

ANÁLISIS POR FUSIÓN

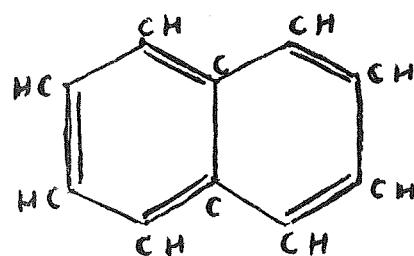
1

En el análisis químico sobre la pureza de compuestos carbonados, suele acudirse con frecuencia a observar su temperatura de ebullición o fusión, ya que es un proceso analítico rápido y muy exacto.

Finalidad del ejercicio actual

Nosotros vamos a comprobar la temperatura de fusión de la naftalina comercial, para deducir su mayor o menor pureza.

Son nombres sinónimos naftalina, naftaleno o nafteno. Su fórmula resumida es $C_{10}H_8$. Su temperatura de fusión 80°1 grados C. Y su fórmula desarrollada, (aunque en esto discrepan los especialistas):



MATERIAL:

- Bola de naftalina
- Papel
- Tela metálica mosquitera
- Soporte con pinza
- Tubito cuasicapilar
- Mondadientes
- Alambrito
- Cinta autoadhesiva transparente
- Parafina líquida transparente
- Matracito
- Termómetro
- Tubo de goma (fragmento)
- Cordelitos

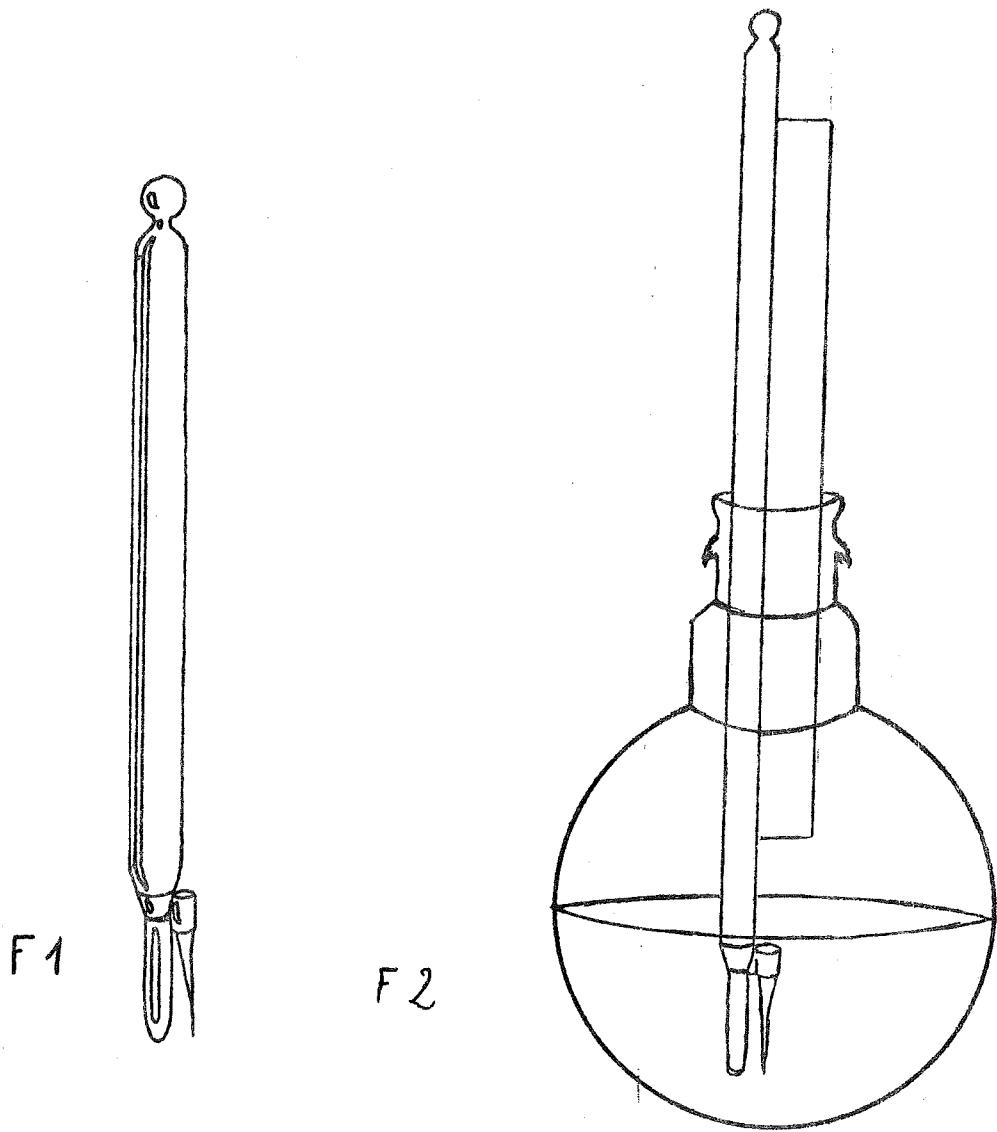
(2)

Proceso de trabajo.

El tubito con naftalina:

Comiéncese por proveerse de naftalina en polvo. Para ello deposítese sobre el papel el fragmento de tela metálica. Sujétesela fuertemente contra el mismo y frótese la bola de naftalina contra él. Muy poco polvo bastará. Lo bastante para llenar el tubito recibido. La operación requiere algo de habilidad. Con el mismo tubito cójase algo de polvo. Manteniendo el tubo entre dos dedos golpéese con la yema de otro en la boca superior. Si el polvo no baja bien pueden ayudarse del alambrito y del mondadientes. No hace falta llenarlo del todo.

El tubito con naftalina se une al termómetro con ayuda de la cinta adhesiva, al lado del depósito de mercurio y según indica la F. 1.

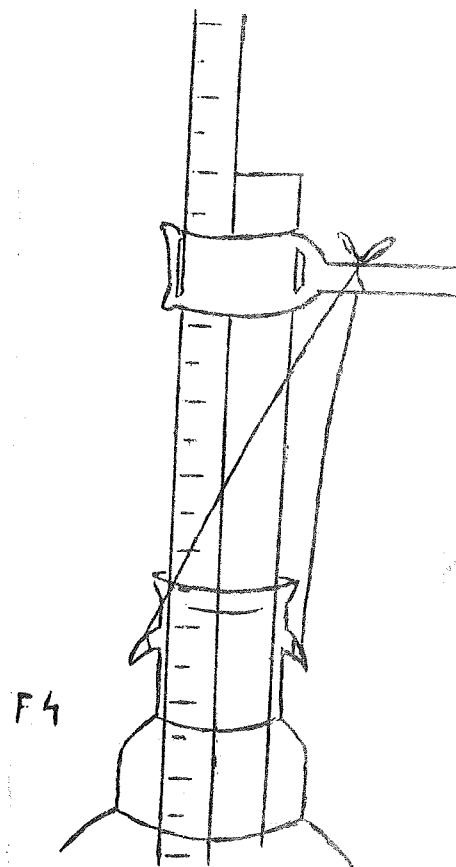
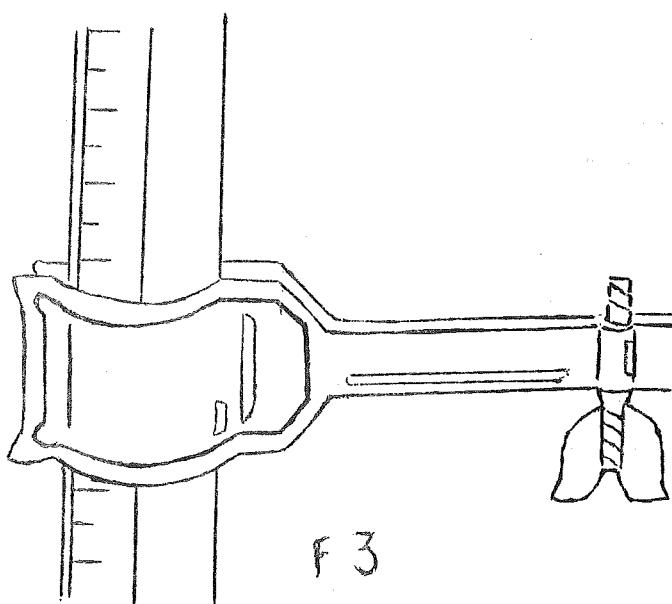


Montaje del conjunto:

Hallarán en la mesa un pequeño matraz, con la cantidad oportuna de parafina líquida en su interior. Unos $\frac{3}{4}$ de su volumen.

Deben proceder a introducir con cuidado el termómetro con el tubito en el seno de la parafina, sin golpear el fondo.

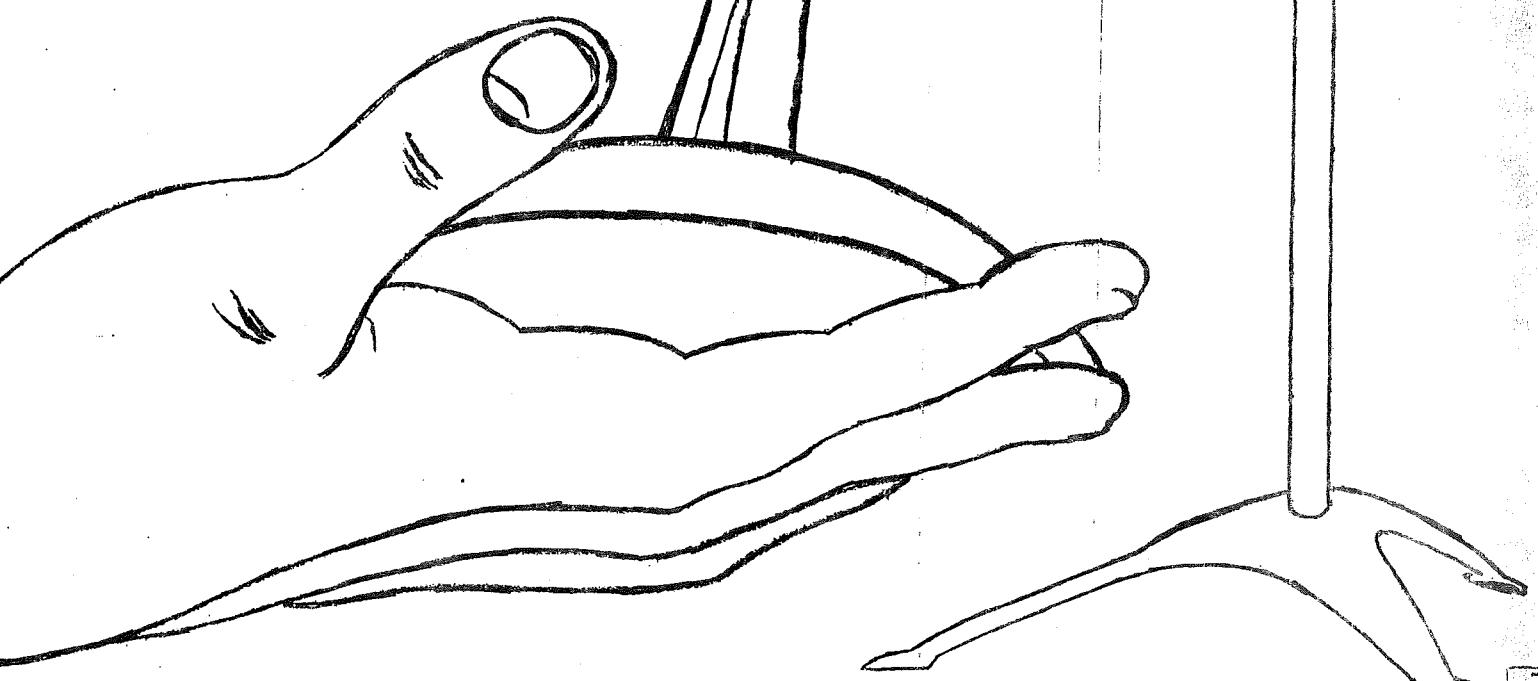
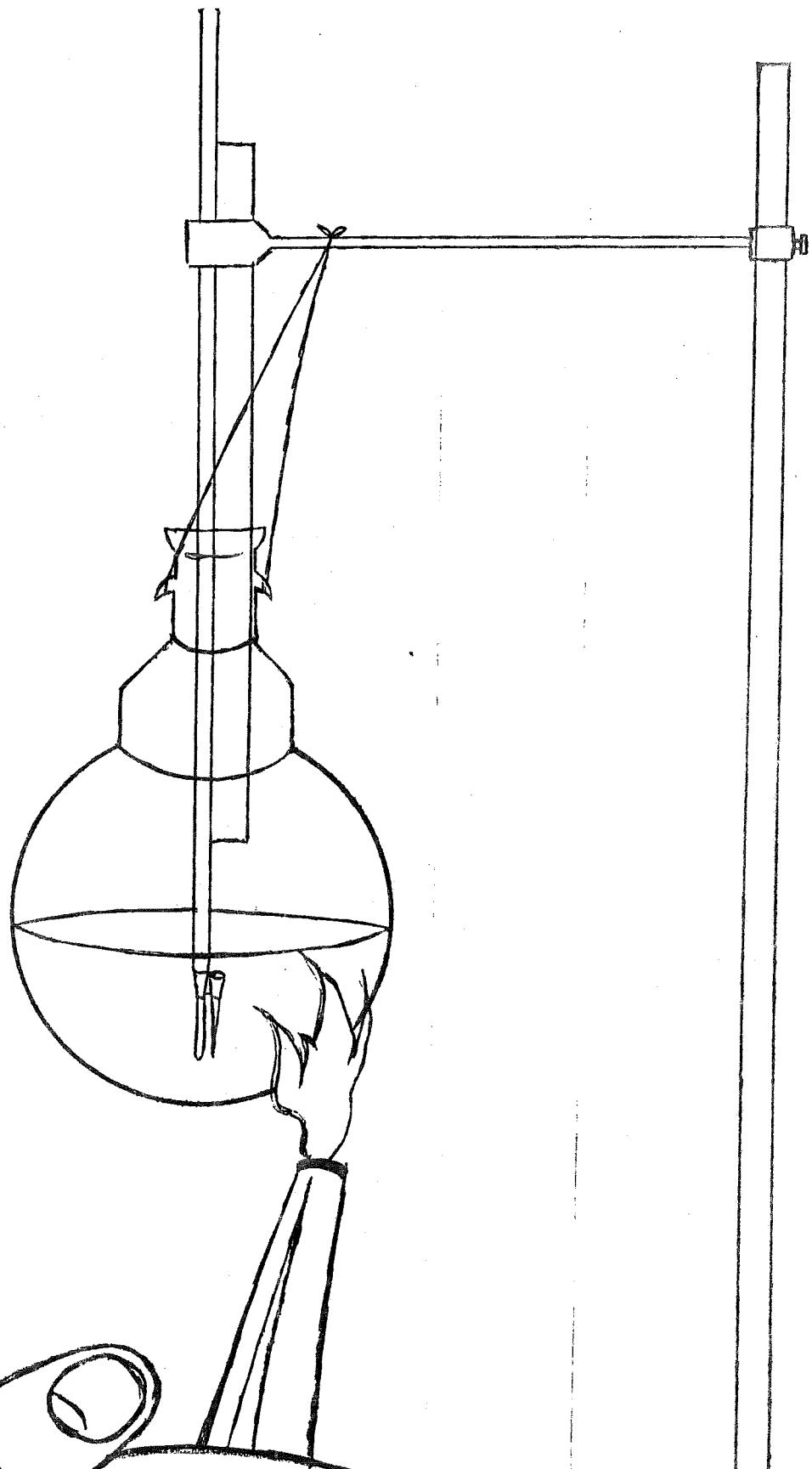
Mojando previamente un poco el tubo de goma, en agua, para que resbale más fácilmente, lo introducen según indica la F. 2. Introduzcan el tubo lo suficiente hasta que matraz, termómetro y goma formen un conjunto bastante unido. ¡Que sea visible la escala!



Una vez conseguido y asegurándose de que no caerá el matraz. Cuélguelo de la pinza, según indica la F. 3, pellizcando termómetro y tubo. La pinza cubra el termómetro por encima de los 100° .

Para mayor seguridad, atar el matraz a la pinza, por medio de los dos cordelitos y utilizando las dos orejitas "ad hoc", como indica la F. 4.

(4)



El conjunto debe en total quedar instalado según indica la F. 5.

Cómo calentar:

El Bunsen conviene tenerlo en la mano y pasear la llama por distintas partes del matracito y procurar se caliente a la vez por todas partes. Así es más difícil su rotura y más homogénea la calefacción. No hay que tener prisa, aunque al principio puede ser la calefacción más energética que al final. En cuanto la temperatura alcance los 70° , hasta debe apartarse la llama del matraz. Hay que dar tiempo a que el calor pase a través de las capas de vidrio y de la parafina. Sobrepasados los 75° hay que incrementar la atención a la naftalina y hacer subir la temperatura lentamente hasta los 80° . Paséese la llama bajo el matraz a un palmo de él.

Desde luego la llama del Bunsen ha de ser íncolora, no amarilla, que no ahume el matraz.

La observación de la temperatura y fusión.

Como el método actual de análisis se funda en la observación de la opacidad o la transparencia de la naftalina y de la temperatura a que lo hace, es de suma importancia observar ambos pormenores cuidadosamente.

Ver bien la temperatura en todo momento no siempre es fácil, en algunos termómetros. Es aconsejable mirar la temperatura desde la llegada al laboratorio. El termómetro marcará la temperatura ambiental. Sobre los 20 ó 25 grados. Si se pierde de vista la columna mercúrica del termómetro, muévase la cabeza a derecha e izquierda, arriba a abajo y se logrará ver hasta dónde alcanza. Conviene en este experimento, que uno de los compañeros se dedique a mirar la temperatura especialmente, mientras el otro atiende al color de la naftalina.

También ver con seguridad ésto último requiere atención. Es oportuno mirar sobre un fondo oscuro.

Al mirar la temperatura no se haga cómodamente sentados. Puede haber error de paralaje. Los ojos deben estar a la altura de los 80° .

6

Los vapores condensados de parafina, aunque son pocos, entorpecen la visión. Al aproximarse los 80° uno mire el tubito de naftalina fijamente, su compañero la columna termométrica. Trabajar bien en un laboratorio, no es fácil.

La real y exacta temperatura de fusión.

Sobre lo que puede tenerse razonable duda es sobre la exactitud con que marcan los termómetros. Aunque de fábrica salgan correctos, el vidrio sufre con el tiempo deformaciones y dejan de marcar bien. Los nuestros hemos procurado contrastarlos y medir su inexactitud, pero a pesar de ello procederemos de la siguiente manera: Cuando se observa una temperatura con varios termómetros suele suceder que unos marcan bien, otros por defecto y otros por exceso y de tal manera que la media aritmética es la temperatura correcta o muy próxima a ella. Y en nuestro experimento, daremos como temperatura de fusión de la naftalina, la media aritmética de los observados. Para ello apuntaremos en la pizarra los valores leídos por cada uno de los trece grupos y sacaremos la media.

¿La naftalina es naftaleno puro?

ESTUDIO DEL SODIO Y DEL POTASIO

Na, P.a. 23, d. 0,97. P.f. 95,6 °
K, P.a. 39, d. 0,87, P.f. 62,5 °

Dada su gran actividad química no se hallan libres en la naturaleza y son abundantísimos sus compuestos. En los laboratorios se conservan sumergidos en petróleo, a fin de evitar la acción del aire (O_2 , CO_2 y H_2O) sobre todos ellos.

A pesar de esta precaución, aparecen recubiertos de una capa fulverulenta blanquecina de óxido, hidróxido y carbonato, formado con el aire disuelto en el petróleo.

Con ayuda de unas pinzas o de un pincho (son blandos como un queso duro) extraígase un fragmento de la botella. Cúrtense unos pedacitos de potasio o sodio con un cortaplumas o unas tijeras. Cúidese de no tocarlos con los dedos, sobre todo el potasio. Recien cortados estos metales presentan brillo blanco algo azulado (más el potasio). Este brillo desaparece en seguida, efecto de una rápida oxidación (formación de K_2O y Na_2O).

Acción sobre el agua. En una cubeta ancha y honda se coloca una cápsula no pequeña casi llena de agua. Se prepara un fragmento de plástico transparente capaz de cubrir la cubeta, y se corta un trocito (como una lentaja) de K, se seca con papel-filtro y se deja caer sobre el agua de la cápsula. Se tapa todo con el plástico. El metal sobrenada y corretea ligeramente. En un principio arrebata el oxígeno del agua formando K_2O y desprendiendo H_2 . La reacción es tan exotérmica que éste se inflama. La llama toma tintes violáceos, propios del vapor de K. El K_2O reacciona a su vez con el agua restante y forma KOH.

La precaución de cubrir la cubeta es para prevenir la explosión final con que suelen acabar las reacciones. De esta explosión se dan varias explicaciones. La que más nos satisface es suponer que una producción inferior e interior de vapor de agua y del metal lanza las últimas porciones violentamente. ! Que pueden quemar y estropear la ropa !

La misma experiencia con el sodio es menos violenta y el hidrógeno no se inflama espontáneamente. Puede conseguirse esto si se deposita sobre el agua una rodaja de corcho y en éste una oquedad llena de agua donde se deposita el Na.

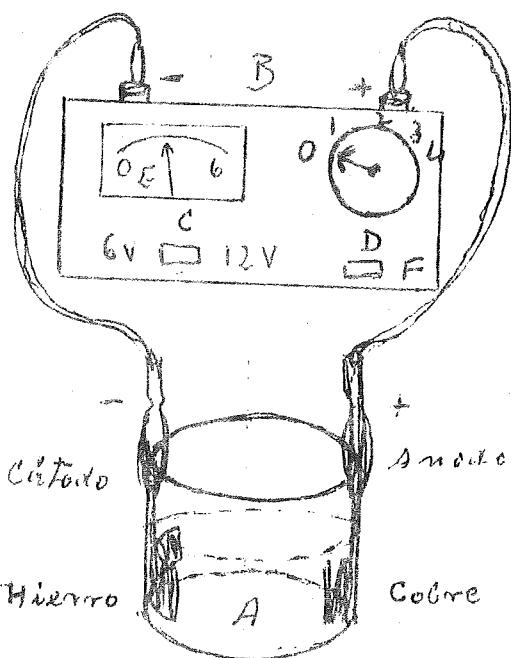
La presencia de los hidróxidos $NaOH$ y KOH en las aguas de las cápsulas nos las pueden manifestar los siguientes reconocimientos.

En cuatro t.e. llénese como un cuarto de los mismos con el agua utilizada.

a/ En el primero déjense caer unas gotas de fenolftaleína: enrojecerá, b/ En el segundo solución de SO_4Cu : grumos, que precipitarán lentamente, verde azulados. c/ En otra solución de sal férrica: precipitado rojizo, d/ En el último solución de $(SO_4)_3 Al_2$: precipitado blanco. Estos precipitados son los respectivos hidróxidos, de Cu, Fe y Al.

ELECTROLISIS CON ELECTRODOS SOLUBLES

En prácticas anteriores hemos realizado la descomposición electrolitica del SO_4H_2 y del SO_4Na_2 con electrodos de platino, no atacado por los iones desprendidos. Vamos ahora a poner electrodos vulnerables y observemos la sucesión de los acontecimientos.



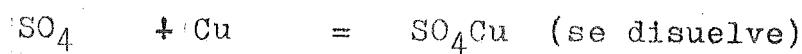
En un cristalizador A verteremos una solución diluida de SO_4Cu .

Para cátodo colocaremos una plancha de hierro y en el ánodo una buena porción de hilo de cobre. Como generador de corriente continua utilizaremos un cargador de baterías B, que puede suministrarnos entre los bornes + - superiores, 6 ó 12 voltios, elegidos con ayuda del interruptor C. El mando redondo D sirve de interruptor general de salida en la posición 0, y de regulador del amperaje servido, que marcará el amperímetro E. El amperaje nunca debe sobrepasar los 6 amperios. Si variaciones de resistencia de la cubeta A (electrodos más o menos limpios, caída de costras, etc..) provocan amperajes excesivos, bájese el voltaje de 12 a 6, el mando

D de 4 a 1 y el amperaje de entrada F que estará a 125 V, pásese a 220.

Si todo esto falla (cosa difícil). llámese al profesor.

Una vez todo en marcha, las reacciones que tendrán lugar son las siguientes:



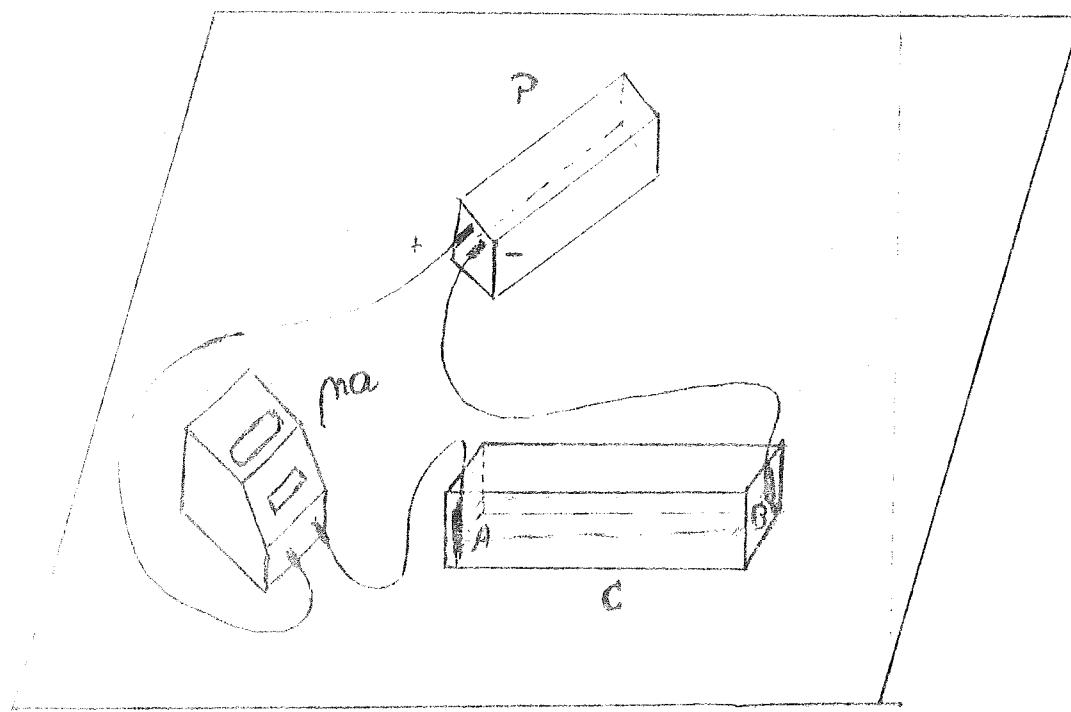
En fin de cuentas, vemos que el SO_4Cu descompuesto se recupera en el ánodo y su cantidad permanece constante en la cubeta. (Véase cómo la intensidad del color azul no varía). En cambio en el cátodo el hierro pierde su color gris y toma el rojo propio del cobre. Este se deposita, átomo a átomo, húmedo, pulverulento y al principio mal adherido. Previo apagado por D, sáquese el cátodo y recójase un poco de cobre. En la operación estamos transportando cobre del ánodo al cátodo. Así se purifica el cobre obtenido de las virutas, se cobrean objetos, etc.

Nota: e = electrón

IONIZACION Y CONDUCTIVIDAD

A modo de ejercicio interesante y relacionado con el pH y la descalcificación, proponemos medir los amperajes que atraviesan una cubeta en la que sucesivamente colocaremos agua destilada, descalcificada y del grifo. Los amperajes serán siempre mínimos, por eso utilizaremos los microamperímetros cuya desviación total se alcanza con los 180 microamperios. Es decir 12 microamperios por cada división señalada (Nótese que numera 30, pero hay sólo 15 rayas).

Para no congestionar los bornes de la fuente de c.c. y el cargador de baterías, utilizaremos como suministradores de c.c. una pila P de teléfonos.



En la cubeta C comenzaremos por colocar agua destilada (un par de centímetros de altura basta). Si los terminales A y B se hallan en vértices opuestos, como indica la figura, el amperaje es tan exiguo que el microamperímetro no lo desvela. Pero si los **aproximamos** (! Sin que lleguen a tocarse!) la aguja comenzará a desplazarse, el amperaje no excederá los 60 microamperios pero el agua aun pura manifestará su ligera ionización.

Devuélvase el agua destilada a su botella, viértase ahora en la cubeta C agua descalcificada. Aun estando los terminales en vértices opuestos, el amperaje alcanzará los 120 microa., y si los **aproximamos** más.

Devuelta el agua a su botella. Escurrir la cubeta y habiendo vertido en ella agua del grifo. Obsérvese el amperaje. No será mayor que antes. andará por los 120 microa., contra lo que quizá se podría esperar. Su dureza es mayor, la clase de iones es distinta que en la descalcificada. ¿ En qué se distinguen ? ¿Cuál de las dos tiene más carga eléctrica en iones?

ACIDEZ Y BASICIDAD EN LAS DISOLUCIONES ACUOSAS

El agua es el disolvente más universal y vehículo vital en plantas y animales. Son numerosísimas las sustancias que actúan mejor disueltas en agua, que secas. Para algunas, por ejemplo el ácido clorhídrico, la presencia del agua es esencial. Completamente seco no actúa.

El tipo de reacciones que tiene lugar en el seno de una disolución, varía notablemente según el grado de acidez o basicidad de la misma, es decir, según la riqueza en iones H^+ y OH^- . En el lenguaje químico se entiende, por abreviar, a la mayor o menor abundancia de iones H^+ respecto a los OH^- y al número que la indica se le llama índice p H. Símbolo que tiene su origen en la expresión "potencial eléctrico de H" como suponemos estudiado en las clases teóricas.

Son numerosísimas las sustancias orgánicas que cambian de color al variar el p H, lo cual supone una mutación constitucional en sus moléculas, en los enlaces atómicos y en los saltos de electrones de unas órbitas a otras, pues no otra cosa es el origen del color o frecuencia electromagnética emitida.

Con frecuencia se acude a los llamados, indicadores por color ya que son económicos, sencillos de manejar, y capaces de medir el p H con gran exactitud. Sobre esta exactitud debe concederse que numerosos indicadores mantienen el mismo color en intervalos bastante amplios, 4-6, 6-8 de p H. Pero también es cierto, que una vez hallado ese intervalo se puede acudir a otros que dentro de esos márgenes, son capaces de precisar mucho. Así se puede hallar el p H rápida, económica y exactamente.

En la escala de acidez medida en p H, propuesta por Sörensen, que ha prevalecido, se toma como punto neutro entre acidez y basicidad, la riqueza en iones H^+ del agua pura. Esa cantidad es de 0,0000001 gramos de iones $H^+ = 10^{-7}$ gr. por kilo de agua, y en la escala p H se le asigna el número 7. (El exponente con signo positivo)

En una solución acuosa se acentuará la acidez, si se incrementa la riqueza de iones H^+ . Y como esta riqueza es siempre, proporcionalmente tan pequeña y viene expresada por potencias negativas de 10, se deduce que al aumento de H^+ , corresponde disminución del respectivo exponente negativo. (Este es el defecto de la notación Sörensen).

El p H aumenta con la temperatura. El valor mencionado $pH = 7$ corresponde a los 20° . A 19° , $pH = 0,8 \cdot 10^{-7}$ y a 25° , $pH = 1,05 \cdot 10^{-7}$, etc.

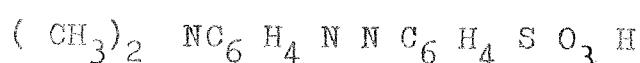
Los indicadores son unos de origen vegetal como el tornasol, otros de origen animal, como la cochinilla, pero la casi totalidad son de origen sintético. El comercio los expende generalmente sólidos, o bien en solución acuosa o alcohólica, y también en papel esponjoso empadado en la solución y dejado secar. El llamado papel Indicador Universal

ha sido preparado mojando el papel en una mezcla de cinco indicadores y tiene la ventaja, sobre los indicadores simples, de dar una gama de tonalidades muy variada, según el pH que se le aplique, que va desde el rojo intenso ante los ácidos fuertes al azul potente ante las bases muy activas.

Anotamos a continuación los indicadores que ofrecemos a nuestros jóvenes experimentadores y sus coloraciones ante ácidos y bases.

	A C I D O	B A S E
Cochinilla	Amarillo	Violado
Tornasol	Rosado	Azulado
Fenolftaleína	Incoloro	Rojo
Metilnaranja	Rojo	Amarillo
Indic. univ.	Rojo	Azul

Como una curiosidad instructiva, y para que aparezca la complejidad de las sustancias orgánicas, ponemos a continuación los distintos nombres con que se conoce el metilnaranja y su fórmula semidesarrollada: Anaranjado de metilo, heliantina, ácido dimetilamino-azo-parabenzo-sulfónico,



Para experimentar se les entregará papel rosa y azulado de tornasol, solución de los cuatro primeros indicadores y unos 20 cm. de indicador universal, así como varios ácidos y bases, cuya fuerza o ionización, los experimentadores habrán de determinar, depositando una gota sobre el ind. univ.

De las soluciones echen, de cada una en 2 ó 4 t.e., como un cuarto de tubo. En uno deben hacer gotear ácido, en otro base. Pueden observar la acción de ácidos y bases diversos.

Con los papeles de tornasol pueden hacer la prueba de mojarlos previamente y luego someter el rosa a los vapores del NH_3 , así como el azulado a los del ClH . Se les verá variar pronto de color.

Acerca de la acción de las soluciones salinas sobre los indicadores se pueden advertir - y experimentar - que las sales de ácido y base débil, p.e., el CO_3Fe o de ácido y base fuertes, p.e., el SO_4Na_2 no tienen acción sobre el indicador. Pero si la base es débil y el ácido fuerte, p.e., Cl_3Al , tiene acción ácida, y si es ácido débil y base fuerte, p.e., el CO_3HNa (el vulgar bicarbonato) tiene reacción básica.

El agua de mar tiene un pH = 8,4, básico, debido a que junto a los muchos cloruros de Mg, Ca, Na, tiene también bicarbonatos de esos metales, entre otras muchas sales.

Vamos a verificar un vistoso experimento, a la par que complejo e instructivo.

En un voltámetro de Hofmann introduzcase hasta cubrir los electrodos sobradamente, una solución de metilnaranja y SO_4Na_2 , (se llegará preparado). La presencia de la sal no habrá alterado el color del metil. Pero si lo sometemos a la acción de la corriente eléctrica continua, tendremos:

En el ánodo. $\text{SO}_4^2- \rightarrow 2\text{e}^- \rightarrow \text{SO}_4^1$

En el cátodo,



(3)

Estamos pues formando electrolíticamente ácido en el ánodo, que enrojecerá, y base en el cátodo que amarilleará. Como testigo del color introducido, y contrastando con los tubos laterales, quedará el central. Conviene trabajar con los espitus abiertos, a fin de que los gases desprendidos, no hundan los líquidos laterales en observación. La fuente de corriente continua va bien trabajando a 30, v., 0,6 a.; el amperaje no pasará de algunas centésimas de amperio, pero basta.