

# **ANEXO A**

## **GUÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE LA ENTALPÍA DE COMBUSTIÓN CON UNA BOMBA CALORIMÉTRICA**

## **DETERMINACIÓN DE LA ENTALPÍA DE COMBUSTIÓN CON UNA BOMBA CALORIMÉTRICA**

### **1. OBJETIVO.**

El objetivo de la presente práctica es que el estudiante una vez realizada y analizada, estará en capacidad de:

- Identificar los elementos que constituyen una bomba calorimétrica adiabática.
- Definir las propiedades termodinámicas involucradas en la presente práctica y sus aplicaciones.
- Realizar la calibración de la bomba calorimétrica determinando la capacidad calorífica del calorímetro.
- Determinar la entalpía de combustión de los compuestos analizados.

### **2. ASPECTOS TEÓRICOS.**

En cada reacción química hay un cambio en la energía interna y en la entalpía de las sustancias que participan. El calor puede ser absorbido o liberado (reacción endotérmica o exotérmica). Junto a esto, una reacción química puede realizar un trabajo de volumen.

Si sólo se quiere examinar el cambio en el calor, entonces se debe eliminar el rendimiento de trabajo, es decir, mediante la realización de la reacción a volumen constante.

El calor que se absorbe o se libera en la transformación de una sustancia de acuerdo con la fórmula de reacción, se denomina el calor de reacción. La entalpía se llama la entalpía de reacción  $\Delta_R H$  a presión constante, y la energía  $\Delta_R U$  de reacción a volumen constante.

La reacción se lleva a cabo en una bomba calorimétrica para que el calor convertido pueda ser medido. El volumen se mantiene constante.

De acuerdo con la primera ley de la termodinámica, el cambio en la energía interna es igual a la suma de la energía suministrada, o removida del sistema en la forma de trabajo ( $W$ ) y calor ( $Q$ ).

$$\Delta_R U = Q + W \quad (1)$$

Como no se realiza trabajo de volumen,  $W = 0$  y se tiene:

$$\Delta_R U = Q \quad (2)$$

A presión constante, la entalpía y la energía interna son diferenciadas por el trabajo de volumen:

$$\Delta_R H = \Delta_R U + \sum v RT \quad (3)$$

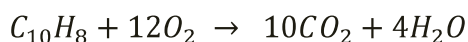
Como en este caso no se realiza trabajo de volumen, la energía y la entalpía de reacción son del mismo valor:

$$\Delta_R H = \Delta_R U \quad (4)$$

De acuerdo a la ley de Hess, el calor absorbido o liberado a partir de un sistema es independiente de la ruta de la reacción. Esta ley permite calcular el calor de reacción para las reacciones en las que la medición directa es difícil. La entalpía de combustión permite que la entalpía de formación  $\Delta_B H$  sea calculada. Con este fin, el proceso completo se puede dividir en pasos parciales. La entalpía de formación es entonces igual a la diferencia entre las sumas de las entalpías de combustión de los elementos  $\Delta_C H_E$  y la entalpía de combustión del compuesto  $\Delta_C H_i$ .

$$\Delta_B H = \sum \Delta_C H_E - \Delta_C H_i \quad (5)$$

La siguiente reacción es válida para la combustión del naftaleno:



En este caso  $\sum \Delta_C H_E$  es la suma estequiométrica de las entalpías de combustión de todos los elementos contenidos en el naftaleno, por ejemplo, carbón e hidrógeno. Estos valores corresponden a la recopilación de las entalpías de formación estándar de  $CO_2$  (-393,77 kJ/mol) y  $H_2O$  (-286,17 kJ/mol). La entalpía de combustión del naftaleno  $\sum \Delta_C H_N$  puede ser calculada usando:

$$\sum \Delta_C H_N = -\frac{M_N \Delta T_N C_{cal}}{m_N} \quad (6)$$

Donde,

$C_{cal}$ , capacidad calorífica del calorímetro

$m_N$ , masa del naftaleno

$M_N$ , masa molar del naftaleno

$\Delta_C H_N$ , entalpía molar de combustión del naftaleno

$\Delta T_N$ , diferencia de temperatura durante la combustión del naftaleno

El ácido benzoico es quemado para determinar la capacidad calorífica del calorímetro. El calor absorbido por el calorímetro es.

$$Q = - \frac{m_B \Delta_C H_B}{M_B} \quad (7)$$

Donde,

$\Delta_C H_B$ , entalpía de combustión molar del ácido benzoico (-3231,5 kJ/mol)

$m_B$ , masa de ácido benzoico

$M_B$ , masa molar de ácido benzoico

La capacidad calorífica del sistema  $C_{cal}$  es calculada de acuerdo a:

$$C_{cal} = \frac{Q}{\Delta T_{cal}} \quad (8)$$

### 3. PROCEDIMIENTO

#### 3.1. PARTE EXPERIMENTAL.

- EQUIPO:



FIGURA No 1. Montaje de la bomba calorimétrica.

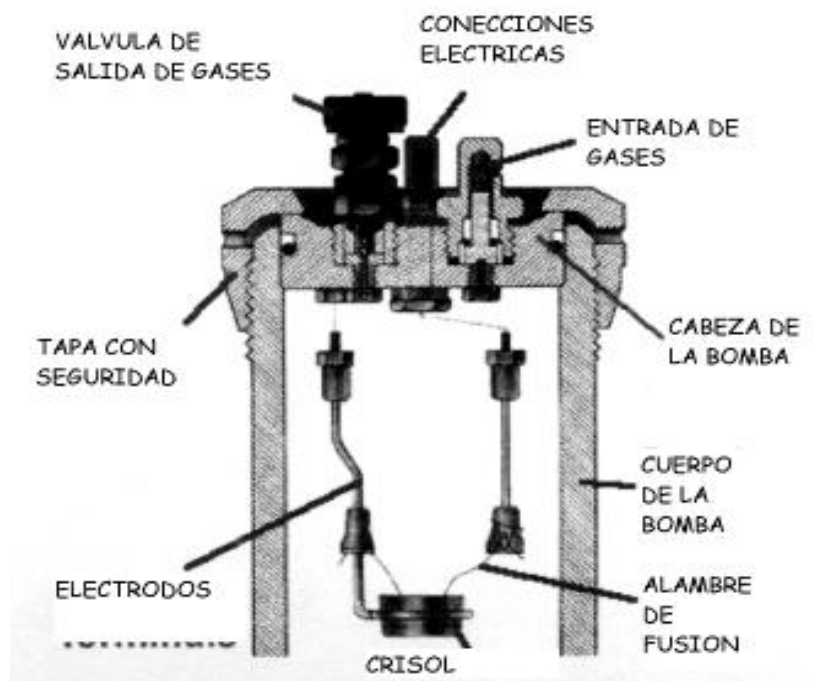


FIGURA No 2. Partes de una bomba calorimétrica.

## • MATERIALES Y REACTIVOS

Reactivos:

- ✓ Ácido benzoico
- ✓ Muestra problema (orgánica)
- ✓ Alambre de hierro (ferroníquel)
- ✓ Oxígeno puro (cilindro 2000 psi)

Materiales:

- ✓ Calorímetro
- ✓ Bomba calorimétrica
- ✓ Vaso de precipitado de 1L
- ✓ Vidrio reloj
- ✓ Espátula
- ✓ Crisol para bomba calorimétrica
- ✓ Termómetro digital
- ✓ Balanza analítica
- ✓ Agitador magnético
- ✓ Fuente de alimentación universal

### **3.2. PARTE OPERATIVA**

Realizar el montaje del experimento como se muestra en la figura No 1. Pulverizar la sustancia a quemar en un mortero. Posteriormente pesar aproximadamente 50 mg, cortar unos 10 cm de largo del alambre de hierro y colocarlo en las ranuras de la prensa de tal manera que haga contacto con la muestra. El calor de combustión del alambre de hierro puede despreciarse porque esta presente tanto en la calibración, así como en la medición real. Luego, colocar la cantidad pesada en el crisol de vidrio y éste en los contactos de la tapa de la bomba calorimétrica.

Para llenar la bomba calorimétrica con oxígeno, conectar el tubo de presión del cilindro de oxígeno a la válvula reductora y asegurarlo con una abrazadera. Abrir el control de la válvula de la bomba y establecer la válvula reductora de presión a una presión máxima de 10 bar. Llenar el calorímetro, cerrar la válvula de control y desconectarlo de la tubería de presión.

Llenar el recipiente de combustión con exactamente 850 g de agua e introducir la bomba calorimétrica sellada y tomar la temperatura de inmersión en él. Colocar el calorímetro en el agitador magnético y encenderlo. Conectar los tomas de contacto de la bomba calorimétrica a la corriente alterna de la fuente de alimentación (15 V). Esperar a que se alcance la temperatura de equilibrio (aproximadamente 5 minutos) y luego empezar a registrar los datos para la gráfica temperatura/tiempo.

Ajustar el termómetro para medir la diferencia de temperatura con el tiempo y registrar la temperatura dos veces por minuto con una precisión de 0,01 K. Cuando la temperatura se mantenga constante o sólo muestre un ligero cambio, encender la fuente de alimentación por un corto tiempo para iniciar la combustión y registrar el cambio de temperatura. Cuando los cambios de temperatura vuelvan a ser muy ligeros, continuar el registro de datos para la gráfica temperatura-tiempo durante aproximadamente 5 minutos más. Si en el recipiente de la muestra queda demasiado hollín después de la prueba, repetir la medida, porque esto indica que la combustión no es completa.

Se debe determinar la diferencia de temperatura corregida  $\Delta T$  con el fin de calcular la entalpía de combustión. Esta corrección es necesaria debido al intercambio de calor entre el calorímetro y sus alrededores.

Realizar las mediciones tres veces para cada sustancia. Tomar la media de los valores medidos para minimizar errores. Es aconsejable realizar alternativamente la combustión del ácido benzoico para determinar la capacidad calorífica del calorímetro y la combustión del naftaleno.

Después de cada medición, liberar el exceso de oxígeno y los gases producidos durante la reacción antes de abrir la bomba.

### 3.3. REGISTRO DE DATOS

PARÁMETRO	RESULTADO
Masa (g)	
Temperatura inicial (K)	

Tabla No 1. Condiciones iniciales.

Tiempo (s)	Temperatura (K)	$\Delta T$ (K)

Tabla2. Registro de datos de cambio temperatura al aumentar el tiempo

PARÁMETRO	RESULTADO
Masa de hollín (g)	
Temperatura final (K)	

Tabla 3. Datos obtenidos después de la combustión

#### **4. CÁLCULOS**

Con base en los datos obtenidos calcular:

- ✓ Capacidad calorífica del calorímetro ( $C_{cal}$ ).
- ✓ Calor de combustión de la muestra ( $q_{comb}$ ).
- ✓ Cambio de energía interna del proceso.
- ✓ Cambio de entalpía de formación estándar de la muestra.
- ✓ Cambio en la entalpía de combustión.
- ✓ Graficar la temperatura en función del tiempo, y calcular el  $\Delta T$ , para cada caso.
- ✓ Porcentaje de error.



# **ANEXO B**

## **GUÍA PARA LA DETERMINACIÓN DEL CALOR DE FORMACIÓN DEL CO<sub>2</sub> Y CO (LEY DE HESS)**

## DETERMINACIÓN DEL CALOR DE FORMACIÓN DEL CO<sub>2</sub> Y CO (LEY DE HESS)

### 1. OBJETIVO.

El objetivo de la presente práctica es que el estudiante una vez realizada y analizada, estará en capacidad de:

- Llevar a cabo la formación de CO<sub>2</sub> y CO.
- Determinar el calor de formación del CO<sub>2</sub> y CO empleando la ley de Hess.
- Definir las propiedades termodinámicas involucradas en la presente práctica y sus aplicaciones.
- Determinar la entalpía de reacción para la combustión de carbón u monóxido de carbono calorimétricamente.

### 2. ASPECTOS TEÓRICOS.

La entalpía molar de reacción  $\Delta_R H$  caracteriza el balance de calor de las sustancias transformadas. Esta se define como el calor de reacción  $Q_p = \Delta h$  que se produce por una mol en la conversión  $\Delta \xi$  (material transformado) a presión  $P$  y temperatura  $T$  constante.

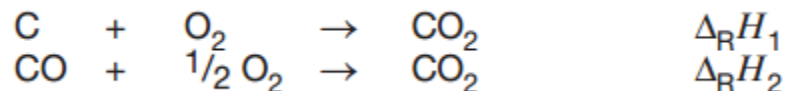
$$\Delta_R H = \left( \frac{\Delta h}{\Delta \xi} \right)_{p,T} \quad (1)$$

Para las conversiones espontáneas y cuantitativas, la entalpía molar de reacción puede ser determinada directamente usando la calorimetría. De otra manera, esta también puede ser calculada usando la ley de Hess de la suma de calor constante (la suma de las entalpías de reacción). La entalpía molar de formación  $\Delta_B H$  corresponde a la entalpía molar de reacción en la formación directa de una mol del respectivo compuesto de los elementos en modificación estable (para lo cual la entalpía de formación es cero por definición). La entalpía de formación de otras sustancias a  $p = 1013 \text{ hPa}$  y  $T = 298 \text{ K}$  se listan en las tablas. Por lo tanto, la entalpía de reacción estándar  $\Delta_R H^\square$  de cualquier reacción arbitraria es igual a la suma estequiométrica de las entalpías estándar de formación  $\Delta_R H^\square$  de los reactivos y productos,

mediante el cual las sustancias originales se introducen con un valor estequiométrico negativo  $v_i$ .

$$\Delta_R H^\Phi = \sum v_i \Delta_B H_i^\Phi \quad (2)$$

Con respecto a las reacciones



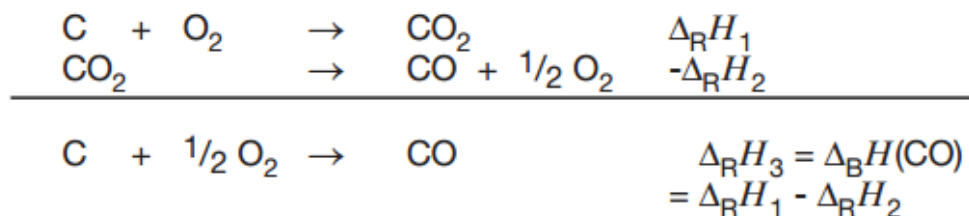
La siguiente ecuación se obtiene a partir de la ecuación (2)

$$\Delta_R H_1 = \Delta_B H(\text{CO}_2) \quad (2.1)$$

Y

$$\Delta_R H_2 = \Delta_B H(\text{CO}_2) - \Delta_B H(\text{CO}) \quad (2.2)$$

La entalpía de formación de  $\text{CO}_2$  es por lo tanto directamente igual a la entalpía de reacción  $\Delta_R H_1$  que surge de la combustión completa de una mol de carbono. La entalpía de formación de CO es calculada sumando las reacciones 1 y 2:



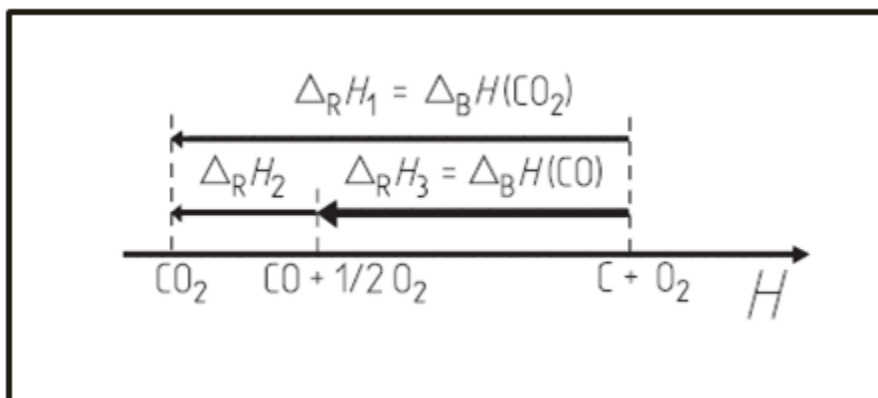


Figura No 1: aplicación de la ley de Hess para determinar la entalpía Molar de formación de CO de la entalpía de combustión de carbono y monóxido de carbono.

Las entalpías molar  $\Delta_R H_1$  y  $\Delta_R H_2$  pueden ser calculadas de los datos experimentales usando la ecuación (1). El cambio en la entalpía de la reacción del sistema  $\Delta h$  corresponde al balance térmico negativo  $Q_{\text{cal}}$  del calorímetro el cual puede ser derivado de la ecuación (3):

$$\begin{aligned} -\Delta h &= Q_{\text{cal}} = \sum m_i c_i \Delta T \\ &= (m(\text{H}_2\text{O}) \cdot c(\text{H}_2\text{O}) + C_{\text{cal}}) \Delta T \end{aligned} \quad (3)$$

Donde,

$m(\text{H}_2\text{O})$  = masa de agua en el calorímetro

$c(\text{H}_2\text{O})$  = capacidad calorífica del agua (4.1868 J/g\*K)

$C_{\text{cal}}$  = capacidad calorífica del calorímetro (410 J/K)

$\Delta T = T_1 - T_2$  (diferencia de temperatura en K)

Como un resultado de la expresión

$$\Delta n_i = \nu_i \Delta \xi \quad (4)$$

La cantidad de la conversión  $\Delta \xi$  es igual al material convertido  $\Delta \nu_i$  de carbono (reacción 1) o monóxido de carbono (reacción 2) la cual puede ser calculada usando

$$\Delta n (\text{C}) = \frac{m (\text{C})}{M (\text{C})} \quad (5)$$

Donde,

$m(\text{C})$  = masa del carbono usado

$M(\text{C})$  = masa molar del carbono (12.01 g/mol)

También puede ser derivada de la ecuación general de estado para los gases ideales (ley del gas ideal) si la temperatura  $T$ , la presión atmosférica  $p$  y el volumen de monóxido de carbono usado son conocidos

$$\Delta n (\text{CO}) = \frac{p \cdot V}{RT} \quad (6)$$

$R$  = constante universal de los gases (8.31441 Nm/K\* $\text{mol}$ )

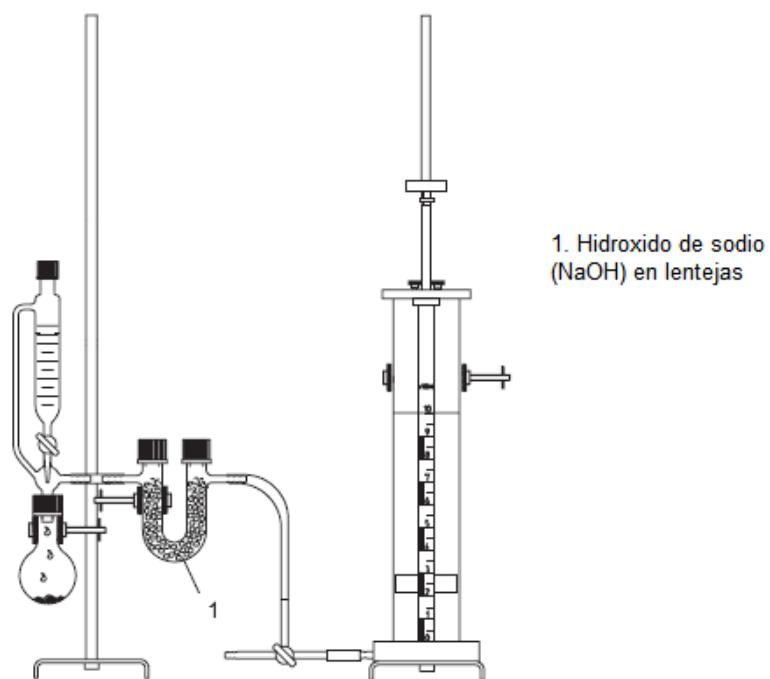
### **3. PROCEDIMIENTO.**

#### **3.1. PARTE EXPERIMENTAL.**

• EQUIPO:



FIGURA No 2. Montaje de formación de CO<sub>2</sub>.



FIGURANo3. Montaje para la formación de CO.

- **MATERIALES Y REACTIVOS**

Reactivos:

- ✓ Carbón vegetal
- ✓ Oxígeno puro (cilindro 2000 psi)
- ✓ Gas inflamable
- ✓ Ácido sulfúrico al 98%
- ✓ Ácido fórmico al 98%
- ✓ Hidróxido de sodio en lentejas

Materiales:

- ✓ Montaje de calor de formación para CO<sub>2</sub> y CO
- ✓ Termómetro
- ✓ Tubo de ensayo con tapa rosca
- ✓ Pinza para tubo de ensayo
- ✓ Vaso de precipitado de 1L
- ✓ Probeta de 500 mL
- ✓ Vidrio reloj
- ✓ Espátula
- ✓ Mechero bunsen
- ✓ Termómetro digital
- ✓ Balanza analítica
- ✓ Agitador magnético
- ✓ Papel cerámico

### **3.2. PARTE OPERATIVA**

Realizar el montaje como se muestran en las figuras No 2 y 3.

Llenar cuidadosamente con un volumen conocido de agua (aproximadamente 500 mL) la camisa de vidrio a través de uno de los desprendimientos verticales (usando un embudo), teniendo en cuenta la temperatura del agua para calcular su masa.

Poner un agitador magnético debajo de la camisa de vidrio. Preparar y conectar el contador de burbujas. Llenar el gasómetro con 300 a 400

mL de algún gas inflamable (gas natural, hidrogeno, propano, o un gas similar que pueda producir una llama piloto muy pequeña) y conectar con la lanza de combustión. También conectar el cilindro de acero con el oxígeno para la combustión y asegurar todas las conexiones.

➤ **Quema de carbón**

Dado a que no es posible quemar las formas puras de carbono, es decir, grafito y diamante, en un calorímetro de envoltura de vidrio, debido a los niveles de activación de altas energías implicadas, se quemará carbón vegetal, el cual debe ser calentado muy fuertemente y estar completamente desgasificado para ser usado. El poder calorífico de este carbón de leña es sólo insignificativamente diferente al de grafito (32682 kJ/kg comparado con 32738 kJ/kg). Éste es preparado como sigue: usar un mortero para macerar ligeramente una pieza sólida de carbón vegetal para lograr algunas piezas de entre 0,4 y 0,7g en tamaño. Colocar las piezas en un tubo de ensayo y calentar fuertemente en un mechero hasta que toda la humedad, todos los residuos de alquitrán y todos los gases residuales hayan sido eliminados. Dejar enfriar en un recipiente cerrado.

Pesar exactamente una de las piezas pre-tratadas de carbono y colocar en la cámara de combustión sobre una tira de papel cerámico. Anotar la temperatura inicial del agua como  $T_1$ .

Usar gafas oscuras para protegerse durante la combustión del carbono para evitar ser deslumbrado.

Colocar un peso de aproximadamente 500 g en el embolo del gasómetro para lograr una velocidad suficiente de la salida de gas. Abrir la válvula de control de precisión de la lanza de combustión, encender y ajustar la llama a una longitud de 1 a 2 cm. Suministrar oxígeno y ajustar a una longitud de 0,5 cm aproximadamente y a continuación, mover la base del barril para insertar rápidamente la llama piloto en el calorímetro de envoltura de vidrio de modo que el carbón se encienda. Cerrar la válvula de control de precisión en el gasómetro.

El carbón se quema en el flujo de oxígeno con una llama extremadamente brillante para formar dióxido de carbono. Agitar el agua en el calorímetro durante la combustión con el fin de alcanzar la máxima transferencia de calor de reacción al líquido. Cuando la combustión sea completa, cerrar el suministro de oxígeno, pero seguir agitando hasta que el equilibrio térmico



haya sido restablecido. Registrar la temperatura en el termómetro como  $T_2$ .

➤ **Quema de monóxido de carbono**

El montaje experimental es análogo al primer experimento.

El monóxido de carbono (precaución: tóxico) se prepara por deshidratación con ácido fórmico y ácido sulfúrico concentrado. Dejar caer el ácido fórmico del embudo graduado al matraz aforado que contiene ácido sulfúrico. Limpiar y secar el monóxido de carbono que se obtiene con lentejas de hidróxido de sodio contenidas en un tubo en U. Llenar el gasómetro con 1000 mL de monóxido de carbono y conectar de nuevo a la lanza de combustión, que está además conectado a el cilindro de oxígeno. Anotar la temperatura inicial del calorímetro. Posteriormente, ajustar un flujo débil de monóxido de carbono y encender la llama en la punta de la lanza de combustión. Ajustar la llama a una longitud de 2 cm aproximadamente y suministrar oxígeno para garantizar la combustión completa. Esperar hasta que el pistón del gasómetro toque una marca determinada en la escala (por ejemplo, 900 mL) luego mover la lanza a la cámara del calorímetro, continuamente, pero con cuidado agitar el agua en el calorímetro, quemar exactamente 500 mL de monóxido de carbono, a continuación, apagar el suministro de oxígeno. Esperar hasta que el equilibrio térmico este establecido y registrar la temperatura final como  $T_2$ . Además, tener en cuenta la temperatura ambiente y la presión atmosférica.

**3.3. REGISTRO DE DATOS**

PARÁMETRO	RESULTADO
Temperatura inicial (K)	
Masa de carbón (g)	
Volumen de agua a 20,8°C(mL)	
Temperatura final (K)	

Tabla No 1. Combustión de carbón.

PARÁMETRO	RESULTADO
Temperatura inicial (K)	298,35
Volumen de CO (mL)	500
Volumen de agua 25°C(mL)	539,5
Temperatura final (K)	300,75

**Tabla No 2. Registro de datos para la combustión de monóxido de carbono.**

#### **4. CÁLCULOS**

Con base en los datos obtenidos calcular:

- ✓ Calor de formación del CO<sub>2</sub>
- ✓ Calor de formación del CO
- ✓ Aplicar la ley de Hess para determinar el calor de formación total
- ✓ Porcentaje de error.

# **ANEXO C**

## **GUÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE LA TENSIÓN SUPERFICIAL DE LÍQUIDOS PUROS CON EL MÉTODO PRESIÓN DE BURBUJA**

## DETERMINACIÓN DE LA TENSIÓN SUPERFICIAL DE LÍQUIDOS PUROS CON EL MÉTODO PRESIÓN DE BURBUJA

### 1. OBJETIVO.

El objetivo de la presente práctica es que el estudiante una vez realizada y analizada, estará en capacidad de:

- Determinar la tensión superficial de diferentes líquidos puros a temperatura ambiente.
- Aplicar el principio de los vasos comunicantes.

### 2. ASPECTOS TEÓRICOS.

La tensión superficial es la cantidad de energía que se requiere para producir una superficie en condiciones isotérmicas e isobáricas. Esto corresponde al cambio en la entalpía libre durante una alteración de la superficie.

$$\sigma = \left(\frac{\delta G}{\delta A}\right)_{p,T} (1)$$

En el método de presión de burbuja, un gas (usualmente aire) sale del tubo capilar que es sumergido en el líquido a ser investigado. La presión requerida para esto sirve para superar la presión en el capilar  $p_\sigma$ , que es la diferencia entre la presión interna y externa de la burbuja, y la presión hidrostática  $p_h$ .

$$p_h = h \cdot \rho \cdot g (2)$$

Donde,

$p_h$  , presión hidrostática

$h$ , profundidad de inmersión del tubo capilar

$\rho$ , densidad del líquido

$g$ , aceleración debido a la gravedad

Durante el incremento en el volumen de la burbuja de aire, ocurre un cambio de presión constante (trabajo de volumen)  $p_\sigma dV$ .

$$p_\sigma dV = p_\sigma \cdot 4\pi r^2 dr (3)$$

Donde,

$p_{\sigma}$ , presión del capilar

$r$ , radio del capilar

Este trabajo corresponde al incremento en la energía superficial  $\sigma dA$ , obtenida de (1)

$$\sigma dA = \sigma \cdot 8\pi r dr \quad (4)$$

De (3) y (4) se obtiene el siguiente término de presión en el capilar:

$$p_{\sigma} = \frac{2\sigma}{r} \quad (5)$$

La presión total  $p_{max}$  en la que una burbuja de aire sale del tubo capilar en el líquido, y la cual puede ser leída en el manómetro como la presión máxima, resulta de la suma de la presión en el capilar y la presión hidrostática.

$$p_{max} = \frac{2\sigma}{r} + h \cdot \rho \cdot g \quad (6)$$

Reordenando esto, se obtiene la siguiente ecuación para la tensión superficial:

$$\sigma = \frac{r}{2} \cdot (p_{max} - h \cdot \rho \cdot g) \quad (7)$$

Si el radio del tubo capilar no es conocido exactamente, este puede ser determinado usando un líquido de tensión superficial conocida

$$r = \frac{2\sigma}{p_{max} - h \cdot \rho \cdot g} \quad (8)$$

La presión  $p_{max}$  es leída del manómetro en tubo en U, el cual es llenado con agua, como la diferencia entre los dos meniscos. Para la conversión a  $Nm^{-2}$  es válido lo siguiente: 1 mm de altura en la columna de agua corresponde a  $9,798 Nm^{-2}$ .

### 3. PROCEDIMIENTO.

#### 3.1. PARTE EXPERIMENTAL.

- **EQUIPO:**



FIGURA No 1. Montaje de tensión superficial con el método presión de burbuja.

- **MATERIALES Y REACTIVOS**

Reactivos:

- ✓ Etanol absoluto
- ✓ Etilenglicol
- ✓ Glicerol
- ✓ Ácido clorhídrico al 37%
- ✓ Ácido nítrico al 65%

Materiales:

- ✓ Montaje de tensión superficial con el método presión de burbuja
- ✓ Termómetro
- ✓ Probeta.
- ✓ Beaker de 1L
- ✓ Pipeta pasteur
- ✓ Pie de rey
- ✓ Tubo capilar

### **3.2. PARTE OPERATIVA.**

Realizar el montaje como se muestra en la figura No 1.

En este experimento es importante preparar el tubo capilar con cuidado. La longitud de este deber ser de 20 cm aproximadamente. El extremo debe ser cortado exactamente en un ángulo recto y debe ser liso, pulirlo si es necesario. Además, el tubo capilar debe ser meticulosamente desengrasado. Para lograr esto, sumergir éste completamente en agua regia (una mezcla de un volumen de ácido nítrico concentrado con tres volúmenes de ácido clorhídrico concentrado), dejar este aquí por un tiempo relativamente largo, luego lavar éste varias veces con agua destilada y secar.

Llenar los frascos de 1000 mL con agua, de modo que estos puedan ser usados para aplicar una presión de acuerdo al principio de los tubos comunicantes.

Adjuntar una pipeta Pasteur al tubo capilar con cinta adhesiva de tal manera que la punta de la pipeta sea puesta alrededor de 20 mm por encima del extremo del tubo capilar. Medir exactamente la distancia con el pie de rey, porque ésta va a ser la profundidad de inmersión del tubo capilar. Llenar el beaker que está en una plataforma de levantamiento con el líquido a ser investigado y cuidadosamente elevar la plataforma hasta que la punta de la pipeta toque el líquido. Accionar la plataforma de levantamiento sosteniendo el frasco de 1000 mL muy lentamente para elevar el frasco y así generar la presión requerida para la formación de una burbuja de aire. Leer la diferencia en la altura de las dos columnas del líquido en el manómetro de tubo en U poco antes que la burbuja salga del tubo capilar en el líquido.

### 3.3. REGISTRO DE DATOS

PARÁMETRO	RESULTADO
Profundidad de inmersión del tubo capilar (cm)	
Presión en el manómetro de tubo en u (cm)	

Tabla No 1. Registro de datos para la determinación de la tensión superficial.

### 4. CÁLCULOS

Con base en los datos obtenidos calcular:

- ✓ Presión hidrostática
- ✓ Presión máxima
- ✓ Tensión superficial de los líquidos estudiados
- ✓ Porcentaje de error



# **ANEXO D**

## **GUÍA PARA POTENCIAL ELECTROKINÉTICO**

## **POTENCIAL ELECTROKINÉTICO**

### **1. OBJETIVO.**

El objetivo de la presente práctica es que el estudiante una vez realizada y analizada, estará en capacidad de:

- Determinar el tiempo requerido para alcanzar una presión de 0,1 hPa en el tubo en U cuando se aplica un voltaje determinado.

### **2. ASPECTOS TEÓRICOS.**

Fenómenos electrocinéticos, es el nombre colectivo dado a los efectos en el cual un campo eléctrico provoca el movimiento mecánico de una fase líquida contra una fase sólida que se produce, o viceversa. De estos efectos, electroforesis es el movimiento de partículas en un líquido bajo un campo eléctrico, mientras electroósmosis es el movimiento de partículas a través de un diafragma y el líquido (por lo que éste no es un asunto de conductividad electrolítica, es decir, el movimiento de iones en una solución). En éste último, invirtiendo el proceso pulsando el líquido a través de un diafragma, se construye un potencial de flujo.

En el humedecimiento de las sustancias sólidas con líquido, la fase con la constante dieléctrica superior adquiere una carga positiva con respecto a la otra fase. El agua tiene una constante dieléctrica alta, de modo que, en suspensiones acuosas, la capa de agua que rodea a la partícula sólida lleva una carga positiva. La capa consiste en una parte rígida y difusa. La parte rígida está formada por una fina capa superficial cargada de la fase sólida y las moléculas de carga opuesta en el disolvente. Ésta está limitada por la superficie externa de Helmholtz (ficticia) y se apoya sobre la parte difusa donde la concentración de moléculas cargadas disminuye hasta que se alcanza el valor del disolvente apropiado. La diferencia de potencial entre la superficie exterior de Helmholtz y el disolvente apropiado se denomina zeta o potencial electrocinético. En un campo eléctrico las moléculas de agua cargadas positivamente migran hacia el cátodo.

En este experimento, la sílica gel sirve como diafragma o fase estacionaria. Cuando el electrodo en el manómetro del lado del tubo en U es el cátodo, se puede observar un incremento de presión. Sin embargo, Cuando este electrodo es el polo positivo, resulta una disminución en la presión. El gas

producido en el electrodo debe ser tan bajo como sea posible. Bajo las condiciones del experimento, la corriente que fluye no es mayor que 5 mA, de modo que la producción de gas es casi irrelevante.

La ecuación de Helmholtz (Smoluchowski) describe la correlación entre el potencial zeta  $\zeta$  y la velocidad de flujo como una función del campo eléctrico:

$$\zeta = \frac{\eta \cdot v_E}{\varepsilon_0 \varepsilon_R E} \quad (1)$$

Donde,

$\zeta$ , potencial zeta (V)

$\eta$ , viscosidad dinámica ( $\text{kg m}^{-1} \text{s}^{-1}$ )

$v_E$ , velocidad de flujo electro-osmótico ( $\text{ms}^{-1}$ )

$E$ , intensidad de campo eléctrico ( $\text{Vm}^{-1}$ )

$\varepsilon_R$ , constante dieléctrica

$\varepsilon_0$ , campo eléctrico constante ( $= 8,854 \times 10^{-12} \text{ AsV}^{-1} \text{m}^{-1}$ )

La ecuación (1) es válida para la velocidad de flujo en un tubo capilar. Para camas granulares, debe usarse una relación modificada:

$$\zeta = \frac{p \cdot K}{\varepsilon_0 \varepsilon_R E} \quad (2)$$

Donde,

$p$ , presión de la columna del líquido

$K$ , constante

La constante  $K$  contiene numerosas influencias, las cuales deben mantenerse constantes bajo condiciones experimentales fijas.

Reordenando las ecuaciones (1) y (2) se muestra que el voltaje aplicado es proporcional tanto a la presión  $p$  como a la velocidad de flujo  $v_E$ .

$$E = \frac{\eta}{\varepsilon_0 \varepsilon_R \zeta} \cdot v_E \quad (1a)$$

$$E = \frac{K}{\varepsilon_0 \varepsilon_R \zeta} \cdot v_E \quad (2b)$$

En este procedimiento, los cambios de presión son extremadamente bajos. Por lo tanto, se debe tomar el tiempo en el que se produce un cambio de presión. El periodo de tiempo es inversamente proporcional a la velocidad de flujo:

$$v_E = \frac{dl}{dt} \quad (3)$$

Un movimiento electro-osmótico que es proporcional al voltaje aplicado puede ser monitoreado por medio del manómetro de precisión. El cambio de presión es proporcional a la velocidad de flujo.

La determinación absoluta y reproducible del potencial electrocinético se dificulta, especialmente porque deben mantenerse constantes un gran número de variables.

### 3. PROCEDIMIENTO.

#### 3.2. PARTE EXPERIMENTAL.

- EQUIPO:



**FIGURA No 1. Montaje de potencial electrocinético.**

- **MATERIALES Y REACTIVOS**

Reactivos:

- ✓ Sílica gel 60

Materiales:

- ✓ Montaje de potencial electrocinético
- ✓ Embudo
- ✓ Cronómetro
- ✓ Frasco lavador
- ✓ Beaker de 1L

### **3.3. PARTE OPERATIVA**

Realizar el montaje como se muestra en la figura No 1.

Pesar 8,5 g de sílica gel 60 y poner esto en el tubo en U de modo que el nivel sea el mismo en ambos lados. Cuidadosamente adicionar agua destilada por un lado hasta que la superficie de la sílica gel alcance el otro lado. Luego llenar los dos lados al mismo nivel con agua (aproximadamente 2 cm por encima de la superficie de sílica gel). Llenar el beaker que sirve como baño de agua, con agua a temperatura ambiente. Sumergir los electrodos de platino en el agua en cada lado.

Aplicar un voltaje DC de 290 V a los electrodos de platino. Medir el tiempo para el cambio en el voltaje, hasta que una presión de 0,1 hPa se haya alcanzado. Después de esperar un periodo de tiempo de al menos 5 minutos, repetir la medición. Realizar tres mediciones en el mismo voltaje y sacar la media de estos valores. Después invertir la polaridad de los electrodos y repetir la medición como se describe.

Realizar más mediciones de la misma manera de cuatro voltajes adicionales (250 V, 210 V, 160 V y 125 V). Para evaluar los resultados, trazar los tiempos promediados contra los voltajes aplicados.

### 3.4. REGISTRO DE DATOS

VOLTAJE (V)	TIEMPO (s)
290	
250	
210	
160	
125	

**Tabla No 1. Registro de datos para la determinación de potencial electrocinético**

### 4. CÁLCULOS

Con base en los datos obtenidos:

- ✓ Realizar la gráfica lineal de voltaje contra tiempo
- ✓ Determinar la ecuación de la grafica.

# **ANEXO E**

## **GUÍA PARA NÚMERO DE TRANSPORTE**

## NÚMERO DE TRANSPORTE

### 1. OBJETIVO.

El objetivo de la presente práctica es que el estudiante una vez realizada y analizada, estará en capacidad de:

- Determinar los números de transporte Hittorf para los iones hidronio y nitrato
- Realizar la electrolisis del ácido nítrico 0,1 Molar

### 2. ASPECTOS TEÓRICOS.

En una solución electrolítica, tanto los cationes como los aniones contribuyen al transporte de cargas en un campo eléctrico. En procesos electrolíticos los números de transporte  $t_+$  y  $t_-$  caracterizan la participación de los cationes y aniones respectivamente que llevan corriente ( $I_+$ ,  $|I_-|$ ) y transportan carga ( $q_+$ ,  $|q_-|$ ).

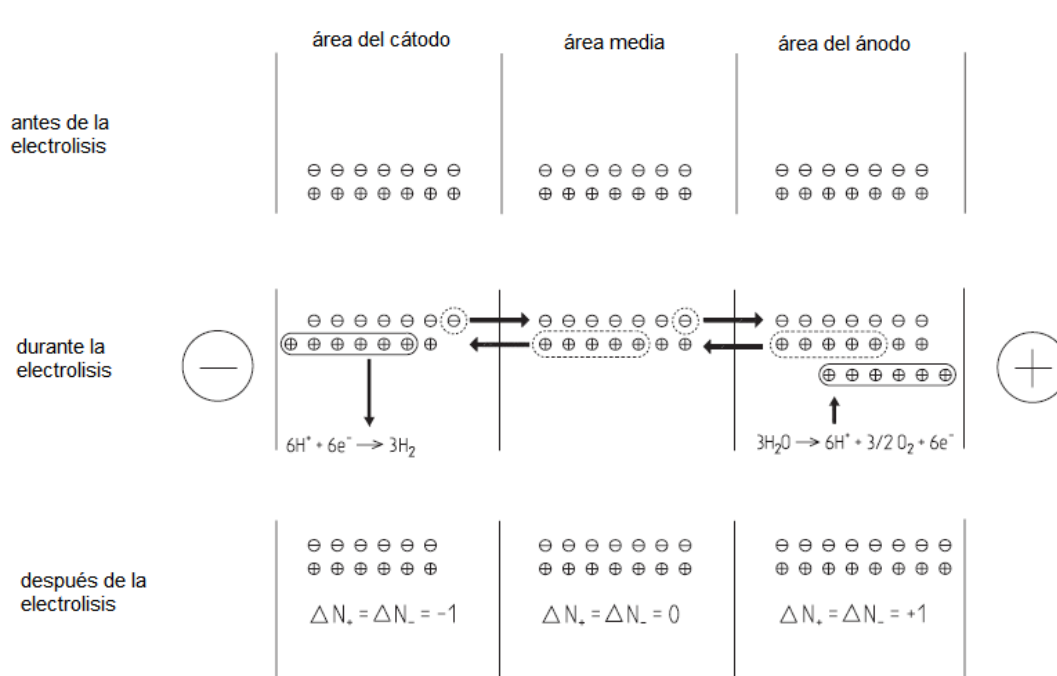
$$t_+ = \frac{I_+}{I_+ + |I_-|} = \frac{q_+}{q_+ + |q_-|} = \frac{u_+}{u_+ + |u_-|} = \frac{+}{+ + |-|} \quad (1.1)$$

$$t_- = \frac{|I_-|}{I_+ + |I_-|} = \frac{|q_-|}{q_+ + |q_-|} = \frac{|u_-|}{u_+ + |u_-|} = \frac{-}{+ + |-|} \quad (1.2)$$

Para las ecuación 1.1 y 1.2, la suma de los números de transporte para los aniones y cationes se encuentra que:

$$t_+ + t_- = 1 \quad (2)$$





**Figura No 1. Ilustración de los procesos de transporte que ocurren durante la electrolisis de ácido nítrico.**

De acuerdo a las ecuaciones (1.1) y (1.2), los números de transporte son relacionados con las movilidades iónicas ( $u_+, u_-$ ) y las conductividades iónicas ( $\kappa_+, \kappa_-$ ) y estos así en función de la velocidad de migración de los respectivos contra iones.

Si la movilidad de los cationes y aniones difieren ( $u_+ \neq u_-, t_+ \neq t_- \neq 0,5$ ), las cantidades de los dos tipos de iones que son proporcionales a estos valores son transportados en determinada unidad de tiempo.

A medida que la misma carga se transporta en cada caso, las alteraciones características en la concentración se producen en el cátodo y el ánodo, a partir de la cual los números de transporte Hittorf pueden ser experimentalmente determinados.

Como muestra la figura No 1, debido a la mayor movilidad de los cationes ( $u_+ = 5u_-$ ), cinco iones hidronio se transportan de la región del ánodo a la región central, y desde aquí, a la región del cátodo, en el mismo período de tiempo en el que un ion nitrato se transporta en la dirección inversa. Para asegurar electro neutralidad en todos los compartimientos, cinco iones hidronio deben ser simultáneamente reducidos a hidrógeno en el cátodo.

Debido a que el potencial de deposición es mayor en el ánodo, no se produce descarga de iones nitrato, pero en lugar de esto, hay una formación equivalente de iones hidronio de agua.

Debido a la migración de  $n$ -moles de iones de nitrato con una carga de  $|q_-| = n_-F$  ( $F = 96480 \text{ As} \cdot \text{mol}^{-1}$ , constante de Faraday) hacia y lejos de los electrodos, las cantidades de aniones ( $\Delta n_-^{K/A}$ ), cationes ( $\Delta n_+^{K/A}$ ) y electrólito ( $\Delta n^{K/A}$ ) en las regiones del cátodo y ánodo cambian durante la electrólisis de acuerdo a:

$$\Delta n_-^K = \Delta n_+^K = \Delta n^K = \frac{|q_-|}{F} \quad (3.1)$$

$$\Delta n_-^A = \Delta n_+^A = \Delta n^A = \frac{|q_-|}{F} \quad (3.2)$$

De esto, la carga  $|q_-|$  transportada por los aniones puede ser determinada. Sin embargo, con el fin de minimizar cualquier error, se debe determinar el cambio en la cantidad de electrólito en ambos electrodos y así calcular  $|q_-|$  a través de la relación obtenida a partir de (3.1) y (3.2):

$$|q_-| = \frac{F(\Delta n^A - \Delta n^K)}{2} \quad (4)$$

La cantidad total de electricidad utilizada  $q = q_+ + |q_-|$  puede ser determinada del cambio en la masa de los electrodos de un coulombímetro de cobre de acuerdo a la ley de Faraday:

$$q = \frac{z_R F (\Delta m^K - \Delta m^A)}{2M} \quad (5)$$

Donde,

$\Delta m^K, \Delta m^A$ , cambio en la masa de cobre en el ánodo y cátodo, respectivamente

$M$ , masa molar del cobre (63,54 g/mol)

$z_R$ , número de carga de la reacción (2)

Sustituyendo las relaciones (4) y (5) en la ecuación (1.2) para los números de transporte de los aniones se establece un práctico método para el cálculo de  $t_-$ .

$$t_- = \frac{M (\Delta n^A - \Delta n^K)}{z_R (\Delta m^K - \Delta m^A)} \quad (6)$$

Los cambios en la cantidad de electrolito  $\Delta n^A$  y  $\Delta n^K$  que se requieren para realizar este cálculo, pueden ser calculadas utilizando consideraciones estequiométricas.

$$\Delta n^{K/A} = c_1 V^{K/A} (V_1^{K/A} - V_1^0) \quad (7)$$

Donde,

$V^{K/A}$ , volumen en la región del cátodo y ánodo, respectivamente

$V_1^0$ ,  $V_1^{K/A}$ , consumo de NaOH ( $c_1 = 0,1 \text{ mol/L}$ ) en la neutralización de  $V_2 = 5 \text{ mL}$  antes ( $V_1^0$ ) y después de la electrolisis en la región del cátodo ( $V_1^K$ ) y del ánodo ( $V_1^A$ ), respectivamente.

### 3. PROCEDIMIENTO.

#### 3.1. PARTE EXPERIMENTAL.

- EQUIPO:

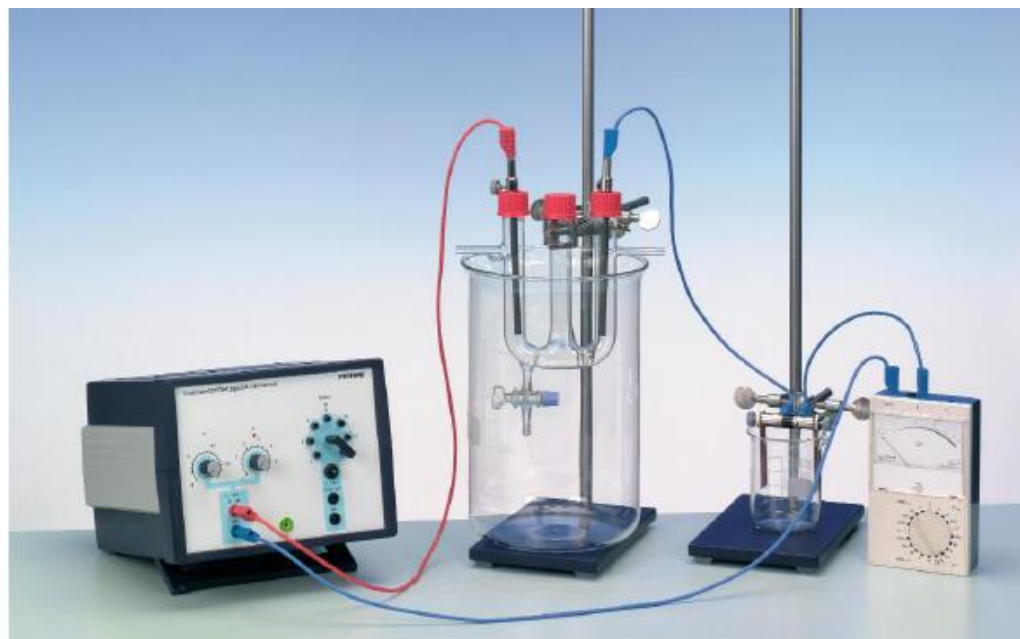


FIGURA No 2. Montaje de números de transporte.

- **MATERIALES Y REACTIVOS**

Reactivos:

- ✓ Ácido nítrico 0,1 M
- ✓ acetona
- ✓ Solución para coulombímetro ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05M/ $\text{CuSO}_4$  0,5M)
- ✓ Hidróxido de sodio 0,1 M
- ✓ Rojo de metilo al 0,1%

Materiales:

- ✓ Montaje para número de transferencia
- ✓ Embudo
- ✓ termómetro
- ✓ Cronómetro
- ✓ Frasco lavador
- ✓ Beaker de 250mL
- ✓ Fuente de alimentación universal
- ✓ Bureta
- ✓ Erlenmeyer
- ✓ Probeta
- ✓ Beaker de 1L

### **3.2. PARTE OPERATIVA**

Realizar el montaje como se muestra en la figura No 2.

Llenar el tubo de transporte con una solución de 0,1 M de ácido nítrico, conociendo el volumen adicionado, de tal manera que cada compartimiento quede al mismo nivel. Colocar el tubo en un baño de agua para garantizar que la temperatura sea uniforme y constante. Sumergir los electrodos de grafito. Pesarse el cátodo y el ánodo del coulombímetro que consiste en dos piezas de lámina de cobre, y registrar su peso. Fijar las piezas de cobre con la ayuda de la pinza y sumergirlas en un vaso de precipitados de 250 ml lleno con el ácido sulfúrico/ Solución de  $\text{CuSO}_4$ .

Conectar el coulombímetro, el recipiente de transporte y el medidor multicampo en serie al suministro de energía de acuerdo con la figura No2. Realizar la electrólisis de 60 a 90 minutos a 50 mA. Asegurarse de que la corriente y la temperatura sean casi constantes durante la

reacción. Medir la duración exacta del procedimiento de electrólisis con el cronómetro.

Durante la electrólisis, valorar una muestra de 5 ml contra NaOH 0,1 molar utilizando rojo de metilo como un indicador(cambio de color: rojo-amarillo). Al final del periodo de electrólisis tomar muestras de 5 ml de las regiones del ánodo y cátodo, valorar para determinar sus concentraciones. Interrumpir el circuito eléctrico y registrar la duración exacta de electrólisis. Lavar los electrodos de cobre del coulombímetro cuidadosamente con agua y acetona, esperar que se sequen al aire, y pesar de nuevo para determinar el cambio en el peso.

### 3.3. REGISTRO DE DATOS

PARÁMETRO	RESULTADO
Peso de lámina de cobre en el cátodo (g)	
Peso de lámina de cobre en el ánodo (g)	
Volumen de +ácido nítrico (HNO <sub>3</sub> ) depositado en cada lado (mL)	

**Tabla No 1. Condiciones iniciales**

PARÁMETRO	RESULTADO
Tiempo total de electrólisis	
Peso de lámina de cobre en el cátodo (g)	
Peso de lámina de cobre en el ánodo (g)	
Volumen de hidróxido de sodio (NaOH) gastado en la titulación del ácido nítrico (HNO <sub>3</sub> ) en el cátodo (mL)	
Volumen de hidróxido de sodio (NaOH) gastado en la titulación del ácido nítrico (HNO <sub>3</sub> ) en el ánodo (mL)	

**Tabla No 2. Registro de datos después de la electrólisis**

#### **4. CÁLCULOS**

Con base en los datos obtenidos calcular:

- ✓ El número de transporte del ánodo y el cátodo respectivamente.