



EXPERIMENTOS DE QUÍMICA EN MICROESCALA PARA NIVEL MEDIO SUPERIOR

**María del Carmen Doria Serrano
Jorge G. Ibáñez Cornejo
Rosa María Mainero Mancera**

Con la colaboración de:

Ma. del Pilar Fernández Abascal
Ma. Guadalupe Castañeda Ramos
Ma. Teresa Morán Morán
Ma. Eugenia Gasca Domínguez
Martha Elena Ibargüengoitia Cervantes
Ernestina Camargo León
Elizabeth García Pintor
Arturo Fregoso Infante

ÍNDICE

¿Por qué trabajar en química en microescala?	5
Prólogo	7
Experimento # 1 Fabricación de material de vidrio	9
Química General	
Experimento # 2 Determinación del punto de fusión	17
Experimento # 3 Determinación del punto de ebullición	22
Experimento # 4 Determinación de la densidad de líquidos y sólidos	26
Experimento # 5 Separación de mezclas: filtración, decantación y evaporación	31
Experimento # 6 Determinación de la densidad de diferentes crudos	34
Experimento # 7 Gases: Ley de Charles-Gay Lussac	39
Experimento # 8 Gases: Ley de Boyle	43
Experimento # 9 Destilación simple y fraccionada	47
Experimento # 10 Obtención del valor del número de Avogadro	55
Experimento # 11 Mezclas homogéneas y heterogéneas	60
Experimento # 12 Concentración de disoluciones	64
Experimento # 13 Conductividad eléctrica de diversas sustancias	70
Experimento # 14 Tipos de reacciones químicas	73
Experimento # 15 Generación e identificación de gases	77
Experimento # 16 Identificación de ácidos y bases	83
Experimento # 17 Tendencias periódicas de los óxidos	87
Experimento # 18 Determinación del grado de acidez de un suelo	92

Experimento # 19	96
Titulación ácido-base	
Experimento # 20	100
Tendencia en la reactividad de los halógenos	
Experimento # 21	104
Titulación redox	
Experimento # 22	111
Celda galvánica	
Experimento # 23	114
Electrólisis de una sal inorgánica: yoduro de potasio	
Experimento # 24	116
Electrólisis del Agua	
Experimento # 25	119
Determinación de la fórmula empírica del yoduro de cobre (I)	
Experimento # 26	124
Transformación química del cobre	
Experimento # 27	129
Análisis cualitativo de cationes	
Experimento # 28	136
Análisis cualitativo de aniones	
Experimento # 29	141
Detección de materia orgánica e inorgánica en suelos	
Experimento # 30	144
Calor de reacción de la disolución de una sal	
Experimento # 31	152
Calor de reacción de neutralización	
Experimento # 32	158
Principio de Le Chatelier	
Experimento # 33	163
Factores que afectan la velocidad de una reacción	
Experimento # 34	1675
Un reloj químico	
Experimento # 35	170
Fotoquímica	
Experimento # 36	176
Determinación de asfaltenos en crudos	

Química Orgánica

Experimento # 37	178
Medición de la cantidad de vitamina C en bebidas de frutas	
Experimento # 38	182
Simulación de un medidor de índice de alcoholemia	
Experimento # 39	186
Separación, purificación y cuantificación de los componentes de una tableta analgésica	
Experimento #40	192
Síntesis y reacciones de acetileno	
Experimento # 41	197
Síntesis de jabón	
Experimento # 42	203
Reacciones de esterificación. Preparación de aromas	

Bioquímica

Experimento # 43	211
Identificación de carbohidratos	
Experimento # 44	218
Aislamiento de carbohidratos de una fuente natural	
Experimento # 45	223
Aislamiento de proteínas por precipitación	
Experimento #46	231
Cuantificación de proteínas	
Experimento # 47	236
Caracterización de enzimas	
Experimento # 48	242
Aislamiento de ADN	
Experimento # 49	246
Fermentación alcohólica	
Experimento # 50	250
Preparación y conservación de alimentos	
Anexo 1	253
Uso de jeringas para la obtención de gases	
Anexo 2	258
Notas para el profesor	
Bibliografía	267

¿Por qué trabajar en Química en Microescala?

Conforme ha aumentado la preocupación por el medio ambiente, así como por la seguridad y los elevados costos de operación de los laboratorios, se ha hecho más patente la necesidad de reducir la escala de los experimentos en los laboratorios.

Hasta hace 50 años era común trabajar en una escala de 50 a 100 g para sólidos y de 500 a 2000 mL para líquidos, y no es difícil encontrar en esa época experimentos de laboratorio en escalas de 500 a 1000 g de sólido. Esta tendencia decreció en las décadas de los cincuenta y sesenta del siglo XX, en las que se redujo la escala usual a alrededor de 10 g (véase Arthur Vogel, *Elementary Practical Organic Chemistry. Part 1. Small Scale Preparations*, 1ª. ed., Wiley: NY, 1957). Esta tendencia continuó hasta llegar a lo que hoy se conoce como microescala, en cuyas técnicas las cantidades son típicamente menores de 1 g o 2 mL, preferentemente alrededor de los 25 a 150 mg para sólidos y de 100 a 2000 μ L para líquidos.

De hecho, en la actualidad muchas prácticas en microescala podrían realizarse por todos los alumnos con la misma cantidad de reactivos y disolventes que utiliza un sólo alumno en las técnicas convencionales.

Algunas de las ventajas más relevantes de las técnicas en microescala son de índole ecológica, higiene, seguridad y económicas, con las implicaciones éticas inherentes. Por ejemplo:

- Una mejoría impresionante de la calidad del aire en los laboratorios, ya que se pueden eliminar casi la totalidad de vapores de disolventes.
- La casi desaparición de accidentes de laboratorio provocados por reactivos cáusticos, inflamables o explosivos; y, aun en caso de ocurrir, su gravedad sería mucho menor.
- Una disminución notable de los riesgos a la salud originados por la exposición a compuestos tóxicos, irritantes, alergénicos, mutagénicos o cancerígenos.
- Una contribución significativa a la preservación del medio ambiente, al registrarse una reducción radical en algunos casos hasta del 99% en la generación de desechos químicos, además de simplificarse su eliminación y reducirse de manera notable los costos asociados.
- La reducción radical de costos de operación de los laboratorios, sobre todo por el ahorro de sustancias químicas y del material convencional más pequeño (vasos, matraces, tubos, pipetas Pasteur, placas excavadas, etcétera). Aunque los equipos para microescala con juntas ensamblables (no sólo esmeriladas sino con rosca) son relativamente más costosos que los convencionales, se espera que, conforme aumente su demanda y la competencia entre los diferentes fabricantes, sus costos bajarán. Asimismo, de forma indirecta habrá también una reducción, ya que la fragilidad del material de microescala es menor porque el grosor relativo del vidrio es mayor, lo mismo que la resistencia mecánica en las piezas pequeñas.

Desde el punto de vista didáctico, también hay múltiples ventajas en el uso de la microescala. Aunque el trabajo requiere técnicas especiales, ninguna es más difícil de aprender o aplicar que las técnicas convencionales; así, algunas son más sencillas y los aparatos más fáciles de montar. La variedad de experimentos que pueden realizarse en microescala es más amplia, ya que también pueden utilizarse reactivos mucho más costosos. La habilidad y el cuidado en el manejo de sustancias químicas tienden a acrecentarse, y las pérdidas mecánicas a disminuir. Por lo general, en

los experimentos en microescala la atención de los alumnos es mejor y su pensamiento tiende a ser más analítico. La mayor parte de los fenómenos a observar en experimentos en escala convencional también pueden apreciarse en microescala; puede haber un considerable ahorro de tiempo, ya que, por una parte, la velocidad de las reacciones interfaciales aumenta al incrementarse la relación área/volumen así como, la transferencia de masa; por otro lado, el cuidadoso desarrollo que han tenido estos experimentos, junto con las posibilidades actuales de hacer análisis fácil y rápidamente a la mezcla de reacción a intervalos cortos, han hecho que los tiempos de reacción, que en técnicas convencionales por lo general estaban muy excedidos, se ajusten al tiempo necesario. Todavía más significativa es la notable disminución del tiempo requerido en microescala para las operaciones mecánicas y de purificación de los productos, por ejemplo, en extracción, filtración, destilación, secado, etcétera. Este ahorro de tiempo se puede invertir en otras actividades asociadas al experimento y que son más significativas para el aprendizaje. Como consecuencia de todos estos factores, los niveles de auto confianza y satisfacción del alumno aumentan.

Rosa María Mainero Mancera

Prólogo

La presente publicación del Centro Mexicano de Química en Microescala (CMQM) pretende continuar la meta de elaborar material didáctico y metodológico para apoyar a profesores y estudiantes de química de los diversos niveles educativos, y es resultado del trabajo entusiasta y comprometido de los profesores que colaboran en este centro.

Los experimentos que aquí se presentan se han escogido con mucho cuidado para cubrir los temas en los diversos planes de estudio del nivel medio superior de las instituciones de educación mexicanas. La decisión de incluir experimentos en microescala de Química General, Química Orgánica y Bioquímica, responde a la inquietud de los profesores con los que se ha trabajado a través de los años en los talleres del CMQM. Muchos de los experimentos se han realizado en estos cursos de actualización, aunque un número significativo son propuestas nuevas.

Es importante que los jóvenes se acerquen a la Química desde la observación de los fenómenos y su análisis, y no sólo por la descripción y aplicación de sus leyes y principios. Los 50 experimentos tienen distintos niveles de complejidad metodológica y de profundidad conceptual, por lo que los profesores podrán elegir los que más se adapten a su plan de estudios e infraestructura. En la mayoría de ellos se utiliza material de vidrio sencillo y reactivos accesibles, aunque algunos se han propuesto utilizando material esmerilado. Ya que muchos planteles educativos no cuentan con instalaciones de laboratorio adecuadas, muchos de los experimentos se pueden realizar en el salón de clase como demostraciones del profesor, lo que es posible al trabajar en microescala.

Es muy variable el tiempo para que los alumnos lleven a cabo cada experimento, por lo que será decisión del profesor si las propuestas pueden completarse en una o varias sesiones de laboratorio.

Cada experimento contiene una breve introducción con información relevante, los materiales y reactivos necesarios para llevarlo a cabo, las medidas de seguridad mínimas (que siempre incluyen el uso de bata y lentes de seguridad), así como el procedimiento experimental y registro de resultados; también se incluye un cuestionario que ayuda a los alumnos a reflexionar sobre el experimento realizado y, por último, da instrucciones sencillas acerca del desecho de los residuos.

Varios experimentos están basados en diversas publicaciones de los Drs. Zvi Szafran, Ronald M. Pike y Mono M. Singh, del National Microscale Chemistry Center (Merrimack College, USA).

Por su trabajo para el desarrollo de experimentos, deseamos reconocer a Martha Elena Ibarguengoitia Cervantes, Ma. Teresa Morán Morán, Ma. Guadalupe Castañeda Ramos, Ma. Eugenia Gasca Domínguez, Pilar Fernández Abascal y Ernestina Camargo León. Por su trabajo de recopilación y formato, también agradecemos a Arturo Fregoso Infante y a Elizabeth García Pintor.

El grupo de profesores que ha preparado este libro espera que con los experimentos propuestos se incremente el uso e interés por la Química en microescala y por el cuidado de los recursos y el

medio ambiente.

Agradecemos a la Universidad Iberoamericana Ciudad de México, ya que sin su apoyo no hubiese sido posible la culminación de este libro.

La magia de un sueño consiste en volverlo realidad

María del Carmen Doria Serrano

Jorge G. Ibáñez Cornejo

Rosa María Mainero Mancera

**Centro Mexicano de Química en Microescala
Departamento de Ingeniería y Ciencias Químicas
Universidad Iberoamericana Ciudad de México**

EXPERIMENTO # 1

FABRICACIÓN DE MATERIAL DE VIDRIO

OBJETIVOS:

Desarrollar la habilidad de construcción de material de vidrio sencillo para trabajar en algunas prácticas de microescala incluidas en este manual.

INTRODUCCIÓN:

Es importante que los alumnos se familiaricen con el material de laboratorio utilizado en microescala. Algunos materiales comerciales tienen costos elevados, como picnómetros, agitadores magnéticos, columnas de cromatografía y micropipetas automáticas. Sin embargo, en los laboratorios en microescala estos materiales comerciales pueden remplazarse por materiales sencillos, de bajo costo y que los mismos alumnos construyan. Por tal motivo, se les solicitará construir algunos de estos materiales, los que después se utilizarán en varias prácticas. De acuerdo con la planeación del curso, el profesor indicará cuáles de estos materiales deberán construirse.

Los materiales propuestos en este experimento son:

1. Un micropicnómetro, utilizado para la determinación de densidades de líquidos y soluciones.
2. Microagitadores, en especial útiles en los experimentos que requieren agitación prolongada; para usarlos es necesario disponer de agitadores magnéticos.
3. Un microcapilar o “campanita”, que se emplea en la determinación de puntos de ebullición.
4. Una pipeta Pasteur filtro, para filtrar y transferir soluciones.
5. Una microcolumna de cromatografía, útil para separar pequeñas cantidades de mezclas de sustancias.
6. Una microbureta, para medir con exactitud cantidades pequeñas de soluciones o reactivos líquidos, y para titular una muestra problema usando soluciones valoradas.
7. Una base de vidrio con fondos de colores contrastantes, para colocar piezas pequeñas de material y así localizarlas con facilidad.

MATERIAL:

Micropicnómetro, microagitador, microcapilar y microcolumna:

- 1 mechero y cerillos
- 8 pipetas Pasteur
- 1 lima metálica
- 1 pinza chica (de depilar o similar)
- 1 alicata o tijeras

2 tubos capilares comerciales (opcional)
arena
sílica gel para cromatografía en columna
algodón
clips y alambre de cobre (que pasen por la punta de una pipeta Pasteur)

Microbureta:

1 punta dosificadora de plástico
1 pipeta graduada (1/100) de 2 mL
1 jeringa de plástico (sin aguja) de 3 mL
1 trozo de manguera de hule de 2 cm
1 punta de micropipeta automática

Base de vidrio:

1 cartulina fosforescente de 28 x 28 cm
1 cinta adhesiva o *masking tape*
1 papel blanco de 28 x 14 cm
1 papel de color oscuro de 28 x 14 cm
2 placas de vidrio de 28 x 28 cm (p. ej. de 0.3 mm de espesor)

MEDIDAS DE SEGURIDAD:

Para fabricar algunos de estos materiales, se requerirá calentar varias pipetas Pasteur con un mechero, para fundir el vidrio y poder hacer el material deseado. Esto demanda temperaturas que pueden ser desde 550°C hasta cerca de 800°C; por tanto, es fundamental la supervisión del profesor de laboratorio.

Para evitar quemaduras y cortaduras, el maestro indicará de manera clara a los alumnos los riesgos de trabajo con materiales de vidrio y fuego, ya que, por ejemplo, no hay una diferencia de apariencia entre el vidrio frío y el que está caliente. Asimismo, los bordes de vidrio suelen ser filosos, a menos que se redondeen calentándolos en una flama.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

1. Construcción de un micropicnómetro

- Tome una pipeta Pasteur y caliéntela aproximadamente a 1 cm del inicio del capilar, haciéndola rotar de forma continua hasta que el vidrio esté suave.
- Retírela de la flama y estire de inmediato, creando un filamento o capilar delgado.
- Con una lima metálica, corte el filamento por el extremo cercano al bulbo formado. Con este bulbo se construye el micropicnómetro; la nueva pipeta resultante servirá para llenarlo.
- Selle el bulbo por el extremo recortado, redondeándolo en la flama.
- Con la lima metálica, corte el otro extremo, aproximadamente a 0.5 cm arriba del capilar original de la pipeta Pasteur, y pula el borde en la flama, formando la boca del micropicnómetro.
- El ancho del filamento de la pipeta de llenado (ver Figura 1.1) debe ser mucho más pequeño que la boca del micropicnómetro, de tal manera que permita el paso del aire desplazado, mientras que se llena el picnómetro con la solución.

Un micropicnómetro como el que se describe tendrá un volumen aproximado de 0.5 a 1 mL (500 a 1000 μL), aunque este dato no es relevante, ya que el volumen permanece constante.

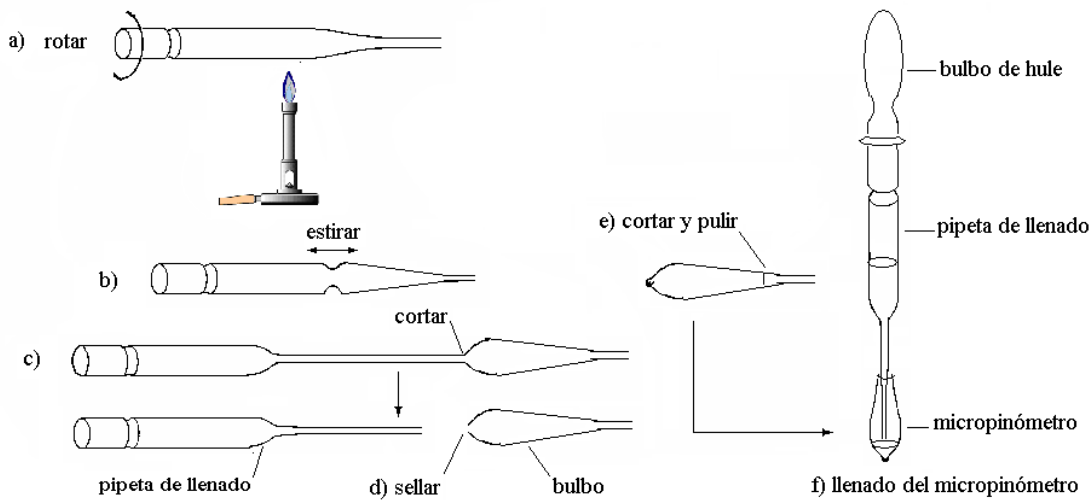


Figura 1.1
Construcción de un micropicnómetro

2. Construcción de un microagitador

- Tome una pipeta Pasteur de punta larga y séllela por la punta usando un mechero Bunsen.
- Desdoble un clip y corte un pedazo recto de la longitud necesaria, dependiendo del tamaño del equipo en el que vaya a usarse (típicamente de 0.5 cm a 2.0 cm). Introduzca el pedazo del clip en la pipeta hasta el extremo sellado. Ver Figura 1.2.
- Coloque la pipeta en la flama, justo arriba de la pieza de alambre, y con una pinza pequeña presione para sellar, y separe el microagitador del resto de la pipeta. Con una pipeta y un clip se pueden hacer varios microagitadores.

Otra forma de preparar microagitadores consiste en usar, en lugar de la pipeta Pasteur, un tubo capilar comercial sellándolo por un extremo con la flama del mechero y continuar el procedimiento descrito arriba.

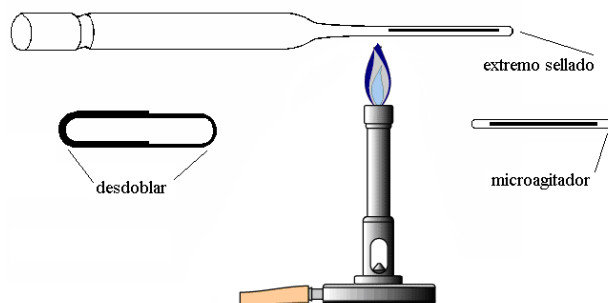


Figura 1.2
Construcción de microagitadores magnéticos

3. Construcción de un microcapilar (“campanita”)

Para hacer una “campanita” se comienza con un procedimiento similar al de la construcción del micropicnómetro (de la Figura 1.3):

- Tome una pipeta Pasteur y caliéntela aproximadamente a 1 cm del inicio del capilar, y hágala rotar de forma continua hasta que el vidrio esté muy suave.
- Retírela de la flama y estírela de inmediato, para crear así un filamento o capilar muy delgado.
- Con el mechero, selle en la zona donde el capilar se empieza a hacer más delgado.
- Con una lima corte el capilar a aproximadamente 2 cm de la punta sellada, formando así la “campanita” requerida para determinar puntos de ebullición. La pipeta resultante se utiliza para añadir el líquido al tubo de ensaye.

Otra forma de preparar “campanitas” consiste en usar, en lugar de la pipeta Pasteur, un tubo capilar comercial, sellándolo por un extremo con la flama del mechero y cortándolo aproximadamente a 2 cm del extremo sellado, para obtener así una “campanita” para determinación de puntos de ebullición.

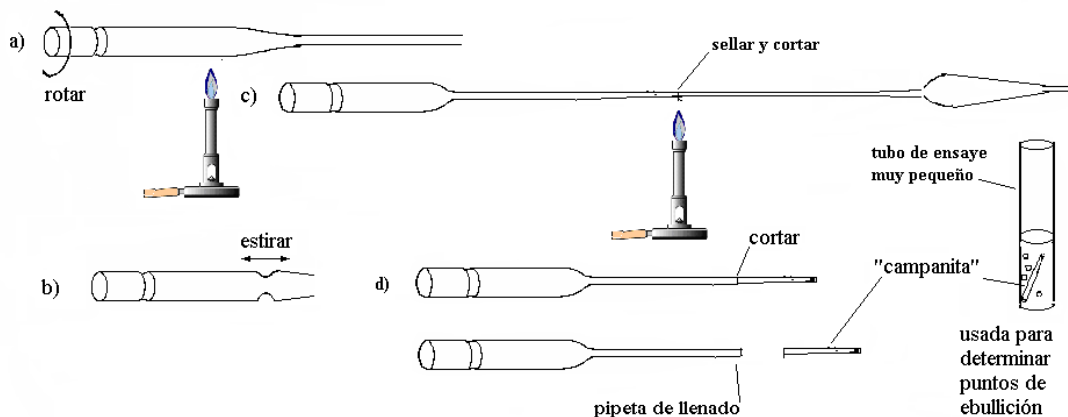


Figura 1.3
Construcción de un microcapilar (“campanita”)

4. Fabricación de una pipeta Pasteur filtro

En una pipeta Pasteur, con la ayuda de otra pipeta, y después con un alambre delgado:

- Introduzca un pedazo de algodón muy pequeño (menor al del tamaño de una lenteja).
- Llévelo hasta la punta de la pipeta, con cuidado de no romperla. Es importante usar la cantidad correcta de algodón, de manera que no permita la salida o pérdida del líquido antes de que sea distribuido, pero que tampoco quede demasiado compacto. Ver Figura 1.4.

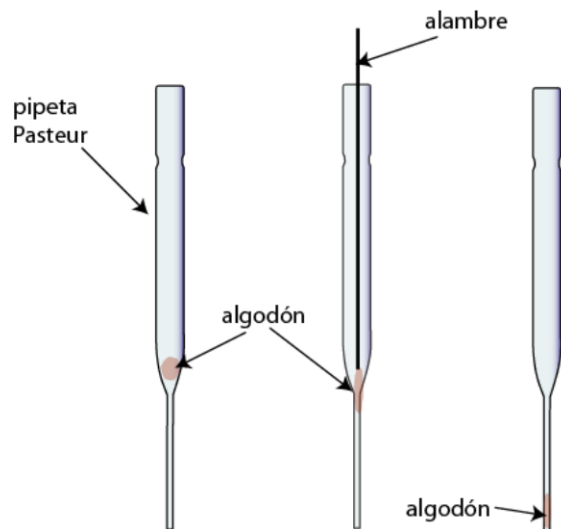


Figura 1.4
Construcción de una pipeta Pasteur filtro

5. Construcción de una microcolumna

- Coloque una cantidad pequeña de algodón (de la mitad del tamaño de un chícharo), en una pipeta Pasteur de punta corta. Ver Figura 1.5.
- Con la ayuda de otra pipeta, y luego con un alambre, lleve el algodón hasta donde la pipeta empieza a angostarse.
- Sobre el algodón, ponga arena prelavada hasta una altura de 3 mm a 4 mm. Poco a poco añada el adsorbente (sílica gel: SiO_2) hasta aproximadamente 1 cm abajo del angostamiento de la pipeta, y finalmente añada otros 3 mm de arena.
- Para usar la columna, humedezca previamente el adsorbente con el solvente adecuado, según lo requiera la muestra que será separada.

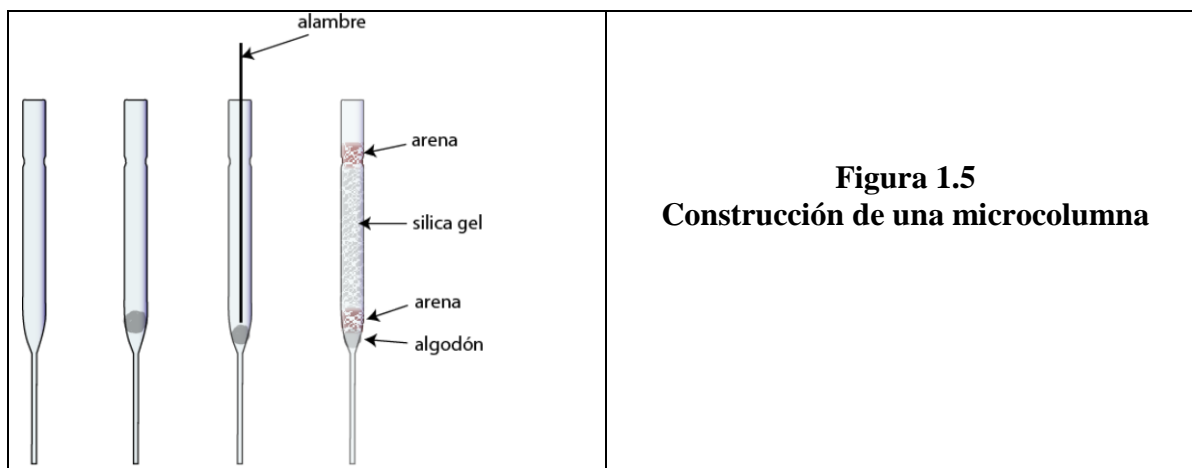


Figura 1.5
Construcción de una microcolumna

6. Construcción de una microbureta.

- Para hacer microburetas se utilizan pipetas graduadas en centésimas de mL 1/100; la más usual es la de 2 mL (la pipeta puede ser de 1, 2, 5 o 10 mL, según las necesidades específicas).
- Lubrique con un poco de agua un trozo de 2 cm de manguera de hule y deslícela hasta un poco más de la mitad en la parte superior de la pipeta.
- Coloque una jeringa desechable de plástico (sin aguja) en el extremo libre de la manguera de hule, tocando la pipeta (la jeringa puede ser de 3, 5 o 10 mL, de acuerdo al volumen de la pipeta). Con esta jeringa, al jalar el émbolo, el líquido sube por la pipeta hasta la marca del volumen de aforo o hasta el volumen requerido y, oprimiéndolo cuidadosamente, se logra un goteo bien controlado. Ver Figura 1.6.
- Coloque una punta dosificadora de plástico (punta de micropipeta automática) en el extremo inferior de la pipeta, para que las gotas añadidas sean lo más pequeñas posibles, y el volumen pueda ser registrado hasta centésimas de mL (sin la punta se tienen aproximadamente 20 gotas/mL, con la punta hasta 80-100 gotas/mL).

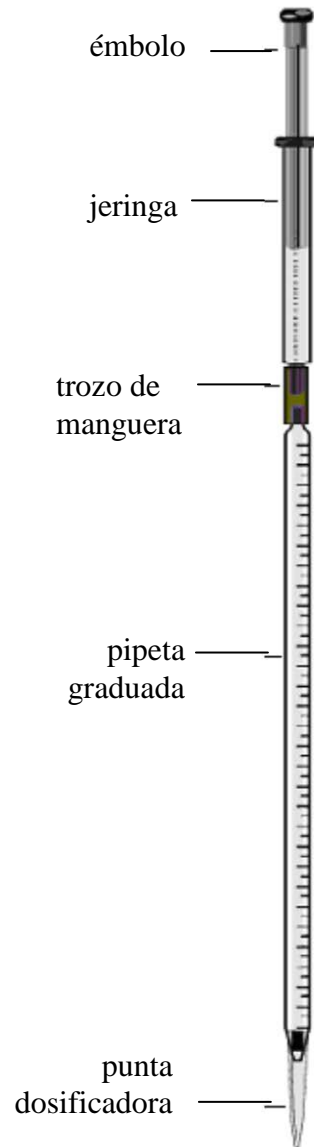


Figura 1.6
Construcción de una microbureta

7. Construcción de una base de vidrio

- Sobre una placa de vidrio (se sugiere un tamaño de 28 x 28 cm y un espesor de 0.3 mm), coloque una pieza de cartulina de color fosforescente, del mismo tamaño que la placa.
- Cubriendo la cartulina, coloque, una al lado de otra, dos piezas de papel, una blanca y otra negra o color oscuro, de la mitad del tamaño de la placa.
- Sobre ellas acomode otra placa de vidrio del mismo tamaño, a manera de emparedado ó sándwich.
- Pegue con cuidado las placas, por las cuatro orillas, con cinta adhesiva, o varias capas de *masking tape*, para conseguir un terminado seguro.

MANEJO DE RESIDUOS:

Para evitar cortaduras, todos los residuos de vidrio deben depositarse en un recipiente especialmente marcado para este fin; no es conveniente desecharlos directamente a la basura.

QUÍMICA GENERAL

EXPERIMENTO # 2

DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE FUSIÓN

OBJETIVOS:

Determinar la temperatura de fusión de compuestos puros e impuros e identificar un compuesto problema por su punto de fusión, aplicando una técnica de microescala.

INTRODUCCIÓN:

En los laboratorios escolares como industriales, los químicos preparan un gran número de compuestos y, para estar seguros de que el material ha sido preparado de manera adecuada, se miden sus propiedades físicas. El punto de fusión es una de las propiedades físicas más importantes y fáciles de determinar.

Los químicos utilizan el punto de fusión para determinar la pureza de los compuestos y ayudar a su identificación. En este experimento se determinará esta propiedad física en compuestos puros y aquellos que contienen impurezas (mezclas).

Cuando un sólido cambia a líquido a una presión determinada, el proceso se denomina fusión. El proceso contrario se conoce como solidificación. El punto de fusión de un sólido puro es aquella temperatura a la que un material cambia de sólido a líquido cuando la presión es de una atmósfera. Los puntos de fusión de los sólidos puros son, por lo general, exactos, es decir, el sólido funde en un corto rango de temperatura (aproximadamente 1-2°C).

El punto de fusión de un sólido es muy sensible a la presencia de impurezas. Una pequeña cantidad de ellas puede bajar el punto de fusión significativamente e incrementar el rango de la temperatura de fusión. El rango de temperatura de fusión de un sólido es, entonces, una herramienta útil para establecer la pureza de las sustancias.

El ejemplo de punto de fusión con el que todos estamos más familiarizados es el que se observa cuando el hielo (fase sólida) se licúa a agua (fase líquida), lo que ocurre a 0°C, cuando la presión es de una atmósfera. En el hielo, las moléculas de agua están fuertemente unidas por fuerzas de atracción intermoleculares. Es necesario calentarlo, proporcionando así la energía necesaria para romper esas fuerzas y permitir al sólido rígido cambiar a líquido móvil.

La curva de calentamiento que se muestra en la Figura 2.1 es útil para comprender cómo ocurre la fusión. Cuando un compuesto en estado sólido se calienta, su temperatura se incrementa gradualmente, lo que causa que las moléculas vibren hasta llegar al punto A, en el cual, debido a las vibraciones vigorosas, las atracciones entre las moléculas se rompen para empezar así la fusión. Durante ésta, el calor es absorbido por el compuesto para romper las atracciones, y no se incrementa la temperatura del sólido. Esto se observa en la porción recta A - B. Cuando todo el compuesto ha pasado el estado líquido; si el calentamiento continúa, la temperatura se incrementa nuevamente, como se observa en el segmento B - C.

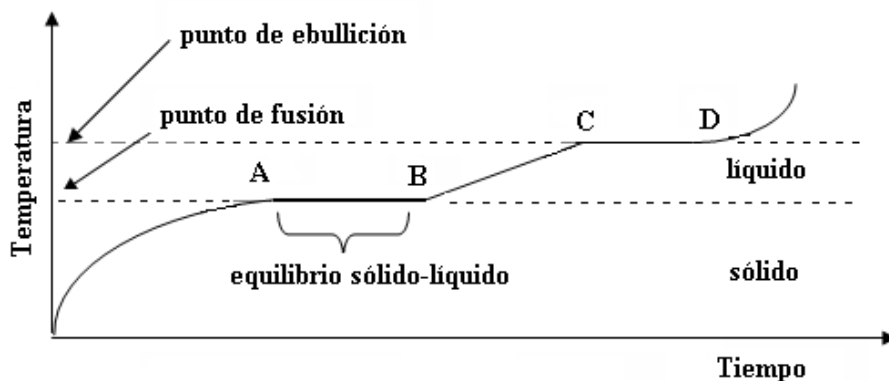


Figura 2.1
Curva de calentamiento de un compuesto

La mayoría de los compuestos orgánicos (de carbono) funden a temperaturas menores a 300°C, por lo que serán los que se usen en este experimento. Generalmente, los compuestos inorgánicos tienen puntos de fusión mucho más altos. En la Tabla 2.1 se enlistan algunos compuestos orgánicos y sus temperaturas de fusión.

Tabla 2.1. Algunos compuestos orgánicos y sus temperaturas de fusión (°C)

Compuesto	Rango de fusión (°C)	Compuesto	Rango de fusión (°C)
Naftaleno	80.5-81.5	Ácido benzoico	121-122
1-Cloro-4 nitrobenzoceno	83-83.8	Trans-estilbeno	122-123
Ácido 2-metoxibenzoico	101-103	Benzamida	131-132
Ácido o-toluico	104-105	Salicilamida	130-141
Ácido m-toluico	108-110	Ácido o-clorobenzoico	140-141
2-Aminobenzamida	110-112	Ácido antranílico	146-147
1,3-Dihidroxibenceno	111-112	Bencensulfonamida	155-157
Acetanilida	113-114	Ácido salicílico	157-159

El punto de fusión puede medirse exactamente para pequeñas cantidades de sustancia usando aparatos costosos, disponibles comercialmente, como el Mel -Temp o el Fisher - Jones. También puede usarse un tubo capilar y un baño para controlar la temperatura; por lo habitual, como baño se usa un tubo de Thiele, el cual requiere un volumen grande de aceite mineral para tener un calentamiento uniforme. En este experimento se sustituye el tubo de Thiele por un vaso de precipitados pequeño (Figura 2.2).

MATERIAL Y REACTIVOS:

- | | |
|---|------------------------------|
| 1 parrilla de calentamiento con agitación | aceite mineral |
| 1 soporte Universal | compuestos conocidos puros |
| 1 pinza de tres dedos | Problemas A: sólidos puros |
| 1 termómetro de -10 a 250°C | Problemas B: sólidos impuros |
| 1 vaso de precipitados de 10 mL | |
| 5 tubos capilares | |

1 anillo de hule cortado de una manguera
1 microagitador magnético
1 mortero con pistilo

Si no se dispone de la parrilla con agitación, puede usarse un mechero, un anillo de fierro y una tela de asbesto. En este caso el vaso de precipitados debe sujetarse con otra pinza para evitar accidentes.

MEDIDAS DE SEGURIDAD:

Utilizar lentes de seguridad y bata; tener especial cuidado con el manejo del aceite mineral caliente, sobre todo si se calienta con mechero en lugar de parrilla.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

(Comentarios para el profesor en el ANEXO 2)

- Selle dos tubos capilares por uno de sus lados.
- Pulverice, con ayuda de un mortero y su pistilo, un compuesto puro (problema A) y el mismo compuesto impuro (problema B). Si no dispone de mortero, improvíselo por ejemplo con un vidrio de reloj y el fondo de un tubo de ensaye.
- Pase una pequeña cantidad de cada sustancia problema a pedazos de papel pequeños o vidrios de reloj.
- Para empacar los capilares con el sólido, presione la boca del capilar sobre el polvo; déle vuelta y golpee ligeramente sobre la mesa o, mejor aún, deje caer el capilar empacado por dentro de un tramo largo de tubo de vidrio, para conseguir un buen empaque del sólido hasta una altura de aproximadamente 5 mm.
- Sujete los capilares al termómetro, paralelos al bulbo, con ayuda de un anillo de hule cortado de una manguera (Figura 2.2).
- En un vaso de precipitados de 10 mL, **bien seco**, ponga aceite mineral hasta la mitad de la altura y añada un microagitador (véase Práctica 1, parte 2). Centre el vaso en la parrilla de calentamiento.
- Ponga en el soporte universal la pinza de tres dedos, y con ésta sujete al termómetro ya preparado con los capilares.
- Sumerja el bulbo del termómetro y los capilares en el aceite mineral, ajustando la altura de tal modo que las muestras queden dentro del aceite, pero que éste no llegue a la banda de hule.
- Encienda la parrilla y el agitador, ajuste a tener una agitación eficiente para que la temperatura del baño de aceite sea homogénea, y caliente lentamente (2°C por minuto).

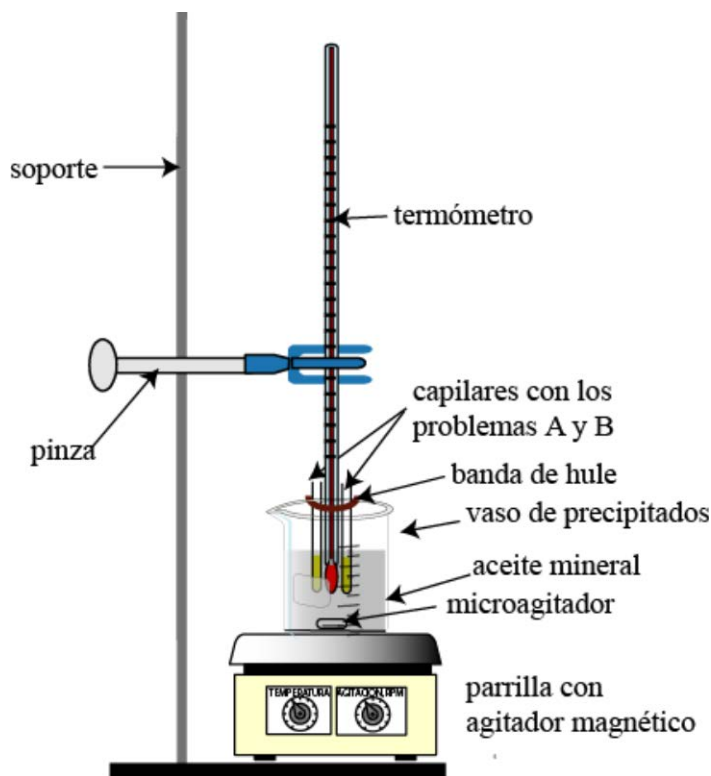


Figura 2.2
Equipo para determinar el punto de fusión por un método en microescala

- Observe cuidadosamente los capilares y determine las temperaturas de fusión de los problemas A y B. El rango de fusión empieza cuando el sólido se ve “húmedo”, y termina cuando todo el sólido se funde.
- Si la temperatura se eleva muy rápidamente, la lectura no es confiable y habrá que repetir el procedimiento con muestra nueva, calentando más lentamente al acercarse a la temperatura de fusión.
- Registre los rangos de fusión en la hoja de resultados.
- Identifique, entre los compuestos conocidos disponibles, por la similitud de sus puntos de fusión, cuál o cuáles pudieran corresponder con su problema.
- Prepare una mezcla de 50/50 aproximadamente del problema A y de uno de los compuestos conocidos que crea que puede ser el suyo.
- Determine la temperatura de fusión de la mezcla y regístrela en la hoja de resultados.
- Si el punto de fusión de la mezcla es el mismo que el del problema, la “mezcla” es en realidad el compuesto puro y entonces habrá identificado al problema A.
- Si el punto de fusión de la mezcla es menor, y el rango de fusión mayor que el del problema, entonces se trata de dos compuestos diferentes, y habrá que repetir el proceso con otros de los compuestos de punto de fusión similar, hasta que se identifique al problema A.

MANEJO DE RESIDUOS:

Todos los residuos de vidrio deben depositarse en un recipiente especialmente marcado para este fin.

El aceite mineral usado, **ya frío**, deberá guardarse en un frasco etiquetado adecuadamente y podrá ser reutilizado. Nunca debe regresarse al frasco original, ya que puede contaminarlo.

REPORTE DE RESULTADOS:

Identificación Número del problema	Rango de fusión (°C)
Puro A:	
Impuro B:	

Compuestos disponibles conocidos con puntos de fusión cercanos al problema A	
Nombre del compuesto	Rango de fusión (°C)
1:	
2:	
3:	

Mezclas del problema A con compuestos conocidos	Rango de fusión (°C)
Problema A + 1:	
Problema A + 2:	
Problema A + 3:	

EL PROBLEMA A ES: _____

CUESTIONARIO:

1. Nombre los tres estados de la materia. ¿Qué fases coexisten cuando un sólido funde?
2. ¿Por qué se tiene que moler finamente la muestra en el procedimiento experimental?
3. ¿Qué otras propiedades físicas pueden ser utilizadas para identificar un compuesto desconocido?
4. El punto de fusión del hielo ¿depende de la presión?
5. El punto de fusión de un sólido desconocido es de 65.3° C. Se mezcla con un sólido A y la temperatura de fusión es de 60.5° C. ¿Qué se puede concluir respecto al sólido desconocido?

EXPERIMENTO # 3

DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE EBULLICIÓN

OBJETIVO:

Medir el punto de ebullición de un líquido e identificar un compuesto problema por su punto de ebullición, aplicando una técnica en microescala.

INTRODUCCIÓN:

Los puntos de ebullición se utilizan para caracterizar e identificar un compuesto líquido y para analizar su pureza. El punto de ebullición se define como la temperatura en la cual la fase vapor y la fase líquida coexisten.

En cualquier combinación de presión y temperatura, una cierta fracción de moléculas del líquido escapa de su superficie como vapor. Este proceso se llama vaporización o evaporación, y el proceso opuesto se denomina condensación. La presión ejercida por este vapor que escapa se denomina presión de vapor de un líquido, y su valor aumenta con el aumento de la temperatura.

La temperatura a la cual la presión de vapor es igual a la presión externa se llama punto de ebullición del líquido.

El ejemplo de punto de ebullición con el que estamos más familiarizados es el del agua, que es 100°C a una atmósfera de presión (760 mm Hg), y se conoce como punto de ebullición normal del agua (esto ocurre al nivel del mar). Las moléculas de agua están unidas en la fase líquida por fuerzas de atracción moderadamente fuertes, llamadas puentes de hidrógeno. El calentamiento es necesario para romper estas fuerzas y permitir que el líquido pase a la fase gaseosa.

A alturas mayores sobre el nivel del mar, la presión atmosférica disminuye, y por tanto también disminuye el punto de ebullición. Por ejemplo, en la Ciudad de México la altura es de 2 235 m sobre el nivel del mar, la presión atmosférica es de 585 mm Hg y el punto de ebullición del agua es de 92.8°C.

MATERIAL Y REACTIVOS:

1 parrilla de calentamiento con agitación
1 agitador magnético
1 soporte universal
1 pinza de tres dedos
1 vaso de precipitados de 10 mL
1 tubo pequeño, aprox. de 60 x 5 mm

aceite mineral
alcohol metílico o metanol: CH₃OH
alcohol etílico o etanol: C₂H₅OH
alcohol isopropílico: C₃H₇OH
otros alcoholes líquidos disponibles

1 tubo capilar para hacer “campanitas” de 2 cm
1 liga o anillo de hule cortado de manguera
1 termómetro de -10 a 250°C

Si no se dispone de la parrilla con agitación puede usarse un mechero, un anillo de fierro y una tela de asbesto. En este caso, el vaso de precipitados debe sujetarse con otra pinza para evitar accidentes.

MEDIDAS DE SEGURIDAD:

(Comentarios para el profesor en el ANEXO 2)

Use lentes de protección y bata. Los alcoholes y otros líquidos volátiles son inflamables, extreme precauciones si se usa mechero. Espere a que el baño de aceite se enfríe antes de manipularlo.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

- En un vaso de precipitados de 10 mL, **bien seco**, ponga aceite mineral hasta la mitad de la altura y añada un microagitador (véase la Práctica 1, parte 2). Centre el vaso en la parrilla de calentamiento.
- Con la ayuda de una pipeta Pasteur, coloque 1 mL del alcohol problema en un tubo de ensaye pequeño, y adentro ponga un pequeño capilar sellado por uno de sus lados (véase fabricación de la “campanita” de ebullición en el Experimento 1, parte 3). El lado abierto del capilar debe estar hacia abajo y sumergido en el líquido.
- Sujete este tubo al termómetro, paralelo al bulbo, con la ayuda de un anillo de hule cortado de una manguera (Figura 3.1).
- Ponga en el soporte universal la pinza de tres dedos y con ésta sujete al termómetro ya preparado.
- Sumerja el bulbo del termómetro y el tubo con el problema en el aceite mineral, ajustando la altura de tal modo que la muestra quede dentro del aceite, pero que éste no llegue a la banda de hule.
- Encienda la parrilla y el agitador, ajuste a tener una agitación eficiente para que la temperatura del baño de aceite sea homogénea, y caliente lentamente (2°C por minuto) hasta que una corriente de burbujas rápida y continua salga del capilar.
- Suspenda el calentamiento. El baño empezará a enfriarse lentamente.
- Anote la temperatura en la cual las burbujas dejan de salir del capilar y el líquido empieza a entrar en él.
- Repita el experimento cambiando la “campanita” por una nueva, y promedie ambas temperaturas para obtener la temperatura de ebullición del alcohol desconocido; anótela en la hoja de resultados.
- Repita el experimento para determinar el punto de ebullición de uno de los alcoholes conocidos y anótelo con su número de carbonos.

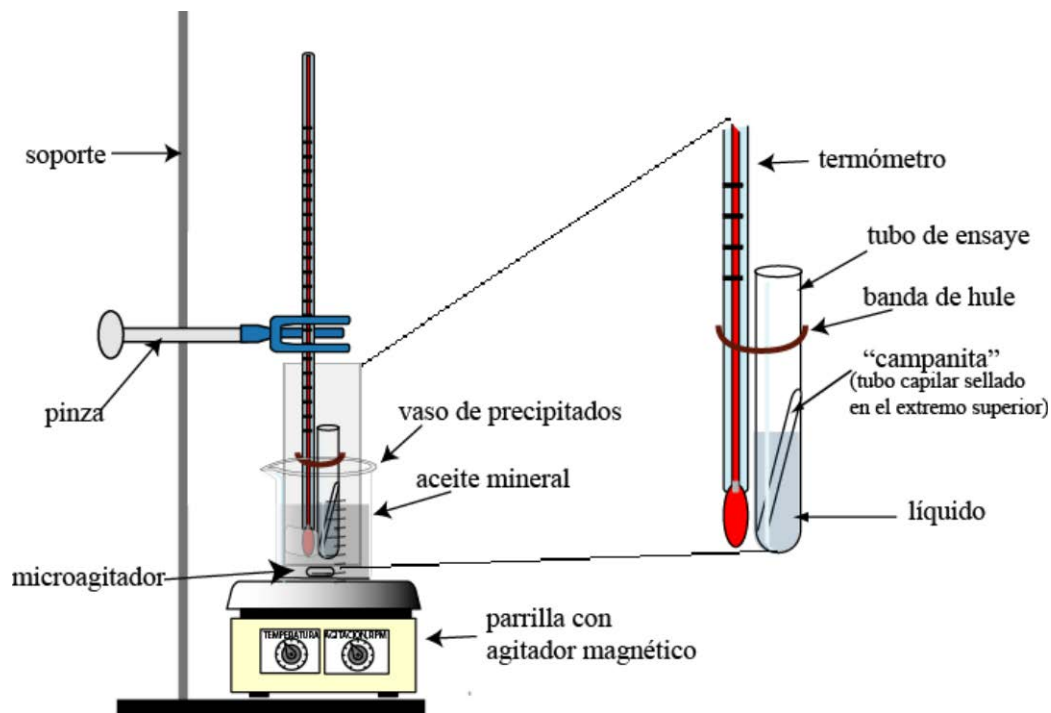


Figura 3.1
Montaje del equipo para determinar el punto de ebullición

- Registre los valores obtenidos por sus compañeros y por usted para todos los alcoholes utilizados y haga una gráfica de número de átomos de carbono (eje de las abscisas) contra puntos de ebullición (eje de las ordenadas).
- Use la gráfica como una curva de calibración para identificar su alcohol desconocido y determinar su número de átomos de carbono.

MANEJO DE RESIDUOS:

Todos los residuos de vidrio deben depositarse en un recipiente especialmente marcado para este fin.

Los residuos de los alcoholes deberán colocarse, todos juntos, en un frasco marcado como “Residuos orgánicos no clorados”.

El aceite mineral usado, **ya frío**, deberá guardarse en un frasco etiquetado adecuadamente y podrá ser reutilizado. Nunca debe regresarse al frasco original, ya que puede contaminarlo.

REPORTE DE RESULTADOS:

Núm. o letra del alcohol desconocido: _____

Temperaturas de ebullición observadas: _____ y _____

Promedio: _____ = temperatura de ebullición del problema

Nombre y núm. de átomos de carbono del alcohol conocido: _____

Temperaturas de ebullición observadas: _____ y _____

Promedio: _____ = temperatura de ebullición del alcohol conocido

Temperaturas de ebullición de alcoholes conocidos:

Nombre del alcohol	Núm. de carbonos	Temperatura de ebullición °C

Haga una gráfica del número de carbonos vs. temperatura de ebullición en una hoja de papel milimétrico y anéxela a la hoja de resultados.

Identificación del líquido desconocido:

El alcohol desconocido es: _____

CUESTIONARIO:

1. ¿Cuáles son los tres estados de la materia?
2. ¿Qué fase se forma cuando un líquido se evapora?
3. Defina el término de “temperatura de ebullición”
4. ¿Por qué se forman burbujas cuando un líquido hierve?
5. ¿Por qué tarda más en cocerse un huevo a grandes alturas que a nivel del mar?
6. ¿Qué precauciones se deben tomar para determinar la temperatura de ebullición de un líquido?
7. ¿Qué precauciones se deben tomar cuando se usa la flama de un mechero para el calentamiento?

EXPERIMENTO # 4

DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD DE LÍQUIDOS Y SOLUCIONES

OBJETIVO:

Determinar la densidad de líquidos puros y de soluciones usando un micropicnómetro.

INTRODUCCIÓN:

Existen dos tipos de propiedades asociadas con cualquier compuesto: las propiedades físicas y las propiedades químicas. Las propiedades físicas son aquellas características que pueden ser estudiadas sin destrucción de la materia, por ejemplo, estados de la materia, gas, líquido o sólido, color, olor, textura, punto de fusión, punto de ebullición, solubilidad, viscosidad, tensión superficial, índice de refracción. Muchas propiedades químicas de los compuestos se estudian observando sus reacciones químicas, como pueden ser las reacciones de precipitación, oxidación–reducción, adición y reacciones ácido–base.

En este caso se **determinará** una propiedad física, la densidad, tanto de un líquido puro como de soluciones de diferentes concentraciones en % peso de soluto, usando como disolvente agua destilada.

La densidad de una sustancia se define como la relación de su masa entre su volumen:

$$\rho = m / V$$

El símbolo comúnmente utilizado para la densidad es la letra griega ro (ρ). Las unidades comunes para la densidad, según el Sistema Internacional de Unidades (SI), son g/mL para los líquidos, g/cm³ para los sólidos y g/L para gases. La densidad relativa (d) o gravedad específica (Gs) es una comparación de la densidad de una sustancia con la densidad del agua. Está definida como el peso unitario del material dividido entre el peso unitario del agua destilada a 4°C. La gravedad específica es adimensional y numéricamente coincide con la densidad.

La densidad es una propiedad intensiva de la materia, lo que significa que es independiente del tamaño de la muestra. La densidad de un gran fragmento de cobre puro es la misma que la de una pequeña porción. Por otro lado, una propiedad extensiva es la que depende del tamaño de la muestra. La masa, el volumen y la longitud son ejemplos de propiedades extensivas. Se debe hacer notar que la relación de dos propiedades extensivas es independiente del tamaño de la muestra. En consecuencia, a pesar de que la densidad se calcula sobre la base de las mediciones de la masa y el volumen de un compuesto, ésta es una propiedad intensiva debido a que es la relación de dos propiedades extensivas.

La densidad de un cuerpo está relacionada con su flotabilidad; una sustancia flotará sobre otra si su densidad es menor. Por eso la madera flota sobre el agua y el plomo se hunde en ella porque posee mayor densidad que el agua, mientras que la densidad de la madera es menor; pero ambas sustancias se hundirán en gasolina ya que tiene una densidad menor que la de la madera.

La densidad de un material puro en estado sólido es usualmente mayor que su densidad en estado líquido: la densidad de un líquido es mayor que su densidad en estado gaseoso. Existe una muy bien conocida excepción a esto: la densidad del agua a 4°C (1.000 g/mL) es mayor que la densidad del hielo a 0°C (0.920 g/cm³); así, el hielo flota sobre el agua.

Aun dentro del mismo estado físico, la densidad disminuye con el aumento de temperatura. Esto es muy notorio en el estado gaseoso, mientras que la variación de la densidad es mucho menor en el estado líquido y en el estado sólido. Por ejemplo, no tiene la misma densidad el agua fría que el agua caliente, como puede observarse en la Tabla 4.1. Por esto, la densidad de un material debe reportarse a una temperatura específica.

Tabla 4.1. Densidad del agua destilada a distintas temperaturas

TEMPERATURA (°C)	DENSIDAD (g/mL)
0	0.9998
2	0.9999
4	1.0000
6	0.9999
8	0.9998
10	0.9997
20	0.9982
30	0.9956
40	0.9922
50	0.9880
60	0.9832
70	0.9777
80	0.9718
90	0.9652
100	0.9583

MATERIAL Y REACTIVOS:

1 balanza analítica o semianalítica
1 micropicnómetro (Experimento 1 parte 1)
1 base de unigel o cartón para sostener el micropicnómetro

1 soporte universal
1 pinza doble para bureta
2 microburetas de 2 mL (Experimento 1 parte 6)

1 pipeta Pasteur con microcapilar
1 termómetro
2 vasos de precipitados de 50 mL
10 matraces Erlenmeyer de 10 mL

1 pinza de depilar
1 perilla de succión
Etanol: C_2H_5OH
agua destilada: H_2O

MEDIDAS DE SEGURIDAD:

Utilizar lentes de seguridad y bata.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL: (Comentarios para el profesor en el ANEXO 2)

Ver Figura 4.1.

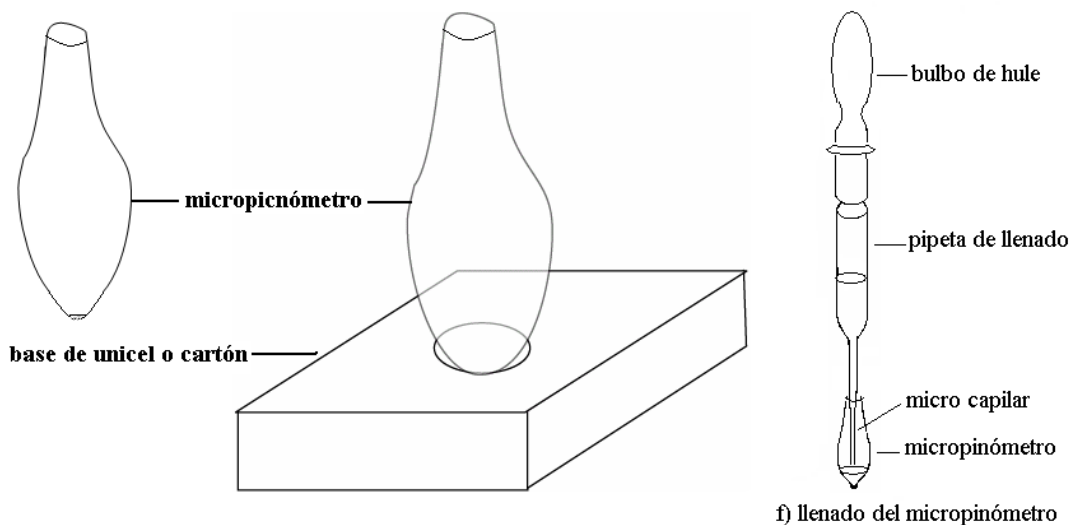


Figura 4.1
Soporte y llenado del micropicnómetro

Parte A. Determinación de la densidad de un líquido puro

- En una balanza analítica pese el micropicnómetro vacío (bien seco), colocado sobre un vidrio de reloj o en una base que lo sostenga bien.
- Llene un vaso de 50 mL (limpio y seco) con agua destilada y otro igual con etanol puro.
- Llene el micropicnómetro, hasta el borde, con agua destilada y péselo nuevamente.
- Calcule el peso del agua en el picnómetro, por diferencia entre los dos pesos.
- Mida la temperatura del agua (temperatura ambiente). En la Tabla 4.1 busque la densidad del agua a esa temperatura.
- Con esta información, calcule el volumen de agua, que será también el volumen del micropicnómetro. Dado que $\rho = m / V$, por lo tanto $V = m / \rho$
- Vacíe el micropicnómetro y enjuáguelo dos veces con porciones pequeñas de etanol.

- Pese el micropicnómetro con etanol y calcule por diferencia el peso del etanol.
- Determine la densidad del etanol.

NOTA 1: La solución se introduce y se extrae del micropicnómetro utilizando cada vez la pipeta Pasteur, con microcapilar, limpia y seca o enjuagada con el líquido puro o la solución que se va a pesar. Con un pañuelo desechable seque perfectamente la parte exterior del picnómetro antes de pesarlo.

Parte B. Preparación de las diferentes soluciones

- A partir de la densidad calculada del etanol y la obtenida del agua a temperatura ambiente, realice los cálculos necesarios para conocer el volumen de agua y etanol requeridos (± 0.1 mL), para preparar soluciones de etanol en agua al 5, 10, 20, 30, hasta el 90 % en peso, con una masa total de cada una de ellas de 5 g aproximadamente .
- En la hoja de respuestas, anote los volúmenes calculados en las columnas correspondientes de la Tabla 4.2.
- Prepare las soluciones en matraces Erlenmeyer de 10 mL, etiquetados. Use las microburetas de 2 mL, una con el etanol y otra con el agua, para medir los volúmenes calculados.
- Coloque las soluciones preparadas en un baño de agua a temperatura ambiente, durante 15 minutos, para que lleguen al equilibrio térmico.
- Registre la temperatura.

Parte C. Determinación de la las respectivas densidades

Los datos necesarios para determinar las densidades de cada solución se obtienen pesando el micropicnómetro, con cada una de las soluciones preparadas y determinando por diferencia el peso de solución. Véanse **NOTAS 1 y 2**.

NOTA 2: Antes de cada medición, se enjuaga el micropicnómetro con una pequeña cantidad de cada una de las soluciones a medir. La solución usada para enjuagar se desecha.

MANEJO DE RESIDUOS:

Todos los residuos de vidrio deben depositarse en un recipiente especialmente marcado para este fin.

Las soluciones de etanol son biodegradables, por lo que pueden desecharse directamente al drenaje.

REPORTE DE RESULTADOS:

Reporte todos los datos experimentales en una tabla.
Determine las densidades para cada una de las soluciones.

Temperatura de trabajo: _____ °C

Tabla 4.2. Determinación de las densidades de las soluciones etanol / agua

Solución	% peso soluto (etanol)	mL soluto (etanol)	mL solvente (agua)	Masa PIC. + soporte vacío	Masa PIC.+ soporte + solución	Masa de solución en el PIC.	Volumen de solución en el PIC.	Densidad de la solución
Solvente (H ₂ O)	0	0	5					
Etanol puro	100	5	0					
I	5							
II	10							
III	20							
IV	30							
V	40							
VI	50							
VII	60							
VIII	70							
IX	80							
X	90							

CUESTIONARIO:

1. ¿Cuál es la diferencia principal entre la densidad y la gravedad específica?
2. El mercurio (Hg) es el único metal líquido a temperatura ambiente. Una muestra de 10 mL de Hg tiene una masa de 136 g. ¿Cuál es la densidad del mercurio?
3. La densidad de una lenteja de plomo sobre la superficie de la tierra es de 11.43 g/cm³. ¿Puede cambiar el valor de su densidad si se determina en la superficie de la luna? ¿Por qué?
4. Al ir aumentando la concentración de un soluto cuya densidad es menor que la del solvente, ¿cómo varían los valores de la densidad de las soluciones generadas?

EXPERIMENTO # 5

SEPARACIÓN DE MEZCLAS: FILTRACIÓN, DECANTACIÓN Y EVAPORACIÓN

OBJETIVOS:

Preparar mezclas homogéneas y heterogéneas.

Separar una mezcla heterogénea utilizando los métodos de separación: filtración, decantación y evaporación.

INTRODUCCIÓN:

Mezclar es fácil, lo difícil es volver a separar. En general, una separación es la operación por la cual una mezcla se divide en dos fracciones, por lo menos.

Los componentes de una mezcla se separan con el propósito de aprovecharlos. Para lograr la separación se considera que los diversos componentes de una mezcla tienen propiedades físicas y químicas diferentes.

Algunos métodos de separación de mezclas se basan en los cambios físicos de la materia. Ninguno de ellos afecta la constitución y propiedades de los componentes de una mezcla; por eso reciben el nombre de métodos físicos. Los principales métodos físicos de separación de mezclas son decantación, filtración, destilación, cristalización, sublimación y evaporación.

Una característica fundamental de los sólidos es su solubilidad en diversos líquidos, lo que depende de sus respectivas polaridades. Si la solubilidad del sólido en un líquido determinado es baja, se podrán separar utilizando la filtración o la decantación.

La **decantación** es uno de los métodos de separación más sencillos, y se basa en la diferencia de densidades de las sustancias que forman la mezcla. Se utiliza para separar mezclas heterogéneas, es decir, consiste en separar un sólido insoluble de una fase líquida. En esta técnica, el recipiente con la mezcla debe mantenerse en reposo para que el sólido sedimente, es decir, para que se deposite en el fondo del recipiente. Para decantar, se inclina el recipiente con mucho cuidado para vaciar únicamente el líquido, y así evitar el paso del sólido, el cual debe permanecer en el fondo del recipiente.

La **filtración** es también un método de separación de mezclas heterogéneas que se utiliza cuando las partículas del sólido son muy finas y no se sedimentan con facilidad. Para filtrar una mezcla se requiere de una membrana porosa llamada filtro, ya sea de papel, tela, vidrio, cerámica, etcétera. La membrana retiene las partículas de la fase dispersa (sólida) y permite el paso de la fase dispersora (líquido). En el laboratorio de química se emplea papel filtro de diferente diámetro de poro, al que se le da forma cónica y se inserta en un embudo; se vierte la mezcla que

se va a separar: en el papel filtro queda la parte sólida y en un contenedor o recipiente la parte líquida.

El cambio de fase de líquido a vapor se llama **evaporación**, no es necesario calentar un líquido hasta su punto de ebullición para que se transforme en vapor; por ejemplo, el agua se evapora de un recipiente abierto a temperatura ambiente (25°C), aun cuando su punto de ebullición es de 100°C. La evaporación se utiliza para separar mezclas homogéneas formadas por un sólido o un líquido disueltos en otro líquido. Como las partículas del soluto son muy pequeñas, se recurre a este método de separación del componente líquido más volátil, mediante un ligero calentamiento o al dejar el recipiente abierto a la intemperie, lo que provoca un cambio de estado en la superficie del líquido más volátil. Este método sencillo no permite la recuperación del líquido pero, si se desea la recuperación, se utiliza el método llamado destilación.

Cuando se trata de dos líquidos que no son miscibles, y se forma una mezcla heterogénea de líquidos, se recomienda usar un embudo de separación; el embudo tiene una llave de paso, lo que permite separar líquidos que tengan diferente polaridad y densidad. El líquido más denso sale primero y al final el de menor densidad. En las técnicas de microescala la separación de dos líquidos inmiscibles puede hacerse utilizando un tubo de ensaye y una pipeta Pasteur, que servirá para realizar la mezcla y separar el líquido más denso.

MATERIAL Y REACTIVOS:

3 tubos de ensaye grandes	hidróxido de calcio, Ca(OH)_2
1 espátula	agua
1 balanza granataria por grupo	
1 probeta de 10 mL	
1 embudo de vidrio	
1 papel filtro	
1 matraz Erlenmeyer de 25 mL	
2 vasos de precipitados de 10 mL	
1 parrilla de calentamiento por equipo	

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

Decantación:

- En un tubo **previamente pesado**, coloque 1 g de hidróxido de calcio Ca(OH)_2 y añada 5 mL de agua; agite, deje que se sedimente el sólido y vierta el líquido con mucho cuidado en un vaso de precipitados, dejando el sólido en el tubo de ensaye.
- Mida con la probeta el volumen de agua que quedó en el vaso de precipitados (cambie el orden: primero medir y luego secar).
- Seque el tubo en la parrilla con calentamiento bajo.
- Pese el tubo de ensaye con el sólido seco.
- Por diferencia, calcule el peso del sólido.

Filtración:

- Etiquete 2 tubos de ensaye. En uno de ellos coloque 1 g de hidróxido de calcio Ca(OH)_2 y añada 5 mL de agua; agite muy bien.
- Pese un papel filtro.
- Filtre la solución sobre el papel filtro de peso conocido, utilizando embudo y matraz Erlenmeyer.
- Mida con la probeta el volumen de agua que quedó en el matraz.
- Deje secar el sólido sobre una charolita de aluminio encima de una parrilla de calentamiento durante unos minutos; en caso de no tener parrilla, déjelo secar por evaporación de una clase para otra, y colóquelo en un lugar seguro. Péselo junto con el papel filtro; por diferencia calcule el peso del sólido.

Evaporación:

- En 1 vaso de precipitados **previamente pesado**, coloque 1 g de hidróxido de calcio Ca(OH)_2 ; añada 5 mL de agua y agite.
- Coloque el vaso en la parrilla manteniendo una temperatura de 50°C para que se evapore el agua.
- Cuando se haya secado el sólido, pese el vaso de precipitados con el sólido.
- Por diferencia calcule el peso del sólido.

MANEJO DE RESIDUOS:

Los residuos obtenidos en esta práctica son el hidróxido de calcio seco (que se puede reutilizar) y agua.

REPORTE DE RESULTADOS:

Método utilizado	Volumen inicial de agua en la mezcla	Peso inicial	Volumen final (después de separar la mezcla)	Peso final (después de separar la mezcla)
	mL de H_2O	g Ca(OH)_2	mL de H_2O	g Ca(OH)_2
Filtración	5 mL	1 g		
Decantación	5 mL	1 g		
Evaporación	5 mL	1 g		

CUESTIONARIO:

1. ¿Cómo calcula el peso del sólido seco?
2. Calcule el porcentaje de sólido recuperado (rendimiento) después de la separación.
3. ¿Cuál de los métodos de separación utilizados tiene un mejor rendimiento? ¿Por qué?
4. Proponga otro método para separar el hidróxido de calcio, Ca(OH)_2 del agua, y explíquelo.

EXPERIMENTO # 6

DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD DE DIFERENTES CRUDOS

OBJETIVOS:

Comprender los diferentes criterios de valoración de los petróleos crudos y su aplicación práctica actual.

Determinar la densidad de un crudo pesado y otro ligero mediante una técnica de microescala.

INTRODUCCIÓN:

Al analizar petróleo de procedencias diversas, de forma general puede decirse que lo forman los siguientes elementos químicos: de 76% a 86% de carbono, y de 10% a 14% de hidrógeno. A veces contiene algunas impurezas mezcladas como oxígeno, azufre y nitrógeno. También se han encontrado huellas de compuestos de hierro, níquel, vanadio y otros metales.

El petróleo se encuentra en el subsuelo, impregnado de formaciones de tipo arenoso y calcáreo. Asume los tres estados físicos de la materia: sólido, líquido y gaseoso, según su composición y la temperatura y presión a que se encuentra.

Las primeras clasificaciones de los petróleos crudos se basaron en criterios cualitativos relacionados con una o dos propiedades químicas consideradas características de los crudos.

Se consideraron dos tipos de petróleos crudos, uno de carácter asfáltico y otro de carácter parafínico. Con el tiempo se ha observado que la mayoría de los petróleos crudos presentan una mezcla de estos dos tipos extremos.

Dentro de los métodos de clasificación con criterios cuantitativos se tiene el Método Sachanen, que clasifica a los petróleos crudos y considera tanto sus fracciones como sus residuos, con base en los criterios siguientes:

- Análisis de grupos estructurales
- Proporción de clases de hidrocarburos y contenido de compuestos asfálticos.

Por lo anterior, la clasificación de los crudos por su contenido de hidrocarburos permite diferenciar crudos parafínicos, nafténicos, aromáticos y mixtos.

Por otra parte, la industria mundial de hidrocarburos líquidos clasifica al petróleo crudo de acuerdo a su densidad API, parámetro internacional del Instituto Americano del Petróleo (API), que diferencia las calidades del crudo.

Aceite crudo	Densidad (g/mL)	Densidad (grados API)
Extrapesado	>1.0	10
Pesado	1.0 – 0.92	10 – 22.3
Mediano	0.92 – 0.87	22.3 – 31.1
Ligero	0.87 – 0.83	31.1 – 39

En el caso de México, el petróleo producido se considera pesado o ligero, según los siguientes criterios:

Pesado: Petróleo crudo con densidad API igual o inferior a 27°. La mayor parte de la producción de este tipo de petróleo proviene de yacimientos de la Sonda de Campeche.

Ligero y otros: Petróleo crudo con densidad API superior a 27°. Este tipo de crudo se produce tanto en la Sonda de Campeche como en otros yacimientos en explotación en el país.

Para el mercado de exportación se preparan tres variedades de petróleo crudo con las siguientes calidades típicas:

Olmeca. Petróleo crudo muy ligero con densidad de 39.3° API y 0.8% de azufre en peso.

Istmo. Petróleo crudo ligero con densidad de 33.6° API y 1.3% de azufre en peso.

Maya. Petróleo crudo pesado con densidad de 22° API y 3.3% de azufre en peso.

Entre mayor es el grado API, mayor es el contenido de combustible que puede recuperarse del crudo y mayor su valor económico.

La principal aplicación del crudo es para la obtención de energía, a través de sus productos refinados: gasolina, gas-oil (diesel), fuel-oil, keroseno, etcétera. Otros usos: materia prima para la industria petroquímica (polímeros, etcétera); materia prima para lubricantes (aceites y grasas para motores), y aglomerantes asfálticos (fracciones pesadas).

Determinación de la densidad de un crudo

El carácter más importante de los crudos es su **densidad**, ya que es un reflejo directo de su composición química. Aumenta con el porcentaje de hidrocarburos y productos pesados, en especial de resinas y asfaltenos. Disminuye con la temperatura a la que se encontraba el petróleo en su ambiente de generación, lo que implica que los yacimientos profundos, enterrados a mayores profundidades, contendrán crudos menos densos.

La densidad se expresa en g/mL, o en g/cm³, o más comúnmente, en grados API, y están en proporción inversa: a menor densidad, mayor grado API.

0.1 g / mL = 10° API (crudos pesados)

0.77 g / mL = 50° API (crudos ligeros)

Se calcula de acuerdo a la siguiente fórmula:

Grados API = 141.5 / densidad relativa - 131.5

La densidad relativa de la fórmula corresponde al cociente de la densidad del líquido entre la densidad del agua, medidas ambas a una temperatura de 60 grados Fahrenheit.

Este parámetro es muy representativo de la calidad económica del crudo, y se utiliza para fijar su precio.

Técnica de microescala para determinación de densidad

El principal método, y el más exacto para la determinación de la densidad de los productos del petróleo, es el método del picnómetro.

El picnómetro es un instrumento de vidrio, especialmente diseñado para que siempre que se llene el volumen del líquido sea el mismo (volumen conocido). Por tanto, la masa del líquido se determina por diferencia entre la masa del picnómetro lleno y vacío.

En el experimento presente se utilizará un **micropicnómetro** (técnica de microescala, ver Experimento # 4) de acuerdo con las instrucciones del profesor.

MATERIAL Y REACTIVOS:

1 micropicnómetro
1 balanza analítica
4 pipetas Pasteur
1 piseta con agua destilada

Muestra problema de:
crudo Maya
crudo Istmo

MEDIDAS DE SEGURIDAD:

Durante la experimentación se deberá usar bata de laboratorio y lentes de seguridad.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

- Elabore un micropicnómetro siguiendo las indicaciones del EXPERIMENTO # 4.
- Pese en la balanza el micropicnómetro vacío y anote el peso.
- Llene completamente con agua destilada, utilizando una pipeta Pasteur (no deben quedar burbujas en el interior del micropicnómetro). Pese nuevamente y anote el peso. La diferencia entre el peso del micropicnómetro con agua y vacío corresponde a la masa del agua.
- Tome como referencia la densidad del agua reportada en la literatura a la temperatura ambiente; determine el volumen de agua contenido en el micropicnómetro.

Realice el cálculo considerando que la densidad se define como la masa de un cuerpo por unidad de volumen, y en este caso tanto la densidad como la masa del agua son datos conocidos.

El volumen de agua calculado corresponde al volumen máximo que contendrá el micropicnómetro con el que se está trabajando, ya sea que se llene de agua o de cualquier otro líquido.

Anote el volumen máximo calculado, al que le vamos a denominar volumen del micropicnómetro.

A continuación se procede a determinar la masa del micropicnómetro con el crudo:

- Después de haber determinado el volumen del micropicnómetro, extraiga el agua del mismo con la pipeta Pasteur.
- Introduzca en él, con ayuda de otra pipeta Pasteur limpia y seca, una pequeña cantidad del crudo problema, para enjuagarlo y eliminar cualquier residuo de agua.
- Extraiga en la forma ya descrita el crudo y elimínelo.
- Con la misma pipeta Pasteur, llene por completo el micropicnómetro con la muestra del crudo.
- Pese el micropicnómetro lleno y anote el peso que corresponde a la masa del micropicnómetro con el crudo.
- Con este dato calcule la densidad de la muestra del crudo, utilizando la fórmula: $Densidad = masa / volumen$.

- Se procede en igual forma con la otra muestra de crudo problema, utilizando otro micropicnómetro elaborado para este fin.

MANEJO DE RESIDUOS:

Los residuos de crudos generados en este experimento se deben depositar en el frasco etiquetado “Residuos Crudo”.

Los micropicnómetros utilizados se desechan en un recipiente etiquetado “Residuos vidrio”.

HOJA DE RESULTADOS:

Fórmula: $densidad = masa / volumen$

Muestra problema crudo (1)

Volumen del micropicnómetro:

Datos: Masa del micropicnómetro vacío _____

Masa del micropicnómetro con agua _____

Masa del agua _____

Densidad reportada del agua _____

Volumen del agua _____ = Volumen del micropicnómetro

Densidad de la muestra de crudo (1)

Masa del micropicnómetro vacío _____

Masa del micropicnómetro con muestra del crudo (1) _____

Masa de la muestra del crudo (1) _____

Volumen de la muestra problema _____ = _____ Volumen del
micropicnómetro

DENSIDAD DEL CRUDO (1) _____

Muestra problema crudo (2)

Volumen del micropicnómetro:

Datos: Masa del micropicnómetro vacío _____

Masa del micropicnómetro con agua _____

Masa del agua _____

Densidad reportada del agua _____

Volumen del agua _____ = Volumen del micropicnómetro

Densidad de la muestra de crudo (2)

Masa del micropicnómetro vacío _____

Masa del micropicnómetro con muestra del crudo (2) _____

Masa de la muestra del crudo (2) _____

Volumen de la muestra crudo (2) _____ = _____ Volumen del
micropicnómetro

DENSIDAD DEL CRUDO (2) _____

CUESTIONARIO:

1. ¿Por qué la densidad es la característica más importante de los crudos?
2. ¿Con relación a qué factores varía la densidad de los crudos?
3. ¿Cómo se expresa más comúnmente la densidad de los crudos?
4. ¿Qué son los grados API?

EXPERIMENTO # 7

GASES: LEY DE CHARLES-GAY LUSSAC

OBJETIVOS:

Verificar experimentalmente la Ley de Charles-Gay Lussac.
Explorar el cero absoluto de temperatura.

INTRODUCCIÓN:

La Ley de Charles-Gay Lussac muestra la relación entre el volumen y la temperatura absoluta. Cuando un gas se calienta, ocupará un mayor volumen. La ley establece que el volumen de una cantidad fija de gas a presión constante se incrementa de forma lineal con la temperatura absoluta.

Jacques Charles, físico francés, investigó en 1787 cómo el volumen de un gas confinado cambia con la temperatura a presión constante. Su estudio fue impulsado por su interés en los globos de aire caliente. Los experimentos de laboratorio dieron como resultado la gráfica de la Figura 7.1.

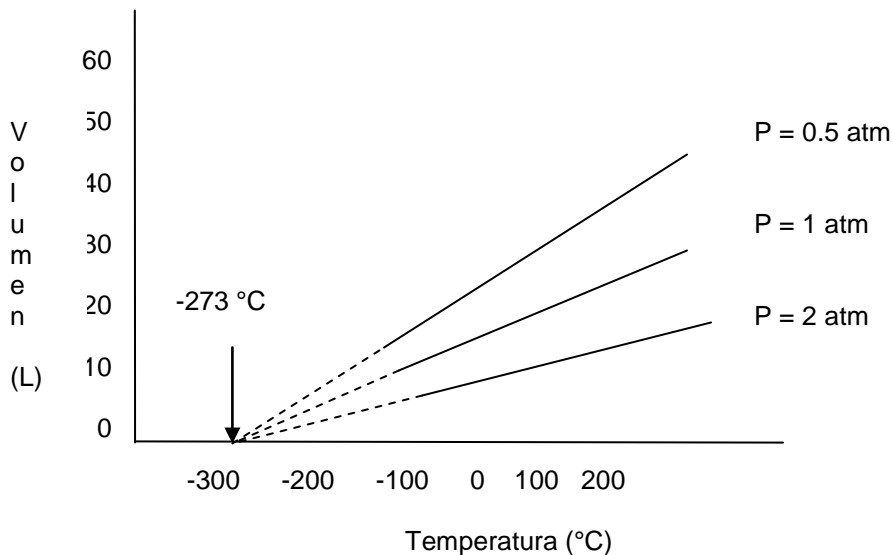


Figura 7.1
Ley de Charles

Sin importar la presión, cuando el volumen de un gas se grafica contra la temperatura, los puntos caen sobre una línea recta que intercepta al eje de la temperatura en -273.15°C . En realidad, todos los gases se condensan a temperaturas superiores a esta temperatura y la intersección se da por extrapolación de las líneas resultantes a un volumen igual a cero. Este comportamiento lo presentan todos los gases. La temperatura -273.15°C se conoce como **cero absoluto**.

En 1848, el físico escocés Sir William Thomson (cuyo título fue Lord Kelvin) propuso la idea de una escala de temperatura absoluta. En la escala Kelvin: de $-273.15^{\circ}\text{C} = 0\text{ K}$.

La relación entre la escala Kelvin y la escala Celsius es:

$$K = ^{\circ}\text{C} + 273.15$$

La Ley de Charles puede, por tanto, expresarse como:

$$V \propto T ; \quad \text{ó bien } V_1/T_1 = V_2/T_2$$

en donde T es la temperatura absoluta en K y V es el volumen del gas.

En este experimento, el volumen de una muestra de aire se determinará a temperaturas diferentes.

MATERIAL Y REACTIVOS:

1 tubo de Wintrobe (para determinación de hematocrito)	aceite Nujol
4 vasos de precipitados de 250 mL	sal común, NaCl
4 termómetros de -10 a 250°C	hielo
1 soporte universal	agua
1 parrilla de calentamiento con agitación magnética	
1 pipeta Pasteur	
1 pinza de tres dedos	
1 regla métrica	

MEDIDAS DE SEGURIDAD:

Utilice bata y lentes de seguridad. Tenga cuidado con las mediciones de longitud, pues deben ser muy precisas.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

Método del tubo Wintrobe

1. Coloque una gota de aceite nujol en un tubo Wintrobe limpio, usando una pipeta Pasteur, como se muestra en la Figura 7.2.
2. Anote la temperatura ambiente y tome la lectura de la longitud de la columna de aire atrapado en el tubo (la lectura se toma hasta la parte superior del menisco de la gota de aceite).
3. Coloque el tubo verticalmente en un baño de hielo, asegurándose que el tubo se sumerja hasta el límite superior de la gota de aceite (sostenga el tubo usando una pinza de tres dedos y un soporte).

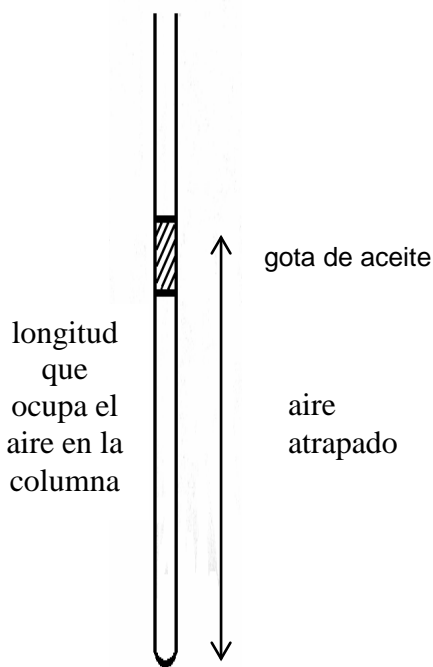


Figura 7.2
Tubo de Wintrobe

4. Deje reposar el tubo de 2 a 3 minutos para que se estabilice su temperatura y anote la temperatura del baño y la longitud de la columna de aire del tubo.
5. Repita el procedimiento, pero ahora coloque el tubo en un baño de hielo/agua/sal. Registre la temperatura del baño.
6. Repita el procedimiento anterior en un baño a $\approx 50^{\circ}\text{C}$. Registre la temperatura del baño.
7. Repita el procedimiento en un baño a $90\text{-}100^{\circ}\text{C}$, pero sólo durante 2-3 segundos. Registre la temperatura del baño y determine la longitud de la columna, como en los otros casos.

8. Repita el procedimiento para una segunda corrida de datos experimentales.

MANEJO DE RESIDUOS:

Este experimento no genera residuos.

REPORTE DE RESULTADOS:

<i>Baño</i>	<i>Temperatura (K)</i>		<i>Longitud de la columna de aire (mm)</i>	
	1ª corrida	2ª corrida	1ª corrida	2ª corrida
Temperatura ambiente				
Hielo				
Hielo/agua/sal				
Agua a $\sim 50^{\circ}\text{C}$				
Agua a $\sim 90^{\circ}\text{C}$				

1. Dibuje una gráfica en papel milimétrico de longitud de la columna de aire (eje y) vs. temperatura (eje x) para cada corrida de datos experimentales.
2. Extrapole la línea obtenida hasta la longitud “cero” y determine de la gráfica el valor para el cero absoluto.

CUESTIONARIO:

1. En el método del tubo Wintrobe se usa la longitud de la columna de aire atrapado en lugar del volumen, ¿por qué se puede hacer esto?
2. ¿A cuántos °C equivale un grado K?
3. Si un gas a presión constante ocupa un volumen de 250 μL a una temperatura de 25°C, ¿qué volumen ocupará a 100°C?
4. ¿Por qué es importante el uso de la escala Kelvin para cálculos científicos?
5. ¿Por qué es importante la Ley de Charles para alguien que está interesado en globos de aire caliente?

EXPERIMENTO # 8

GASES: LEY DE BOYLE

OBJETIVOS:

Verificar experimentalmente la relación presión-volumen de un gas.

INTRODUCCIÓN:

Un gran número de experimentos con gases ha demostrado que cuatro variables definen el estado en un gas. Estas variables son la temperatura (T), la presión (P), el volumen (V) y el número de moles (n). Existen varias relaciones sencillas que relacionan estas variables con gran precisión y se denominan Leyes de los Gases Ideales.

La primera de las leyes de los gases muestra la relación entre el volumen y la presión. Fue descubierta en 1662 por el químico irlandés Robert Boyle, quien encontró que el volumen de una cantidad de gas a temperatura constante es inversamente proporcional a la presión del gas; es decir, si la presión aumenta, el volumen disminuye. Esta relación se conoce como la Ley de Boyle y puede expresarse como:

$$V \propto 1/P; \quad \text{o bien } VP = k_1; \quad \text{o bien } P_1V_1 = P_2V_2$$

Esto significa que el producto de la presión por el volumen de cualquier cantidad dada de gas será constante, si la temperatura no cambia.

Boyle investigó la relación presión-volumen de una muestra de gas, en el que utilizó un aparato similar a un tubo en “U” con un extremo cerrado denominado manómetro. La presión ejercida sobre el gas por el mercurio que contiene el tubo es igual a la presión atmosférica. Sin embargo, si se adiciona más mercurio por el extremo abierto del tubo, la presión se incrementa sobre el gas atrapado y el resultado es la disminución en el volumen del gas.

Boyle concluyó que, cuando la temperatura permanece constante, el volumen (V) de una cantidad dada de gas disminuye al aumentar la presión total aplicada (P), la cual será la suma de la presión atmosférica más la presión ejercida al añadir el mercurio. De manera inversa, si la presión sobre el gas disminuye, el volumen del gas se incrementa.

En este experimento, una muestra de gas en una jeringa se sujetará a diferentes presiones al aumentar la masa sobre el émbolo, y se observará el cambio en el volumen.

Si la Ley de Boyle se obedece, se obtiene una línea recta al graficar el volumen (V) en el eje “y” y $1/P$ en el eje “x”. La presión debe convertirse a presión absoluta, esto es, la suma de la presión atmosférica más la presión ejercida.

MATERIAL Y REACTIVOS:

1 jeringa de 60 mL
1 bloque de madera (10 cm x 10 cm x 1 cm)
silicón líquido
pesas de balanza (500 g, 100 g, 200 g, 50 g, 1 kg, 2 kg)
papel milimétrico

MEDIDAS DE SEGURIDAD:

Utilice bata y lentes de seguridad. Tenga cuidado de equilibrar las pesas para evitar que se caigan.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

- 1) Prepare anticipadamente un aparato como el que se muestra en la Figura 8.1. Realice una perforación en el bloque de madera del tamaño y forma de la punta del cuerpo de la jeringa; coloque un poco de silicón líquido, inserte el cuerpo de la jeringa y permita que se adhiera completamente al bloque de madera.

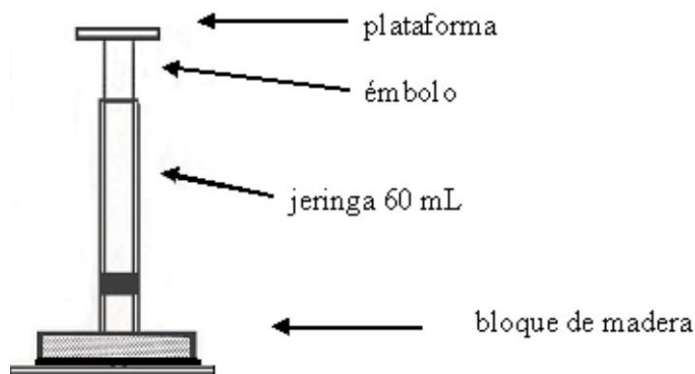


Figura 8.1
Aparato para la Ley de Boyle

- 2) Registre el volumen de la jeringa a la presión atmosférica del laboratorio o lugar de trabajo (de ser posible verifique la presión atmosférica con un barómetro).
- 3) Coloque una pesa de 1 kg en la plataforma del émbolo, deje que el sistema se estabilice por unos minutos y registre el volumen de aire de la jeringa. Retire la pesa y permita que el émbolo regrese a su volumen original.
- 4) Repita el paso 3, pero coloque además una pesa de 100 g.
- 5) Repita el paso 3, pero coloque además una pesa de 200 g.
- 6) Repita el paso 3, pero coloque además una pesa de 500 g.
- 7) Repita el paso 3, pero coloque además una pesa de 50 g.
- 8) Repita el paso 3, pero coloque además una pesa de 100 g y otra de 200 g.
- 9) Repita el paso 3, pero coloque además una pesa de 200 g y otra de 500 g.
- 10) Repita el paso 3, pero coloque además una pesa de 100 g y otra de 500 g.

- 11) Repita el paso 3, pero coloque además una pesa de 500 g y otra de 50 g.
- 12) Repita el paso 3, pero coloque además una pesa de 2000 g.
- 13) Registre el volumen del aire y la masa agregada en una tabla de datos.
- 14) Repita el procedimiento agregando los pesos en la misma secuencia anterior.
- 15) Registre la presión atmosférica del lugar de trabajo y repórtela en kPa. Use la siguiente relación:
 $1 \text{ atm} = 760 \text{ mm Hg} = 0.10132 \text{ kPa}$

REPORTE DE RESULTADOS:

Presión atmosférica = _____ mm Hg

<i>Experimento 1</i>					<i>Experimento 2</i>				
<i>Masa</i> <i>g</i>	<i>Volumen</i> <i>mL</i>	<i>g/cm²</i>	<i>P_{ejercida}</i> <i>kPa</i>	<i>P_{absoluta}</i> <i>kPa</i>	<i>Masa</i> <i>g</i>	<i>Volumen</i> <i>mL</i>	<i>g/cm²</i>	<i>P_{ejercida}</i> <i>kPa</i>	<i>P_{absoluta}</i> <i>kPa</i>
0					0				
1000					1000				
1100					1100				
1200					1200				
1500					1500				
1050					1050				
1300					1300				
1700					1700				
1600					1600				
1550					1550				
3000					3000				

1. Calcule el área de la cabeza del émbolo o pistón.

$$(A = \pi r^2), \quad r = \text{_____ cm}$$

por tanto, $A = \text{_____ cm}^2$

2. Divida cada masa añadida entre el área de la cabeza del émbolo (g/cm^2).

3. Si $1\text{g}/1\text{cm}^2$ ejerce una presión de $101.32 \text{ Pa} = 1 \text{ atm} = 760 \text{ mm Hg} = 760 \text{ torr}$ (el Pascal es la unidad métrica de presión), entonces:

$$P_{\text{ejercida}} = (\text{g/cm}^2)(0.10132 \text{ kPa cm}^2/\text{g}).$$

4. Calcule la presión absoluta (P_T) para cada volumen medido, donde:

$$P_T = P_{\text{ejercida}} + P_{\text{atmosférica}} = P_{\text{ejercida}} + 0.07799 \text{ kPa}$$

(cuando $P_{\text{atmosférica}} = 585 \text{ mm Hg}$, que es la presión atmosférica en la Ciudad de México)

5. Elabore una gráfica en papel milimétrico de Volumen (eje y) contra $1/P$ (eje x).

CUESTIONARIO:

1. ¿Qué tipo de curva se obtiene al graficar Volumen (eje y) contra $1/P$ (eje x)?
2. ¿Cuál es la presión ejercida sobre el émbolo o pistón antes de iniciar el experimento (antes de colocar la primera pesa)?
3. ¿Por qué regresa el émbolo a su posición original al retirar las pesas?
4. ¿Lo anterior sucede durante todo el experimento? ¿Por qué?
5. Si una masa determinada de gas ocupa un volumen de 175 mL a 450 mm Hg, calcule cuál será el volumen de dicho gas si la presión se incrementa a 720 mm Hg.

EXPERIMENTO # 9

DESTILACIÓN SIMPLE Y FRACCIONADA

OBJETIVOS:

Separar el alcohol de un vino enriquecido en etanol mediante las técnicas de destilación simple y fraccionada en microescala, usando el equipo especializado para estas técnicas.

Comparar los resultados de las dos destilaciones.

INTRODUCCIÓN:

La destilación es un método para separar un componente volátil de una mezcla de otros componentes, volátiles o no. Consiste en calentar un líquido hasta su punto de ebullición, condensar el vapor por enfriamiento y recibir el líquido condensado en otro recipiente.

Hay cuatro técnicas básicas de destilación: simple, fraccionada, por arrastre de vapor y a presión reducida. La selección de la técnica más adecuada dependerá del tipo de mezcla que se desee separar.

Las moléculas en un líquido están en constante movimiento y poseen un rango de energías cinéticas. Las que tienen una mayor energía, y que se mueven cerca de la superficie, tienen mayor tendencia a escapar a la fase vapor. Si un líquido puro está en un recipiente cerrado, eventualmente las moléculas en la fase vapor alcanzarán el equilibrio con las moléculas en la fase líquida. La presión ejercida por las moléculas en la fase vapor a una temperatura determinada, se llama **presión de vapor**.

La *destilación simple* se utiliza para separar un componente líquido de otros no volátiles, o cuyos puntos de ebullición tienen, cuando menos, 30-40° C de diferencia. Al añadir una impureza no volátil a un líquido puro, la presión de vapor de éste se reduce (pues disminuye la tendencia de las moléculas a escapar de la fase líquida) y la temperatura de ebullición de la solución es mayor que la temperatura de ebullición del líquido puro.

Si dos o más componentes de una mezcla son volátiles, se pueden separar con base en sus diferentes presiones de vapor por medio de una *destilación fraccionada*. Al evaporar la mezcla, el componente de menor punto de ebullición tendrá una mayor contribución a la composición del vapor que el componente de mayor punto de ebullición. Al condensar, el líquido formado estará más concentrado en el componente de menor punto de ebullición. Si este condensado se volatiliza nuevamente, el vapor en equilibrio con este líquido estará aún más concentrado en el componente más volátil (de menor punto de ebullición) en la fase líquida. Eventualmente, con destilaciones sucesivas se pueden lograr separar ambos componentes.

Una **columna de fraccionamiento** está diseñada para permitir una serie continua de condensaciones parciales del vapor y vaporizaciones parciales del condensado, y el efecto total es similar a una serie de destilaciones separadas.

Una columna de fraccionamiento consiste esencialmente de un tubo largo vertical a través del cual pasa el vapor y se condensa parcialmente; el condensado regresa por la columna y, al hacerlo, se pone en contacto con el vapor ascendente, por lo que hay un intercambio de calor, con lo que el vapor se enriquece con el componente más volátil a expensas del líquido. Una separación eficiente requiere, entre otras cosas, de una gran superficie de contacto entre el líquido y el vapor. Para lograrlo, la columna puede empacarse con perlas de vidrio, fibras metálicas o de plástico; también existen columnas de diseños especiales como la columna Vigreux o la Widmer, en donde el vidrio de la columna tiene una serie de muescas, con lo que aumenta su área superficial.

La *destilación por arrastre de vapor* se utiliza para separar compuestos orgánicos inmiscibles con el agua, como son las esencias obtenidas de productos naturales (canela, clavo, rosa, hierbabuena); la sustancia orgánica se purifica al ser arrastrada por el vapor de agua que se destila, del que puede después separarse.

La *destilación a presión reducida* se utiliza para separar compuestos que, al ser destilados a su temperatura de ebullición, se reorganizan, descomponen u oxidan. Por ello el sistema está conectado a una bomba de vacío para que, al disminuir la presión, disminuya también la presión de vapor y, por tanto, la temperatura de ebullición.

Para el desarrollo de esta práctica se separará el alcohol etílico (etanol) presente en algún vino tinto comercial, en el que se incrementan artificialmente porcentaje normal de etanol (generalmente 10-12%) hasta 30-40% para una mejor observación. También, en lugar del vino, pueden usarse jerez o licores como brandy o ron; en éstos, el contenido de etanol ya no tendrá que incrementarse artificialmente para obtener resultados fácilmente observables.

Como se verá adelante el equipo utilizado para las destilaciones simple y fraccionada en escala convencional (Figura 9.1) es diferente y mucho más complejo que el requerido para estas destilaciones en microescala .

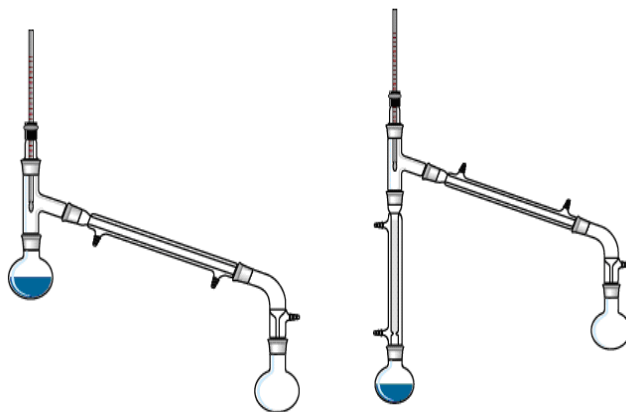


Figura 9.1
Equipos utilizados para destilaciones simple y fraccionada en escala convencional

En este experimento, para ambas destilaciones, se usará un condensador Hickman. Aunque en la destilación simple no se requiere el adaptador del termómetro, conviene ponerlo para tener una mayor superficie de enfriamiento y evitar que se escapen vapores. En la destilación simple no se podrá medir la temperatura, ya que el equipo que se usará para la destilación fraccionada difiere únicamente en la inclusión del termómetro, el cual actúa como una columna de enfriamiento, en lugar de la columna empacada convencional, con lo que permite una mejor separación del etanol. Así, en la destilación simple se tendrá un destilado con un porcentaje de alcohol de alrededor de 50%, mientras que en la destilación fraccionada, si se logra una separación óptima, se tendrá que el etanol en el destilado podrá llegar hasta una concentración de 95%.

MATERIAL Y REACTIVOS:

- 1 matraz redondo de 10 mL, con junta esmerilada 14/10 (de preferencia con fondo plano)
- 1 condensador Hickman con salida lateral, con juntas esmeriladas 14/10
- 1 adaptador para termómetro con oliva, con junta esmerilada 14/10
- 1 placa de calentamiento (preferentemente con agitación)
- 1 soporte universal
- 1 pinza de tres dedos
- 1 termómetro de -0 a 250°C
- 1 probeta de 10 mL
- 1 pipeta Pasteur con bulbo
- 1 agitador magnético y piedras de ebullición
- 4 tubos de ensaye chicos
- 10 mL de vino tinto, enriquecido con más etanol o licor

Para los experimentos se requieren ensamblar varias piezas de material para montar un equipo; es muy recomendable utilizar material con juntas esmeriladas. En particular, para el trabajo en microescala se ha diseñado una junta esmerilada 14/10 (esto significa: 14 mm de diámetro externo por 10 mm de longitud) con cuerda externa. Las piezas se ensamblan y aseguran con una tapa de rosca de baquelita, que sostiene las piezas y, con un empaque de hule ("O ring"), que sella el borde superior de la junta (Figura 9.2).

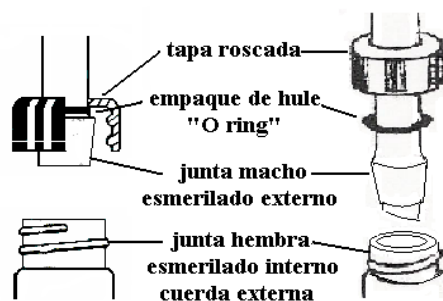


Figura 9.2
Juntas esmeriladas 14/10, rosca

Si no se dispone de la parrilla eléctrica se puede usar mechero, anillo de hierro y tela de asbesto.

MEDIDAS DE SEGURIDAD:

Utilizar lentes de seguridad y bata, tener especial cuidado con el manejo del material caliente, sobre todo si se calienta con mechero en lugar de parrilla.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

Destilación simple

- En el matraz redondo ponga 5 mL de vino tinto enriquecido con etanol y agregue un agitador magnético o piedras de ebullición (3 o 4).
- Lubrique las juntas esmeriladas con un poco de vaselina.
- Arme el aparato como lo muestra la Figura 9.3.
- Caliente rápidamente. Cuando observe que se condensa la primera gota en el condensador Hickman, registre la hora.
- Cuando se llene el condensador Hickman, sin detener la destilación, retire rápidamente el destilado con una pipeta Pasteur, como se muestra en la Figura 9.4, y póngalo en un tubo marcado como D1, F1 (destilación 1, fracción 1).
- Continúe la destilación hasta que se llene nuevamente el Hickman, retire esta segunda fracción y póngala en un tubo marcado como D1, F2.
- En la hoja de resultados anote el tiempo total requerido para destilar las dos fracciones.
- Con el picnómetro que fabricó y los datos obtenidos en el Experimento # 4, determine la densidad y concentración de etanol en las dos fracciones de este primer destilado.

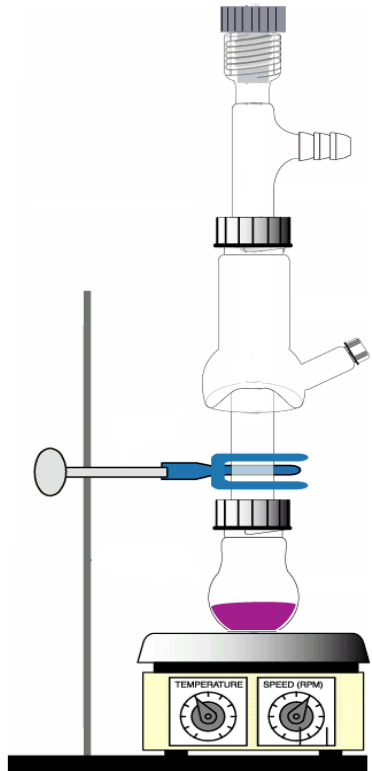


Figura 9.3
Montaje de la destilación simple
en microescala

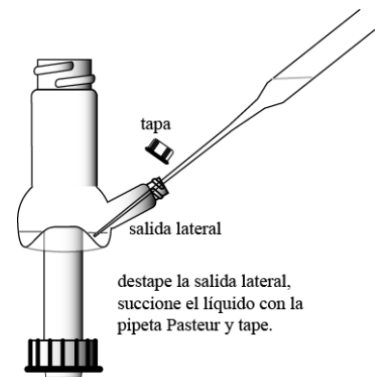


Figura 9.4
Remoción de fracciones

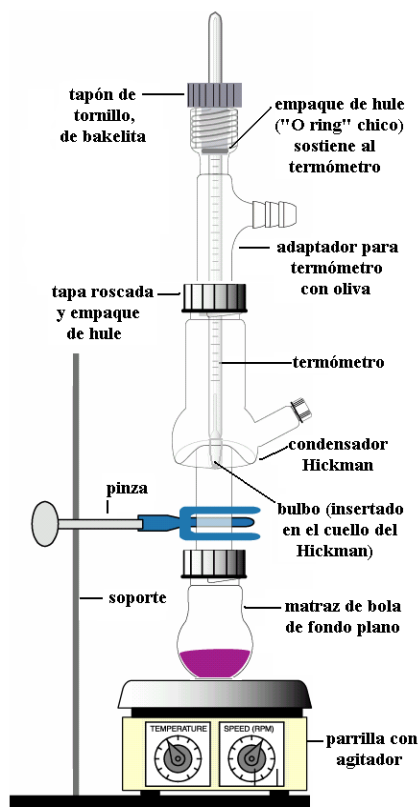


Figura 9.5
Montaje de la destilación fraccionada en microescala

Destilación fraccionada

- Deseche el residuo de la primera destilación y ponga en el matraz redondo 5 mL nuevos de vino tinto enriquecido con etanol y un agitador magnético o piedras de ebullición.
- Lubrique las juntas esmeriladas con muy poca grasa.
- Arme un aparato de destilación similar al de la Figura 9.5, sostenga el termómetro con un adaptador con oliva. La posición del termómetro (véase detalle en la Figura 9.5) es muy importante. La mitad del bulbo del termómetro debe entrar en el “cuello” del condensador Hickman.
- Caliente rápidamente. Cuando observe que se condensa la primera gota en el condensador Hickman, registre la temperatura y la hora. Cada vez que haya un cambio en la temperatura observada, anótelos, así como el tiempo transcurrido.
- Cuando se llene el condensador Hickman, retire el destilado como se muestra en la Figura 9.4 y póngalo en un tubo marcado como: D2, F1 (destilación 2, fracción 1).
- Continúe la destilación y anote los cambios de temperatura, hasta que se llene nuevamente el Hickman. Ponga esta segunda fracción en un tubo marcado como D2, F2.
- Anote el tiempo total requerido para destilar las dos fracciones.
- Con el picnómetro que fabricó, y los datos obtenidos en el Experimento # 4, determine la densidad y concentración de etanol en las dos fracciones de este segundo destilado.

MANEJO DE RESIDUOS:

Los destilados como los residuos de las destilaciones consisten principalmente en soluciones acuosas de etanol que son biodegradables, por lo que pueden desecharse directamente al drenaje.

REPORTE DE RESULTADOS:

Destilación simple (primera destilación):

Tiempo total empleado:_____.

Densidad de la primera fracción:_____.

Concentración de etanol en D1, F1:_____.

Densidad de la segunda fracción:_____.

Concentración de etanol en D1, F2:_____.

Destilación fraccionada (segunda destilación):

Variaciones de temperatura y tiempos transcurridos		
Cambio	Temperatura, °C	T, min
1		0
2		
3		
4		
5		
6		

Tiempo total empleado:_____.

Densidad de la primera fracción:_____.

Concentración de etanol en D2, F1:_____.

Densidad de la segunda fracción:_____.

Concentración de etanol en D2, F2:_____.

CUESTIONARIO:

1. ¿Qué es la presión de vapor de un líquido?
2. Defina temperatura de ebullición.
3. Busque la definición de grados Gay Lussac y explique por qué la mezcla azeotrópica etanol/agua es 96% = 96°GL
4. Investigue el proceso de fabricación de alguna bebida comercial, por ejemplo, vino, ron, brandy, vodka, tequila, cerveza, etcétera.
5. El vino tinto es colorido pero, al destilarlo, el color queda totalmente en el residuo y el destilado es incoloro. Explique.
6. El punto de ebullición del alcohol etílico, a nivel del mar (760 mm Hg), es 78.45°C para el alcohol absoluto (100%) y 78.2°C para la mezcla azeotrópica (etanol 95%/agua). Compare estos datos con la(s) temperatura(s) de ebullición del etanol que obtuvo experimentalmente en la segunda destilación y dé sus conclusiones.
7. Compare las densidades y las concentraciones de etanol obtenidas en las dos destilaciones y dé sus conclusiones.

EXPERIMENTO # 10

OBTENCIÓN DEL VALOR DEL NÚMERO DE AVOGADRO

OBJETIVOS:

Obtener el número de Avogadro de forma experimental.

INTRODUCCIÓN:

Muchos objetos no se encuentran individualmente sino que están en grupos. Los huevos y las donas se compran por docenas, los refrescos y las cervezas en paquetes de seis. ¿Cómo se cuentan los grupos de átomos y moléculas? Puesto que los átomos y las moléculas son muy pequeños, los grupos que podemos contar deben de ser muy grandes. Las masas atómicas en la Tabla Periódica se basan en fijar la masa del átomo de carbono 12 en doce unidades de masa atómica (*uma*). Cada *uma* tiene una unidad de masa que es muy pequeña como para ser medida adecuadamente. Sería útil tener grupos de átomos o moléculas que puedan ser fácilmente agrupados o contados en el laboratorio. Una cantidad conveniente de carbono podría ser 12 g (el doce proviene de la masa atómica y los gramos son la unidad de peso más común).

Un mol de una sustancia se define como la suma de las masas atómicas del átomo individual expresada en gramos. Para determinar la masa de un mol de agua (el peso molecular), primero se ve el peso atómico del hidrógeno (1.008) y el del oxígeno (16.00); por tanto, el peso molecular del agua es 18.02 g (dos hidrógenos de 1.008 cada uno más un oxígeno de 16.00). Un mol es solamente el factor de conversión de la unidad de masa atómica a gramos.

¿Cuántas moléculas están en un mol de cualquier sustancia? El número debe ser aproximadamente 6.02×10^{23} , que se conoce como número de Avogadro, después de que se estableciera que volúmenes iguales de gases a la misma presión contienen igual número de moléculas.

Ejemplo:

Un mol de carbono = 6.02×10^{23} átomos de carbono = 12 g de carbono

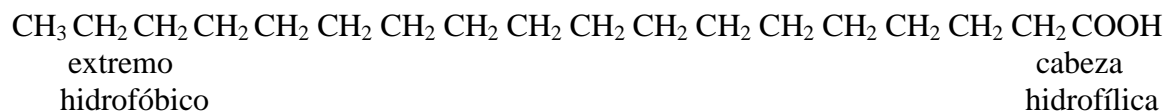
Un mol de agua = 6.02×10^{23} moléculas de agua = 18 g de agua

Un mol de huevos = 6.02×10^{23} huevos

En este experimento, el número de Avogadro se determinará adicionando de gota en gota una solución de ácido esteárico (disuelto en hexano) a la cantidad de agua necesaria para casi llenar un vidrio de reloj.

El ácido esteárico se extenderá sobre la superficie del agua, formando una capa molecular superficial (monocapa), y el hexano se evaporará, así que parecerá que la gota está desapareciendo. Cuando se han agregado suficientes gotas de ácido esteárico, una gota extra parecerá formar una especie de burbuja similar a un lente de contacto. Esto ocurre porque el ácido esteárico, cuya estructura se muestra a continuación, es similar a una molécula de jabón con

un extremo hidrofóbico y otro hidrofílico (es decir, “enemigo” o “amigo” del agua, respectivamente).



Los extremos de la molécula cubren parcialmente la superficie del agua, formando una capa molecular superficial. En consecuencia, al agregar una gota más, ésta no se disolverá y la superficie del agua se cubrirá completamente y formará una segunda capa, la cual parecerá una lente de contacto.

Al medir el área de la superficie del agua y conocer el peso molecular y el tamaño del ácido esteárico, se puede calcular cuántas moléculas de ácido esteárico están presentes en un mol y, por tanto, el valor del número de Avogadro.

MATERIAL Y REACTIVOS:

1 piseta	1 pipeta Pasteur
1 vidrio de reloj	1 probeta de 10 mL
1 regla	1 tubo de ensaye
2 microburetas	ácido esteárico, $\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$ en hexano, C_6H_{14} , 4×10^{-4} M

MEDIDAS DE SEGURIDAD:

Utilizar lentes de seguridad y bata.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

- Con una pipeta Pasteur, mida 2 mL de solución de ácido esteárico y vacíela en el tubo de ensaye.
- Con cuidado, lave y enjuague la probeta y el vidrio de reloj con agua destilada (los resultados se verán afectados si no hace esto); no toque la superficie interna del vidrio de reloj con los dedos.
- Con la pipeta Pasteur, agregue la solución de ácido esteárico gota a gota a la probeta, y cuente el número de gotas necesarias para obtener el volumen exacto de 1 mL.
- Repita el procedimiento dos veces más y obtenga el valor promedio de número de gotas/mL. Guarde la pipeta para su uso posterior.
- Coloque el vidrio de reloj sobre una toalla de papel con la superficie cóncava hacia arriba y llénelo con agua destilada. Con una regla, mida el diámetro que ocupa el agua dentro el vidrio de reloj en el punto más ancho.
- Usando la misma pipeta Pasteur de antes, agregue la solución de ácido esteárico gota a gota en el centro del agua. Espere a que la gota desaparezca (el hexano se evapora) antes de añadir la

siguiente gota; después de añadir cada gota observe la formación de una especie de “lente de contacto” o cristales de ácido esteárico, lo cual indica que la monocapa se ha formado. Registre el número de gotas que fueron necesarias para formar la monocapa.

- Lave bien el vidrio de reloj y repita el procedimiento.

Manejo de datos:

- Para cada corrida calcule el área de la superficie del agua sobre el vidrio de reloj (la cual es también el área de la monocapa). La ecuación para obtener el área del círculo es:

$$A = \pi d^2/4 \quad \text{donde } A = \text{área} \quad \text{y} \\ d = \text{diámetro}$$

- Se sabe que el área de la molécula de ácido esteárico es $2.1 \times 10^{-15} \text{ cm}^2$ y su densidad es de 0.94 g/mL . ¿Cuántas moléculas de ácido esteárico se necesitan para formar la monocapa?

$$\text{Número de moléculas} = A \text{ de la monocapa} / A \text{ de una molécula}$$

- Para cada corrida, tome el número de gotas usadas para formar la monocapa y divídala entre el número de gotas que hay en un mL. Esto representa los mililitros de solución de ácido esteárico que fueron necesarios para formar la monocapa.

$$\text{mL para formar la monocapa} = \text{gotas de la monocapa} / \text{gotas en 1 mL}$$

- Multiplique el resultado por la concentración de la solución de ácido esteárico. Esto da por resultado el número de g de ácido esteárico en la monocapa.

$$\text{g de ácido esteárico} = \text{mL de ácido esteárico} (\text{g ácido esteárico} / \text{mL})$$

- Divida la respuesta anterior entre el peso molecular del ácido esteárico (284 g/mol); esto resulta en el número de moles de ácido esteárico en la monocapa.

$$\text{Moles de ácido esteárico} = \text{g de ácido esteárico} / \text{peso molecular del ácido esteárico}$$

- El número de Avogadro es el número de moléculas de ácido esteárico, por cada mol de ácido esteárico.

MANEJO DE RESIDUOS:

Todos los residuos deben depositarse en recipientes especialmente marcados para este fin.

REPORTE DE RESULTADOS:

Calibración de la pipeta:

Gotas de solución de ácido esteárico en 1 mL

Prueba 1 _____

Prueba 2 _____

Prueba 3 _____

Promedio _____

Formación de la monocapa:

Concentración de la solución de ácido esteárico: _____ g / mL

Diámetro del agua en el vidrio de reloj: a) _____, b) _____ cm

Gotas de ácido esteárico para formar una monocapa: a) _____, b) _____ cm

Manejo de datos:

Superficie del área de agua en el vidrio de reloj:

Área de la monocapa $A = \pi d^2/4$, a) _____, b) _____ cm^2 .

Núm. de moléculas de ácido esteárico en la monocapa: a) _____, b) _____ moléculas.

mL de la solución de ácido esteárico necesarios para formar la monocapa:

a) _____, b) _____ mL

gramos de ácido esteárico en la monocapa: a) _____, b) _____ g

Moles de ácido esteárico en la monocapa: a) _____, b) _____ mL

Núm. de Avogadro: a) _____, b) _____

Valor promedio: _____

CUESTIONARIO:

1. Defina los términos hidrofóbico e hidrofílico. El jabón es un material que tiene un extremo hidrofóbico y un extremo hidrofílico. ¿Por qué esto es importante en el uso de un jabón?
2. Cuando se coloca el agua en el vidrio de reloj se obtiene una figura que no es perfectamente circular (ligeramente ovalada). Si se mide la superficie con la dimensión más amplia, ¿el valor calculado del número de Avogadro será más grande o más pequeño que si la superficie fuera un círculo perfecto? Explique.