas para dividir la distancia de la escala en diez partes iguales. Se usan jinetillos en forma de herradura que pesan: 5, 0.5, 0.05, y 0.005 gramos, que corresponden a la primera, segunda, tercera y cuarta cifra decimal en el valor de la densidad. Hay dos jinetillos de 5 gramos para medir densida

des mayores que la unidad. Para la densidad de 1.0 se cuelga un jinetillo de 5 g del mismo gancho que sostiene el cuerpo testigo y dos de 5 g en la división 5, ó en las divisiones, 4 y 6, etc.

Cuando hay que colgar 2 ó más jinetes en la misma división, uno se coloca en el brazo sobre la primera muesca y los otros se cuelgan en los ganchos laterales del primero. La densidad indicada por las posiciones de los jinetes de la figura (3), es 0.9446

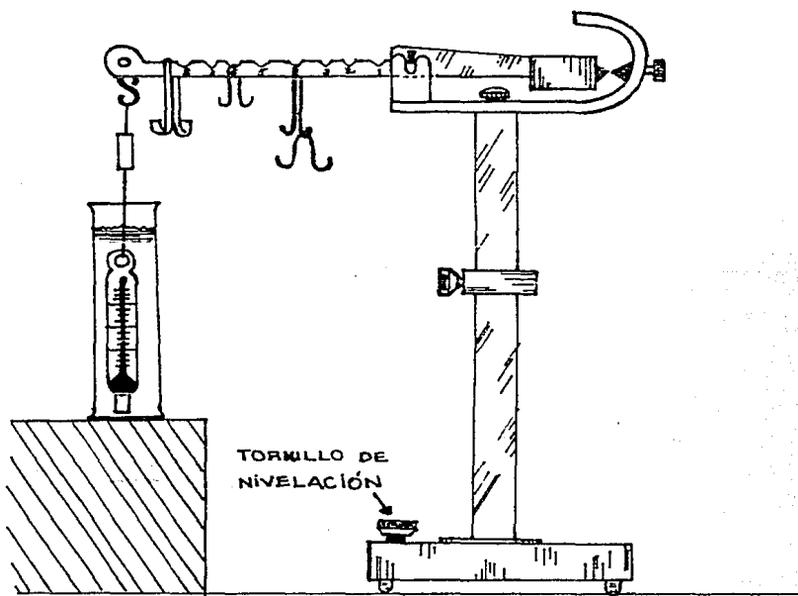


Fig. 3 Balanza de Westphal.

Para usar esta balanza, se coloca sobre una plataforma nivelada y sin vibraciones, y se cuelga del gancho una pesa de masa conocida para calibrarla. Mediante un tornillo de nivelación, se hace

coincidir la punta del brazo con la punta fija, luego se reemplaza la pesa por el bulbo, éste se introduce en la probeta o soporte. Luego se van poniendo los jinetes sobre el brazo, hasta reestablecer la posición del indicador y en ese momento se hace la lectura de la densidad, siendo la cifra de décimas el número en que queda el jinete más pesado, las centésimas, el número en que queda el jinete que sigue en peso decreciente y así sucesivamente si hay dos jinetes del mismo peso en una muesca, se suman, si son de diferente peso, toman su posición en el lugar decimal que les corresponde.

La temperatura es determinada leyendo el termómetro en el cuerpo de ensayo.

Cuando se quiere mayor precisión, se hace primero una medida con agua, poniendo las pesas en el lugar que corresponda a la densidad del agua a la temperatura señalada. Si el indicador no está en la posición deseada, habrá que hacer pequeños ajustes con el tornillo de nivelación. Luego se quita el agua, se seca el tubo y se pone en la probeta el líquido en estudio. Ordinariamente, no es necesario hacer correcciones por el desplazamiento del aire, porque este defecto ya ha sido tomado en cuenta en las pesas. En los trabajos de mucha precisión se hace una ligera corrección para compensar la tensión superficial que actúa sobre el alambre.

Densidad del un gas.- La densidad de un gas, puede determinarse por un método similar al del picnómetro, no obstante, éste resulta poco confiable, debido a que es necesario pesar recipientes de tamaño relativamente grande.

Existen métodos más precisos para este fin, éstos implican la

utilización de aparatos, la mayoría de las veces muy sofisticados que no se discutirán debido al nivel de estudios en que nos encontramos.

Existe un método muy utilizado en la actualidad que proporciona resultados aceptables. Este, es el de la microbalanza de empuje de gases, que se basa en el principio de Arquímedes. El aparato consiste generalmente, en una balanza de torsión o de cualquier otro tipo de microbalanza, y que está introducida en su totalidad en un recipiente, dentro del cual, se puede introducir también el gas. El empuje que experimenta la bola, depende de la densidad del gas, y por tanto de la presión del mismo. La presión (P_A) es la que corresponde a aquella en la que el índice de la microbalanza coincide con una marca fijada arbitrariamente, y entonces el gas se reemplaza por un gas de referencia (normalmente oxígeno); la presión se ajusta entonces de nuevo hasta que la posición elegida para la balanza se reestablece. Como es lógico, se requiere una presión diferente (P_B) a la del primer gas (P_A), para que sea igual a su densidad a la del gas de referencia a la presión (P_B). Así se obtiene la densidad del gas. Se supone que son aplicables las leyes de los gases ideales, y por tanto.

$$\frac{\text{densidad tipo del gas A}}{\text{densidad tipo del gas B}} = \frac{\text{presión del gas B}}{\text{presión del gas A}}$$

Densidad de sólidos.- En algunas ocasiones, la densidad de los sólidos se determina por el método del picnómetro, esto se hace dividiendo finamente el sólido. Sin embargo, este método es impreciso debido en parte a que por muy pequeñas que sean las partículas, siempre quedarán espacios, lo cual provoca error en la determinación, no obstante, este método es común para establecer la

densidad de algunos sólidos tales como catalizadores.

Un método más exacto, es determinar el peso de un volumen desconocido del sólido en estudio, precisando su volumen por desplazamiento de un líquido adecuado, y con los datos obtenidos, determinar la densidad, según la ecuación que la define.

Es importante subrayar, que cuando se determina y se reporta la densidad, es necesario considerar la temperatura, puesto que la densidad se ve afectada por ella, y en caso de gases, además deberá considerarse la presión, debiéndose reportar en este caso, la temperatura y la presión de trabajo.

CUESTIONARIO PREVIO A LA PRÁCTICA.

- 1.- ¿Qué diferencia existe entre masa y peso, y cuál de estas variables se obtiene en una balanza?.
- 2.- ¿Qué tipo de balanza debe usarse cuando se desea gran precisión, (analítica o granataria)? Explicar.
- 3.- ¿Qué precauciones deben tenerse cuando se hace uso de una balanza analítica?.
- 4.- ¿Cómo se define la gravedad específica de una sustancia?.
- 5.- Investigar el significado de las siguientes escalas de concentración y/o densidad, así como la industria típica en donde se utiliza. API, Baumé, °Brix, Gay-Lussac.
- 6.- Cuando se reporta la densidad, es necesario reportar la temperatura a la que se efectuó la prueba. ¿Por qué?.
- 7.- Ilustrar otro método para determinar la densidad de un sólido aparte del método del picnómetro.
- 8.- ¿Es exacto el valor de la densidad de un sólido, utilizando el método del picnómetro?. Explicar.

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

i) Reactivos, material y equipo.

Reactivos: Agua destilada, alcohol etílico.

Material y equipo: balanza analítica, balanza digital (Mc --tter 2000), picnómetro de 50 ml, 2 vasos de precipitados de 200ml 2 pipetas volumétricas de 10 ml, 1 termómetro de 0-200°C, 2 probetas graduadas de 100 ml.

ii) Técnica:

a) Calibración del picnómetro.- Lavar y secar perfectamente el picnómetro, pesarlo, llenarlo con agua destilada y anotar la temperatura del agua.

Tapar cuidadosamente el picnómetro, sin forzar el tapón; en seguida, secar el picnómetro procurando que no se adhiera pelusa sobre sus paredes exteriores, y pesarlo junto con su contenido de agua.

Por diferencia de pesos, calcular el peso del agua contenida. Investigar en la literatura, la densidad del agua a la temperatura de trabajo, y con estos datos, establecer el volumen exacto del picnómetro, ya que éste puede variar ligeramente con la temperatura, además de que normalmente no corresponde al volumen que a parece grabado en el picnómetro.

- a) peso del picnómetro vacío _____
- b) peso del picnómetro lleno _____
- c) peso del agua = b) - a) _____
- d) volumen real del picnómetro _____

b) Determinación de la densidad de la sustancia problema.- una vez que el picnómetro ha sido calibrado, tirar el agua y secarlo.

perfectamente (puede utilizarse un poco de acetona para acelerar el secado). Llenarlo ahora con el líquido que se le determinará la densidad (alcohol etílico), tapar cuidadosamente el picnómetro y secar el exterior de éste como se indicó anteriormente.

Pesar el picnómetro junto con el alcohol y anotar el peso. Nuevamente, por diferencia de pesos, determinar el peso del alcohol. NOTA. No olvidar tomar la temperatura antes de cada determinación.

- a) peso del picnómetro vacío _____
- b) peso del picnómetro lleno _____
- c) peso del alcohol = b) - a) _____
- d) densidad del alcohol = m/v _____

Determinar también la gravedad específica del alcohol, dividiendo la densidad específica de éste, por la densidad del agua, obtenida a la misma temperatura.

Llevar a cabo el procedimiento anterior, utilizando la balanza digital y comparar los resultados.

iii) Reporte de resultados.

- 1.- Ilustrar con dibujos, los pasos seguidos en el experimento.
- 2.- Calcular un promedio de los resultados obtenidos en el grupo y reportar este valor como verdadero.
- 3.- Reportar los datos obtenidos, individuales y promedio.
- 4.- Si es posible, determinar la densidad por medio de otro método y comparar los resultados obtenidos en ambos.
- 5.- Indicar que importancia tiene conocer la densidad de una sustancia, en la industria química.
- 6.- Enlistar los factores posibles, por los que se obtiene resultados diferentes, tanto individuales como en el grupo.

- 7.- Un recipiente de volumen 2 m^3 , se llena con un líquido cuya densidad es 1.2 g/ml . Si el recipiente vacío pesa 70 Kg . Determinar la masa total, recipiente-líquido.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Manual de Laboratorio de Prácticas de Fisicoquímica
D. Brennan
Editorial Urmo
- 2.- Curso de Fisicoquímica Experimental
Farrington Daniels
7a. edición
Mc Graw Hill
- 3.- Experimentos de Fisicoquímica
David P. Shoemaker y Carl W. Garland
2a. edición
Unión Tipográfica Editorial Hispanoamericana
- 4.- Manual del Ingeniero Químico
John H. Perry, ph. D.
Vol. II ; 3a. edición
Unión Tipográfica Editorial Hispano-Americana
- 5.- Experimentos de Fisicoquímica
Dr. Manuel Urquiza, 1974
Editorial Limusa
- 6.- Química Física Práctica
Findlay B. Levitt ; 9a. edición
Editorial Reverté S.A.

PRACTICA No. 2

DETERMINACION DE LA HUMEDAD DE UN SOLIDO (Dióxido de manganeso).

OBJETIVO.

Reafirmar conceptos relacionados con la técnica de gravimetría.
Fijar conceptos de: porcentaje del peso de una substancia en base seca y en base húmeda.
Determinar la humedad de un sólido, valiéndose de la técnica de _
gravimetría.
Manejar correctamente el equipo relacionado con la gravimetría.
Evaluar la importancia que representa conocer la humedad de un sólido como producto industrial.

PARTE TEORICA.

Las determinaciones gravimétricas, son muy comunes en la industria --
pues en ocasiones, permiten evaluar la calidad, tanto de las materias primas como de los productos terminados e intermedios. Esto debido a la facilidad con que éstas se realizan y porque para _
llevarlas a cabo no es necesario el uso de equipo muy sofisticado ni costoso, sino que se requiere equipo de uso común y de costo _
relativamente bajo.

Las determinaciones gravimétricas, están relacionadas con la _
medición de pesos de muestra. Dependiendo de la forma como se lleva a cabo una determinación de este tipo, éstas se clasifican como sigue:

- a) Por desprendimiento.
- b) Por precipitación.
- c) Por electrodeposición.

El primer método, se caracteriza por el desprendimiento o volatilización de una substancia. La cantidad de substancia que se _

desprende, se condensa por algún procedimiento adecuado, dependiendo de la naturaleza de la substancia desprendida, siendo la forma más común, el utilizar un condensador a contracorriente.

La cantidad de substancia volatilizada y condensada posteriormente, permite evaluar, ya sea directamente, cuando la substancia a determinar es precisamente la separada y condensada, o indirectamente, cuando la substancia se separa, pero no puede medirse su peso, más que indirectamente por la pérdida de peso que ha sufrido la muestra inicial, al ser eliminada la substancia de interés.

Desde luego que debe tenerse la certeza de que ha sido separada sólomente la substancia prevista.

En el segundo método, la substancia de interés es separada en forma de un compuesto insoluble, el cual, una vez que ha sido tratado adecuadamente (decantar, lavar, secar, calcinar, etc.) permite pesar la substancia en estudio.

Cabe mencionar, que en este caso ocasionalmente es posible separar casi por completo la substancia de interés, en forma de alguno de sus compuestos, evaluándose ésta en la muestra original, de una manera muy aceptable.

El método de electrodeposición, consiste en depositar la substancia de interés, normalmente en forma elemental (elemento químico). La cuantificación de la substancia en este caso, se logra por diferencia de pesos, pesando antes y después de la electrodeposición.

Cabe señalar, que una substancia se adhiere al electrodo, cuando se hace circular corriente eléctrica a través de él y de la solución que contiene a la substancia en estudio.

Es importante en las determinaciones gravimétricas, tratar adecuadamente las sustancias, con el fin de obtener buenos resultados.

En algunas ocasiones, será necesario calcinar las sustancias con el propósito de estabilizarlas. Sin embargo, algunas veces será suficiente con lavar correctamente y secar, esto último generalmente mediante algún tratamiento térmico.

Para efectuar el lavado de los precipitados, se recomienda hacerlo varias veces, utilizando la menor cantidad posible de disolvente cada vez, y no uno o más lavados con abundante disolvente.

Una vez que se tiene la sustancia limpia y seca, se procede a pesarla y a efectuar los cálculos correspondientes.

Hay ocasiones en que el objetivo, no es el de evaluar la cantidad de sustancia sólida, sino más bien la cantidad de agua que contiene una sustancia por unidad de peso (humedad), y esta es la determinación que ahora nos ocupa.

La pérdida de peso de una sustancia cuando se le ha hecho algún tratamiento, generalmente térmico, entre los 105 y 130°C, constituye una determinación de interés en el análisis químico, debiéndose esta pérdida a la eliminación de agua que la muestra contiene y que una vez seca puede recuperar, al menos en parte; a este contenido de agua, se le llama humedad. Es importante indicar que la humedad, tanto en sólidos como en gases, es un factor primordial en el uso que se les dará a éstos.

Esta práctica, está enfocada a la humedad de sólidos, siendo en este caso importante no sólo en las materias primas, sino también en los productos terminados e intermedios, debiendo cumplir con ciertos límites según el uso que se les dará

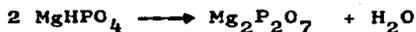
Sólo por mencionar algunas industrias en donde la humedad en sólidos constituye un factor de gran importancia, citamos las siguientes: Industria Alimentaria, del cemento, de los fertilizantes y del papel, entre otras.

Aunque hay algunas diferencias en los procedimientos para eliminar el agua en un sólido, con el fin de determinar su humedad; los fundamentos son básicamente los mismos.

Formas como se encuentra el agua en los sólidos.- El agua presente en las substancias, dependiendo de la forma como ésta se encuentra, se clasifica en dos clases: esencial y no esencial. El agua esencial, es aquella que está presente en forma estequiométrica, ya sea como agua de cristalización, como en los casos siguientes:



O en forma de agua de constitución, como en los siguientes:



El agua que se encuentra en esta forma, sólo se elimina a temperaturas relativamente altas.

El agua no esencial, está presente en cantidades no estequiométricas, pudiendo ser agua adsorbida o absorbida, esta última forma, es la que ahora nos ocupa.

Un método que permite evaluar el agua no esencial presente en un sólido, se basa en un procedimiento gravimétrico indirecto, debido a que es difícil pesar el agua eliminada, determinándose más bien por medio de la variación del peso de la muestra al inicio y al final del tratamiento. El método consiste en pesar la muestra

húmeda, posteriormente se procede a eliminar su contenido de agua se pesa nuevamente la muestra ya seca, para cuantificar así la _ humedad.

Desde luego que los resultados serán aceptables, si la única _ substancia eliminada es agua. Para lograr esto, se recomienda que la temperatura de trabajo, sea la más baja posible para evitar _ que se eliminen otras substancias, pero desde luego, suficiente _ para eliminar el agua contenida como humedad. Cuando otros materiales se eliminan además de agua, la determinación ya no será de humedad, sino determinación de pérdidas por calentamiento, y en _ este caso, es necesario especificar la temperatura y el tiempo de aplicación de ésta.

Para determinar la humedad de un material, se opera en un rango de temperatura de 105-130°C, introduciendo y sacando el recipiente varias veces a la estufa, enfriando cada vez en el desecador antes de pesarlo, esto se repite hasta alcanzar un peso constante. Este concepto se estudia posteriormente.

La importancia principal de la humedad de una substancia, es _ triba en que cualquier material industrial, ya sea materia prima _ o producto terminado, normalmente debe cumplir con ciertas especificaciones, y una de ellas, es precisamente la humedad.

Por otra parte, al conocer el valor de la humedad de un material sólido, es posible expresar la cantidad de algún constituyente, en base seca, esto es, sin considerar la cantidad de agua presente en ese material, con el fin de conocer la proporción de ese constituyente de una forma más precisa.

MEDIOS DE CALENTAMIENTO EN EL LABORATORIO.- Los medios más comunes de calentamiento son: mecheros de diferentes tipos, baño ma -

ría, placas calentadas con electricidad, parrillas, estufas operadas con gas, estufas eléctricas, hornos eléctricos (muflas), mantas de calentamiento. A nivel industrial, se usan como medios de calentamiento en los procesos: serpentines, calentadores a fuego directo y en general, intercambiadores de calor.

Cada uno de los medios citados tienen alguna aplicación en que son más eficaces y por lo mismo más recomendables.

El medio más recomendable para secar una sustancia sólida, con el propósito de determinar su humedad, lo constituyen las estufas eléctricas, y son éstas las que estudiamos a continuación.

ESTUFAS ELÉCTRICAS.- Estos equipos, funcionan transformando la energía eléctrica en calor por medio de un juego de resistencias. Estos aparatos, tienen integrados reguladores termostáticos que permiten regular la temperatura y mantenerla más o menos constante de una manera sencilla. La mayoría de éstas opera en un rango de temperaturas entre 0-250°C, por lo que son ideales para secar en su interior las sustancias y determinar así su humedad.

Es importante señalar, que el material de vidrio, no debe ser introducido en ellas si no se tiene la seguridad de las temperaturas que estos resisten sin dañarse, también debe evitarse introducir sustancias volátiles o que desprendan vapores corrosivos o tóxicos que puedan dañar al equipo. En la figura (4) se muestra la forma más usual de una estufa.

Para alcanzar y mantener la temperatura deseada, se sugiere no abrir con frecuencia la estufa, sino hasta que haya transcurrido el tiempo preestablecido o en caso necesario, esperar un tiempo relativamente amplio.

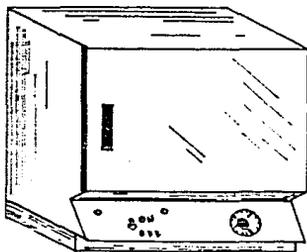


Fig. 4 Estufa eléctrica.

DESECADOR.- En el apéndice B, se estudia el funcionamiento de las balanzas y se indican los cuidados que debe dárseles, por ejemplo no introducir objetos calientes en ellas, también en el desarrollo de esta práctica, se mencionó que algunas sustancias recuperan el agua, una vez que vuelven a la temperatura ambiente, lo que ocasiona errores en las determinaciones gravimétricas. Por esta razón, es conveniente auxiliarse con algún dispositivo que evite la recuperación de las sustancias eliminadas por el calentamiento y que a la vez permita el enfriamiento del material, para que sea pesado correctamente. Los dispositivos que permiten efectuar lo anterior, reciben el nombre de desecadores y sus características son:

Un desecador, es un recipiente cerrado que proporciona una atmósfera de baja humedad, esto se debe a que ha sido introducido previamente en su interior un material deshidratante llamado desecante. Los desecantes más comunes son: cloruro de calcio anhidro, ácido sulfúrico concentrado, alúmina. La elección de uno de ellos se, se hace en función de las necesidades y de las posibilidades económicas, ya que si bien algunos de ellos son muy eficaces, tienen un costo relativamente elevado. En la figura (5), se mues--

tra la forma más común de un desecador.

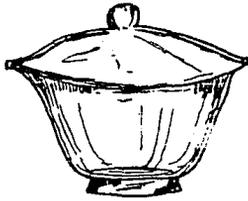


Fig. 5 Desecador.

Los bordes del desecador, son planos y tienen una superficie esmerilada con el fin de lograr un mejor cierre. Sobre estos bordes se coloca previamente una capa de lubricante, tal como grasa o vaselina, lográndose así un buen sellado.

La mayoría de estos desecadores, tienen consigo en su interior una placa de porcelana, ésta tiene algunos orificios en su superficie, a través de los cuales circula aire más seco del fondo del desecador, además permite colocar ahí los crisoles o recipientes por enfriar.

Aunque el desecador es un equipo simple, vale la pena utilizarlo adecuadamente para obtener buenos resultados y hacerlo también más duradero. Las recomendaciones para su uso, son las siguientes.

- 1.- Para abrirlo, colocarlo sobre una superficie plana horizontal y tomarlo firmemente con una mano en la parte inferior y con la otra deslizar cuidadosamente la tapa.
- 2.- Cuando se introducen objetos calientes, se recomienda esperar unos 15 segundos antes de cerrarlo por completo, dejando un orificio aún. Después de transcurrido este tiempo, cerrar por completo.
- 3.- Mantenerlo cerrado, excepto cuando se introducen o se sacan

los objetos de él.

- 4.- Evitar introducir objetos muy calientes en su interior, en este caso, dejar enfriar aproximadamente 30 segundos antes de introducirlos.
- 5.- Si se dificulta destaparlo, probablemente se ha creado un vacío parcial en su interior, proceder a destaparlo con precaución, haciéndolo lentamente para evitar la entrada súbita de aire.
- 6.- Al transportar un desecador, debe hacerse con cuidado, sosteniendo la tapa para evitar que ésta caiga.
- 7.- Evitar colocar la tapa sobre la mesa por el lado que ha sido lubricada.

CONCEPTO DE PESO CONSTANTE.- Al efectuar determinaciones gravimétricas, es frecuente referirse al término "peso constante", cuyo significado es el siguiente.

Debido a que en este tipo de análisis se trabaja con pesos de recipientes y muestras, se requiere que el peso del recipiente, permanezca constante dentro de ciertos límites convencionales durante el proceso de tratamiento de las sustancias.

Se ha observado que un recipiente (crisol, vaso de precipitados, charola, etc.) pierde peso cuando es tratado térmicamente, debido a que se eliminan algunas sustancias volátiles, principalmente agua que éstos tienen a condiciones ambientales.

El tratamiento térmico que aludimos, es muy frecuente, principalmente en crisoles, cápsulas y vasos de precipitados, en donde se colocan los materiales que son realmente los que nos interesa aplicarles este tipo de tratamiento. Respecto a esto último, es importante señalar que nunca deben ser calentados recipientes afo

rados, debido a que el calor afecta el volúmen de éstos.

Para evitar que durante el tratamiento de la substancia de interés, el recipiente pierda peso, debido a la eliminación de substancias volátiles, éste se trata previamente a las mismas condiciones a que será sometido junto con la substancia en estudio, hasta que alcance un peso prácticamente constante, lográndose así resultados más confiables. A este procedimiento, se le conoce como: poner un recipiente a peso constante.

El procedimiento que se sigue normalmente para tal fin, consiste en calentar el recipiente a la temperatura a que será sometida la muestra, esto durante 15 minutos aproximadamente, enfriando posteriormente en el desecador durante unos 10 minutos antes de pesarlo. Esto se repite las veces necesarias hasta que el peso del recipiente entre dos pesadas consecutivas permanezca constante. Por convención, se considera que el peso es constante, cuando la variación entre dos pesadas consecutivas no es mayor de 0.0002g en este momento puede ser utilizado el recipiente con mayor confianza. Este límite es el más recomendable, no obstante el criterio para considerar peso constante, dependerá del operador y de la industria para la que se efectúe este tipo de operación.

CUESTIONARIO PREVIO A LA PRACTICA.

- 1.- ¿Como se define la humedad de un sólido?.
- 2.- Para determinar la humedad de un sólido y con el fin de obtener resultados confiables, se recomienda trabajar a temperaturas menores a 130°C. ¿Por qué?.
- 3.- Explicar que significa poner un recipiente a peso constante?.
- 4.- ¿Por qué se recomienda no someter a calentamiento recipientes aforados?.

- 5.- Investigar algunos medios de calentamiento a nivel laboratorio e indicar cual es el más factible de utilizarse en la determinación de la humedad de un sólido.
- 6.- ¿Qué significa expresar una cantidad de substancia en base seca?
- 7.- Investigar en que industrias se emplea la operación de secado (no a nivel laboratorio, sino como parte del proceso de fabricación).

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

1) Reactivos, material y equipo.

Reactivos: Dióxido de manganeso.

Material y equipo: estufa eléctrica, desecador, Charola de aluminio, balanza analítica, pinza para crisol, espátula.

ii) Técnica:

a) Charola a peso constante.- Limpiar perfectamente la charola e introducir a la estufa que ha sido puesta previamente a 120°C . Mantener la charola dentro durante 20 minutos aproximadamente, sacarla e introducirla al desecador durante 15 minutos, después de lo cual, proceder a pesarla. Repetir la operación hasta obtener peso constante. Anotar el último peso obtenido y considerarlo como el peso de la charola.

b) Determinación de la humedad.- Pesar en la charola aproximadamente 5 g de muestra (dióxido de manganeso), anotando la cantidad exacta de ésta.

Introducir la charola junto con su contenido a la estufa y mantenerla ahí durante 15 minutos. Sacarla y pesar el conjunto charola muestra. Repetir la operación hasta lograr peso constante.

Por diferencia de pesos calcular la cantidad de agua perdida

así como el porcentaje en peso de agua en la muestra.

NOTA. La humedad generalmente se reporta como porcentaje en peso de agua contenida en la muestra.

Agua perdida = peso de la muestra antes del tratamiento - peso de la muestra después del tratamiento térmico (residuo).

$$\% \text{ humedad} = \frac{(\text{agua perdida})(100)}{\text{peso de la muestra}}$$

iii) Reporte de resultados.

- 1.- Indicar esquemáticamente el desarrollo experimental.
- 2.- ¿Cuál es el objeto de usar un desecador?.
- 3.- ¿A que temperatura debe operarse para poner un recipiente a peso constante?.
- 4.- Reportar en forma tabular los datos y resultados del experimento.
- 5.- ¿Puede calcularse el error de los resultados?. ¿Por qué?.
- 6.- ¿Por qué se usa una charola en el experimento y no un recipiente de menor área de exposición?.
- 7.- Anotar las observaciones que haya hecho durante el experimento
- 8.- Anotar sus conclusiones acerca del experimento.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Química Analítica Cuantitativa
H.A. Flaschka ; A.J. Barnard
8a. impresión; Vol. I y II
C.E.C.S.A.
- 2.- Análisis Químico Cuantitativo
Fisher y Peters
1a. edición
Editorial Interamericana
- 3.- Análisis Químico Cuantitativo
Gilbert H. Ayres

- 2a. edición ; 1968
Harper & Row Latinoamericana
- 4.- Fundamentos de Química Analítica
Douglas A. Skoog ; Donald N. West
vol. II
Editorial Reverté
- 5.- Anal Chem 23
1951
pag. 1058 - 1080
- 6.- Análisis Químico Cuantitativo
Fernando Orozco Díaz
6a. edición
Editorial Porrúa

PRACTICA No. 3

DETERMINACION DE SOLIDOS TOTALES.

OBJETIVOS.

Reafirmar el concepto de sólidos totales.

Utilizar una técnica sencilla para efectuar esta determinación.

Hacer uso correcto del equipo necesario en la práctica.

Precisar el significado de una norma de calidad.

Appreciar la importancia que esta determinación tiene en diferentes productos industriales.

PARTE TEORICA.

En determinados materiales, ya sea materias primas o productos, se precisa conocer la cantidad de sólidos presentes en ellos, esto la mayoría de las veces para satisfacer una norma de calidad y aveces como requerimiento del proceso de fabricación, como sucede en el caso que se trabaja con filtros.

La cantidad de sólidos totales, se define como las substancias no volátiles a 100°C contenidos en una muestra determinada.

La determinación de sólidos totales, es una operación que se encuentra clasificada dentro de las operaciones gravimétricas, debido a que básicamente se trabaja con diferencia de pesos, antes y después de haber sometido la muestra a determinado tratamiento con el fin de separar todas las substancias volátiles a 100°C. La determinación de sólidos totales, está estrechamente relacionada con la determinación de la humedad de un sólido, cuyos fundamentos hemos estudiado con anterioridad, la diferencia es que ahora evaluaremos en forma directa, esto es, separaremos las substancias que no nos interesan (volátiles) de las que nos interesa cuantificar pesándolas una vez que se encuentran en las condiciones preestablecidas. Cabe recordar que en el caso de la humedad de un sólido, la

determinación era indirecta, ya que si bien separamos la sustancia que nos interesaba evaluar (agua), no medimos ésta, sino que la cuantificamos tomando como base el peso inicial de la muestra y la pérdida de peso que ésta sufre cuando se somete a una temperatura determinada con la que se separa el agua contenida.

En virtud de que las bases en que se fundamenta esta determinación ya han sido estudiadas, nos limitaremos a dar un bosquejo de la técnica que utilizaremos y que consiste básicamente en eliminar de la muestra líquida, la mayor cantidad de volátiles posible en forma más o menos rápida, para que posteriormente los residuos sean sometidos a 100°C , con lo que se logra eliminar prácticamente cualquier vestigio de volátiles. Sin embargo, es importante señalar que las condiciones pueden variar ligeramente dependiendo de los materiales en estudio, como sería el caso en que el solvente no volatilice a 100°C y que deba ser eliminado.

También puede suceder que una industria determinada establezca ciertas variación en las condiciones de operación.

Algunas de las industrias en donde esta determinación es importante, sólo por mencionar algunas de ellas son: Industria Vinícola, Refresquera, elaboradora de placas filtrantes y Lechera.

CUESTIONARIO PREVIO A LA PRACTICA.

- 1.- ¿Cómo se define la cantidad de sólidos totales de una muestra?
- 2.- ¿Qué operaciones tienen en común esta determinación con la humedad de un sólido?.
- 3.- Indicar algunas diferencias existentes entre estas.
- 4.- ¿En qué circunstancias pueden verse modificadas las condiciones de operación para la determinación de sólidos totales (temperatura, tiempo de tratamiento, etc.)

5.- ¿Qué se entiende por sustancia volátil?.

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

i) Reactivos, material y equipo.

Reactivos: muestra problema (suspensión de tierras diatomeas)

Material y equipo: 1 vaso de precipitados de 100 ml, 1 pinza para crisol, mechero de Bunsen, soporte universal, tela de alambre y asbesto, anillo metálico, desecador, estufa eléctrica, balanza analítica.

ii) Técnica:

Lavar y secar perfectamente un vaso de precipitados de 100 ml y ponerlo a peso constante, de la misma forma como se operó en el caso de la charola de la práctica 2, sólo que en este caso, se operará a 100°C.

Una vez hecho esto, colocar en el vaso una cantidad aproximada de muestra (unos 20 ml).

NOTA. Dependiendo de la capacidad de la balanza y de la cantidad prevista de sólidos, puede utilizarse una cantidad diferente de muestra.

Con el fin de que el proceso se verifique en el menor tiempo posible, colocar al mechero, el vaso y su contenido, cuidando de que no se adhiera a él materiales que puedan influir en el peso, o bien, limpiar con precaución el exterior del vaso cuando se ha terminado de calentar. Cuidar asimismo de no utilizar una llama tan fuerte, que provoque que el material sea expulsado del vaso.

Cuando se observe que prácticamente ha sido eliminado todo el líquido, introducir a la estufa previamente preparada a 100°C, el vaso junto con su contenido y mantenerlo ahí durante un tiempo razonable para eliminar "por completo" los volátiles (unos 30 min.).

Debido a que el líquido al que hacemos mención, es normalmente agua, a estas condiciones queda eliminada casi por completo.

Una vez logrado lo anterior, pasar el vaso al desecador y mantenerlo ahí durante 15 minutos para que posteriormente sea pesado.

Repetir esta operación hasta lograr al peso constante (considerar el último peso como el verdadero).

REPORTE DE RESULTADOS.

- 1.- Indicar esquemáticamente la secuencia del experimento.
- 2.- Reportar en forma tabular los pesos obtenidos hasta que se alcanzó peso constante.
- 3.- Reportar la cantidad de sólidos totales, calculados mediante la ecuación siguiente:
$$\% \text{ sólidos} = (\text{sólidos obtenidos})(100) / \text{peso de la muestra.}$$
- 4.- Aparte de acelerar el proceso de evaporación, ¿por qué piensa que se eliminan las sustancias volátiles fuera de la estufa?
- 5.- ¿Considera que se eliminó por completo el líquido contenido en la muestra?
- 6.- Investigar en que industrias se realiza este tipo de determinaciones.
- 7.- Exponer sus conclusiones acerca de la práctica realizada.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Química Analítica Cuantitativa
H.A. Flaschka ; A.J. Barnard
8a. impresión ; vol. I y II
C.E.C.S.A.
- 2.- Análisis Químico Cuantitativo
Fisher y Peters
1a. edición
Editorial Interamericana

- 3.- Análisis Químico Cuantitativo
Gilbert H. Ayres
2a. edición 1968
Harper & Row Latinoamericana

- 4.- Annual Book of A.S.T.M. Standards
Part 31
1977

PRACTICA No. 4

DETERMINACION DE CENIZAS DE UN MEDIO FILTRANTE
(PLACA DE ASBESTO CELULOSA)

OBJETIVOS.

Conocer los fundamentos teóricos y prácticos en los que se basa la determinación de cenizas.

Conocer y adquirir habilidad en el correcto manejo del equipo más común en este tipo de operaciones.

Estimar la importancia de esta determinación en algunos productos industriales.

PARTE TEORICA.

En la práctica (2), se estudió la técnica para secar una sustancia (determinación de humedad). También se mencionó que en algunas ocasiones no basta con secarlas, sino que debe someterse a temperaturas más elevadas, con diferentes propósitos, ya sea para determinar la cantidad de cenizas del material o bien la cantidad de algún anión o catión contenidos en una muestra.

En varias ocasiones, cuando se realiza un análisis gravimétrico, es necesario conocer la cantidad de cenizas producidas por el papel filtro una vez que ha sido tratado a las mismas condiciones a que se someterá junto con la sustancia a tratar. Esto se hace con el fin de considerar a la hora de los cálculos la parte del peso con el que contribuirán las cenizas del papel cuando la muestra y papel sean sometidos a un tratamiento térmico en el que el papel se calcine produciendo variación en su peso. No obstante, en la actualidad la mayoría de los fabricantes de este tipo de papel reportan la cantidad de cenizas que éstos producen cuando han sido calcinados totalmente, en cuyo caso se le conoce como papel filtro cuantitativo. Debido a esto, esta determinación es ya poco frecuente, pero tal determinación se basa en los fundamentos que se estudian posteriormente.

El papel filtro cuantitativo se encuentra en el comercio en forma de círculos en diferentes diámetros, siendo los más comunes de 9 y 11 cm. Se estima que un papel de buena calidad arrojará una cantidad de cenizas de 0.0001 g, o aún menor para un círculo.

cuyo diámetro sea de 11 cm. En caso de que el fabricante no reporte la cantidad de cenizas, éstas deben ser determinadas calcinando varios círculos para obtener un promedio. Esta operación se lleva a cabo en un crisol de porcelana o platino.

Otro factor importante del papel filtro, es la porosidad de ésta y debe considerarse según sean las características de la sustancia por tratar. Cada tamaño de poro, la mayoría de las veces es recomendado por el fabricante, según el material que será tratado.

Volviendo a la importancia de la determinación de cenizas, cabe destacar que en la industria es también de gran importancia, como cuando se manejan medios filtrantes de gran tamaño y en cuyo caso se hace necesario determinar la cantidad de cenizas producidas por unidad de masa, aunque no con el propósito indicado anteriormente sino como una medida de la calidad de estas placas, placas cuyo uso es común en la Industria Refresquera, Vinícola y Cervecera.

En el caso de análisis químico, la operación de calcinación se practica no sólo para determinar cenizas, sino como una operación que permite obtener una sustancia que sirva como base para cuantificar la cantidad de un elemento presente en una muestra determinada por medio de análisis gravimétrico. Esta determinación consiste básicamente en lo siguiente: la muestra que contiene al elemento que nos interesa determinar, se trata con un reactivo adecuado, con el fin de obtener una sustancia de composición estequiométrica conocida, normalmente en forma de precipitado, el cual es separado posteriormente y tratado según el caso, para así cuantificar la sustancia de interés. Este tratamiento normalmente es una calcinación.

Se entiende por calcinar, someter una sustancia a temperaturas

cercanas a los 900°C , obteniéndose o no cenizas. Las cenizas están formadas principalmente por compuestos inorgánicos, tales como óxidos.

La calcinación, no debe confundirse con la carbonización, la cual consiste en pasar una substancia orgánica a carbón (substancia formada en su mayoría por carbono).

Dependiendo de la naturaleza del precipitado, éste deberá ser tratado a diferentes condiciones, aunque ordinariamente se calcina a la temperatura indicada, con el fin de obtener un producto químicamente estable. Cuando se sabe de antemano que la substancia en estudio adquiere una composición definida con sólo secarla ($105 - 130^{\circ}\text{C}$), esta operación será suficiente para obtener buenos resultados.

Para efectuar una calcinación, no es suficiente utilizar una estufa eléctrica, pues se requieren temperaturas más elevadas que las que éstas pueden producir, por tal motivo se utilizan otros medios de calentamiento, y los principales son: mecheros en sus diferentes clases y los hornos eléctricos (muflas), estas últimas son las más recomendables, debido a la facilidad de operación, sobre todo respecto al control de la temperatura, y porque además evita que el material por tratar, se contamine con los gases que se desprenden de la combustión en un mechero.

A continuación, se estudian las características de los medios de calentamiento antes citados, haciéndose hincapié en las muflas, que son las que utilizaremos.

Mecheros de gas.- Existen diferentes clases de mecheros que operan mediante combustión de gas, y los más comunes son: mechero de Bunsen y mechero Fisher.

El mechero de bunsen es sin duda el más usado en los laboratorios, debido principalmente a su bajo coste. Las partes principales de estos mecheros son: base, anillo regulador de la entrada de aire, boquilla para la entrada de gas y una boquilla de combustión, figura (6). Con este tipo de mechero, la temperatura que se alcanza en el interior de un crisol de porcelana, es de aproximadamente 750°C , motivo por el que algunas veces es substituido por el tipo Fisher.

El mechero Fisher, figura (7), tiene un dispositivo especial que permite regular la entrada de gas, aparte del anillo giratorio que se encuentra en la parte inferior, con el que se regula la entrada de aire. La boquilla en donde se efectúa la combustión es más ancha que la de un mechero de Bunsen, por lo que su flama es más ancha y de menor altura, con lo que disminuye la zona luminosa de la flama, obteniéndose con ello, temperaturas más elevadas. Con este tipo de mechero, la temperatura que se logra en un crisol de la misma clase que el citado, es del orden de los 1000°C

Cuando la calcinación se lleva a cabo con algún mechero, sobre todo cuando se va a calcinar un precipitado, se recomienda hacerla con mucho cuidado, esta operación, no se discutirá, debido a que en la actualidad está casi en desuso, pero en caso necesario, puede consultarse la literatura.³

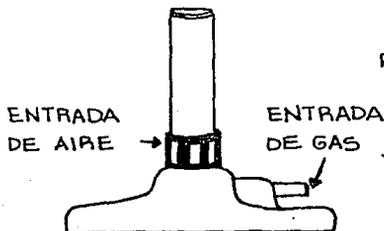


Fig. 6 Mechero de Bunsen



Fig. 7 Mechero de Fisher

Antes de revisar las características de una mufla, revisaremos algunos conceptos relacionados con esta práctica.

En una calcinación, es posible obtener dos diferentes productos, dependiendo de las características de la sustancia inicial. Si se parte de un material inorgánico, al ser calentado a temperaturas elevadas, éste puede transformarse en otro producto, pudiendo ser el compuesto de interés, un ejemplo para ilustrar esto, se representa mediante la siguiente ecuación.



Utilizada para determinar la cantidad de fierro presente en alguna muestra mediante la técnica de gravimetría.

El otro caso, se presenta cuando la muestra en estudio está integrada por material orgánico. En este caso, al someterlo a temperaturas elevadas, normalmente pasa por las siguientes etapas: secado, carbonizado y calcinación propiamente dicha. En este caso la sustancia final recibe el nombre de ceniza y la cantidad producida de ésta, sirve algunas veces para evaluar la calidad de un material determinado o bien como se indicó anteriormente, para ser considerado su peso en el caso de que sea papel filtro utilizado al tratar un precipitado.

La carbonización, es el proceso mediante el cual se transforma a los compuestos orgánicos en carbón, proceso que consiste en una combustión incompleta del material, llevada a cabo por lo tanto prácticamente en ausencia de aire.

Aunque normalmente calcinar se considera a todo el proceso (secar, carbonizar y calcinar), la calcinación propiamente dicha es la operación en que se somete al material a temperaturas del or -

den de los 900°C , temperatura que en el caso de que se trate de un material conteniendo sustancias orgánicas, el carbón formado en la carbonización se transforma en cenizas. Mientras que la carbonización se lleva a cabo en ausencia de aire, la calcinación se lleva a cabo en presencia de éste. La determinación de cenizas en los materiales, como una medida de la calidad de éstos, es de gran importancia en industrias como la Alimentaria, Papelera y Petroquímica entre otras.

Una vez que hemos abordado los conceptos propios a la determinación de cenizas, estamos en posibilidades de revisar las características de una mufla, aparato que utilizaremos en la presente práctica.

Las muflas constituyen el medio más usual para llevar a cabo una calcinación y tienen las siguientes características.

Una mufla es muy parecida en estructura y funcionamiento a una estufa eléctrica y básicamente es una caja metálica aislada térmicamente. Contiene en su interior, un juego de resistencias eléctricas que producen el calentamiento. Tienen en su interior un material refractario que resiste temperaturas elevadas. Cuentan también con un dispositivo que permite regular la temperatura en su interior, dispositivo conocido como pirómetro de termopar.

Las temperaturas generadas en las muflas, van de los 800 a los 1000°C , que son las convenientes para la mayoría de las calcinaciones. Véase figura 8.

Cuidados que debentenerse en el manejo de una mufla.- Estos son básicamente los mismos que en el caso de una estufa eléctrica pero además en este caso, se recomienda que para alcanzar la temperatura deseada, se haga incrementando gradualmente la tempe-

ratura, con intervalos de 150 a 200°C. Otra recomendación es que se utilicen guantes térmicos cuando se trabaje con ellas, debido a las temperaturas elevadas que se producen en ellas.

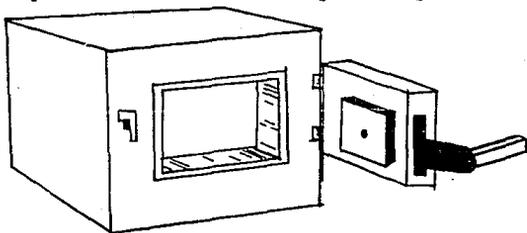


Fig. 8 Mufla.

Crisoles.- Para llevar a cabo una calcinación se utilizan comúnmente recipientes llamados crisoles, de los que hay diferentes tipos y tamaños, así como fabricados con diferentes materiales, y su elección dependerá del uso y los materiales que contendrán éstos. La forma más común, se muestra en la figura (9).



Fig. 9 Crisol

Existen en el comercio, básicamente dos tipos de crisoles, de acuerdo a su estructura: crisoles de fondo poroso y de fondo liso ambos se fabrican en diferentes materiales.

Los crisoles más usados son los de fondo liso, debido sobre todo a su bajo costo. En cuanto a los crisoles de fondo poroso, los más comunes son los de porcelana. Estos tienen en el fondo numerosas perforaciones, pudiendo ser éstas de diferentes diámetros, dependiendo del tamaño de partícula que pasarán a través de ellas. Naturalmente que estos crisoles son útiles cuando en la operación

de calcinación está involucrada alguna operación de filtración, como sucede cuando se trata algún precipitado, y en este caso son _ claras las ventajas que se tienen respecto a los crisoles de fondo liso, debido a que es posible filtrar y calcinar consecutivamente, sin tener que considerar las cenizas que produce el papel _ filtro usado cuando no se usa este tipo de crisoles. Sin embargo _ el uso de estos crisoles es limitado, debido no sólo a su costo _ sino también por tener un tamaño de poro específico, lo que los _ hace poco versátiles.

Crisoles de diferentes materiales.- Los materiales más comunes en la fabricación de crisoles son: vidrio, porcelana, cobre, fierro, aluminio y platino. A continuación se indica someramente el uso de los materiales más comunes.

Crisoles de fierro.- Este tipo de crisoles se utiliza principalmente para fundir sustancias en presencia de peróxido de sodio _ aunque para esto son usados con ventaja los hechos de níquel, pero el uso de crisoles de fierro se prefiere por su bajo costo.

Crisoles de platino.- Su uso es muy limitado, aunque esto no se _ debe a que se obtengan malos resultados, sino al costo tan elevado de éstos. Sin embargo hay ocasiones en que su uso es imprescindible, por ejemplo para fusiones a temperaturas muy elevadas, del orden de los 1500°C o cuando se trata de materiales muy corrosivos.

Cuando se usan estos crisoles, deben tomarse varias precauciones para evitar que sean dañados y las más importantes son:

a) De preferencia no utilizar mechero, pues el carbón desprendido se impregna en él, haciéndolo más frágil.

b) Cuando se someten a temperaturas elevadas, deben utilizarse

instrumentos con punta de platino para evitar incrustaciones de materiales extraños.

c) No calentar en ellos sustancias de composición desconocida.

d) No utilizarlos para tratar sustancias que ataquen al platino, tales como ácido clorhídrico, peróxidos, hidróxidos, ferrocianuros y en general agentes oxidantes.

Crisoles de porcelana.- Estos son sin duda los más usados, debido a su versatilidad de usos, proporcionada por la relativa resistencia al ataque químico y a la temperatura, así como su bajo costo.

CUESTIONARIO PREVIO A LA PRÁCTICA.

- 1.- ¿Qué se entiende por secar una sustancia?.
- 2.- ¿Qué significa calcinar una sustancia?.
- 3.- ¿Qué se entiende por carbonizar una sustancia?.
- 4.- Indicar cuáles son los tipos de crisoles más comunes, así como los materiales con los que se fabrican.
- 5.- ¿Qué precauciones deben tenerse al utilizar una mufla?.
- 6.- ¿En qué se fundamenta la determinación de un elemento químico presente en un material (valiéndose de la gravimetría)?.

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

i) Reactivos, material y equipo.

Reactivos: placa de asbesto celulosa.

Material y equipo: crisol de porcelana, pinza para crisol, de secador, mufla, balanza analítica.

ii) Técnica:

Lavar perfectamente el crisol y secarlo. En seguida pesarlo e introducirlo a la mufla previamente preparada a 870°C, manteniéndolo

ahí durante 20 minutos aproximadamente, después de lo cual deberá ser pasado al desecador durante otros 20 minutos, en seguida sacar lo y pesarlo. Repetir esta secuencia, hasta alcanzar peso constante.

Una vez logrado el peso constante, colocar en el crisol, aproximadamente un gramo de muestra, anotando la cantidad exacta utilizada.

NOTA. Procurar que el material esté bien desmenuzado.

Introducir el crisol con su contenido a la mufla, asegurándose que la temperatura de la mufla sea la misma a la que se puso el crisol a peso constante. Mantenerlo dentro de la mufla por espacio de una hora, después de lo cual se pasa al desecador y se mantiene ahí otros 30 minutos aproximadamente. Sacarlo y pesar el conjunto.

Por diferencia de pesos, determinar la cantidad de cenizas obtenida.

Como se observa en este caso, no se realizó esta última parte hasta lograr un peso constante, debido a que se sigue simplemente la norma establecida para este tipo de material (norma R-30 1975).

Calcular el porcentaje de cenizas, mediante la siguiente expresión.

$$\% \text{ cenizas} = \frac{(\text{peso de cenizas})100}{\text{peso de la muestra}}$$

iii) Reporte de resultados.

- 1.- ¿Qué sustancias constituyen las cenizas?
- 2.- ¿Por qué en esta práctica se usa una mufla y no una estufa?
- 3.- ¿Es posible utilizar un mechero para efectuar una calcinación? Explicar.
- 4.- ¿Para esta práctica, pudo haberse utilizado un crisol de platino. Explicar.
- 5.- El material obtenido en esta práctica, son cenizas, o algún compuesto químico en especial?

- 6.- Reportar datos y resultados en forma tabular.
- 7.- Investigar de algunas industrias en que sea común determinar cenizas en los materiales que ahí se manejan.
- 8.- Reportar observaciones e indicar si se cumplieron los objetivos de la práctica.
- 9.- Indicar sus conclusiones acerca del experimento.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Manual Práctico del Laboratorio Químico y Farmaceutico
J. Calmet Fontané y J. García Monjo
Distribución J. Calmet Fontané
- 2.- Determinación de cenizas en placas filtrantes de asbesto celuloosa.
Norma R-30-1975
Dirección General de Normas (México).
- 3.- Análisis Químico Cuantitativo
Fisher y Peters
1a. edición
Editorial Interamericana.
- 4.- Química Analítica Cuantitativa
H.A. Fiaschka y A.J. Barnard
8a. impresión ; vol. I y II
C.E.C.S.A.
- 5.- Análisis Químico Cuantitativo
Fernando Orozco Díaz
6a. edición
Editorial Porrúa.

PRACTICA No. 5
CONTENIDO DE ACIDO EN EL VINAGRE COMERCIAL.

OBJETIVOS.

Reafirmar algunos conceptos importantes referentes a una valoración.

Determinar la concentración de ácido contenido en el vinagre comercial.

Revisar las formas para expresar concentraciones de soluciones.

Preparar una solución valorada, para posteriormente con ésta, valorar una solución problema.

PARTE TEORICA.

La determinación volumétrica del contenido de una sustancia en una muestra, se conoce como valoración.

La sustancia que se analiza, normalmente se disuelve en agua y se lleva a un matraz aforado con el fin de homogeneizar su concentración y obtener así buenos resultados.

La solución formada con la sustancia problema, suele llamarsele solución valorada y la solución que se utiliza para determinar la concentración desconocida, recibe el nombre de solución valorante. Esta última debe ser una solución cuya concentración se conoce con exactitud (desde cierto punto de vista, ésta también es una solución valorada, pues ha sido valorada por otra).

La solución valorante, se agrega hasta el punto de equivalencia esto es, hasta el punto en que la cantidad añadida es equivalente a la de la sustancia que se valora, contenida generalmente en un matraz Erlenmeyer. El punto de equivalencia del que hablamos, se puede determinar de una manera sencilla, utilizando un indicador. Un indicador, es una sustancia, generalmente un compuesto orgánico complejo, cuyo color cambia en un punto cercano al punto de

equivalencia. Es necesario indicar que existen indicadores apropiados dependiendo de la naturaleza de las sustancias involucradas en la valoración, y así tenemos: indicadores ácido-base, de óxido-reducción y complejación.

El indicador que en esta práctica utilizaremos, es un indicador ácido-base. En este caso el cambio de color en el punto de equivalencia, se debe a un cambio en su estructura molecular, es decir, el indicador reacciona con un ácido o con una base y al hacerlo, sufre un cambio estructural. Debe señalarse que el cambio de color de un indicador, debe ser reversible y estar en el rango de vire de la sustancia que se va a valorar, para que ésta sea útil. Por otra parte, debe observarse que el cambio completo de color de un cierto indicador, suele tener lugar con un margen de alrededor de dos unidades de pH (- log de la concentración de iones hidrógeno presentes en la solución).

Así por ejemplo, la fenolftaleína es incolora a un pH de 8.3 y roja a un pH de 10 aproximadamente y cambia de incolora a rojo oscuro entre pH de 8.3 y 10.

En el punto de equivalencia, el número de equivalentes de las dos sustancias reaccionantes es necesariamente el mismo. Si la concentración expresada en normalidad de la solución problema es (N) y el volumen tomado de la misma es (V), y si la normalidad de la solución valorante es (N_r) y el volumen que se gasta de ella hasta el punto de equivalencia es (V_r), se tiene:

$$\text{Equivalentes de ambas sustancias} = NV = N_r V_r$$

Esto es, el volumen de cada solución, multiplicado por su normalidad, es el mismo. La expresión anterior, nos permite calcular

la normalidad de la solución problema a partir de los datos de la valoración. Conocida la normalidad, naturalmente puede calcularse también la cantidad de substancia problema en un volumen cualquiera de solución y además la proporción de ella en un producto determinado.

A continuación, revisamos someramente algunos conceptos relativos a las soluciones.

Solución.- Mezcla homogénea de dos o más substancias, que puede encontrarse en proporción variable.

Dependiendo del número de componentes de una solución, éstas se clasifican como: binarias (dos componentes), terciarias (tres componentes), etc.

Las soluciones más comunes en análisis cuantitativo, lo constituyen las soluciones binarias y son a las que nos avocaremos a continuación.

Estas soluciones pueden estar formadas por la combinación de substancias en sus diferentes estados de agregación, en todas las combinaciones posibles entre los tres estados más comunes (sólido líquido y gas). No obstante, las que a nosotros nos interesan ahora, son las formadas por una substancia sólida y otra líquida en donde el líquido normalmente es el agua.

Las soluciones binarias, están formadas por una fase llamada soluto y otra llamada solvente o disolvente. El soluto, es la fase que se disuelve y normalmente se encuentra en menor cantidad respecto al solvente. El solvente, es la substancia que se disuelve y normalmente se encuentra en mayor cantidad que el soluto.

Solución saturada.- Una solución saturada, es aquella que a una temperatura determinada ya no disuelve más soluto. Sin embargo si se modifica la temperatura apropiadamente, se puede "obli -

gar" a que se disuelva más soluto y aunque vuelva a su temperatura inicial, el soluto en exceso, quedará disuelto. A estas soluciones se les llama sobresaturadas y son soluciones muy inestables; basta con agitar el recipiente o raspar las paredes del recipiente o agregar un pequeño cristal del soluto, para que sedimente el soluto que se obligó a disolver.

Solución Valorada o Normalizada.- Solución que se conoce con exactitud su concentración, también se le da este nombre a la solución por valorar, cuando se trata de una valoración.

Solución diluida.- Solución que contiene una pequeña cantidad de soluto.

Solución concentrada.- Solución que contiene disuelta una gran cantidad de soluto.

Estas dos formas de indicar la cantidad de soluto disuelto en una solución, es muy impreciso, por lo que se crearon formas más significativas para indicar la cantidad de soluto disuelto, lo que se conoce como concentración de una solución. A continuación, definimos las formas más usuales para expresar concentraciones.

Por ciento en peso (%p).- Gramos de soluto (m_s), contenidos por cada 100 g de solución (m_d). Su expresión matemática es:

$$\%p = \frac{m_s}{m_d} 100$$

Molaridad (M).- Moles de soluto (n_s) contenidos en cada litro de solución (V_d).

$$M = \frac{n_s}{V_d}$$

Normalidad (N).- Equivalentes de soluto (eq_s) contenidos en ca

da litro de solución.

$$N = \frac{eq_s}{V_d}$$

Molalidad (m).- Moles de soluto, contenidos en cada kilogramo de disolvente (K_d).

$$m = \frac{n_s}{K_d}$$

Partes por millón (ppm).- miligramos de soluto (mm_s), contenidos en cada litro de solución (V_d).

$$ppm = \frac{mm_s}{V_d}$$

La sustancia que utilizaremos en esta práctica, es el vinagre, éste, es un condimento que se prepara por fermentación de materiales ricos en almidón o en azúcares, y equivale a una solución diluida de ácido acético con pequeñas cantidades de otras sustancias orgánicas o inorgánicas. Por lo general, para que pueda considerarse vinagre, el vinagre debe contener por lo menos 4 g de ácido acético por cada 100 ml de vinagre a 20°C.

El propósito de la práctica es comprobar el contenido de ácido presente en una muestra de vinagre comercial.

CUESTIONARIO PREVIO A LA PRACTICA.-

- 1.- ¿Qué es una valoración o titulación?.
- 2.- ¿Qué es un indicador?. Investigar algunos de ellos.
- 3.- ¿Definir ácido y base (según Bronsted-Lowry).
- 4.- ¿Cuál es el principio en el que se fundamenta una valoración?.
- 5.- ¿A qué se llama punto de equivalencia de una reacción química?.
- 6.- Definir: solución, solución concentrada, solución diluida y solución saturada.

- 7.- ¿Qué es una solución valorada o normalizada?.
- 8.- ¿Cómo se definen las siguientes formas para expresar concentraciones de soluciones y cuál es su expresión matemática?.
Por ciento en peso, molaridad, molalidad, normalidad y partes por millón.
- 9.- Investigar otros métodos para determinar la concentración de una solución, basándose en el punto de equivalencia de una reacción determinada.
10. ¿Cuál es el componente principal del vinagre?.

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

i) Reactivos, material y equipo.

Reactivos: vinagre, fenolftaleína, hidróxido de sodio, biftalato de potasio.

Material y equipo: 2 matraces volumétricos de 100 ml, 4 matraces Erlenmeyer de 125 ml, 1 bureta de 25 ml, soporte universal con sus aditamentos para bureta.

ii) Técnica:

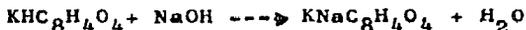
a) Preparación de la solución valorada de hidróxido de sodio (0.1 N). El estudiante, calculará la cantidad necesaria de hidróxido de sodio para preparar 100 ml de ésta, y procederá a prepararla.

Llenar la bureta con la solución anterior hasta una marca conocida.

Colocar 4 g de biftalato de potasio (pesar con cuidado), en un matraz Erlenmeyer de 125 ml y agregar una gota de fenolftaleína.

Llevar a cabo la valoración. El punto de equivalencia, será cuando desaparezca el sólido y persista un color rosa pálido en la solución.

La reacción que se lleva a cabo en esta etapa es :



b) Valoración del vinagre.- Reestablecer el volumen de la bureta hasta un volumen conocido.

Colocar 25.0 ml de vinagre en un matraz volumétrico de 100 ml y diluir a la línea de aforo. Esta solución se considera la solución problema.

Colocar en cada uno de los matraces Erlenmeyer, 25 ml de la solución problema y agregar 25 ml de agua destilada y 5 gotas de fenolftaleína, y titular con la solución de hidróxido de sodio, hasta obtener un color rosa que persiste 20 seg., al menos.

La reacción que se lleva a cabo en esta etapa es:



ii) Reporte de resultados.

- 1.- Esquematizar el experimento efectuado.
- 2.- Reportar en cada caso los datos obtenidos (en forma tabular).
- 3.- Reportar los cálculos hechos en cada caso.
- 4.- Puede considerarse vinagre la sustancia valorada?.
- 5.- ¿Qué utilidad puede tener el conocer la concentración de una solución dada?.
- 6.- ¿A qué puede deberse valores distintos de volúmenes de valorante usado en cada valoración (para distintos operadores e individuales)?.
- 7.- Indicar sus conclusiones acerca del experimento realizado.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- **Química General Moderna**
Babor-Ibarz
8a. Edición ; 1983
Editorial Marín
- 2.- **Experimentos de Laboratorio de Química**
John C. Hogg y Charles L. Bickel
1a. edición
Editorial Reverté Mexicana S.A.
- 3.- **Química Analítica cuantitativa**
H.A. Flaschka y A.J. Barnard
8a. impresión
vol. I y II
C.E.C.S.A.
- 4.- **Análisis Químico Cuantitativo**
Fernando Orozco Díaz
6a. edición
Editorial Porrúa.

PRACTICA No. 6

DETERMINACION DE AGUA Y SEDIMENTOS DE UN ACEITE LUBRICANTE
POR EL METODO DE CENTRIFUGACION.

OBJETIVOS.

Reafirmar conceptos referentes a la separación de una mezcla por el método de centrifugación.

Determinar la cantidad de agua y sedimentos en un aceite lubricante por medio de la operación de centrifugación.

Practicar el modo de operar correctamente una centrifuga propia para este tipo de operaciones.

Evaluar la importancia que representa conocer la cantidad de estos materiales en un aceite lubricante, así como en otras sustancias derivadas del petróleo.

PARTE TEORICA.

Las centrifugas, ya sea que operen por lotes o continuamente, permiten separar los componentes de una mezcla, aprovechando la diferencia de densidades que hay entre ellos y que se manifiesta en un grado mayor, cuando la mezcla es sometida a una fuerza centrífuga determinada.

La fuerza centrífuga, es una fuerza que obliga a una masa determinada a desviarse tangencialmente respecto a su trayectoria de giro y hacia fuera del centro de ésta.

Las centrifugas, son equipos que se han construido con el propósito de aprovechar la fuerza centrífuga en cuestiones prácticas tales como la separación de la crema contenida en la leche, de sólidos suspendidos en un líquido, del azúcar contenido en la melaza, etc.

Básicamente , este tipo de equipos, son máquinas diseñadas para someter al material contenido en ellos o que pasa por ellos a un movimiento rotativo del que tiende a separarse en sus componentes, en virtud de su inercia (en este caso puede entenderse, como densidad).

Existen dos clases principales de centrifugas, las que operan por lotes, y las que operan en forma continua. Las primeras, se utilizan para hacer separaciones a nivel laboratorio principalmente, en tanto que las continuas, son comunes en los procesos industriales en donde han de procesarse grandes masas de materiales.

Aunque estudiaremos someramente las características de los dos tipos de centrifugas, nos ocuparemos en primer lugar de las que operan por lotes y en las que haremos hincapié, debido a que es el equipo que utilizaremos en la presente práctica.

Una centrifuga que opera por lotes, retiene el material cargado, de modo que éste, es sometido a una fuerza centrífuga durante un tiempo predeterminado, a fin de separar algunos o todos los componentes que lo integran. Estas centrifugas, son básicamente un cilindro cuyo principal componente es un motor que hace girar un dispositivo en donde se encuentran colocados un juego de recipientes en los que a su vez se colocan los tubos que contienen a la mezcla por separar.

Respecto al uso de las centrifugas en el laboratorio, son especialmente útiles en la separación y lavado de precipitados difícilmente filtrables, y cuando la cantidad de sólidos con que se opera, es pequeña. En determinados casos, la centrifugación se usa con ventaja sobre la filtración, ya que tiene la ventaja de ser más rápida y de que en algunos casos un precipitado, puede ser

tratado en el mismo tubo con el disolvente requerido, lo que no se puede hacer cuando el disolvente destruye al papel filtro.

En el laboratorio, se emplean centrifugas de filtración y de sedimentación. En las primeras, el líquido pasa a través de poros filtrantes que retienen al sólido, en las segundas el líquido se sitúa sobre el sólido, o bien el líquido menos denso sobre el más denso, de modo que las partículas más densas quedan más alejadas del eje de rotación que las menos densas

Las centrifugas de filtración típicas, contienen un cesto metálico que gira alrededor de un eje vertical. Estas operan con sólidos cuyo tamaño de partícula es superior al medio milímetro, ya que de lo contrario, el filtro se obstruye fácilmente. Normalmente estos equipos se utilizan para separar mezclas sólido-líquido o bien suspensiones muy viscosas. No obstante, lo más frecuente en un laboratorio, es utilizar centrifugas de sedimentación. Estas contienen en su interior varios recipientes metálicos en donde son colocados los tubos de centrifuga, los que la mayoría de las veces son graduados, aunque suelen utilizarse con frecuencia tubos de ensayo, éstos no son recomendables, ya que por tener un fondo relativamente ancho, se rompen con facilidad, además de que en los tubos especiales, debido a que su diámetro en el fondo es pequeño permiten apreciar claramente la cantidad del sedimento separado.

En estos aparatos, se introducen los tubos junto con su contenido a las condiciones que se indique en el método correspondiente (tiempo de operación y rev. por minuto). El uso más frecuente de estas operaciones, es el de medir las cantidades de los componentes de una mezcla para estimar su separabilidad, o bien para determinar las cantidades de cada uno de sus componentes, con el fin de conocer la proporción en que se encuentran en la mezcla.

Los recipientes en donde se colocan los tubos, están dispuestos _ alrededor de un eje rotatorio. Antes de centrifugar, la centrífuga debe taparse con su tapa, para evitar que el operador reciba _ proyección de productos.

Respecto al nivel de la muestra que debe colocarse en el tubo, debe ser tal que, quede por lo menos 2.5 cm por debajo del borde del tubo, para evitar que se derrame su contenido cuando se encuentre girando a baja velocidad.

Las centrífugas de este tipo, suelen estar provistas con resistencias variables que permiten regular la velocidad de rotación y así obtener la velocidad deseada. Se recomienda, que al principio se opere a bajas velocidades, aumentándola gradualmente hasta alcanzar la requerida. Cuando la operación de centrifugado ha terminado, se recomienda también disminuir la velocidad gradualmente a fin de no producir alteraciones en la mezcla separada.

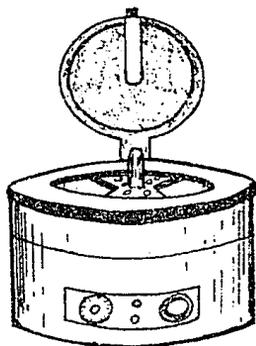


Fig. 10 Centrífuga de sedimentación.

Una vez terminada la centrifugación, las fases se separan por decantación o mediante una pipeta de tamaño adecuado unida a una perilla de goma con que se aspira. En caso necesario de lavar el se

dimento, se agrega líquido de lavado en el mismo tubo, removiendo cuidadosamente la mezcla, y centrifugando nuevamente con la consiguiente succión del líquido de lavado. La operación se repite cuantas veces sea necesario. En la figura 10, se muestra una centrífuga de sedimentación como la utilizada en esta práctica.

Las centrífugas continuas son aparatos muy utilizados en la industria y aunque son de menos importancia para nuestro propósito, revisaremos algunos puntos importantes de su funcionamiento.

En una centrífuga continua, una corriente continua de material pasa a través de ella, en donde se somete al efecto de la fuerza centrífuga, separándose en sus componentes, debido a su diferencia de densidades, y los productos son descargados por orificios especiales, haciéndose también en forma continua. Estos aparatos no contienen en su interior algún recipiente especial en donde la mezcla permanezca un tiempo determinado como sucede en las operadas por lotes, sino que están diseñadas para que al pasar el fluido a través de ellas, haya tiempo suficiente para que se lleve a cabo y que a la vez, las fases separadas salgan por diferentes partes del equipo, con lo que se obtienen los componentes por separado. En la figura 11 se muestra esquemáticamente estos aparatos.

Aunque hay una diferencia muy marcada respecto a la salida de los productos separados, cuando se trata de una mezcla sólido-líquido y líquido-líquido; con el fin de estudiar los fundamentos de la separación, consideramos a continuación una separación sólido-líquido (sedimentación centrífuga) como la operación general.

De acuerdo al diagrama mostrado en la figura (11), una partícula será eliminada de la corriente del líquido, si la velocidad de flujo (V_c), es suficientemente baja para que la velocidad de sedi

mentación (V_s), haga recorrer a la partícula la distancia de sedimentación (s), antes de que haya sido arrastrada hacia fuera del equipo (esto es, antes de que recorra la distancia Y).

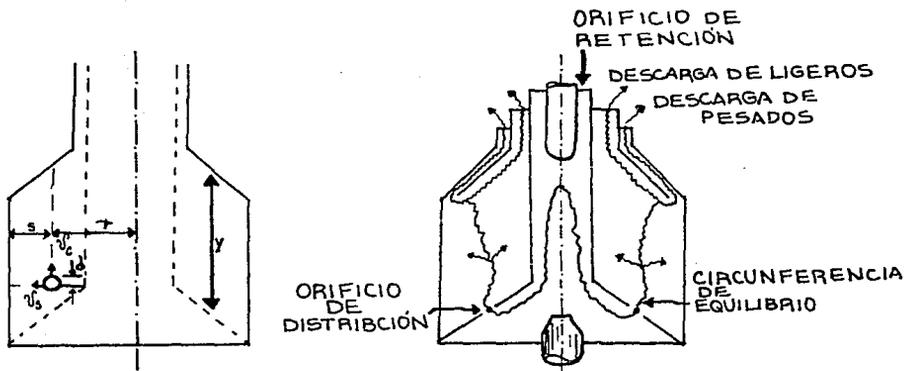


Fig. 11 Esquemas de una centrifuga continua.

De otra forma, el límite para sedimentar una partícula de esta índole, es que su tiempo de sedimentación en la distancia (s), sea menor o igual que el tiempo para recorrer la distancia (Y).

Respecto a las ecuaciones en que se fundamenta este tipo de separación, se tratan a continuación someramente algunas de ellas.

Considerando a (m) la masa de la partícula, el peso (w) de ésta será igual al producto de la masa por la aceleración de la gravedad, y si (r) es el radio de la órbita que recorre la partícula con velocidad lineal (V_c), la fuerza centrífuga que experimenta la partícula es:

$$F_c = \frac{mV_c^2}{r} = \frac{w V_c^2}{g r} \quad \text{----(1)}$$

y como $V_c = \omega r$; (ω = velocidad angular) y, $\omega = 2\pi n$; (n = número de revoluciones por segundo), substituyendo en ecuación (1), se tiene:

$$F_c = 4\pi^2 \frac{W n^2 r}{g} = 39.5 \frac{W n^2 r}{g} \quad \text{----} \quad (2)$$

Sin acción centrífuga, la fuerza que hace sedimentar a la partícula, será (W), mientras que ahora vale $39.5 \frac{W n^2 r}{g}$; es decir, la acción centrífuga es: $39.5 (1/g)(n^2)(r)$ veces mayor que el propio peso de la partícula.

Según la ecuación (2), se observa que la fuerza centrífuga que actúa sobre una partícula, es proporcional a la distancia al eje de rotación (radio de rotación) y al cuadrado del número de revoluciones por unidad de tiempo, e inversamente proporcional a la fuerza de gravedad, esto explica porque se prefieren centrífugas que operen a gran velocidad y no que sean de gran radio, pues si bien con ambos valores grandes aumenta la fuerza centrífuga, un radio grande, hace más frágil al equipo, además de que la fuerza centrífuga aumenta con la segunda potencia de (n), lo que no sucede con el radio.

Cabe señalar que algunos fabricantes de estos equipos, suelen indicar el número de veces que la centrífuga multiplica la velocidad de sedimentación por la gravedad, con lo que facilita su uso.

Respecto a las centrífugas a grandes escalas, diremos que éstas tienen múltiples usos y sólo por mencionar algunos, citamos los siguientes. Aunque con diferente nombre, según el uso que se les da, su principio de funcionamiento es el mismo y se usan para: separar la crema de la leche, separar el azúcar contenido en la melaza, para separar algunos aceites contenidos en los aceites del petróleo, secado de sólidos, secado de ropa en lavanderías, etc.

El problema que ahora nos ocupa, es determinar la cantidad con-

junta de agua y sedimentos contenidos en un aceite lubricante mediante el ensayo especificado por la A.S.T.M. como (D96) o bien por la norma (LQ32) de la Dirección General de Normas. En esta prueba, la sedimentación se realiza rápidamente en el tubo de una centrífuga (operada por lotes) y el volumen del precipitado, (agua y sedimento) se lee como se describe en los métodos citados. También puede decantarse el disolvente y el aceite y recoger el precipitado, disolverlo y pesarlo, con lo que se evita inexactitud al leer el volumen. Sin embargo, esto es poco usual.

El método que utilizaremos, es válido para determinar agua y sedimentos en derivados del petróleo y materiales bituminosos, como se especifica en las normas mencionadas.

Por otra parte, es importante señalar que este método, no es enteramente satisfactorio, ya que la cantidad de agua y sedimentos obtenidos, es casi siempre menor a la cantidad real, pero es un método muy utilizado cuando no se requiere gran precisión.

Necesidades para efectuar la prueba.

Centrífuga.- Para desarrollar esta prueba, se requiere una centrífuga capaz de girar a una velocidad tal que produzca una fuerza centrífuga relativa (rcf) de 500 a 800. La centrífuga, deberá contar con una tapa bastante fuerte para evitar algún accidente por la posible ruptura de un tubo.

La ecuación para calcular la velocidad del cabezal de rotación es:

$$\text{rpm} = 265\sqrt{(\text{rcf})/d} \quad \text{---- (3)}$$

En donde: rcf = Fuerza centrífuga relativa
d = Diámetro del oscilador en pulgadas, medido entre el punto más alejado entre dos tubos opuestos cuando están en posición de rotación

Tubos para centrifuga.- Los tubos recomendados para esta prueba _ son los de forma de cono, como el que se muestra en la figura (12) el cual está de acuerdo a las especificaciones de la A.S.T.M. para esta prueba.

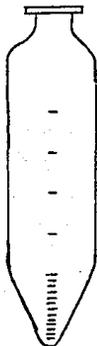


Fig. 12 Tubo de centrifuga.

Baño para los tubos.- Baño líquido con suficiente profundidad para sumergir el tubo de la centrifuga en posición vertical hasta _ la marca de 100 cm³ y capaz de mantener la temperatura a 322 ± 1°K (49 ± 1°C).

Disolventes.- Puede usarse tolueno o benceno de grado industrial _ prefiriéndose el tolueno por su menor toxicidad (en nuestro caso _ utilizaremos benceno, debido a la facilidad para conseguirse). El disolvente debe estar saturado de agua a la temperatura ambiente _ pero estar libre de agua suspendida. Esto puede lograrse agredando 3 cm³ de agua por cada 4 litros de disolvente, agitar y esperar un tiempo razonable para asegurar que no hay agua suspendida.

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

1) Reactivos, material y equipo.

Reactivos: Aceite lubricante usado, benceno, agua destilada.

Material y equipo: Centrifuga, 2 tubos graduados para centri

fuga de 100 ml, 1 probeta de 50 ml.

ii) Técnica:

Medir 50 ml de benceno (saturado con agua a la temperatura ambiente) en el tubo para centrifuga y agregar 50 ml de aceite que será probado, tapar y agitar vigorosamente hasta que el contenido esté completamente mezclado.

Introducir el tubo dentro del baño a una temperatura de $49 \pm 1^{\circ}\text{C}$ por espacio de 10 minutos, procurar que el tubo se introduzca en el baño hasta la marca de 100 ml.

En seguida sacar el tubo y colocarlo dentro de uno de los recipientes que para este fin tiene la centrifuga, procurando colocar en el lado opuesto, otro tubo que tenga un peso total equivalente al tubo de prueba, con el fin de equilibrar el peso.

En estas condiciones, hacer funcionar la centrifuga por espacio de 10 minutos a una velocidad calculada mediante la ecuación (3), suficiente para producir una fuerza centrífuga relativa (rcf) de 700 en la punta de rotación de los tubos.

Apagar la centrifuga, leer y registrar el volumen combinado de agua y sedimento en el fondo del tubo con una aproximación de 0.05 ml de (0.1) a (1) ml de graduación y con una aproximación de (0.1) ml, arriba de la graduación de (1) ml. Abajo de (0.1) ml se estima la graduación más cercana a 0.025 ml..

Los tubos cuentan con una graduación tal que permiten hacer estas lecturas. Repetir la operación hasta que el volumen combinado de agua y sedimento permanezca constante durante dos lecturas consecutivas. Normalmente esto se logra repitiendo dos veces la operación.

iii) Reporte de resultados.

- 1.- ¿Cuáles centrifugas son las usadas comúnmente en las determinaciones analíticas de laboratorio?.
- 2.- Investigar algunas aplicaciones industriales y de laboratorio en donde se utilice la operación de centrifugación.
- 3.- Reportar los resultados de la siguiente forma. El valor del volumen leído, multiplicarlo por dos y reportar este valor como el porcentaje de agua y sedimentos, determinados mediante el método de centrifugación. En caso de haber utilizado una temperatura del baño diferente a la establecida en este método, reportarla también.

Los resultados, no deben diferir más de lo establecido a continuación.

Porcentaje de agua y sedimentos	Repetitividad (mismo operador y mismo aparato)	Reproductibilidad (diferentes operadores y aparatos)
0 a 0.5	0.1	0.2
0.5 a 1.5	0.2	0.4
1.5 a 3.0	0.2	0.6

- 4.- ¿Cuáles son sus conclusiones acerca del experimento?.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Manual Práctico de Laboratorio Químico Farmaceutico
J. Calmet Fontané
J. García Monjo
Distribuidor J. Calmet Fontané
- 2.- Manual del Ingeniero Químico
John H. Perry, ph. D.
Vol. II
3a. edición 1966
Mc. Graw Hill Book Company
- 3.- Elementos de Ingeniería Química
Angel Vian
Joaquín Ocón
Editorial Aguilar
- 4.- A.S.T.M. Standards
Part 1
norma D 96-58 T
- 5.- Norma (L O 32) 1981 de la Dirección General de Normas (México)

PRACTICA No. 7

DETERMINACION DE LA PENETRABILIDAD DE UN MATERIAL BLANDO.

OBJETIVOS.

Distinguir los conceptos de penetrabilidad y dureza de un material
Adquirir habilidad en el manejo de un penetrómetro, así como la
preparación y cuidados que deben tenerse para con éste y de un ba-
ño de temperatura constante.

Interpretar cualitativamente el valor de la penetrabilidad y dureza de un material, como medida de la calidad del producto.

PARTE TEORICA.

La dureza y la penetrabilidad de una substancia, tienen características en común, no obstante, en el caso de los metales, se usa el término dureza, en tanto que para cuerpos blandos, la penetrabilidad.

Aunque esta práctica está encaminada a conceptos de penetrabilidad, revisaremos brevemente la propiedad de dureza. La dureza, es una propiedad que indica la mayor o menor facilidad de penetración que presentan unos cuerpos respecto a otros cuando se someten a una presión determinada.

Los diferentes métodos propuestos para determinar la dureza, se reducen principalmente a dos: El método de rayado y el de huella.

El método de rayado, consiste básicamente en determinar la presión necesaria para que determinada punta produzca una raya. o bien se mide la pérdida de peso del cuerpo rayado, de este tipo de técnica, la última forma es la más común.

El método de huella, consiste en determinar las características de una huella hecha en el material, bajo ciertas condiciones. Es-

tas características, pueden ser la profundidad o el diámetro.

En el método de huella, es frecuente usar cuerpos esféricos y cilíndricos, y en el método de rayado, puntas cónicas de diamante. De los métodos mencionados, el de huella es el más común y son los que estudiamos a continuación.

La dureza de los metales es una propiedad de gran importancia en ingeniería. El índice de dureza, es una manifestación que describe varias propiedades de los metales, tales como: resistencia a la tensión, ductibilidad, elasticidad, resistencia al corte, etc. por lo que es de gran importancia evaluar esta propiedad en ellos.

Los aparatos utilizados para determinar la dureza, se llaman durómetros y hay diferentes escalas, dependiendo de la forma como se lleva a cabo la prueba. Las más comunes son: Brinell y Rockwell.

A) La prueba Brinell, se utiliza para determinar la dureza de materiales metálicos, y consiste en aplicar una carga conocida en la superficie del material en estudio, la carga es una esfera de diámetro conocido. Se mide el diámetro o profundidad de la impresión en el material y se evalúa la dureza por medio de la ecuación (1).

El valor de la dureza Brinell, se define como la carga aplicada dividida por el área de la superficie de impresión, la cual se considera esférica. Su expresión matemática es:

$$B.H.N. = \frac{P}{\frac{\pi D}{2} (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad \text{---(1)}$$

En donde:

- P = Carga aplicada en kilogramos
- D = Diámetro de la esfera de prueba, en milímetros.
- d = Diámetro de la impresión

B.H.N. = Número de dureza Brinell en Kg/mm

La prueba Brinell está designada como la prueba E 10-27 de la A.S.T.M. y las especificaciones principales para esta prueba son: esfera de acero duro de 10 mm de diámetro, una carga de 3000 Kg para metales duros (fierro, acero, etc.) y de 500 Kg para metales blandos (bronce, aluminio, etc.). El diámetro de la huella se mide por medio de un micrómetro microscópico, sin embargo la medición es poco precisa, por lo que esta escala no proporciona buenos resultados, pero por otro lado, es más usada en la industria, tal vez por que fue la primera escala conocida.

Esta prueba, es muy usada para materiales robustos y que tienen propiedades muy heterogéneas en su superficie, ello debide a que al usar una esfera de gran tamaño, permite obtener valores más representativos de la muestra.

B) La dureza Rockwell, es básicamente la profundidad de penetración de un penetrador estándar, en el cuerpo de prueba bajo condiciones fijadas.

El penetrador, puede ser una esfera de acero o un diamante esférico.

La dureza Rockwell, es un número arbitrario que se define como la profundidad de penetración.

Para determinar la dureza Rockwell, se usa primero una carga de 10 Kg, la cual produce una penetración inicial, ésta permite colocar al penetrador en el material y retenerlo en la posición, la escala se coloca en cero y se aplica la carga mayor que es habitualmente de 60 ó 100 Kg. Cuando se usa un esfera de acero y cuando se usa un penetrador de diamante, es usual una carga de 150 Kg. Los valores de esta dureza, se reportan de acuerdo a los estándares que para este fin se encuentran en el compendio de la

A.S.T.M., designación (E 18-42). En esta tabla de datos, se tabulan las características de los elementos utilizados en la prueba y la dureza correspondiente.

Esta escala de dureza, se considera más universal, debido a que es aplicable a cualquier tipo de materiales. Sin embargo, como se dijo anteriormente la más usual es la escala Brinell.

Otra ventaja que presenta la escala Rockwell, es que los valores de dureza se leen directamente en el durómetro, con lo que se obtienen valores más precisos.

Existen otra escala de dureza, pero es poco común, ya que sólo tiene importancia en investigación, esto hace que sea mucho más precisa su valor, pues permite hacer micromediciones. Esta escala se conoce como VICKERS, la cual no estudiaremos debido a su poco uso.

Una vez que hemos estudiado la dureza de los metales, estamos en condiciones de estudiar el propósito principal de la presente práctica: la penetrabilidad en materiales blandos. La PENETRABILIDAD, se define de manera análoga a la dureza para los metales, y es la profundidad a que penetra en la muestra una aguja estándar a condiciones definidas.

Para determinar la penetrabilidad, existe también un aparato estándar llamado penetrómetro, y el valor que se lee en éste, se da en décimas de milímetro.

Las normas que rigen a esta prueba, están establecidas en el compendio A.S.T.M. Standards, designaciones : D1321-57T y D217-52T así como en la norma C-52-1974 de la Dirección General de Normas.

La prueba que aquí describimos, es específica para materiales bituminosos (material mineral natural, rico en carbono e hidróge-

no), para otros tipos de materiales, el procedimiento y las normas, son básicamente las mismas, con pequeñas modificaciones, por ejemplo, para grasas, ceras y adhesivos, en donde se utiliza un cono en vez de una aguja.

El método que aquí revisamos, permite estimar empíricamente la consistencia de ceras derivadas del petróleo y de materiales bituminosos, por medición de la profundidad de penetración de una aguja estándar. Este método, es normalmente idéntico para materiales que tengan penetraciones no mayores de 100 unidades del penetrómetro.

El método consiste básicamente en fundir la mezcla, calentando la, puede tomarse como referencia 80°C arriba del punto de ablandamiento y enfriando posteriormente a 25°C . Luego se mide la penetración por medio del penetrómetro, utilizando la aguja estándar, aplicando por 5 segundos una carga de 50 ó 100 g, según el material.

Descripción del penetrómetro.- Este aparato, está hecho de tal forma que la punta de la aguja sea ajustada, hasta que toque exactamente la superficie de la muestra, mientras la escala se encuentra en cero. El penetrómetro más usual se muestra en la fig. (13).

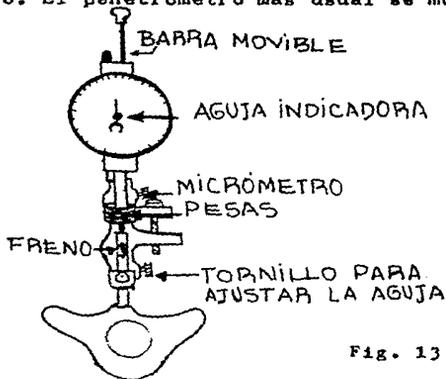


Fig. 13 Penetrómetro.

Existen dos tipos muy similares de estos aparatos, uno en el que la base en donde se coloca la muestra es ajustable y el otro en que la parte ajustable es la aguja, pero el funcionamiento, es prácticamente el mismo.

La carga utilizada para la prueba, dependerá del tipo de sustancia que será probada.

El instrumento está provisto de un tornillo de nivel y de un temple de nivel para mantener el penetrómetro en posición vertical. Algunos penetrómetros, traen integrado un mecanismo que indica el tiempo de penetración, pero es más común utilizar un cronómetro por separado, con una división de 0.1 segundo.

La aguja estándar estará hecha como una varilla cilíndrica de acero inoxidable con una longitud aproximada de 50.8 mm y 1.0 mm de diámetro, como se indica en la figura (14).

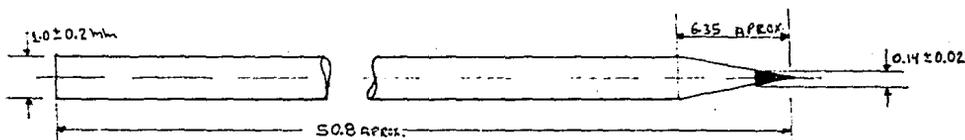


Fig. 14 Aguja estándar del penetrómetro.

El peso total de la aguja, el dispositivo donde se introduce y la carga, será de $100 \pm 0.05 \text{ g}$.

El recipiente en donde se coloca la muestra, puede ser de metal o de vidrio, de forma cilíndrica y de fondo plano. Para materiales con penetración de 200 décimas o menor, se usará un recipiente con capacidad aproximada de 85 ml, un diámetro y altura interiores de 55 mm y 35 mm respectivamente. Para penetraciones ma-

yores, que tenga aproximadamente una capacidad de 170 ml y 70 mm de diámetro y 45 mm de altura como medidas interiores.

Medio de calentamiento.- Debe utilizarse un baño de agua que permita mantener la temperatura en $25^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$. Este baño de agua, normalmente debe tener una capacidad de 10 litros y en el cual sea posible sumergir el recipiente a una profundidad no menor de 10 cm y a no menos de 5 cm del fondo del baño.

Cronómetro.- Se puede usar un cronómetro graduado en intervalos de décimas de segundo.

Preparación de la muestra.- La muestra se calienta con cuidado, hasta que se ablande, agitando constantemente y se aumenta la temperatura de 80 a 90°C arriba de su punto de ablandamiento y si la muestra es brea (substancia resinosa de ciertos árboles coníferos) a no más de 56°C . Se vierte la mezcla al recipiente, tal que al enfriarse la muestra a la temperatura de prueba, tenga una altura de por lo menos 10 mm mayor que la penetrabilidad esperada.

Con el fin de proteger a la muestra contra el polvo, se tapa con un vidrio de reloj y se deja enfriar una hora y media aproximadamente a una temperatura aproximada de 25°C .

Respecto a las condiciones de prueba, cuando éstas no se especifican, se entiende que son: 25°C , 100 g de carga total y 5 seg. de tiempo. En el caso de usar otras condiciones, éstas deben reportarse junto con los resultados.

Para realizar pruebas de penetrabilidad en compuestos líquidos viscosos tales como adhesivos y pinturas, se usa un cono estándar en vez de una aguja, pero el procedimiento y las condiciones de operación son casi las mismas.

En el caso que se mida la penetración de grasas lubricantes, hay varias formas de determinarla, variando las condiciones de operación, pero debido a que éstas son poco comunes, sólo las definiremos a continuación.

a) Penetración.- Profundidad de penetración en décimas de milímetro, utilizando condiciones estándar.

b) "Working".- Es la alteración de la penetración de una grasa, sujeta a algún tipo de agitación o acción de corte por un período _ significativo.

c) "Worked penetration".- Es la penetración de una muestra o grasa lubricante determinada, inmediatamente después que ha sido llevada a $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ y sujeta a 60 golpes mediante un aparato para _ este fin (Standard grease worker).

d) "Block penetration".- Es la penetración a 25°C de una grasa _ que es suficientemente dura para mantener su forma.

La importancia que tiene conocer la penetrabilidad de un material, se debe, como se ha discutido, no sólo para materiales metálicos, donde el valor de la dureza, da una medida de las propiedades del metal, sino también en materiales blandos en que el valor de la penetrabilidad, da una medida de la consistencia de _ éstos, prueba que es importante en industrias que elaboran ceras, resinas, adhesivos, grasas para calzado y pinturas.

CUESTIONARIO PREVIO A LA PRACTICA.

- 1.- ¿Cómo se define la penetrabilidad?.
- 2.- ¿Cuándo se habla de dureza y cuando de penetrabilidad?.
- 3.- ¿Qué revela el valor de la dureza de un metal?.

- 4.- ¿Qué revela el valor de la penetrabilidad de un material blando?
- 5.- ¿Qué escalas son las más comunes para expresar la dureza de los metales?
- 6.- ¿En qué unidades se reperta la penetrabilidad de materiales blandos?
- 7.- ¿ Por qué es importante el control de la temperatura durante la prueba de la penetrabilidad?
- 8.- ¿Cuándo se utilizará aguja y cuando cono para determinar la penetrabilidad?

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

i) Reactivos, material y equipo.

Reactivos: Impermeabilizante o chapopote.

Material y equipo: penetrómetro, 1 termómetro de 0 a 300°C (graduación en 0.1°C), bañe de agua, recipiente de prueba, cronómetro (graduado en segundos).

ii) Técnica:

Colecar una pesa de 50 g de tal forma que la suma total de peso (aguja, pesa y dispositivo que sostiene a la aguja) sea de 100g.

Colocar la muestra previamente preparada como ya se indicó.

Mantener el recipiente que contiene a la muestra, sumergido en el baño durante todo el tiempo en que se realiza la prueba.

ANTES de efectuar la prueba, introducir la aguja de prueba en el baño de agua durante 5 min. antes de colocarla en el penetrómetro.

Por medio del freno, subir el dispositivo que sostiene a las pesas hasta que toque la barra movible, asegurándose que la aguja del indicador esté en cero.

Por medio del micrómetro, bajar la parte movible del penetrómetro

tro hasta que la punta de la aguja, toque justo la superficie de la muestra.

Llevar el nivel del baño al nivel convenido. Después de 5 min. por medio del freno, soltar la aguja sobre la muestra y dejarla ahí durante 5 segundos. Midiendo el tiempo a partir del momento en que se suelta la aguja.

Cuando hayan transcurrido los 5 seg., soltar el freno.

Para leer la profundidad de la penetración, empujar hacia abajo la barra movable, hasta donde llegue. El indicador ahora muestra directamente la penetrabilidad en décimas de milímetro.

Una vez hecha la lectura, regresar la aguja a cero y efectuar tres pruebas más, con una separación no menor de 1 cm de la cara lateral del recipiente, y a no menos de 1 cm de separación una de la otra.

Antes de cada prueba, enjuagar la aguja y limpiarla con un paño seco.

Reportar el valor de la penetrabilidad, como el promedio de las cuatro lecturas, con precisión de unidades (décimas de milímetro)

Si la temperatura de prueba, no es de 25°C, reportar la temperatura real. La siguiente tabla muestra cuando los resultados se pueden considerar aceptables.

PENETRACION EN DECIMAS DE MILIMETRO.

de 0 a 49 de 50 a 149 de 150 a 250

diferencia
máxima entre
el valor ma
yor y menor

2

4

6

iii) Reporte de resultados.

1.- Reportar los resultados en forma tabular, indicando el valor promedio.

- 2.- De acuerdo con los valores obtenidos, ¿considera usted que caen dentro de lo aceptable?.
- 3.- ¿En caso de no ser afirmativo lo anterior. ¿Pudo haber error? ¿A qué lo atribuye?.
- 4.- ¿A cuantos milímetros equivalen 29⁴ décimas de milímetro?.
- 5.- Investigar de algunas industrias en donde sea importante conocer la penetrabilidad de los materiales.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Introducción a la Metalurgia Física
Sidney H Avner
1a. edición
Mc Graw Hill
- 2.- A Text Book of Mineralogy
Dana E.S.
4 th. Ed.
John Wiley & Sons, Inc, New York 1932
- 3.- The Principles of Metallographic Laboratory Practice
George L. Kenl
3a. edición.
Mc Graw Hill Book Company
- 4.- A.S.T.M. Standards
Part I, 1944 - Metals
Designation E-18-42 y E-10-27
- 5.- A.S.T.M. Standards
Part VII, 1958 ,Designación D1321-57T y D217-52T
- 6.- Norma: C-52-1974 : Determinación de la penetración en materia les bituminosos mediante el empleo de una aguja
Dirección General de Normas (México).
- 7.- Determinación de la temperatura de ablandamiento de materia - les bituminosos.
Norma C-183-1974
Dirección General de Normas (México).

PRACTICA No 8

DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE AZUCAR DE UNA SOLUCION,
MEDIANTE REFRACTOMETRO MANUAL.

OBJETIVOS.

Familiarizar al estudiante con el concepto de índice de refracción.
Manejar un refractómetro sencillo, así como conocer teóricamente _
el modo de operar un refractómetro más completo.

Determinar la concentración de una solución de azúcar, mediante _
un refractómetro.

Apreciar la importancia que representa evaluar dicha propiedad en
algunos materiales.

PARTE TEORICA.

El índice de refracción (n), es sin duda una de las propiedades físicas más importantes para identificar y cuantificar a una sustancia determinada, esto se debe en gran medida, a que los aparatos utilizados para determinar esta propiedad, permite determinar el índice de refracción con gran precisión, proporcionando normalmente _ una lectura de 4 cifras e inclusive 5, además tiene la ventaja de _ operar con cantidades pequeñas de muestra.

Básicamente, el índice de refracción, nos sirve para saber la _ concentración de una solución; valiéndose del índice de refracción de ésta y mediante una curva de calibración, trazada en base al _ índice que tienen soluciones de concentración conocida.

El índice de refracción, es una propiedad que depende principalmente de la longitud de onda del rayo de luz utilizado y de la temperatura.

La variación de su valor, es del orden de 0.00001 por cada grado centígrado de temperatura para sólidos, de 0.0001 para el agua

y de 0.0005 para la mayoría de los líquidos, es por ello que cuanto mayor precisión se requiere, mayor debe ser el control de la temperatura, se recomienda un control de la temperatura entre $\pm 0.02^{\circ}\text{C}$.

Al reportar un índice de refracción, es necesario reportar la temperatura de operación, así como el tipo de radiación utilizada. Por ejemplo, el siguiente valor, es el índice de refracción para el agua: $n_D^{20} = 1.333$, esto nos indica, que la determinación, se ha efectuado a 20°C y que se ha utilizado una longitud de onda estándar de la línea (D) del espectro de sodio (589 nanómetros).

La presión tiene influencia despreciable en el caso de líquidos y sólidos, no así para gases, cuyo valor se ve afectado alrededor de 0.00005 unidades por atmósfera de presión.

Con el objeto de ampliar acerca del índice de refracción, estudiaremos a continuación, los fundamentos teóricos de esta propiedad.

La refracción, es el fenómeno observado cuando un rayo de luz pasa oblicuamente de un medio hacia otro de diferente densidad, su dirección cambia al atravesar la superficie que los separa.

Cuando el segundo medio ópticamente más denso (dificulta más el paso de luz) que el primero, el rayo de refracción, resultará más perpendicular a la superficie divisoria, esto es, se acerca más a la normal.

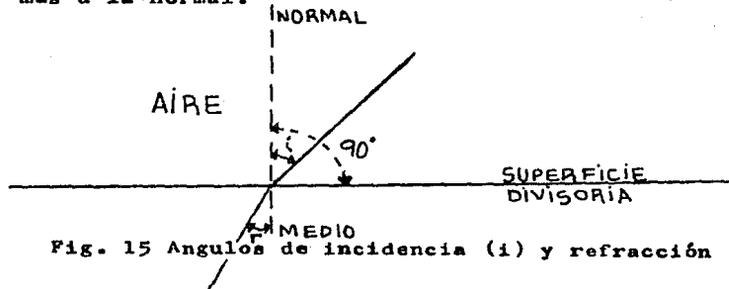


Fig. 15 Ángulos de incidencia (i) y refracción (r)

El ángulo entre el rayo incidente en el primer medio y la normal a la superficie divisoria, se conoce como ángulo de incidencia (i) y el ángulo correspondiente en el segundo medio, se llama ángulo de refracción.

Índice de refracción (n).- Se ha observado que el seno de (i) y el seno de (r), son directamente proporcionales a las velocidades de la luz en los dos medios. A la proporción entre el seno de (i) y el seno de (r) se le llama; índice de refracción.

$$n = \frac{\text{sen } i}{\text{sen } r} = \frac{C_o}{C_m} \quad \text{----- (1)}$$

En donde:

C_o = Velocidad de la luz en el vacío

C_m = Velocidad de la luz en el medio

Cuando el rayo incidente, pasa del medio menos al más denso, el índice de refracción, es mayor de uno, en el caso contrario, es menor de uno.

Ordinariamente, el rayo de luz incidente se encuentra en el medio de menos densidad (aire), por lo que el índice de refracción es casi siempre mayor que uno.

Como se dijo anteriormente, el índice de refracción depende de la temperatura, longitud de onda de la luz utilizada y en el caso de gases, también de la presión. Cuando estos factores, se mantienen invariables, el índice de refracción, es una característica de una sustancia en el medio considerado, es por eso que se utiliza con frecuencia para identificar y cuantificar la pureza de sustancias, normalmente mezclas binarias.

Teóricamente, el índice de refracción se refiere al vacío, como el primer medio. Sin embargo en la práctica, resulta más fácil referirlo al aire, ya que en este caso, su valor difiere sólo en 0.03 %.

En general, el índice de refracción de una sustancia, disminuye al aumentar la longitud de onda, en forma casi constante, excepto en las regiones de absorción, donde el índice varía súbitamente. Al cambio de la refracción con la longitud de onda, se llama dispersión, por esa razón, al reportar el índice de refracción, es necesario indicar las condiciones a las que ha sido determinado.

El índice de refracción de un líquido, es función de la temperatura, pero Lorenz y Lorentz, dedujeron una nueva constante, llamada refracción específica, la cual es independiente de la temperatura, esta nueva constante es definida por la siguiente ecuación.

$$R_s = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{1}{\rho} \quad \text{---- (2)}$$

En donde: R_s = Refracción específica de la sustancia.

n = Índice de refracción.

ρ = Densidad de la sustancia, medida a igual temperatura que (n).

Al multiplicar (R_s) por el peso molecular (M), de la sustancia, se obtiene (R_m), llamada, refracción molecular.

$$R_m = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{M}{\rho} \quad \text{---- (3)}$$

La refracción molecular, resulta ser más o menos una propiedad aditiva y constitutiva de los grupos, dobles enlaces, anillos aromáticos y otros rasgos estructurales que forman un compuesto, es to siempre que las mediciones estén referidas a una longitud de onda de luz determinada.

Los valores de la refracción molecular, se utilizan para comparar refracciones moleculares calculadas, con valores experimentales -

les y comprobar de esta forma estructuras de moléculas. También se utiliza esta comparación para identificar sustancias y como criterio de pureza.

Se ha comprobado que los valores calculados y determinados experimentalmente, son muy similares como se muestra en el siguiente ejemplo.

El índice de refracción para el ácido acético a 20°C, es de 1.3698, la densidad a 20°C, es de 1.049 g/cm³, y el peso molecular es de 60.0, la refracción molecular experimental es:

$$R_m = \frac{[(1.3698)^2 - 1]}{[(1.3698)^2 + 2]} \cdot \frac{60.0}{1.049} = 12.93 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

La refracción molecular calculada es:

2 átomos de carbono	4.836
4 átomos de hidrógeno	4.400
1 oxígeno de carbonilo	2.211
1 oxígeno de hidróxido	<u>1.525</u>
	12.972

Como se observa, los valores experimentales y calculados, de acuerdo a las contribuciones individuales de los átomos, es prácticamente la misma.

Es importante señalar que la refracción molecular se aplica tanto a sólidos como líquidos y gases, aunque en el caso de los primeros, se determina disolviéndolos en un disolvente y midiendo el índice de refracción y la densidad de la solución y en este caso tenemos una refracción molecular de la solución, la que está dada por la ecuación.

$$R_{1,2} = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{N_1 M_1 + N_2 M_2}{\rho} \quad \text{-----} \quad (4)$$

En donde: (M₁) y (M₂) son los pesos moleculares del solvente y so

luto respectivamente, en tanto que (N_1) y (N_2) son sus fracciones molares en la solución. A su vez, $R_{1,2}$, está relacionada con las refracciones moleculares individuales (R_1) y (R_2) como sigue:

$$R_{1,2} = N_1 R_1 + N_2 R_2 \quad \text{----} \quad (5)$$

Así cuando se conoce (R_1) del solvente, puede ser evaluada (R_2). Este procedimiento proporciona resultados muy satisfactorios.

Cabe señalar que las ecuaciones anteriores se cumplen para cualquier mezcla.

Refractómetros.- Los refractómetros, son aparatos que sirven para determinar el índice de refracción de un líquido, aunque también hay aparatos para el caso de sólidos. También existen refractómetros que traen consigo dos escalas, una para leer el índice de refracción y otra para el porcentaje de sacarosa contenida (a 20°C).

Por otra parte, los hay también muy específicos, como es el caso del que utilizaremos en esta práctica, que sirve para determinar la concentración de azúcar en una solución determinada, en el rango de 28 a 60 % de azúcar a 20°C, aunque se pueden hacer correcciones por temperatura.

Los tipos más comunes de refractómetros son: Refractómetro de Abbé y de Inmersión. El primero de ellos, es el más usual, debido a las características que revisaremos posteriormente.

El refractómetro más preciso, es el de inmersión, y consta de un prisma sujeto en los extremos de un tubo óptico que contiene una lente objetiva, una escala graduada y un ocular, lleva también un prisma de compensación Amici. Este prisma tiene como fin, compensar la dispersión de la muestra, para obtener el mismo resultado que se lograría con la iluminación de un arco de sodio.

Para esto se hace girar los prismas hasta que desaparecen las franjas coloreadas del campo visual y queda bien definido el límite entre el sector iluminado y el obscuro. No obstante hay que tener presente que la dispersión de una muestra, no siempre está bien compensada, pues no queda exactamente definida por un sólo parámetro, por lo que los resultados más precisos se obtienen utilizando iluminación de arco de sodio.

Para tomar la lectura con este tipo de refractómetro, se sumerge en el vaso que contiene el líquido de prueba. El vaso se introduce a la vez en un baño de agua con el fin de regular la temperatura a $17.5^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$.

Un espejo colocado en el baño o por debajo, refleja la luz a través del líquido. El campo visual en donde se encuentra la escala, está dividido en una parte iluminada y otra oscura como se muestra en la figura (16). La lectura de la escala que corresponde a la posición de la línea divisoria se lleva a una tabla para obtener el índice de refracción. Este instrumento, mide el índice de refracción con aproximación de ± 0.00003 .

Normalmente la escala, sólo abarca un pequeño intervalo, por lo que es necesario contar con un juego de varios refractómetros o prismas para cubrir el intervalo ordinario de los índices de refracción de los líquidos (1.3 - 1.8).

Es importante señalar que los fabricantes proporcionan tablas para hacer las conversiones respectivas de la lectura del aparato y el índice de refracción, pero éstas sólo son válidas a 17.5°C y no hay ninguna fórmula para convertirlas a otras, excepto para algunas sustancias como alcohol etílico y metílico, por lo que hay que controlar bien la temperatura del baño.

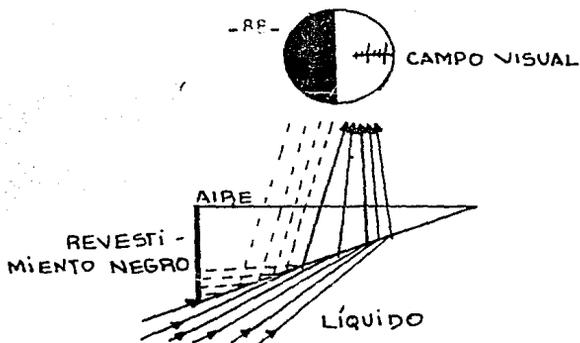


Fig. 16 Rasgos principales de un refractómetro de inmersión.

No obstante la precisión que estos refractómetros proporcionan, no son tan utilizados como los de tipo Abbé.

El refractómetro Abbé, sólo requiere unas gotas de muestra, y no es necesario introducirlo en la muestra como sucede con el de inmersión. Este es menos preciso ± 0.0001 y no requiere una regulación tan fina de la temperatura, requiriéndose sólo una regulación de 0.2°C .

Manera de usar el refractómetro Abbé.

- 1.- En caso de utilizar un arco de sodio, seguir las instrucciones que para este fin proporciona el fabricante.
- 2.- Verificar la temperatura de la caja de prismas.
- 3.- Se abre el prisma y se limpian con un algodón humedecido con acetona o benceno. Una vez secos los prismas, se cierra su caja.
- 4.- Se introduce la muestra (unos 2 ml), con un cuenta gotas en el orificio de entrada.
- 5.- Se hace girar el prisma mediante el dispositivo, hasta que aparezca bien definido el campo luminoso y el oscuro. Si es necesario, se ajusta la fuente de luz o el espejo para obtener una me

jor iluminación.

- 6.- De ser necesario, se hacen girar los prismas de Amici para eliminar la franja coloreada y aparezca bien definido el límite.
- 7.- Se hace el ajuste fino para que coincida la línea divisoria con la intersección de los hilos cruzados.
- 8.- Se enciende la lámpara que ilumina la escala y se hace la lectura del índice de refracción.
- 9.- Se abre el prisma y se limpia suavemente como se hizo al principio. Una vez seco se cierra.

Si la muestra es muy volátil, quizá se vaporice antes de haber terminado. En tal caso, también si hubiera escurrimiento, hay que poner más muestra.

Es frecuente utilizar un "testigo" con el fin de calibrar el aparato, este testigo, es un bloque rectangular de vidrio, cuyo índice de refracción es perfectamente conocido. Sobre la placa testigo, se coloca una gota de L-bromonaftaleno o yoduro de metileno que tenga un índice de refracción más alto que el prisma de refracción y entonces se presiona la pieza contra este prisma, moviéndola con cuidado para extender el líquido. La lectura del índice, se hace en la forma usual. Si no concuerda con el valor verdadero de la pieza testigo, es preciso ajustar la escala del instrumento mediante el tornillo correspondiente.

Las ventajas que presenta este tipo de refractómetro, es que se requiere sólo de unas gotas para la determinación y se obtiene una lectura directa del índice. No obstante los valores del índice para compuestos volátiles, no es muy confiable.

Para obtener resultados confiables, como se indicó anteriormen-

te, es necesario utilizar luz de frecuencia fija, tal como luz amarilla de la línea D del sodio. Sin embargo, en los refractómetros Abbé y de inmersión, es posible utilizar luz blanca, porque están provistos de prismas Amici, con lo que se eliminan prácticamente los efectos adversos.

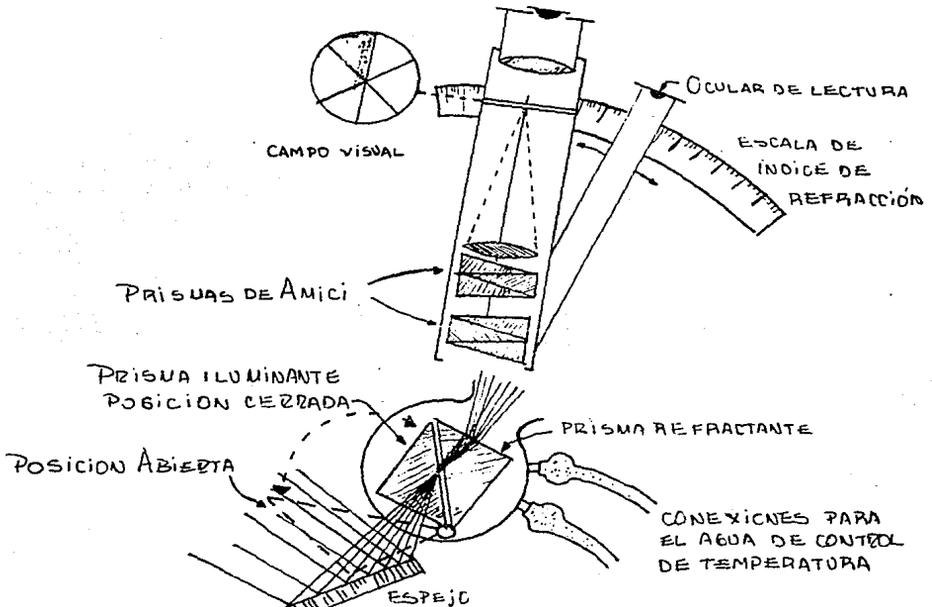


Fig. 17 Esquema de un refractómetro Abbé.

APLICACIONES DEL INDICE DE REFRACCION.- Su aplicación principal, es para determinar la composición de mezclas binarias o verificar la pureza de los compuestos, también para determinar la cantidad total de sustancias en soluciones, independientemente de cuantas es

tén presentes.

Algunos investigadores han desarrollado técnicas específicas para alguna determinación, por ejemplo para determinar la composición de soluciones de cloruro de sodio, potasio y azúcar.

Sin embargo, pocas veces puede conocerse directamente la concentración, por lo que es necesario construir una curva de calibración.

El refractómetro que usaremos en esta práctica, es un instrumento de uso muy sencillo y muy específico. Para determinar el contenido aproximado de sólidos totales en productos del azúcar. Básicamente consiste en un tubo recto (S) y lleva un prisma fijo (P) con una cubierta articulada (D) en un extremo, un tornillo (T) que permite obtener un contraste más agudo entre la posición de luz y sombra.

En refractómetros de este tipo, la escala se lee normalmente en porcentaje de azúcar, incluyendo a los sólidos disueltos, en unidades totales de 0 a 10 % y en medias unidades de 10 a 30 %. Este rango, es por lo tanto limitado a soluciones de azúcar diluidas tales como remolacha y jugo de caña.

Sin embargo nuestro refractómetro, tiene una escala del 28 al 60 % en contenido de azúcar y sólidos totales, por lo que este instrumento resulta útil para soluciones más o menos concentradas.

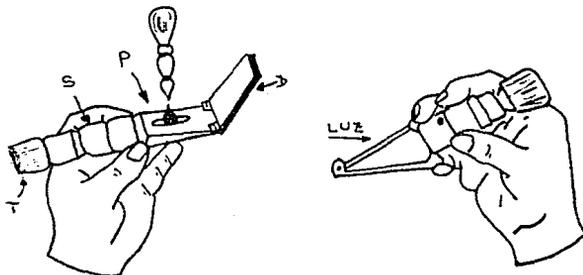


Fig. 18 Refractómetro Zeiss para azúcar.

CUESTIONARIO PREVIO A LA PRACTICA.

- 1.- ¿En qué consiste el fenómeno de refracción?.
- 2.- ¿Cómo se define el índice de refracción?.
- 3.- ¿De qué factores depende el índice de refracción?.
- 4.- ¿Qué es el ángulo de incidencia y de refracción?.
- 5.- ¿Cómo se define la refracción específica?.
- 6.- ¿Cuáles refractómetros son los más usuales?.
- 7.- ¿Cuál de ellos proporciona mejores resultados?.
- 8.- ¿Qué tipo de luz es recomendable utilizar para determinar el índice de refracción?.
- 9.- ¿Qué cuidados deben tenerse al usar un refractómetro?.

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

i) Reactivos, material y equipo.

Reactivos: solución azucarada de concentración desconocida.

Material y equipo: refractómetro manual Zeiss para azúcar, 1 vaso de precipitados de 50 ml, 1 gotero, algodón, acetona.

ii) Técnica:

Abrir la cubierta y colocar una o dos gotas de muestra sobre la cubierta (superficie del prisma). Cerrar la cubierta suavemente, tal que la cubierta quede en contacto con el prisma.

Apuntar el extremo del refractómetro en dirección de la luz, girar el tornillo del ocular mientras se observa, hasta que la imagen ajuste correctamente y la escala se hace perfectamente visible.

Una línea que separa los lados oscuro y brillante de la escala indica la concentración de azúcar en porcentaje, incluyendo a los sólidos disueltos.

Repetir la prueba por lo menos tres veces.

Si la prueba se hace a una temperatura diferente a 20°C, es necesario hacer una corrección, valiéndose de la tabla (1)

Por ejemplo, si la lectura es 23.7 y la temperatura es de 24°C el valor correcto será $23.7 + 0.3 = 24.0 \%$.

Tabla (1) Tabla de corrección de temperaturas.

Temp °C	Dry Substance Percentage														
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70
	(-)														
	The read-off Percentage has to be reduced at rate of														
10	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
15	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
20	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
25	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
35	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
40	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
45	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
50	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
55	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
60	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
65	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
70	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
	(+)														
	The read-off Percentage has to be increased at rate of														
21	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
22	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
23	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
24	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
25	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
26	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
27	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
28	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
29	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000

U. S. Dept. of Agriculture, Bureau of Plant Industry, "The Application of the Refractometric Methods to Sugar Analysis," Technical Publication 1936, pp. 42 and 43

Precauciones en el manejo de un refractómetro.

- 1.- Por ser el refractómetro un instrumento óptico, se debe evitar tocar la lente con objetos ásperos.
- 2.- Cuidar de no rayar la lente, pues ésta es muy suave.
- 3.- Después de usar el refractómetro, limpiar la superficie del prisma y cubierta con un lienzo suave humedecido con agua y secar con un paño seco.
- 4.- Si la superficie del prisma se mancha con aceite o líquidos similares, limpiar la mancha con alcohol.

iii) Reporte de resultados.

- 1.- Dibujar un esquema en donde se indique los principales elementos de un refractómetro Abbé.
- 2.- Reportar los resultados individuales en forma de tabla, reportar como resultado real, el promedio de éstos.
- 3.- Hacer las correcciones respectivas por temperatura.
- 4.- Investigar algunas de las aplicaciones que tiene el índice de refracción de una substancia.

- 5.- En qué tipos de industrias puede ser útil una determinación de esta índole.
- 6.- Indicar sus conclusiones acerca del experimento.

BIBLIOGRAFIA.

1.- Fundamentos de Fisicoquímica

Maron y Prutton
14a. reimpresión
Editorial Limusa

2.- Métodos instrumentales de Análisis

Robert H. Willard
5a. impresión
C.E.C.S.A.

3.- Physical and Chemical Methods of Sugar Analysis

C.A. Browns
Jhon Wilwy y Sons Inc.

4.- Experimentos de Fisicoquímica

David P. Shomaker
Carl W. Garland
2a. edición
Unión Tipográfica Editorial Hispano- Americana.

PRACTICA No. 9

DETERMINACION DE FIERRO MEDIANTE LA MEDICION DE TRANSMITANCIA.

OBJETIVOS.

Estudiar y aplicar una técnica ampliamente usada en análisis químico cuantitativo como lo es la espectrofotometría.

Determinar la cantidad de fierro contenido en una solución, valiéndose de una curva de calibración.

Observar las diferencias de esta técnica, con las técnicas convencionales de análisis cuantitativo, evaluando así la importancia que ésta tiene.

PARTE TEORICA.

Los métodos fisicoquímicos más empleados en análisis químico actualmente, son sin duda los relacionados con la absorción o emisión de energía radiante, esto debido a sus diferentes interacciones con la materia, lo que a su vez ha hecho posible la existencia en el mercado de instrumentos cada vez más precisos para estos fines.

Algunos métodos al respecto son: espectrometría, fotometría de flama, espectrofotometría de absorción atómica y espectrofotometría de absorción, entre otros, éste último, es el que ahora nos ocupa.

Estos métodos tienen ventajas insuperables sobre los métodos gravimétricos y volumétricos, ya que permiten cuantificar cantidades muy pequeñas de substancias en una muestra determinada, con resultados muy precisos, no descomponiendo a la muestra y requiriéndose cantidades muy pequeñas de ésta para efectuar la prueba.

Estos métodos, no sólo encuentran aplicación en los laboratorios industriales o escolares, sino también, en laboratorios clí-

nicos y de investigación, en donde se requiere de resultados muy precisos.

La técnica que en la presente práctica usaremos (espectrofotometría), se fundamenta en las leyes que rigen a la radiación electromagnética, la cual se define como la energía transmitida en forma de ondas electromagnéticas, las que a su vez, son el resultado que se produce cuando una carga eléctrica oscila o se mueve, esto según la Teoría Electromagnética de James Maxwell.

Como se sabe, el espectro electromagnético, abarca una amplia variedad de longitudes de onda, y es la parte visible de él, la base de la técnica que ahora revisamos.

Con el propósito de hacer más comprensibles las leyes que posteriormente estudiaremos, definimos algunos conceptos a los que haremos mención. Es importante señalar, que existe un poco de confusión, respecto a los campos de estudio de la colorimetría y espectrofotometría, pues normalmente la colorimetría en el sentido práctico, se considera que es una técnica en la que se comparan colores de muestras, con muestras estándar o bien con placas coloridas también estándar. Esto se hace con ayuda de aparatos llamados colorímetros. Sin embargo, en un sentido más amplio, la colorimetría estudia los fenómenos que se suscitan cuando la energía radiante que comprende el espectro visible, interacciona con la materia, sólo que en este caso, se trabaja con intervalos de longitud de onda dentro del espectro visible (colores), lo que no sucede en espectrofotometría, en donde se trabaja en cualquier longitud de onda dentro del espectro visible, aunque al final de cuentas, son dos métodos con mucho en común.

A continuación, se definen algunos conceptos de interés en la presente práctica.

Colorimetría.- Estudia la medida de la fracción de la luz blanca de una lámpara incandescente que pasa a través de un medio líquido o es reflejada por una superficie sólida. La energía radiante incidente sobre la muestra, es en este caso una banda de longitudes de onda más o menos ancha.

Espectrofotometría.- Estudia los fenómenos relacionados con la energía radiante de una sola longitud de onda (radiación monocromática) o bien, una banda muy estrecha de longitudes de onda.

En este caso se requieren aparatos más sofisticados que para colorimetría, pero como consecuencia se obtienen mejores resultados.

Poder de radiación (P).- Cantidad de energía transportada por un haz de energía radiante.

Longitud de onda (λ).- Distancia que existe entre dos puntos que están en fase en dos ondas adyacentes en la dirección de propagación.

Frecuencia (ν).- Número de ciclos de onda que pasan por un punto determinado en la unidad de tiempo.

Transmitancia (T).- Relación entre el poder de radiación transmitido por la muestra (P) y el poder incidente sobre ella (P_0).

$$T = P/P_0 \quad \text{----(1)}$$

y el porcentaje de transmitancia

$$\%T = (P/P_0) 100 \quad \text{----(2)}$$

El porcentaje de transmitancia, es más usual en los aparatos contruidos para este tipo de técnicas y su valor varía desde cero hasta cien.

Absorbancia (A).- Logaritmo negativo (base 10) de la transmitancia.

$$A = -\log T = \log (1/T) \quad \text{----(3)}$$

Esta escala es logarítmica y varía desde cero a infinito.

Absortividad (a).- Es la medida de la capacidad de un material para absorber luz o energía radiante.

También se define como la relación entre la absorbancia y el producto de la concentración de la especie absorbente (c) y la longitud del paso óptico (b). $a = A/(bc)$ ----(4)

y tiene dimensiones de : litro/ (gramo-centímetro)

Longitud del paso óptico (b).- Ancho del recipiente que contiene a la muestra.

Absortividad molar (E). Es la absortividad cuando la concentración de la solución se expresa en molaridad y el paso óptico en centímetros y tiene las dimensiones: litro/(mol-centímetro)

La absortividad molar o absortividad simplemente, es función de la temperatura, longitud de onda y a concentraciones mayores a 0.001 molar, es función de la concentración. Por lo que hay que considerar estos factores a la hora de experimentar.

Leyes de la absorción de la luz.- Cuando un haz de luz (energía radiante) monocromática, esto es, formada por una sola longitud de onda, incide sobre una substancia más o menos transparente, parte de la energía es absorbida, y el resto es transmitida, aunque una pequeña parte también es reflejada por el aire, recipiente de prueba y partículas de polvo, por lo que instrumento debe estar diseñado tomando en cuenta estos factores con el fin de eliminar su influencia.

Las leyes que expresan los fenómenos de absorción y transmisión de energía radiante para nuestros fines, son.

Ley de Lambert.- Esta ley describe la relación entre el poder de

radiación de la luz incidente (P_o) y el de la transmitida (P) en función del paso óptico a concentración constante. Su expresión matemática es:

$$\log(P/P_o) = -kb \quad \text{----(5)}$$

En donde: k = Constante de proporcionalidad.

b = Longitud del paso óptico.

De acuerdo a las dimensiones antes estudiadas, es equivalente a:

$$\log T = -kb ; \log(1/T) = kb ; \log(100/\%T) = kb ; A = kb \quad \text{---(6)}$$

Ley de Beer.- Esta ley igual que la anterior, establece la relación que existe entre el poder de radiación de la luz incidente y transmitida, pero ahora como una función de la concentración y una longitud constante del paso óptico. Su expresión es:

$$\log(P/P_o) = -k'C \quad \text{----(7)}$$

En donde: k' = constante de proporcionalidad

C = concentración

Igual que en la ecuación de Lambert, ésta puede expresarse en diferentes formas equivalentes, introduciendo ahora (k') y (C) en lugar de (k) y (b) respectivamente.

Ley de Beer-Lambert.- Esta ley engloba a las anteriores y expresa la relación del poder de radiación incidente y transmitida, en función de la concentración y del paso óptico, con lo que se obtiene una relación de la concentración y del paso óptico; una relación más completa de los factores que intervienen en esta clase de fenómenos. Su expresión matemática es:

$$\log(P/P_o) = -k''(b)(C) \quad \text{----(8)}$$

En donde: k'' = constante de proporcionalidad

b = paso óptico

C = concentración

Notar que el valor de las unidades y la constante de proporcionalidad, dependen de las unidades de (b) y (C). Normalmente (b) se da en centímetros y (C) en moles por litro. De esta forma, (k'') _ pasa a ser la absorptividad molar (€) y esta ley puede expresarse en varias formas, las más comunes son:

$$\log (I/T) = \epsilon bC \quad ; \quad A = \epsilon bC \quad \text{----(9)}$$

Es importante señalar que (€), es característica de la especie absorbente y depende fundamentalmente de la longitud de onda a la _ cual se mide y de la temperatura.

Por otra parte, la ley de Beer-Lambert, se cumple cuando se _ usa luz monocromática.

Desviaciones de la ley de Beer-Lambert.- Por ser esta ley la base en que se fundamentan las determinaciones como las que ahora nos _ ocupan, es preciso saber las limitaciones que ésta tiene. Estas _ limitantes, se pueden deber a las causas siguientes:

- 1.- Carencia de monocromatismo de la luz incidente
- 2.- Reacciones químicas en el sistema
- 3.- A concentraciones elevadas, por lo que se recomienda trabajar a concentraciones mayores a 0.001 molar, pero por otra parte, se recomienda no trabajar a concentraciones menores a 0.000001 molar, debido a que este método ya no es preciso a concentraciones muy bajas.

Una forma de comprobar experimentalmente la conformidad o desviación de esta ley, consiste en graficar la absorbancia o el logaritmo de la transmitancia en función de la concentración. Gráfica que a la vez sirve como curva de calibración para determinar _ concentraciones desconocidas. Cuando la gráfica resulta ser una _ recta, indica que la ley se cumple en este rango de concentraciones y a estas condiciones.

Por otra parte, uno de los aspectos más importantes de este tipo de determinaciones, es la elección de la longitud de onda apropiada con el fin de obtener buenos resultados. Esto se hace mediante lo que se conoce como curvas espectrales de absorción, en donde se grafica la absorbancia (ordenadas) contra la longitud de onda (abscisas), y será la longitud de onda más apropiada, aquella en donde se obtiene un máximo en la curva, esto debido a que en este punto la absorptividad, es independiente de la longitud de onda, con lo que se propicia una monocromaticidad aproximada. En el caso de utilizar aparatos que no permitan seleccionar un determinado valor de longitud de onda, se puede probar con diferentes filtros, seleccionando aquel en donde se obtenga máxima absorción.

Por otro lado, sucede con frecuencia que el reactivo usado para desarrollar color en la sustancia en estudio, absorbe a la misma longitud de onda que la sustancia problema, pero esta interferencia se atenúa con el empleo de un blanco, del cual hablaremos más adelante.

En el caso de que estén presentes varias sustancias, la selección de la longitud de onda, será de tal forma que no se interfieran, por ejemplo, en la gráfica (fig. 19), se puede observar que en λ_2 , es la zona de máxima absorción en que la especie (2) no interfiere en forma apreciable en la absorbancia total.

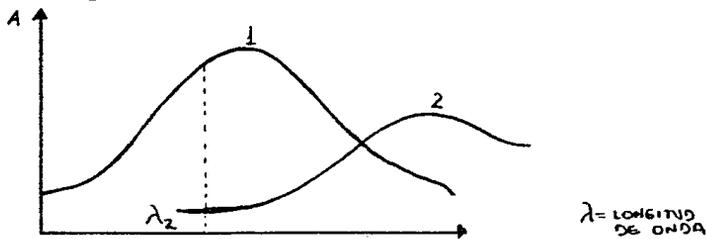


Fig. 19 Curva espectral de absorción

Respecto a la zona de trabajo de transmitancia, depende de la calidad del aparato utilizado, pero una recomendación práctica, indica que debe trabajarse en el rango de 10 y 80 %, o mejor aun, entre 20 y 60 %. Si el valor de la transmitancia cae fuera de estos límites, se recomienda diluir la solución, o bien utilizar una celda cuyo paso óptico sea menor.

Solución blanco.- Como se indicó con anterioridad, en una muestra determinada, pueden existir sustancias que interfieren en la absorbancia de la sustancia de interés, esto se elimina utilizando una solución blanco, también llamada prueba en blanco. Esta se prepara en forma idéntica a la muestra problema, pero sin añadir la sustancia que interesa cuantificar. Como normalmente la muestra es líquida, el blanco se prepara con un volumen igual de disolvente.

Con esta solución, se pone el aparato en 100 % de transmitancia, cada vez que se va a medir la absorbancia o transmitancia de la muestra. Desde luego que una prueba en blanco, no compensa a las impurezas presentes en la muestra original que absorben a la longitud de onda usada en la determinación de la sustancia de interés.

En este caso, la comparación se hace con un material que se asemeje al de la muestra en cuanto a su composición, pero con un contenido exactamente conocido del componente que se va a medir.

Curva de calibración.- Una determinación fotométrica, al igual que otras técnicas de análisis, no dan directamente la concentración de la especie en estudio, sino que ésta debe obtenerse mediante una curva de calibración, la cual es el resultado de graficar, en este caso, la absorbancia contra la concentración conoci-

da de soluciones que contienen los mismos componentes. Así cuando se determina la absorbancia de la solución problema, por interpolación en la gráfica obtenida, se conoce la concentración de ella.

Aparatos.- Como es lógico, existen diferentes marcas de aparatos para realizar determinaciones fotométricas, sin embargo, los componentes esenciales de éstos, son los que se muestran en la figura (20).

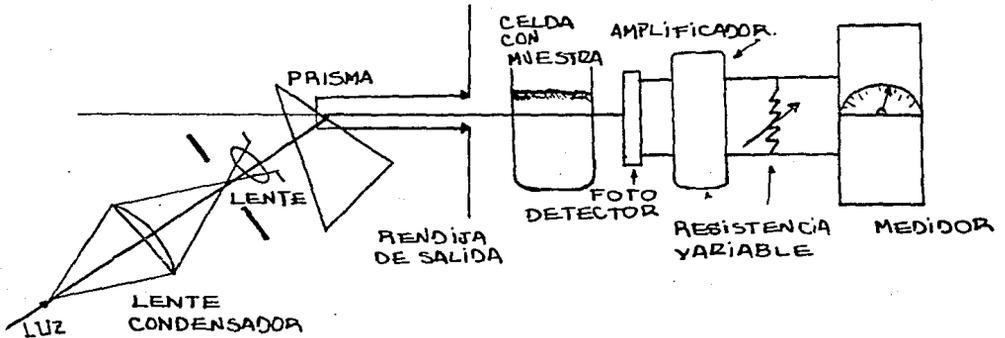


Fig. 20 Partes de un espectrofotómetro.

La luz proveniente de la fuente, es colimada para obtener un haz paralelo, pasando a un monocromador, prisma y rendijas en este caso, penetrando posteriormente a la celda que contiene a la muestra. El haz que sale de ésta, incide en un fotodetector, generando una señal eléctrica que se amplifica y es recibida por un medidor, cuya sensibilidad se controla por medio de una resistencia variable.

Respecto a los instrumentos utilizados en estas determinaciones consideramos importante, comentar brevemente acerca de uno de ellos, el cual es muy utilizado debido a su facilidad de manejo y hace de él un instrumento recomendable en operaciones de rutina.

Este aparato, es el Spectronic 20 y tiene la ventaja de produ-

cir un haz de luz casi monocromático, con lo que se obtienen resultados muy aceptables, también cuentan con un dispositivo que permite elegir fácilmente la longitud de onda deseada, evitando el problema de usar filtros que sólo corresponden a un rango amplio de longitudes de onda, además dan una lectura directa, tanto de la absorbancia como de la transmitancia.

El aparato que utilizaremos, opera con filtros, por lo que no será posible elegir con precisión la longitud de onda recomendada en la literatura, sino que utilizaremos el filtro que contenga el valor más cercano a esta longitud de onda.

Respecto a los usos que tienen este tipo de determinaciones son muy amplios, sólo por mencionar algunos citamos los siguientes: Determinación de la concentración de un componente en una solución, determinación de la composición de un complejo, determinación de la constante de equilibrio de un complejo, valoraciones fotométricas.

Modo de operar un espectrofotómetro.- Aunque la forma de operar estos aparatos, depende básicamente de la marca, a continuación indicamos el procedimiento general de operación.

- 1.- Estabilizar el aparato, conectándolo unos 15 minutos antes de usarlo.
- 2.- Encender el aparato.
- 3.- Ajustar el aparato; ponerlo a ($A = \infty$ ó $\%T = 0$).
- 4.- Calibrar el aparato con el blanco ($A = 0$).
- 5.- Seleccionar la longitud de onda y la temperatura de trabajo.
En su caso, seleccionar el filtro correspondiente.

CUESTIONARIO PREVIO A LA PRACTICA.

- 1.- ¿Qué se entiende por radiación electromagnética?
- 2.- ¿Qué se entiende por espectro visible?

- 3.- Citar algunas técnicas analíticas en que se utilice radiación electromagnética.
- 4.- ¿Cómo se define la transmitancia?.
- 5.- ¿Cómo se define la absorbancia?.
- 6.- ¿Cómo se define la absortividad molar?.
- 7.- ¿Qué establece la ley de Beer-Lambert?.
- 8.- ¿Cuándo deja de cumplirse esta ley?.
- 9.- ¿Cómo puede comprobarse experimentalmente si se cumple dicha ley?.
- 10.- ¿Cómo seleccionaría experimentalmente la longitud de onda óptima para un análisis espectrofotométrico?.
11. ¿Qué es una solución blanco?.
12. ¿Qué es una curva de calibración?.
13. Indicar el procedimiento general para operar un espectrofotómetro.

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

i) Reactivos, material y equipo.

Reactivos: Solución de nitrato férrico, tiocianato de potasio, ácido nítrico.

Material y equipo: colorímetro Corning 252, filtro y celdas para el colorímetro, 2 vasos de precipitados de 100 ml, 1 pipeta graduada de 10 ml, 5 matraces aforados de 100 ml, 5 tubos de ensayo.

ii) Técnica:

a) Conectar el aparato, mientras se preparan las soluciones necesarias.

Obtener 4 porciones de la solución patrón (Fe^{3+} , 10^{-3}M) de 5, 10, 15 y 20 ml. Obtener también 5 ml de la solución problema.

Verter éstas en matraces aforados de 100 ml y agregar en cada

uno de ellos, 25 ml de ácido nítrico 2M. Esto con el fin de obtener finalmente (en la celda de prueba) un pH que impida la formación de hidróxido de hierro III; para esto, es suficiente $\text{pH} = 3$.

Tomar 5 tubos de ensayo e introducir en ellos porciones iguales de 20 ml de tiocianato de potasio 3M, y agregar cada uno a los matraces, esto para asegurar la formación del complejo de hierro más substituido. Esta operación se hace simultáneamente, debido a que el color del tiocianato de hierro se desvanece con el tiempo, tanto en las soluciones patrón como en la problema.

Tan rápido como sea posible, pero sin perder exactitud en las operaciones, dilúyanse las soluciones hasta la capacidad de los matraces, con agua destilada (ver notas 1 y 2). Después de mezclar, pónganse muestras de cada solución en las celdas de prueba del colorímetro y procédase a medir los porcentajes de transmitancia o las absorbancias, esto tan rápido como sea posible.

NOTAS.

1.- Antes de efectuar la prueba, colocar el filtro seleccionado previamente, procurando que sea el que contenga el intervalo de longitud de onda más cercano a $480 \text{ m}\mu$, que es la longitud de onda de máxima absorbancia para el complejo formado.

2.- Antes de determinar el porcentaje de transmitancia o bien la absorbancia, el aparato debe calibrarse con la solución blanco, la cual será proporcionada por el profesor, y estará formada por agua destilada, ácido nítrico y tiocianato de potasio en la misma proporción en la que se encuentran en las otras celdas de prueba. Para calibrar, se introduce la muestra blanco en el orificio correspondiente y se coloca la aguja indicadora del colorímetro por medio del botón correspondiente en la posición de 100 %T.

Esto debe hacerse cada vez que se vaya a efectuar una medición.

Con los valores obtenidos de las soluciones estándar, trazar la curva de calibración (absorbancia contra concentración que se tiene de fierro en cada celda).

b) La misma cantidad de solución utilizada en los casos anteriores, se utilizará de solución problema en su medición.

Recordar que la solución problema, estará constituida por los mismos componentes que las soluciones estándar, y aproximadamente en las mismas concentraciones de ácido y tiocianato.

iii) Reporte de resultados.

- 1.- Las muestras analizadas, ¿cumplen con la ley de Beer-Lambert?.
- 2.- Reportar los cálculos necesarios en cada caso.
- 3.- Reportar la curva de calibración.
- 4.- Reportar la concentración deducida de la curva de calibración para la muestra problema.
- 5.- ¿Cuál es la concentración que se tiene en la muestra original?
- 6.- Citar algunas diferencias de este tipo de técnicas con las convencionales de análisis (gravimetría y volumetría).
- 7.- Indicar las conclusiones respecto al experimento.

BIBLIOGRAFIA.

1.- Química Analítica Cuantitativa

H.A. Flaschka y A.J. Barnard

8a. impresión , vol I y II

C.E.C.S.A.

2.- Análisis Químico Cuantitativo

Gilbert H. Ayres

2a. edición

Harper & Row Latinoamericana

3.- Métodos Intrumentales de Análisis

Robert H. Willard

5a. impresión- 1972

C.E.C.S.A.

4.- Química General Experimental

George G. Hess

1a. edición

Compañía Editorial Latinoamericana

5.- Fundamentos de Química Analítica

Douglas A. Skoog

Donald N. West

vol II

Editorial Reverté

6.- Manual de operación del colorímetro Corning 252

PRACTICA No. 10

DETERMINACION DE LA CORROSION EN ACERO Y COBRE POR PRODUCTOS DERIVADOS DEL PETROLEO.

OBJETIVOS.

Revisar algunos conceptos relacionados con el fenómeno de corrosión
Aplicar una técnica sencilla para evaluar la corrosión de un metal.
Evaluar la importancia que representa la corrosión en la industria en general.

PARTE TEORICA.

Las enormes pérdidas de metales producidas por corrosión, y los gastos que implica la restitución de éstos y su protección contra la corrosión, se expresan en cantidades astronómicas, de ahí la importancia que reviste revisar los aspectos más sobresalientes al respecto.

Algunas de las pérdidas económicas debidas a la corrosión, son las siguientes:

Directas: reposición de estructuras, mantenimiento de estructuras, tratamiento contra la corrosión.

Indirectas: interrupciones debidas a fallas de equipo, pérdidas del producto al localizarse alguna avería, pérdidas en el rendimiento debido a la acumulación de productos de corrosión, contaminación de productos.

Revisaremos someramente, en que consiste el fenómeno de corrosión, como prevenirlo en algunos casos y lo más importante en nuestro caso, describir y aplicar una técnica sencilla para determinar el grado de corrosión de un metal.

En general la palabra corrosión, se entiende como el ataque destructivo de un metal por reacción química o electroquímica con el medio ambiente, el deterioro por causas físicas, no es llamada co -

rosión, sino erosión odesgaste, Nótese que el término corrosión, es exclusivo para partes metálicas.

Según la primitiva teoría de corrosión, el agua y el aire solos no producen corrosión y se consideraba necesaria la presencia de un ácido. Sin embargo, los experimentos realizados por W.R. Whitney, sugirieron una interpretación diferente. El realizó experimentos en ausencia de ácidos, y obtuvo el mismo resultado; de lo que concluyó que el proceso, era la mayoría de las veces de naturaleza electroquímica.

Así la corrosión resulta de la exposición de metales distintos en contacto unos con otros, o de un mismo metal con zonas macro o microscópicas distintas en composición o estructura. Los elementos distintos, forman electrodos en corto circuito (unión de dos electrodos por medio de un alambre de baja resistencia), el medio corrosivo, es el medio ambiente, esto trae como consecuencia la disolución del electrodo que actúa como ánodo, mientras que el otro no se ataca. Esto como se verá posteriormente es uno de los principios para prevenir la corrosión.

La unión de dos metales diferentes, el menos noble o ánodo, se disuelve y el más noble o cátodo permanece inatacado. Todos los metales comunes, pueden colocarse en orden decreciente de su nobleza de modo que cada uno "ataca" a los siguientes, esta lista se conoce como serie electromotriz, la cual revisaremos más adelante.

El proceso de corrosión, puede compararse al proceso que se lleva a cabo en una celda que produce energía eléctrica, hecha de un electrodo de carbón (conductor inerte) en el centro, separado por un electrolito (medio corrosivo), el cual consiste esencialmente de una solución de cloruro de amonio y como segundo electrodo, un

recipiente de zinc. Esto se muestra en la figura (21)

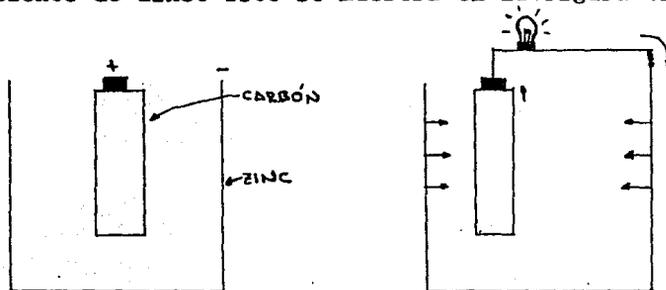


Fig. 21 Celda seca

Un bulbo incandescente luminoso, conectado a ambos electrodos, brilla continuamente, la energía eléctrica, es suministrada por reacción Química en ambos electrodos. En el electrodo de carbón (polo positivo), ocurre la reacción de reducción, y en el electrodo de zinc (polo negativo), ocurre la oxidación, el zinc metálico es convertido en ion zinc hidratado, representado normalmente Zn^{++} .

Si el flujo de electricidad es grande a través de la celda, la cantidad de zinc que se corroe, también es grande. La relación es cuantificada por las leyes de Faraday.

$$\text{Peso de metal reaccionado} = K I t$$

Donde: (I) es la intensidad de corriente en amperes, y el valor de (K), en el caso del zinc es 3.39×10^{-4} g/coulomb

Un corto circuito en la celda, con un conector de baja resistencia, el recipiente de zinc se perfora por corrosión en unas horas solamente; pero cuando la celda permanece desconectada (circuito abierto), el zinc permanece intacto por años.

El consumo lento del zinc que ocurre en el circuito abierto, es debido a las impurezas sobre su superficie, éstas tienen el mismo

papel que en el caso de carbón , permitir el flujo de electricidad acompañado de la corrosión del zinc. La corriente de esta clase, es llamada corriente de acción local y la correspondiente celda _ celda de acción local.

La corriente de acción local, no produce energía útil. Este fenómeno se representa en la figura (22).

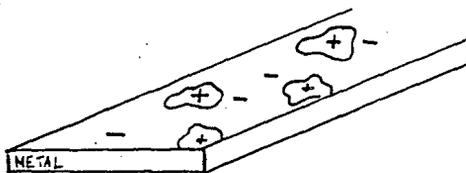


Fig. 22 Superficie metálica mostrando esquemáticamente una celda de acción local.

Si el metal permanece seco, la corriente de acción local y la corrosión no se observan, pero si es expuesto al agua o solución acuosa de sales, ácido o álcalis, la celda de acción local es capaz de funcionar y es acompañada por la conversión química del metal.

Definición de ánodo y cátodo.- Una combinación de dos conductores eléctricos (electrodos), sumergidos en un electrolito, es llamada una celda galvánica. Una celda galvánica, convierte energía química en eléctrica.

En una celda, un corto circuito, la corriente positiva fluye a través del conductor metálico, desde el electrodo positivo al negativo. Esta dirección de corriente sigue una convención arbitraria.

En celdas galvánicas, el cátodo es el polo positivo y el ánodo el negativo. Sin embargo, cuando la corriente es suministrada a _

la celda de un generador o una batería externa, por ejemplo, una electrodeposición, la reducción ocurre en el electrodo conectado al polo negativo de la fuente de corriente externa, este electrodo consecuentemente es el cátodo. Similarmente, el electrodo conectado al polo positivo del generador, es el ánodo.

En forma general, el ánodo es el electrodo en donde ocurre la oxidación y el cátodo donde ocurre la reducción.

Tipos de corrosión.-- Esta clasificación, es respecto a la apariencia o alteración de las propiedades físicas.

- 1.- **Ataque uniforme:** en este caso, la velocidad de ataque es uniforme.
- 2.- **Corrosión intergranular:** esta es de tipo localizado de ataque en la unión de un metal, produciendo pérdida de la resistencia y ductibilidad.
- 3.- **Pitting:** este es un tipo localizado, la velocidad de corrosión es grande en algunas áreas y pequeña en otras; esto sucede por ejemplo en condensadores.
- 4.- **Cracking:** esto sucede cuando un metal es agrietado, cuando está sujeto a tensión o esfuerzo en un medio corrosivo, ésta se debe a la fatiga del metal. En ausencia del medio corrosivo, también se corroe, pero en menor grado.

Serie Electromotriz.-- Esta representa la tendencia o potencial de las reacciones enlistadas a reducirse, y cuanto más negativo es el potencial de reducción del metal, más grande es la tendencia a corroerse.

El potencial, se determina por el potencial de equilibrio de un metal en contacto con sus iones a la concentración equivalente a la actividad de uno.

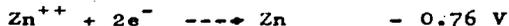
A continuación, se muestran algunos elementos de la serie electromotriz, en ésta, quedan colocados en orden decreciente de su nobleza, de modo que cada uno "ataca" a los siguientes.

Pt, Au, Hg, Ag, Cu, Pb, Sn, Ni, Cd, Fe, Cr, Zn, Al, Mg.

Así, el cobre es catódico y atacará al Pb, Sn, Ni, Cd, Fe, Cr, Zn Al y Mg.

Sin embargo a ciertas condiciones puede invertirse el ataque esto debido por ejemplo a impurezas en el metal.

En esta serie, el zinc, es más negativo que el cobre, por lo que tiene gran tendencia a ionizarse.



Así, si una varilla de zinc es puesta en una solución de CuSO_4 , habrá una gran tendencia del cobre a existir en solución, y algunos de los iones cobre serán descargados consumiendo los electrones cuando son formados los iones zinc. Este tipo de reacción, puede expresarse en dos partes, puesto que ocurren ambos eventos.



Pasividad.- Se llama pasividad al proceso en que se forman capas protectoras sobre los metales. Estas se forman por la acción del medio. La resistencia de los metales a la corrosión en diferentes medios, depende en gran parte de las propiedades de esta película

Este fenómeno, se presenta espontáneamente en algunos metales, no obstante puede provocarse en algunos casos.

Protección de los metales contra la corrosión.- Todos los metales excepto los del grupo de los metales nobles, se atacan por el oxígeno del aire, formándose sobre su superficie una película de óxido. Las propiedades de ésta, son un factor importante contra la corrosión.

También puede prevenirse la corrosión de algunos metales, agregando a ellos pequeñas cantidades de otros elementos metálicos.

Puede también pintarse o galvanizarse su superficie, con el mismo fin, o reduciendo la humedad del medio ambiente, cuando sea posible.

No obstante, los métodos más usuales, consisten en proteger a algunos elementos, tales como estructuras, calderas, etc. con un metal. Se les une este metal adicional, que es más anódico que el sistema por proteger, previniendo así la destrucción por corrosión. Este método recibe el nombre de protección catódica por ánodos de sacrificio. Un esquema sencillo al respecto se muestra en la figura (23).

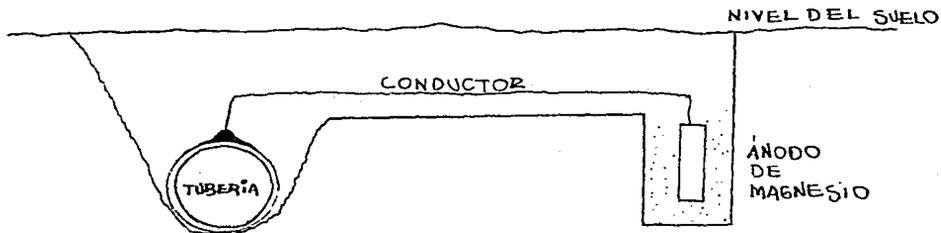


Fig. 23 Protección por ánodos de sacrificio.

Ensayos de corrosión.- Se han ideado muchos métodos para ensayar la resistencia de los materiales a la corrosión, pero ninguno se ha aceptado como ensayo aplicable a todos los casos.

El método que se expone a continuación, es así un caso específico, no obstante, hay pocas diferencias para otros casos.

CUESTIONARIO PREVIO A LA PRACTICA.

1.- ¿Cómo se define la corrosión?.

- 2.- Investigar algunas sustancias que propicien la corrosión.
- 3.- Investigar algunos de los productos que se forman durante el proceso de corrosión.
- 4.- ¿Cómo puede saberse, cuando un metal será más atacado que otro?
- 5.- ¿A qué se llama pasividad?
- 6.- Investigar algunos métodos para proteger equipo industrial contra la corrosión.
- 7.- ¿Por qué se ha llamado ánodo de sacrificio a un metal que se utiliza como protección de otro?
- 8.- Investigar algunos factores que influyen en la velocidad de corrosión.

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

i) Reactivos, material y equipo.

Reactivos: 1 lámina de cobre y otra de acero, nafta de petróleo, y aceite de prueba.

Material y equipo: balanza analítica, papel lija grano 320, algodón, pinza para crisol, desecador, vaso de precipitados de 400 ml, 1 pipeta graduada de 10 ml, agitador de vidrio y 1 vidrio de reloj, hilo de plástico.

ii) Técnica:

a) El acero o cobre, se lija suavemente con el papel lija, cuidando de eliminar por completo todos los puntos de óxido o coloraciones que puedan existir sobre la superficie. Después de lijado, se limpian con algodón y se desengrasan con nafta del petróleo.

Los cuerpos del metal así preparados, se pesan cuidadosamente (con precisión de hasta 0.0001 g), teniendo cuidado de tomarlo con una pinza.

Después de pesarse, se coloca dentro de un desecador con el fin de que se estabilice. Los cuerpos así preparados, deberán utili-

zarse en el mismo día de su preparación.

b) Preparación del aceite por probar.- En un vaso de precipitados de 400 ml, se colocan 99 ml de aceite de prueba y dos mililitros de agua destilada, esta mezcla, se homogeniza de ser posible a 200 rpm, utilizando un agitador de vidrio.

c) Método.- Los metales preparados, se colocan dentro de la mezcla homogénea de aceite-agua, teniendo cuidado de tomarlos con pinza y que lo que va a sostener el metal de prueba sea inerte.

El vaso de precipitados con la mezcla y los metales, se tapa con un vidrio de reloj y se deja por una semana, después de lo cual se sacan los metales, se secan cuidadosamente y se pesan, determinando así las pérdidas de peso, por unidad de tiempo.

Pueden hacerse varios sistemas como el anterior, e irse sacando en 2 semanas, el siguiente en 3, etc. con lo que se obtienen mejores resultados.

iii) Reporte de resultados.

- 1.- ¿Qué cambios se observan en el metal después de la prueba?.
- 2.- ¿Como puede acelerarse el proceso de corrosión con el fin de minimizar el tiempo de prueba?.
- 3.- Para que los resultados sean confiables, ¿en qué condiciones deberán hacerse las pruebas?.
- 4.- Reportar resultados.
- 5.- ¿Por qué es importante conocer la velocidad con que se corroe un material?.
- 6.- Exponga sus conclusiones acerca del experimento.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Elementos de Ing. Química
Angel Vian
5a. ed. 1976
Editorial Aguilar
- 2.- Corrosion and corrosion control
An introduction to corrosion science and engineering
2a. ed. 1971
Herbert H. Uhlig
- 3.- Defectos y fallos de los metales, su origen y eliminación.
E.P. Polvshkin
1970
Paraninfo, Madrid, España
- 4.- Corrosion Engineering
Fontana and Greene
Mc Graw Hill
- 5.- Principles of corrosion y protection
1968
Stewart
Mc Millan & Coltd. London
- 6.- Norma DGN-L-28-1968
Dirección General de Normas (México).

Capítulo IV.

DISCUSION AL PROGRAMA TEORICO-PRACTICO DE LA MATERIA.

a) Programa teórico.- Se ha observado que los alumnos que ingresan a este plantel y en general a varias escuelas de este nivel educativo, tienen una formación intelectual y académica deficiente, y que por ello, no cuentan con las bases suficientes para asimilar técnicas más elaboradas y que sólo se hacen viables a nivel Licenciatura o más aun.

Por otra parte, debido al rápido desarrollo de la tecnología y por esto a la acelerada introducción de métodos cada vez más precisos en lo que respecta a pruebas de laboratorio, principalmente en la industria petrolera, si sería prudente, modificar el programa en algunos puntos, según las necesidades observables .

Así pues, considerando el nivel académico para el cual está elaborado dicho programa y por el papel que jugará este tipo de técnico en la industria, en donde ordinariamente desarrollará actividades de apoyo, trabajando bajo la coordinación de profesionistas de nivel Licenciatura o mayor, consideramos que es un programa que se apega a la mayoría de los objetivos que se persiguen, pues no se justifica estudiar técnicas para las cuales se requieren conocimientos de más nivel académico.

También se observa que este programa contempla los aspectos más sobresalientes, por lo que a la Industria Petrolera respecta, de esta forma, se cubren los aspectos básicos con que este técnico debe contar.

Sin embargo, cabe recordar que este programa original ha sido modificado debido a las necesidades actuales, como ya se indicó con anterioridad.

b) Programa práctico.- Con lo que respecta a éste, no estamos en posibilidades de discutirlo, ya que oficialmente no existe y más bien, cada plantel debe proponerlo a través de la academia correspondiente que existe en cada plantel.

Capítulo V.

POSIBLES MEJORAS A IMPLEMENTAR PARA EL FUTURO DESARROLLO DE LA MATERIA.

Como medida principal para el mejoramiento en el desarrollo del programa teórico-práctico correspondiente a la asignatura; pruebas de laboratorio, y en general a la mejor preparación de los técnicos que ahora nos ocupan, consideramos conveniente en primer lugar, reestructurar el juego de prácticas en asignaturas del área química que anteceden a la presente, pues en el presente trabajo, se han propuesto prácticas muy elementales y generales que ya debieron haberse realizado en semestres anteriores.

Desde luego que esta reestructuración, debe darse cuanto antes, pero por otra parte, estamos conscientes que sólo se pueden dar cuando se cuente con el equipo, material y reactivos mínimos necesarios que para tal fin se requieren.

Posteriormente, proponemos una serie de prácticas que se adaptan al programa teórico vigente, pero antes, hacemos un paréntesis para indicar que en lo posible, debe hacerse un estudio de las necesidades reales respecto a pruebas de laboratorio en el campo de trabajo, y que en función de esto, se replantee el programa teórico correspondiente, si así se juzga conveniente

Las prácticas que proponemos para un futuro y según el programa vigente, son las siguientes, pudiéndose elegir algunas de

ellas, pues actualmente, se autoriza realizar seis prácticas a lo largo del semestre.

- 1.- Determinación de densidades por medio de areómetros (API, Baumé, sacarímetros, etc.).
- 2.- Determinación de la temperatura de inflamación e ignición para productos derivados del petróleo.
- 3.- Determinación de agua y sedimentos por el método de centrifugación (o como práctica alternativa, puede realizarse; determinación del contenido de agua por el método de destilación, prueba D-95-58, editado por la A.S.T.M. - 1958).
- 4.- Determinación de la viscosidad Sayboldt.
- 5.- Determinación de la presión de vapor.
- 6.- Determinación de azufre y sal en derivados del petróleo.
- 7.- Pruebas de penetrabilidad. (este tema, no se incluye en el programa, pero se incluye debido a la importancia que tiene en varios productos derivados del petróleo, además, para aprovechar los penetrómetros con que se cuenta en el plantel.
- 8.- Determinación de la corrosión de un metal.

Naturalmente que para efectuar estas prácticas, se requiere del equipo necesario, y que actualmente no se cuenta con algunos de ellos, por lo que será solicitado en el caso de ser aprobado el juego de prácticas propuesto; ya sea la totalidad de éstas o algunas de ellas.

Capítulo VI. CONCLUSIONES.

Durante el desarrollo del presente trabajo, pudimos constatar la importancia que tiene el trabajo experimental en química y áreas afines, así como lo importante que resulta trabajar con sumo cuidado al llevar a cabo éste, para evitar en lo posible los errores inherentes y obtener de este modo resultados más confiables.

Trabajar también ordenadamente, de tal forma de evitar los accidentes de laboratorio y procurando dar un cuidado especial al equipo de laboratorio.

Por otra parte, pensamos que con el presente programa de prácticas, se cubren, por el momento, los conocimientos y técnicas más elementales que debe tener un profesionista técnico de ésta área, y que hasta el momento no se han cubierto en cursos anteriores.

También es preciso destacar, que se procuró no ahondar en conceptos teóricos, como se haría en otro nivel académico, sino que se hizo hincapié en lo referente a cuestiones prácticas por las que se canalizará al estudiante hacia los objetivos de un plan de estudios de esta índole.

Respecto a los anexos, abordamos someramente, lo referente a tratamiento de datos experimentales, esto a nivel ilustrativo solamente, pues se considera que normalmente no se cuenta con tiempo suficiente para efectuar un mínimo de veces un experimento para que sea posible llevar esto a la práctica, pero hacer notar al estudiante, que este tratamiento es importante en la práctica y que debe hacerse, cuando así se requiere siempre que se cuente con datos suficientes.

Así mismo, consideramos que no está por demás, indicar las normas elementales de seguridad en el laboratorio que deben seguirse

normas que ya se han indicado al alumno, desde los primeros semestres en esta Institución.

Para finalizar, es de suma importancia señalar, que estamos _
conscientes de que este trabajo, no queda ahora concluido, sino _
que en la medida de nuestras posibilidades, se afinará y actualizará su contenido, adaptándolo a nuestras necesidades, con el fin de que sean de utilidad a generaciones posteriores.

Capítulo VII.- APENDICES.

A) Tratamiento de datos experimentales.

La mayoría de las veces, al efectuar un experimento, es necesario hacer varias medidas para una misma determinación. Cuando se repite la medición de una misma magnitud, aun cuando se haga en las mismas condiciones experimentales, los resultados son diferentes, estas diferencias pueden ser grandes o pequeñas, pero siempre están presentes. Mientras más pequeña sea la diferencia entre varias medidas, se dice que las medidas son más precisas.

Es relevante considerar que una medición precisa, no necesariamente es exacta; estos son dos parámetros de gran importancia tratándose de mediciones y por consiguiente se discutirán en seguida.

Exactitud.- La exactitud se refiere a la concordancia entre la medición y el valor verdadero; mientras más cercanos sean estos valores, mayor será la exactitud.

Hay que considerar que al hacer mención de un valor verdadero, realmente, éste es un concepto ideal, pues generalmente no se conoce, por esta razón, se substituye por el valor más "probable".

Precisión.- La precisión se relaciona con la diferencia entre los valores que se obtienen cuando la misma medición se repite varias veces. Para una serie de mediciones del mismo tipo, la precisión será mayor, cuanto menor sea la diferencia entre ambas. En otras palabras, la precisión será mayor, cuanto más cercanos sean los valores de las mediciones.

Una forma de expresar la precisión en forma cuantitativa, es considerando la magnitud de la incertidumbre de la cifra incierta así, si se registra una temperatura como 20 ± 0.02 , el valor 0.02

es una medida de la precisión, la cual está en función de la mínima división del aparato (resolución).

La precisión que se puede obtener en una serie de mediciones, depende de que tan sensible sea el aparato de medición y el valor de la magnitud que se mide.

Puede decirse, que la precisión expresa la reproductibilidad de una medida, ésta a su vez se expresa por su desviación (D), que es el valor absoluto de la diferencia entre un valor medido (O) y la media aritmética de todas las medidas (M).

La media aritmética de la desviación, puede utilizarse para expresar la precisión de la serie de medidas. En la siguiente tabla, se ilustra lo anterior con un ejemplo.

	Valor observado	Desviación
	102	1
	101	0
	100	1
	99	1
	<u>103</u>	<u>2</u>
Media	101	1

La desviación calculada en el ejemplo, es la desviación absoluta, pero de mayor significado práctico, es la desviación relativa, ésta es igual al cociente entre (D) y (M), y la desviación relativa en por ciento que es igual al valor de ésta última, multiplicada por cien. En el ejemplo anterior, la desviación relativa es $(1/101)$, y la desviación relativa en por ciento es 0.99%.

Los requerimientos en análisis químico cuantitativo, es que este último valor sea pequeño, normalmente menor a la unidad.

Rechazo de resultados.- Cuando se efectúa una serie de medidas, suele suceder que uno de los valores difiera mucho de los demás, y en

tal caso, no se sabe si éste es válido o no. Si se conoce la causa de esta desviación, el resultado debe rechazarse; cuando se desconoce la causa, puede utilizarse la siguiente regla (cuando se tienen 4 datos o más).

Se prescinde provisionalmente del valor anormal y con los valores restantes, se calcula la media. Si esta desviación, es mayor de cuatro veces la desviación del valor en cuestión (respecto a la media de los otros valores), deberá rechazarse, en caso contrario, aceptarse. A continuación se ilustra esto con un ejemplo.

	Valor observado	Desviación
Rechazado provisionalmente	<u>719</u>	<u>5</u>
	714	0
	712	2
	715	1
	<u>715</u>	<u>1</u>
Media = 714		Desviación media = 1

La desviación (5) del valor anormal, es mayor de cuatro veces la desviación de los otros cuatro valores (1), por lo que el valor 719, debe rechazarse.

Errores.- En los procedimientos experimentales y en los cálculos subsecuentes, se presentan factores que disminuyen la exactitud, y éstos son conocidos como errores.

Los errores se pueden clasificar en dos grupos; errores determinados (sistemáticos) y errores indeterminados (al azar), los determinados, son aquellos cuya magnitud puede ser determinada, lo que no sucede con los indeterminados.

Los errores determinados, pueden corregirse, esto no es posible para los indeterminados, sin embargo su efecto, puede ser re-

ducido poniendo especial atención en los detalles experimentales.

La magnitud de un error determinado, es una medida de la exactitud y puede tomarse como la diferencia entre un valor individual o promedio y el valor verdadero.

Los errores indeterminados, están relacionados con la precisión y están presentes independientemente de la presencia o ausencia de errores determinados y su consideración, no requiere de conocer el valor verdadero, ya que el tratamiento de éstos, se hace mediante métodos estadísticos.

Los errores determinados, pueden evaluarse según las siguientes expresiones.

a) Para un solo dato.

Error absoluto (E), es la diferencia entre el valor medido (X_m) y el valor verdadero (X_v).

$$E = |X_m - X_v|$$

El error relativo se obtiene al dividir el error absoluto, entre el valor verdadero.

$$E_{rel.} = |(X_m - X_v)| / X_v$$

Si este último error, se multiplica por cien, se obtiene el error relativo porcentual, el cual es de mayor utilidad.

b) Para varios datos.

En el caso que se tengan una serie de valores, rigen las mismas ecuaciones, pero su evaluación difiere un poco.

El error absoluto, se calcula de la siguiente forma. En base al valor verdadero o más probable, se determina el error para cada valor.

Con estos valores, se calcula la media aritmética entre ellos,

y este valor, es el error absoluto para todos los valores, y es el valor que más se aproxima al real.

El error relativo, se obtiene dividiendo el error absoluto entre el valor verdadero. Si este valor, se multiplica por cien, se obtiene el error relativo porcentual.

Antes de estudiar el tratamiento de los errores indeterminados, revisaremos brevemente, en que consisten los errores determinados y como pueden evitarse.

Errores determinados.- Los de mayor importancia son: errores personales, errores instrumentales y errores de método.

1.- Errores personales (operativos).- Este tipo de errores está relacionado con el operador, depende de la capacidad de observación de éste.

Es posible eliminarlos, comparando los datos obtenidos por varios operadores.

2.- Errores instrumentales.- Estos, están relacionados con la calibración del instrumento o un ajuste defectuoso de éste. Estos errores pueden eliminarse o al menos reducirse si se emplean instrumentos bien calibrados.

3.- Errores de método.- Estos, se cometen al no considerar con detalle todos aquellos factores que pueden influir en el momento de realizar el experimento o los cálculos.

Como detectar errores determinados (pruebas en blanco).- Muchas veces es posible eliminar o al menos disminuir los errores determinados por medio de una prueba en blanco, y esta consiste en llevar a cabo el proceso experimental sin incluir la muestra problema, en el caso de una solución, usando un volumen igual de disolvente.

Es frecuente pensar que una prueba en blanco, es un remedio para los errores de método, lo cual es incorrecto, debido a que ésta, no elimina los factores que influyen en este tipo de errores, como son: no considerar el volumen del titulante que reacciona con el indicador, no elegir adecuadamente el indicador, no considerar la solubilidad de un precipitado, por muy baja que ésta sea a la hora que se lava éste, impurezas de reactivos, etc.

Errores indeterminados.--Estos son llamados también errores accidentales, se manifiestan por la diferencia en las lecturas sucesivas de una magnitud, hechas por el mismo operador y bajo las mismas condiciones, y están presentes aun cuando se trabaje con mucho cuidado. Como se mencionó anteriormente, estos pueden reducirse, tomando todos los cuidados al realizar el experimento, trabajando en las condiciones más favorables o efectuando un número grande de medidas y utilizando métodos estadísticos.

CONSIDERACIONES ESTADÍSTICAS.- Antes de considerar el tratamiento estadístico de los datos, revisaremos brevemente lo relativo a un muestreo.

Muestreo.- Dentro del análisis químico el muestreo constituye una operación de gran importancia, pues si no se efectúa satisfactoriamente, la calidad del análisis se ve mermada, puesto que al efectuar un análisis determinado, los resultados obtenidos deben corresponder a la cantidad total y no sólo a la muestra usada en el análisis. Es decir, la muestra debe representar fielmente la composición del conjunto.

Cualquier procedimiento de muestreo, requiere de una normalización y unificación de detalles, así como de técnicas especiales,

dependiendo de las características del material en estudio.

En este trabajo, sólo estudiaremos el procedimiento para el caso de sólidos, y éste consta de tres operaciones básicamente.

a) Recolección de la muestra en forma bruta.- Esto se hace tomando un gran número de porciones, de manera sistemática y de diversos puntos para posteriormente mezclarse.

b) Reducción del tamaño de la muestra. Si es necesario, moliendo mecánicamente (ésta se llama muestra representativa).

c) Preparación de la muestra para el análisis.- Los resultados pueden referirse en base seca, en el caso de que la muestra haya sido sometida a un secado previo o en base húmeda, en caso de que la muestra sea utilizada tal como estaba originalmente, determinando posteriormente la humedad.

Una vez obtenida la mezcla representativa, debe guardarse en recipientes cerrados y etiquetados para evitar cualquier contaminación y posibles confusiones con otras muestras.

Una vez que hemos revisado lo referente al muestreo, definiremos algunos conceptos que se utilizan en el tratamiento estadístico de los datos.

Media (\bar{X}).- Cuando es difícil decidir si uno de los valores observados o una serie de ellos, es más confiable que otro, esto es, si todos los valores son similares, es común utilizar la media, también llamada promedio aritmético.

La media se define como el cociente entre la suma de valores medidos (X_m) de una misma cantidad, y el número de mediciones (N). Este valor, es el que más se aproxima al real, aunque a veces esto es engañoso, como sucedería en el caso de que el aparato estuviese mal calibrado.

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + \dots}{N} = \frac{1}{N} \sum_{m=1}^N X_m$$

Varianza (V_x).- Esta es una medida de la dispersión de los datos y tiene la ventaja de ser aditiva.

La varianza se determina por medio de la siguiente expresión.

$$V_x = \frac{\sum_{m=1}^N (X_m - \bar{X})^2}{N - 1} = \frac{\sum_{m=1}^N d_m^2}{N - 1}$$

En donde: \bar{X} = media

$$d_m = X_m - \bar{X}$$

X = cada medición

La varianza es pues, la suma de los cuadrados de las desviaciones de cada número, dividido por el número de mediciones, menos uno.

Desviación normal (S).- En el caso de experimentos realizados en química, la desviación normal es de interés. Esta se obtiene al extraer la raíz cuadrada a la varianza. La ventaja de esta nueva variable, radica en que el valor numérico, tendrá las mismas unidades que los datos.

$$S = \sqrt{V_x}$$

Es de interés considerar, que esta desviación normal, es en realidad una estimación de la desviación normal "verdadera" (\bar{V}), pues para determinar esta última, es necesario un número infinito de valores.

Como quiera que sea, constituye una variable que indica que tanto se encuentra alejado nuestro valor del valor verdadero o más probable y que puede utilizarse para determinar que tan confiable, es un valor determinado.

Ejemplo de cálculo.

Para los valores dados a continuación, evaluar la media, varianza y desviación media. 4,4,3,4,5,3,3,4,3,5.

$$\text{Media: } \bar{X} = \frac{4+4+3+4+5+3+3+4+3+5}{10} = 3.8$$

Varianza:

$$V_x = \frac{(4-3.8)^2 + (4-3.8)^2 + (3-3.8)^2 + (4-3.8)^2 + (5-3.8)^2 + (3-3.8)^2 + (3-3.8)^2 + (4-3.8)^2 + (3-3.8)^2 + (5-3.8)^2}{10-1} = 0.62$$

Desviación media: $S = \sqrt{0.62} = 0.78$

Límites de confiabilidad.

Curva normal de distribución.- Cuando una medición se repite varias veces, éstas se pueden agrupar en intervalos pequeños y el número de valores de cada grupo (frecuencia) se grafica en función del valor del grupo, para obtener un histograma, figura (24). El límite de clase, indica las fronteras de una clase, las cuales se eligen arbitrariamente.

Límites de clase	Frecuencia
109.5 - 119.5	1
119.5 - 129.5	4
129.5 - 139.5	17
139.5 - 149.5	28
149.5 - 159.5	25
159.5 - 169.5	18
169.5 - 179.5	13
179.5 - 189.5	6
189.5 - 199.5	5
199.5 - 209.5	2
209.5 - 219.5	1

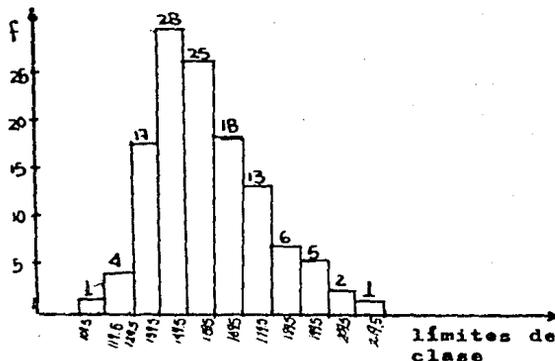


Fig. 24 Histograma.

Si el número de mediciones es infinito, se obtiene una curva como la mostrada en la figura (25)

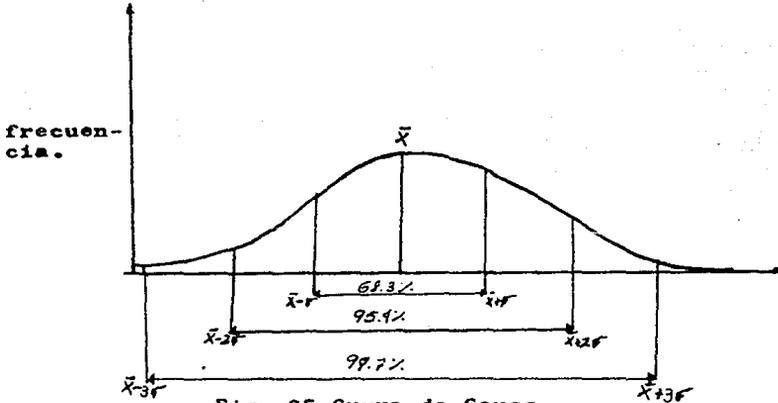


Fig. 25 Curva de Gauss

Esta curva, se conoce como curva normal de distribución o curva de Gauss.

Características de la curva de Gauss:

- 1.- La curva es simétrica.
- 2.- Es igualmente probable una desviación positiva que negativa.
- 3.- Las desviaciones pequeñas son más frecuentes.
- 4.- La curva tiene dos puntos de inflexión. La distancia entre cualesquiera de estos puntos y el promedio, se llama desviación normal "verdadera" (σ).

En una distribución normal:

- a) 68.3 % de los valores caen en el intervalo: $\bar{X} \pm \sigma$
- b) 95.4 % en : $\bar{X} \pm 2\sigma$
- c) 99.7 % en : $\bar{X} \pm 3\sigma$

Y mientras más bajo sea el valor de la desviación normal, mayor será la precisión.

Límites de confiabilidad.

En los laboratorios industriales, donde se analiza alguna materia prima o un producto durante un largo período, es necesario saber si el material está o no dentro de las normas de calidad. Este puede determinarse ya sea por gráficas que se han construido con

un número muy grande de estas determinaciones o realizando los cálculos para cada serie de pruebas. El primer método, no se discutirá debido a que se requieren bases más completas, las cuales no pertenecen a nuestros objetivos, el segundo caso, lo revisamos a continuación.

El intervalo de confiabilidad se encuentra comprendido entre los siguientes valores: $(\bar{X} - \sqrt{S})$ y $(\bar{X} + \sqrt{S})$, donde (\sqrt{S}) es la desviación normal verdadera.

La probabilidad de que los valores caigan dentro de este intervalo, corresponde a 68.3, como se indicó con anterioridad.

Cuando se dispone de un número reducido de mediciones, la magnitud de la desviación normal (S), depende del número de determinaciones, y por lo tanto, el intervalo de confiabilidad depende también de dicho número.

Para (N) mediciones, el intervalo de confiabilidad se determina como $\bar{X} \pm tS$. (t) se encuentra tabulado en textos de estadística, a continuación se tabulan algunos de ellos.

Tabla No. 2 Valores de t

	No. de valores de (N)											
	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	15	∞
t _{95%}	12.11	4.30	3.18	2.78	2.57	2.45	2.36	2.31	2.26	2.23	2.14	1.96
t _{99%}	63.66	9.92	5.84	4.60	4.03	3.71	3.50	3.36	3.25	3.17	2.99	2.58

Ejemplo: Un mismo operador, realiza 5 titulaciones con cinco muestras iguales, el volumen promedio utilizado, es de 11.52 ml y la desviación normal calculada es de 0.05 ml. Determinar los límites de confianza al 95%

$N = 5$

$S = 0.05 \text{ ml}$

$t = 2.78$

$\bar{X} \pm tS = 11.52 \pm (0.05)(2.78) = 11.52 \pm 0.14 \text{ ml}$

De aquí se concluye que si se llevan a cabo 100 determinaciones, 95 resultados tendrían que quedar entre $11.52 + 0.14$ ml y $11.52 - 0.14$ ml.

O que los valores que caen dentro de estos límites, están dentro de especificación según el porcentaje pedido.

MÉTODOS DE REPRESENTACION DE DATOS.

El primer paso para hacer una estadística, es conseguir todos los datos posibles al respecto, cuantos más datos se reúnan, más se podrá aproximar a las características de la población.

La representación de los datos puede hacerse por medio de tablas y de gráficas.

Tabular.

Los datos se disponen en columnas que pueden ser leídas vertical y horizontalmente.

Las tablas, pueden ser de muy diversas formas, según su índole.

A continuación, exponemos un ejemplo numérico.

TABLA No. 3

VENTAS DE LA FABRICA DE JABONES I.M.

enero-junio

Jabones y Shampúes por mes

Mes	Jabones		Shampoo	total jabones	Total jabones y Shampoo
	de tocador	para ropa			
enero	200	100	50	300	350
febrero	250	110	48	360	408
marzo	230	115	55	345	400
abril	198	94	45	292	337
mayo	190	94	48	284	332
junio	210	105	56	315	371
TOTALES	1278	618	302	1896	2198

Gráficos.

Por medio de gráficos, se pueden representar toda clase de datos, estos gráficos pueden hacerse por medio de barras, círculos, líneas rectas y curvas.

Barras.- Se utilizan cuando se quieren expresar simples comparaciones, Estas pueden ser horizontales o verticales.

Ejemplo con barras verticales.

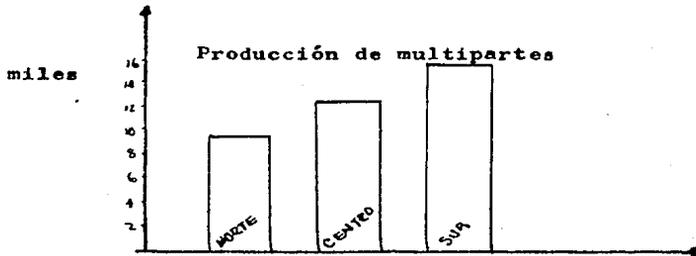
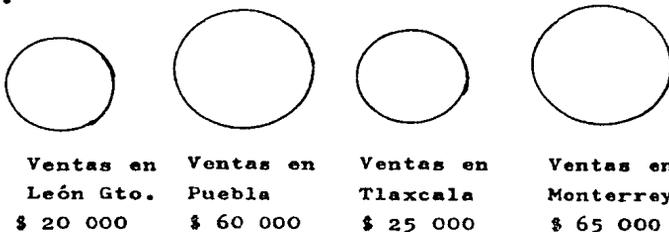


Fig. 26 Gráfica de barras verticales.

Círculos.- Algunas veces se emplean círculos, de modo que sus diámetros o sus áreas sean proporcionales a las cantidades que se comparan. (estos pueden hacerse a escala).

Ejemplo.



Los círculos se emplean para comparar entre si las partes que forman un todo, representándolas por sectores circulares cuyas áreas sean proporcionales a las partes que se comparan (esta es otra

forma de utilizar círculos).

Ejemplo.



Total 2000 pelotas

Fig. 27 Círculos con porcentajes.

Debido a la dificultad para determinar el área proporcional a la cantidad representada, este método es poco usual.

Líneas rectas o curvas (gráficas en ejes coordenados).

Cuando se requiere representar variables, una en función de la otra, se emplea la representación gráfica por medio de los ejes coordenados. Estos están formados por un eje vertical (ordenadas), en donde se grafica la variable dependiente, y de un eje horizontal (abscisas), en el que se grafica la variable independiente.

Debido a la gran información que puede obtenerse de este tipo de gráficas, son las más comunes.

x	y
1	2
2	4
3	6
4	8

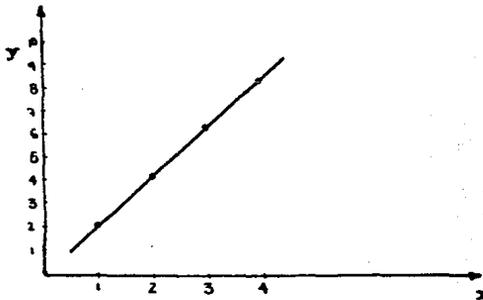


Fig.28 Gráfica sobre ejes cartesianos.

En los resultados experimentales, rara vez los datos se ajustan a una línea bien definida, sino que la línea se traza tratando de que toque el mayor número de puntos posible, de acuerdo a la línea

teórica que mejor se asemeje. Esto se muestra con un ejemplo numérico.

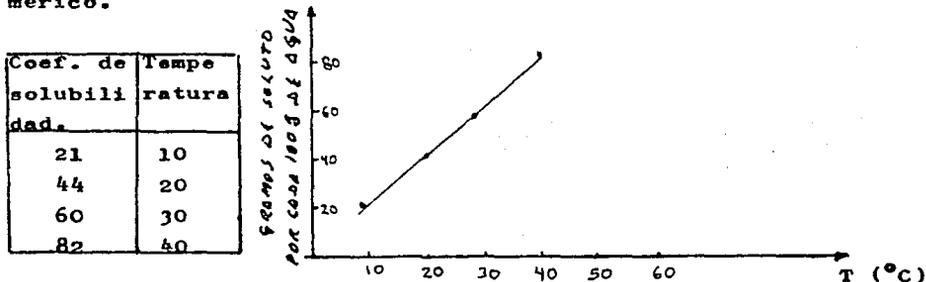


Fig. 29 Gráfica con datos experimentales.

Algunas veces, se desea obtener un modelo matemático que represente a los datos experimentales, ya que aquel es más fácil de utilizar.

Existen varios métodos que hacen posible esto. Algunos de ellos se aplican al caso de comportamiento lineal de los datos, otros se aplican al caso de comportamiento no lineal. Nosotros, sólo estudiaremos algunos de los métodos para un comportamiento lineal.

Mínimos cuadrados.

Este método, aunque tedioso, es muy utilizado, debido a que da mejores resultados. Sin embargo, su uso no se justifica si no se dispone al menos de siete datos de buena precisión. El principio del método se basa en las suposiciones siguientes.

1.- Los valores fijos de la variable independiente son correctos, y por tanto, solamente la variable dependiente está sujeta a errores de medida.

2.- La curva mejor ajustada es la que hace mínima la suma de los cuadrados de las desviaciones de la curva.

La ecuación que representa a una recta, es la siguiente:

$$y = mx + b$$

En donde: m = pendiente, b = ordenada al origen, x = variable independiente, y = variable dependiente. Para una serie de datos, el problema radica en conocer los valores de (m) y (b), y éstos se evalúan mediante las ecuaciones siguientes.

$$m = \frac{\sum x \sum y - n \sum xy}{(\sum x)^2 - n \sum x^2}$$

$$b = \frac{\sum xy \sum x - \sum y \sum x^2}{(\sum x)^2 - n \sum x^2}$$

Ejemplo: Obtener la ecuación que mejor se ajuste a los siguientes datos de presión de vapor (mm Hg) en función de la temp. (°K).

T (°K)	1.0	3.0	5.0	8.0	10.0	15.0	20.0
P _v (mmHg)	5.4	10.5	15.3	23.2	28.1	40.4	52.8

Los términos necesarios para evaluar (m) y (b) son: (x), (y), (x²) (xy). Por facilidad se procederá a elaborar una tabla que contenga estos términos.

Tabla No. 4 Datos para mínimos cuadrados. (si se grafica (x) y (y), se observará que su comportamiento es lineal).

x	y	x ²	xy
1.0	5.4	1.0	5.4
3.0	10.5	9.0	31.5
5.0	15.3	25.0	76.5
8.0	23.2	64.0	185.6
10.0	28.1	100.0	281.0
15.0	40.4	225.0	606.0
20.0	52.8	400.0	1056.0
62.0	175.7	824.0	2242.0

Suma

Por consiguiente:

$$m = \frac{(62.0)(175.7) - 7(2242.0)}{(62.0)^2 - 7(824.0)} = 2.49$$

$$b = \frac{(2242.0)(62.0) - (175.7)(824.0)}{(62.0)^2 - 7(824.0)} = 3.00$$

Por lo tanto, la ecuación que representa a estos valores es:

$$y = 2.49x + 3.00$$

Otros métodos también muy usados son:

a) Puntos selectos.- Para aplicar este método, es recomendable graficar los puntos y trazar la recta, tratando de que toque el mayor número de puntos posibles. En seguida se eligen dos puntos que toquen la línea trazada y estos se utilizan para efectuar los cálculos y así determinar la ecuación de la recta.

Puntos elegidos: A (x_1 , y_1)

B (x_2 , y_2)

Ecuación para efectuar los cálculos:

$$y - y_1 = \frac{y_1 - y_2}{x_1 - x_2} (x - x_1)$$

b) Método de los promedios.- Este método consiste en obtener un promedio de todos los datos correspondientes a las ordenadas y otro promedio para las abscisas. Si se tiene un número impar de datos, se eligen todos excepto el valor central.

Con la (x) y (y) promedio, se procede a determinar la ecuación de la recta. En este caso, también es recomendable graficar los puntos con el fin de observar si se ajustan a una recta.

Ecuación a utilizar:

$$\bar{y} - y_1 = \frac{y_1 - y_2}{x_1 - x_2} (\bar{x} - x_1)$$

B) Balanzas.

La determinación de la masa y del peso de una sustancia, es sin duda una de las operaciones más comunes en el laboratorio; esta determinación puede efectuarse, ya sea mediante balanzas granatarias o bien por medio de balanzas analíticas. Es importante señalar, que estas últimas, se encuentran disponibles actualmente con sistema digital.

Antes de estudiar los fundamentos en los que se basa el funcionamiento de una balanza, cualquiera que sea su tipo, indicaremos la diferencia que existe entre la masa y el peso.

Masa.- Es la medida de la cantidad de materia que contiene un cuerpo cualquiera, y es invariable en todo el universo.

Peso.- Es la medida de la fuerza ejercida sobre la materia por la atracción gravitacional, por esta razón, el peso depende de la magnitud de la fuerza de gravedad que se tenga en el lugar de la determinación. El peso, no se determina por medio de balanzas, si no por medio de dinamómetros.

Aunque en el laboratorio, se hable de pesada, en realidad lo que se obtiene en una balanza, es la masa, porque la gravedad ejerce la misma fuerza sobre el objeto y las pesas.

Por conveniencia se utiliza el término peso en lugar de masa, aunque esto no es correcto.

Fundamentos del funcionamiento de una balanza.

Existen diferentes tipos de balanzas, entre las más comunes se encuentran las granatarias y analíticas, ambas de dos brazos y de un solo plato (monoplató).

Las balanzas granatarias, son utilizadas cuando no se requiere

gran precisión en las pesadas y que se pretende hacer pesadas rápidas. De estas balanzas, la más usual es la de un solo plato, y respecto a las analíticas, la balanza de dos platos, prácticamente ha sido desplazada también por la de un solo plato.

El principio en el que se basa el funcionamiento de las balanzas, es prácticamente el mismo; su funcionamiento se basa en las leyes de la mecánica, en donde el astil (ambos brazos de la balanza) es una palanca de primer orden. Cuando la balanza está en equilibrio, la suma de momentos hacia la izquierda es igual a la suma de momentos a la derecha.

Cuando sobre uno de los platillos en equilibrio, se coloca una masa (m), el momento producido, es igual al producto de la fuerza (F) por el brazo de palanca hasta el centro de gravedad.

$$F = (m)(g) \quad ; \quad g = \text{fuerza de gravedad}$$

$$\text{Momento} = (F)(L) \quad ; \quad L = \text{distancia del punto de apoyo, al punto de aplicación de la fuerza.}$$

En el equilibrio se tiene:

$$F_1 L_1 = F_2 L_2$$

$$\text{Y si : } L_1 = L_2, \text{ se tiene: } F_1 = F_2 \quad \text{y} \quad m_1 = m_2$$

Cuando la balanza se encuentra en equilibrio y se coloca algún objeto en alguno de sus platos, ésta se equilibrará nuevamente colocando otro objeto con la misma cantidad de masa, o bien que produzca el mismo momento, lo cual nos permite conocer la masa del material que nos interesa.

Para determinar la masa de una sustancia, se busca que la balanza alcance el equilibrio, esto es, que los momentos producidos

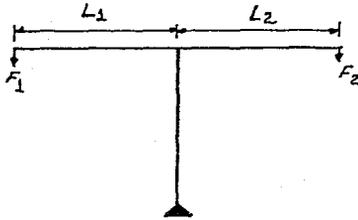


Fig. 30 Esquema de funcionamiento de una balanza de brazos iguales.

hacia la izquierda y la derecha, sean iguales. Al colocar el objeto en alguno de los brazos de la balanza, ésta se desequilibra, para recuperar el equilibrio, es preciso provocar el mismo momento en el sentido contrario al producido por el objeto. Si los brazos de la balanza son iguales, las cantidades de materia en ambos extremos, deberán ser iguales. Sin embargo, se acostumbra fabricar Balanzas de tal forma que el brazo en donde se colocarán las pesas, sea mayor, con el fin de que se requiera menor cantidad de materia para equilibrar ambos extremos de la balanza.

Balanza granataria.

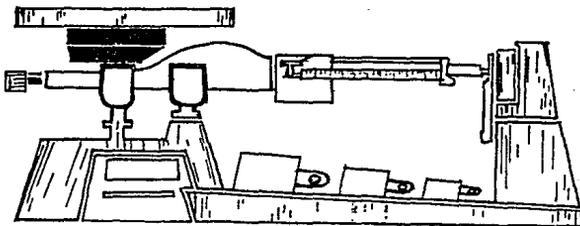


Fig. 31 Balanza granataria.

La construcción de este tipo de balanzas, es relativamente simple por lo que la precisión obtenida en ellas, es pequeña. Estas son muy utilizadas en los laboratorios en donde no se pretende obtener gran precisión en las medidas, pues utilizadas con precaución éstas, se llega a obtener una precisión de apenas décimas de gramo. Su forma más común se muestra en la figura (31)

Balanza analítica.

Estas balanzas proporcionan una precisión mucho mayor que las anteriores y por ello son muy utilizadas cuando se requiere gran precisión, como sucede en el caso de análisis químico cuantitativo.

Básicamente, existen dos tipos de éstas; las de dos platos y las monoplato. Estas últimas, prácticamente han desplazado a las de dos platos y son las de interés para nosotros, por lo que estudiamos a continuación los fundamentos de su funcionamiento, el cual se muestra esquemáticamente en la figura (32).

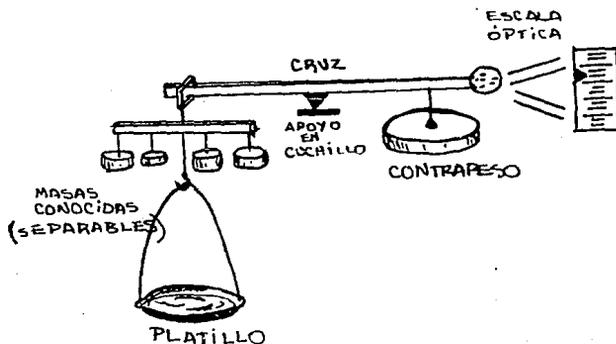


Fig. 32 Esquema de funcionamiento de una balanza analítica monoplato.

El funcionamiento de una balanza de este tipo, se basa en la

substitución de pesos, es decir, en reemplazar masas conocidas (pesas) por el objeto problema, quitando la cantidad necesaria de aquellas para restablecer el equilibrio.

Cuando el platillo está inicialmente vacío y todas las pesas están en su sitio, existe equilibrio gracias al contrapeso (el equilibrio se indica en una escala óptica).

El objeto que va a pesarse, se coloca en el platillo, luego se quitan algunas pesas por medio de botones externos, hasta que el equilibrio se restablezca aproximadamente; cualquier desequilibrio que aun persista, se proyecta en la escala óptica, y se elimina por medio del botón correspondiente en la balanza (micrómetro).

La masa total del cuerpo problema es entonces igual a la suma de las masas separadas, más lo que indica la escala óptica.

Uso de la balanza analítica (Sartorius 2842).

Indicaciones del botón de bloqueo (E).

- 1.- La balanza está bloqueada (sirve para colocar o quitar peso).
- 2.- Prepesada (posición para determinar las pesas del conmutador).
- 3.- Balanza desbloqueada (para determinar el peso correcto).

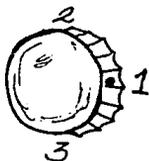


Fig. 33 Botón (E) de bloqueo.

Procedimiento para pesar.

Los botones a los que hacemos alusión en seguida, se muestran en la figura (34).

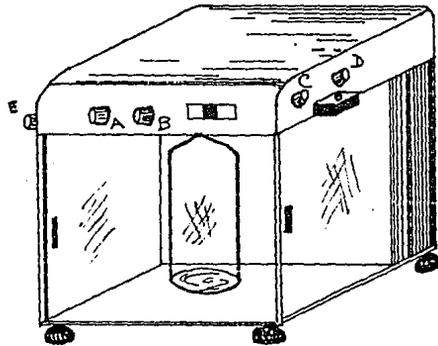


Fig. 34 Balanza Analítica Monoplate.

1.- Mediante los botones (A) y (B) ponga en (00) las ventanillas _ de la izquierda, y con el botón (C) en (00) las de la derecha.

00	00
----	----

2.- Coloque el botón (E) en posición (3) y ajuste a punto cero con el botón (D) hasta que el centro de la división (00) de la escala, coincida con la marca de lectura (línea negra graduada en el vidrio).

00	00-00
----	-------

3.- Coloque el botón (E) en la posición (1).

4.- Coloque cuidadosamente sobre el platillo el objeto que va a pesarse, de modo que no oscile. Cierre la puerta de la balanza y ponga el botón (E) en posición (2). El peso aproximado del objeto, aparece en la escala y corresponde a gramos (lea el valor por debajo de la marca de lectura de la escala).

68
67
66

peso aproximado

67 g

Peso aproximado 67 gramos

5.- Coloque el botón (E) en posición (1).

6.- Coloque el valor leído en las ventanillas de la izquierda, mediante los botones (A) y (B) y ponga el botón (E) en posición (3).

67		-00
----	--	-----

7.- En cuanto se detenga la escala, haga girar el botón (C) hasta que coincida la marca de lectura con una de las divisiones de la escala.

67	38	42
----	----	----

Peso = 67.3842 gramos

8.- Coloque el botón (E) en la posición (1).

9.- Retire cuidadosamente el objeto del platillo, cierre la puerta de la balanza, y mediante los botones (A) Y (B) coloque el valor 159 en las ventanillas de la izquierda (así debe permanecer la balanza mientras no se usa).

Uso de la balanza digital (Mettler 2000). Figura 35.

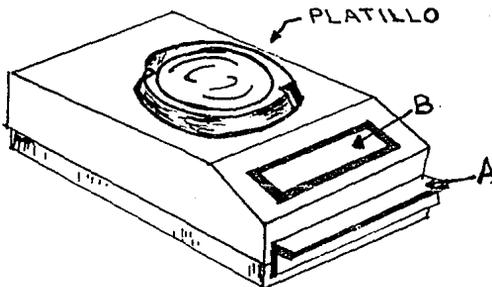


Fig. 35 Balanza digital Mettler 2000

- 1.- Se recomienda conectar la balanza con unos 20 minutos de anticipación.
- 2.- Pulsar brevemente la tecla de mando (A). El indicador (B), señala durante 4 segundos $\pm 8,8,8,8,8,8, \%$; con lo que se comprueba que ésta funciona. A continuación aparece 0.00 g
- 3.- Colocar cuidadosamente el objeto por pesar.
- 4.- Leer la indicación del peso.

Método para tarar.

- 1.- Pulsar la tecla de mando (A).
- 2.- Colocar el recipiente que se va a tarar.
- 3.- Aparecerá el peso de éste.
- 4.- Volver a pulsar la tecla de mando.
- 5.- El indicador marca 0.00 g
- 6.- En este momento, se puede agregar la substancia que se desea pesar, hasta que se observe el peso deseado.

Método para leer desviaciones de peso nominal.

Con esta balanza, no sólo se puede determinar desviaciones del peso nominal, sino leerlas directamente.

Fijación del peso nominal.

- 1.- Pulsar la tecla de mando (1).
- 2.- Colocar el peso nominal.
- 3.- Tarar, es decir, pulsar la tecla de mando (A).
- 4.- Retirar el peso nominal. En el indicador aparece ahora el peso nominal con signo negativo.

Ejemplo. Para 600 g de peso nominal, aparecerá -600.0 g

- 4.- Colocar la carga que se desea comprobar, Si ésta es más pesada

que el peso nominal, aparecerá en el indicador la desviación con signo positivo. Por ejemplo, $-600.0 \text{ g} + 608.2 \text{ g} = + 8.2 \text{ g}$. En caso contrario, aparecerá con signo negativo.

Precauciones en el uso de las balanzas.

El costo de las balanzas, la mayoría de las veces es elevado, por tal motivo, es importante darles un uso adecuado, las recomendaciones generalmente son las mismas para los diferentes tipos.

- 1.- La balanza debe estar nivelada para operar correctamente (necesita un lugar fijo).
- 2.- La balanza debe manejarse con cuidado, evitando movimientos bruscos en todo momento.
- 3.- Nunca coloque objetos calientes sobre los platillos.
- 4.- Las balanzas no deben sobrecargarse, según las especificaciones del peso máximo.
- 5.- No deben colocarse productos químicos u objetos húmedos directamente sobre los platillos. Es recomendable usar siempre vidrios de reloj para colocar en ellos las sustancias por pesarse.
- 6.- Usese una brocha para eliminar cualquier residuo de materiales o polvo que quede sobre las partes móviles de la balanza.
- 7.- Al terminar una pesada, retírense todos los objetos.
- 8.- Si la balanza no opera correctamente, infórmese al profesor. No trate de repararla por sí mismo.

C) Normas básicas de seguridad en el laboratorio.

Es responsabilidad en todo estudiante actuar en forma que no propicie accidentes. Correr, lanzar objetos y hacer bromas a los com

pañeros, son acciones que no tienen cabida en el laboratorio. Antes de iniciar un experimento, reflexiónese acerca de los posibles accidentes y de como evitarlos.

Es importante escuchar con atención las indicaciones de su profesor, respecto al cuidado y manejo de aparatos y reactivos en cada uno de los experimentos.

Una de las formas de reducir la frecuencia y severidad de los accidentes, es mantener limpia y ordenada el área de trabajo..

a) Medidas de seguridad.

- 1.- En caso de accidentes, reportarlos de inmediato.
- 2.- Uso obligatorio de bata.
- 3.- No ingerir alimentos en el laboratorio.
- 4.- No probar sustancias ni aspirar vapores, ni tocar directamente con las manos los reactivos.
- 5.- Tener a la mano un trapo húmedo.
- 6.- Utilizar pinza para transportar material caliente.
- 7.- En caso de derramamientos de líquidos, secar rápidamente.
- 8.- No fumar ni encender papeles, así como evitar introducir papeles o materiales insolubles en los desagües.
- 9.- Encender el fósforo antes de abrir las válvulas de gas.
- 10.- Cerrar la válvula del gas antes de desconectar el mechero.
- 11.- Usar perilla de succión para pipetear sustancias tóxicas o corrosivas.
- 12.- Pesar los reactivos sobre vidrio de reloj, no en papeles.
- 13.- No agregue agua al ácido, siempre el ácido al agua.
- 14.- Al utilizar reactivos de uso general, no los lleve a su mesa, ni los deje destapados.
- 15.- No usar reactivos sin etiqueta.
- 16.- Abrir ventanas cuando trabaje con reactivos tóxicos.
- 17.- Al preparar soluciones o reactivos, etiquete inmediatamente el recipiente.
- 18.- No trate de introducir termómetros o tubos de seguridad de vi

- 18- drio en orificios que no sean del diámetro correspondiente.
- 19- Nunca abandone un equipo funcionando.
- 20- En caso de incendio, deben extinguirse las flamas cercanas a reactivos y materiales inflamables.
- 21- No haga el alumno experimentos por su cuenta, sin consulta previa al profesor.
- 22- La mayoría de los reactivos químicos, tienen un costo considerable, por lo que es recomendable utilizar las cantidades mínimas necesarias, así como cuidar de no contaminar éstos.

b) Primeros auxilios.

b-1) Cortaduras.

- b-1-1) Lavarse en la periferia de la herida, y posteriormente extraer los cuerpos extraños que hayan penetrado.
- b-1-2) Lavar enérgicamente con agua y jabón.
- b-1-3) Desinfectar con agua oxigenada, alcohol y merthiolate.
- b-1-4) Para cortaduras profundas; aplicar un torniquete y trasladar al paciente al servicio médico.

b-2) Quemaduras.

- b-2-1) De primer grado; aplicar en la parte afectada, vaselina o aceite, para evitar el contacto con el aire.
- b-2-2) De segundo y tercer grado: Recurrir inmediatamente al servicio médico.
- b-2-3) Quemaduras con ácidos: lavar con abundante agua la zona afectada y aplicar baños con solución de bicarbonato de sodio.
- b-2-4) Quemaduras con bases: Lavar con abundante agua y con soluciones de ácido acético (vinagre).

NOTA. Para los incisos (b-2-3) y (b-2-4), se recomienda posteriormente picrato sobre la quemadura y cubrir con una gasa.

Capítulo VIII. BIBLIOGRAFIA.

- 1.- Manual de Laboratorio de prácticas de Fisicoquímica
D. Brennan
Editorial Urmo
- 2.- Curso de Fisicoquímica Experimental.
Farrington Daniels
7a. edición
Mc Graw Hill
- 3.- Experimentos de Fisicoquímica
David P. Shoemaker y Carl W. Garland
2a. edición 1968
Unión Tipográfica Editorial Hispanoamericana.
- 4.- Manual del Ingeniero Químico
John H. Perry, p.H.D.
Vol. II ; 3a. edición 1966
Unión Tipográfica Editorial Hispanoamericana.
- 5.- Experimentos de Fisicoquímica
Dr. Manuel Urquiza
1974
Editorial Limusa.
- 6.- Química Física Práctica
Findlay B. Levitt
9a. edición
Editorial Reverté.
- 7.- Química Analítica Cuantitativa
L.A. Flaschka y A.J. Barnard
vol. I y II ; 8a. impresión.
C.E.C.S.A.
- 8.- Análisis Químico Cuantitativo
Fisher y Peters
1a. edición
Editorial Interamericana.
- 9.- Análisis Químico Cuantitativo

Gilbert H. Ayres
2a. edición
Harper & Row Latinoamericana

- 10.- Fundamentos de Química Analítica
Douglas A. Skoog y Donald N. West
Vol. II ; 1974
Editorial Reverté
- 11- Anal Chem 23
1951 ; pag. 1058 - 1080
- 12- Análisis Químico Cuantitativo
Fernando Orozco Díaz
6a. edición
Editorial Porrúa.
- 13- Annual Book of A.S.T.M. Standards
Designation D-1888
Part 31 ; 1977
- 14- Manual práctico de Laboratorio Químico Farmacéutico
J. Calmet Fontané y J. García Monjo
Distribución J. Calmet Fontané - 1979
- 15- Determinación de Cenizas en Placas Filtrantes de Asbesto Celulosa.
Norma R-30-1975
Dirección General de Normas (México).
- 16- Química General Moderna
Babor - Ibarz
8a. edición ; 1983
Editorial Marín
- 17- Experimentos de Laboratorio de Química
John C. Hogg y Charles L. Bickel
1a. edición
Editorial Reverté Mexicana S.A.
- 18- Elementos de Ingeniería Química
Angel Vian y Joaquín Ocón
Editorial Aguilar

- 19.- A.S.T.M. Standards
Part 7 (designation D 96-58 T)
1977
- 20.- Norma (LO32) 1981
Dirección General de Normas (México).
- 21.- Introducción a la Metalurgia Física
Sidney H. Avner
1a. edición
Mc Graw Hill
- 22.- A Text Book of Mineralogy
Dana E.S.
4 th. ed.
John Wiley & Sons, Inc, New York. 1932
- 23.- The Principles of Metallographic Laboratory Practice
George L. Kenl
3a. edición - 1949
Mc Graw Hill Book Company
- 24.- A.S.T.M. Standards
Part VII 1958
Designation: D 1321-57 T y D217-52 T
- 25.- A.S.T.M. Standards
Part I - Metals ; 1944
Designation: E-18-42 y E-10-27
- 26.- Norma: C-52-1974 (Determinación de la Penetración en Materiales Bituminosos Mediante el Empleo de una Aguja).
Dirección General de Normas (México).
- 27.- Determinación de la Temperatura de Abalndamiento de Materiales Bituminosos)
Norma C-183-1974
Dirección General de Normas (México).
- 28.- Fundamentos de Fisicoquímica
Maron y Pruton
14a. reimpresión
Editorial Limusa.

- 29.- Métodos Instrumentales de Análisis
Robert H. Willard
5a. impresión
C.E.C.S.A.
- 30.- Physical and Chemical Methods of Sugar Analysis
C.A. Brown
John Wiley y Sons Inc.
- 31.- Química General Experimental
George G. Hess
1a. edición 1965
Compañía Editorial Interamericana
- 32.- Manual de Operación de Colorímetro Corning 252
- 33.- Corrosión and Corrosión Control
an Introduction to corrosion science and engineering
2a. edición 1971
Herbert H. Uhlig
- 34.- Defectos y fallos de los metales su origen y eliminación
E.P. Polvskin
1970
Paraninfo, Madrid España
- 35.- Corrosion Engineering
Fontana and Greene
Mc Graw Hill
- 36.- Principles of Corrosion protection
Stewart
1968
Mc Millan & Coltd. London
- 37.- Norma DGN - L - 28 - 1968
Dirección General de Normas (México).
- 38.- Programa correspondiente a la asignatura: Pruebas de Laboratorio.
Editado por la Dirección General de Educación Tecnológica Industrial - Subsecretaría de Educación e Investigación Tecnológica.

- 39.- Plan de Estudios de la carrera de Técnico Profesional en Refinación del Petróleo (Vigente desde 1982)
Editado por la Dirección General de Educación Tecnológica Industrial - Subsecretaría de Educación e Investigación Tecnológica.
- 40.- Reglamento del Laboratorio de Química
(C.E.T.i.s. No. 92)
- 41.- Manual de operación de las balanzas
Sartorius 2842
y Metter 2000.