

PRACTICA No.5

EL ESTADO SÓLIDO PURIFICACIÓN DEL CLORURO DE SODIO COMERCIAL

1. INTRODUCCIÓN:

El estado sólido, es el último de los estados fundamentales de la materia en este las moléculas constituyentes no presentan movimientos de traslación ya que se encuentran impedidos por las fuerzas intermoleculares no obstante sí presentan vibración y rotación sólo que estos se encuentran más restringidos que en un líquido (Casabó, 1996). El punto donde un cristal sufre la transición de sólido a líquido se conoce como PUNTO DE FUSIÓN y este es característico para cada sustancia, este no es afectado directamente por la presión atmosférica por lo que suele ser útil para la identificación de compuestos (Durst y Gokel, 1985).

Para purificar una sustancia existen diversos métodos, los cuales pueden ser empleados dependiendo de:

- a) La sustancia que se desea purificar
- b) El grado de pureza que se quiere obtener
- c) El tipo de impurezas
- d) Cantidad y variedad de las impurezas presentes

Entre los métodos comúnmente empleados para purificar sustancias figuran:

1. DESTILACIÓN: Usada generalmente para separar líquidos miscibles con diferentes puntos de ebullición. En este proceso, la mezcla de líquidos se calienta hasta llegar al equilibrio líquido-gaseoso, es decir, hasta que una de las sustancias comienza a ebulir, lo que permite su separación (Cervantes y Loredo, 2009). Puede ser destilación SIMPLE o FRACCIONADA según sea necesario.
2. CRISTALIZACIÓN: Se emplea siempre que las impurezas y la sustancia a purificar difieran en su solubilidad apreciablemente a una temperatura dada. Este proceso implica un cambio de estado de una de las de las sustancias que se desea purificar, pasando de estado líquido a sólido (Muñoz y Grau, 2013).
3. SUBLIMACIÓN:
Consiste en el cambio directo de una de las sustancias que se quiere purificar, pasando del estado sólido al estado gaseoso, o el proceso inverso (sublimación inversa). Este método permite separar sustancias sólidas de impurezas volátiles que presentan una presión de vapor baja (Muñoz y Grau, 2013).

En algunos casos es mejor eliminar las impurezas utilizando reacciones químicas que permitan separarlas sin afectar a la sustancia a purificar. Esto es especialmente aplicable a sólidos cuando la solubilidad de las sustancias a purificar varía muy poco con la temperatura. En estos casos habrá que eliminar no sólo las sustancias consideradas como impurezas, al inicio, sino también los excesos de reactivos añadidos durante la purificación. Al planificarse este trabajo, debe cuidarse que las sustancias formadas en

el proceso puedan separarse mediante una operación mecánica sencilla tal como la filtración, calentamiento, etc. El método de purificación que se utilizará en la presente práctica se llama PURIFICACIÓN POR REACCIONES QUÍMICAS.

Es conveniente aclarar que previo a decidirse por la purificación de una sustancia se debe estudiar detenidamente el proceso a seguir para su obtención y de esta manera determinar las impurezas más probables, así como sus abundancias relativas. El material a purificar en esta práctica es el cloruro de sodio comercial, que al ser un compuesto que proviene del mar, suele contener sales de calcio, magnesio, hierro (III) y aluminio en forma de sulfatos, bromuros y yoduros (Muñoz y Grau, 2013). Cabe destacar que esta metodología empleada para la purificación del cloruro de sodio es un gran ejemplo de cómo los procesos básicos vistos en el laboratorio de química general cobran importancia industrial.

El cloruro de sodio es una sustancia cuya solubilidad varía escasamente al aumentar la temperatura. A cero grados centígrados es de 37 gramos por cada 100 ml de agua y de 39 gramos en la misma cantidad de agua, a 100 grados centígrados, condiciones que no permiten la purificación del NaCl por cristalización. En el método a utilizar, la mayor parte de las impurezas precipitan por reacciones químicas y luego se separan por filtración, permaneciendo disuelto el NaCl.

2. OBJETIVOS:

Al finalizar la práctica, el estudiante deberá ser capaz de:

- 2.1. Desarrollar habilidades y destrezas en el trabajo de laboratorio.
- 2.2. Utilizar adecuadamente los elementos de cristalería propios del laboratorio de química.
- 2.3. Aplicar la técnica de filtración adecuadamente.
- 2.4. Purificar la sal común comercial (sal de cocina) mediante reacciones químicas y técnica de filtración para la obtención de sal de mesa.
- 2.5. Determinar el porcentaje de rendimiento obtenido en el proceso de purificación de sal.
- 2.6. Conocer la técnica para la determinación del punto de ebullición.

3. PRELABORATORIO:

PRIMERA PARTE:

3.1. Investigar la toxicidad de los siguientes reactivos:

Sustancia	Toxicidad en contacto con			Solubilidad en agua	Inflamabilidad	Primero auxilios en caso de accidente
	La piel	Los ojos	Ingestión			
Ca(OH) ₂						
NaCl						
BaCl ₂						
Na ₂ CO ₃						
HCl						
Urea						

3.2. Definir los siguientes términos:

- | | | |
|-----------------------|------------------------------|----------------------|
| 3.3.1. Cristalización | 3.3.2. Sublimación | 3.3.3. Solubilidad |
| 3.3.4. pH | 3.3.5. Ácido | 3.3.6. Base o Alkali |
| 3.3.7. Filtración | 3.3.8. Evaporación | 3.3.9. Desecación |
| 3.3.10 Celda unitaria | 3.3.11 Estructura cristalina | |

3.3. Investigue las formas de determinar el pH.

3.4. Ilustre el equipo de filtración que se utilizará en el inciso 5.1 del procedimiento.

3.5. Describa en qué consisten los siguientes defectos de las estructuras cristalinas:

- 3.5.1. Dislocaciones
- 3.5.2. Impurezas

4. MATERIALES, EQUIPO Y REACTIVOS

4.1. Equipo:

- ✓ Papel filtro
- ✓ Pinza para crisol
- ✓ Espátula
- ✓ Triángulo de porcelana
- ✓ Papel pH
- ✓ Anillo de metal
- ✓ Mechero
- ✓ Trípode
- ✓ Balanza
- ✓ Soporte Universal
- ✓ Pinzas universales
- ✓ Corcho

4.2. Cristalería:

- ✓ 2 beakers de 250 mL
- ✓ Probeta de 100 mL
- ✓ Varilla de agitación
- ✓ Embudo de vidrio
- ✓ Tubo de ensayo mediano
- ✓ Cápsula de porcelana
- ✓ Vidrio de Reloj
- ✓ Tubo de thiele
- ✓ Tubos capilares
- ✓ Termómetro

4.3. Reactivos:

- ✓ Hidróxido de calcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$
- ✓ Carbonato de sodio decahidratado $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
- ✓ Disolución de cloruro de bario BaCl_2 0.5 N
- ✓ Disolución de ácido clorhídrico HCl 1 N
- ✓ Disolución de ácido clorhídrico HCl 3 N
- ✓ Aceite mineral
- ✓ Urea

PROCEDIMIENTO:

5. PRIMERA PARTE : ESTADOS DE LA MATERIA

Observe el siguiente simulador (únicamente la de diagramas y cambios de fase) y elabore un resumen de las propiedades observadas en los tres estados de la materia y sus diferencias. Colóquelo en el cuestionario.

http://phet.colorado.edu/sims/html/states-of-matter/latest/states-of-matter_es.html

6. SEGUNDA PARTE: EL ESTADO SÓLIDO

6.1 Ingrese al siguiente link: <https://www.uv.es/quimicajmol/quimica3d/index.html>

6.1.1 Haga click en la pestaña Sólidos amorfos y cristalinos. ¿Qué diferencia se observa entre cada uno?

6.2.2 Haga click en la pestaña Sólidos iónicos.

6.2.3 Vea el video del siguiente enlace sobre los diferentes defectos que se pueden presentar en una estructura cristalina. <https://www.youtube.com/watch?v=8GtGMZNB6Ew&feature=youtu.be>

7. TERCERA PARTE: PURIFICACIÓN DE UNA SUSTANCIA SÓLIDA

7.1. Pesar 5.00 g de cloruro de sodio comercial y disolver en 30 ml de agua desmineralizada caliente contenidos en un beaker. Agitar, y si es necesario calentar hasta su total disolución (**Ver Nota No.1**). Filtrar, guardando el filtrado. No deseche el papel filtro, ya que lo utilizará en la segunda filtración. Vea el siguiente video <https://www.youtube.com/watch?v=ASNOXB0aTP8>

7.2. Mezclar en una cápsula de porcelana, con la parte inferior de un tubo de ensayo, 1 gramo de hidróxido de calcio y cantidad suficiente de agua para formar una pasta fluida. Agregar a la disolución de la sal. Filtrar.

CON LA DISOLUCIÓN OBTENIDA EN 7.2 REALICE LOS SIGUIENTES ENSAYOS

7.3. Añadir 2 mL de disolución de cloruro de bario 0.50 N para lograr precipitación total de los sulfatos (**Ver Nota No.2**). Añadir 1 ml cada vez.

7.4. Una vez lograda la total precipitación de los sulfatos, agregar 0.8 gramos de carbonato de sodio, agitar y calentar hasta que empiece a hervir. Filtrar de inmediato por gravedad con papel en pliegues. Recoja el filtrado en un beaker de 250 ml.

- 7.5. Neutralizar el filtrado añadiendo porciones de 5 gotas o menos de ácido clorhídrico 3 N. Tras cada adición agitar con una varilla de vidrio y verificar el pH con papel indicador de pH universal (**Ver Nota No.3**). Cuando el pH sea de 8 a 9 cambiar el ácido por el de concentración 1 N y continuar la neutralización hasta pH 7. Observe el siguiente video: <https://www.youtube.com/watch?v=0eDSH7O6fZM>
- 7.6. Ingrese al siguiente práctica: <http://amrita.olabs.edu.in/?sub=73&brch=7&sim=144&cnt=4>
- 7.7. Calentar la disolución hasta ebullición. Continuar calentando al tiempo que se agita circularmente con una varilla de vidrio hasta que el volumen se reduzca a unos 20 ml (**Ver Nota No.4**)
- 7.8. Enfriar la mezcla de disolución y cristales de NaCl hasta temperatura ambiente.
- 7.9. Tarar la cápsula de porcelana y el vidrio de reloj. Pasar la mezcla de disolución a la cápsula y póngalos al mechero con llama pequeña. Cuando se ha evaporado casi toda el agua, y al comenzar a observar proyecciones, cubra con vidrio de reloj. Los cristales estarán secos cuando no formen terrones ni se peguen al vidrio al removerlos con un agitador.
- 7.10. Cuando la cápsula esté a temperatura ambiente determine la masa de los cristales por diferencias de masa. Calcular el porcentaje de rendimiento respecto a la cantidad de sal inicial.

(**Ver Nota No.5**) (**Ver Nota No.6**)

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{\text{gramos de NaCl purificados}}{\text{gramos iniciales de sal}} \times 100$$

NOTAS ANEXAS:

NOTA No.1

Mantener la disolución caliente facilita la precipitación de las impurezas en el proceso de purificación. No debe, sin embargo, permitirse que la disolución hierva ya que la pérdida de solvente hace precipitar prematuramente parte de la sal, perdiéndose ésta al filtrar para eliminar las impurezas. Se lleva a ebullición sólo justo antes de filtrar.

NOTA No.2

Para saber si se han eliminado totalmente los sulfatos, tomar con una pipeta 2 ó 3 gotas de la disolución después de la adición del cloruro de bario. Filtrar y tomar 1 ó 2 gotas del filtrado en un vidrio de reloj limpio y agregarles unas gotas de disolución de cloruro de bario. En caso de aparecer una opalescencia o suspensión de color blanco, es indicador de la presencia de sulfato de bario que se ha formado e indica que no se ha completado la adición de la disolución de bario. Agregar un mililitro de la disolución de cloruro de bario al contenido del beaker para completar la precipitación.

NOTA No.3

Tomar una tira de papel indicador universal y fraccionarla hasta obtener 15 ó 20 pedazos pequeños. Ponerlos espaciados sobre el vidrio de reloj y ensayar el pH cada vez sobre uno de ellos. Comparar el color que toman al tocarlos con el extremo del agitador humedecido con la disolución con la escala de colores que está en la caja del papel pH.

NOTA No.4

Si la disolución queda fuertemente ácida o la evaporación se efectuará sin agitación, se formarían cristales grandes de cloruro de sodio que contienen una cantidad apreciable de líquido madre. Para evitar esto, se recomienda una evaporación rápida con agitación frecuente del líquido, pues de esta forma se obtienen cristales pequeños y de mayor pureza.

NOTA No.5

Sólo se secarán aplicando calor aquellas sustancias que no se descompongan con el mismo ni sean explosivas.

NOTA No.6

El cloruro de sodio comercial está también acompañado de sales que contienen bromuro, yoduro y potasio. Este método no es capaz de separarlas.

8. PUNTO DE FUSIÓN: Determinación de la temperatura de fusión de la urea.

8.1.1 Preparación del tubo de Thiele:

8.1.1.1 Sujetar este tubo al soporte universal con una pinza de igual denominación. Cuidar que los brazos y el ángulo que forma queden libres, a una altura conveniente para recibir el calor de la llama de un mechero.

8.1.1.2 Verter vaselina líquida simple dentro del tubo hasta lograr que se llenen ambos brazos y el fondo únicamente.

8.1.2 Técnica preliminar:

8.1.2.1 Sellar uno de los lados del tubo capilar Para lograrlo: colocar el capilar en la parte más caliente de la llama, dejar enfriar y comprobar que no pase aire internamente de uno a otro extremo.

8.1.2.2 Se pone el producto pulverizado sobre un vidrio de reloj. Se introduce la muestra en el capilar hasta que llegue a una altura aproximada de 2 mm. Luego coloque verticalmente un tubo de vidrio abierto por ambos extremos y de un diámetro aproximado de 0.5 cm y apóyelo sobre su mesa de trabajo e introduzca el capilar con la parte abierta hacia arriba por la parte superior. Déjelo caer, y retírelo por la inferior. Repita el proceso hasta que la muestra caiga en el fondo del capilar.

8.1.2.3 Sujetar el tubo capilar al termómetro haciendo uso de un hilo. Una vez sujeto, colocar el bulbo del termómetro sobre la pared externa del tubo de manera que quede alineado.

8.1.2.4 RIESGO: Asegúrese de sujetar de forma firme el tubo capilar con el termómetro, ya que si se suelta, puede quebrarse y contaminar la vaselina líquida y por lo tanto ¡HAY QUE REINICIAR EL PROCESO!

8.1.3 Toma del Punto de fusión:

8.1.3.1 Introducir dentro del tubo de thiele, el conjunto que se formó en 8.1.2.3. SUJETARLO al soporte con una pinza de manera que no se vaya hasta el fondo. NOTA: evitar la contaminación de la vaselina con agua y con la muestra.

8.1.3.2 Adicionar la vaselina que haga falta hasta sumergir en ella tres cuartos del tubo capilar.

8.1.3.3 Iniciar el calentamiento con una llama suave colocada en el ángulo que forman ambos brazos del tubo de thiele. Después de un corto tiempo, tomar el mechero, moverlo de izquierda a derecha y viceversa, de manera que la llama caliente más suavemente el ángulo mencionado. Esto es FLAMEAR. La temperatura de la vaselina debe subir más o menos un grado cada minuto. ¡¡PACIENCIA!!

- 8.1.3.4 OBSERVAR continuamente el comportamiento de la sustancia durante el tiempo de calentamiento. Estar alerta para cuando empiece a fundir la sustancia dentro del capilar.
- 8.1.3.5 FIN DE PROCESO: Al observar la fundición de la muestra en el tubo capilar, LEER y ANOTAR la temperatura que indica el termómetro. Esto corresponde al PUNTO DE FUSIÓN.
- 8.1.3.6 Ingrese al simulador: <http://labovirtual.blogspot.com/> en la simulación puntos de fusión y ebullición. Realice únicamente la simulación de puntos de fusión.
- 8.1.3.7 Llene la siguiente tabla:

Sustancia	A	B	C	D*
Punto de fusión (°C)				

8.1.3.9 Observe los videos:

<https://www.youtube.com/watch?v=xaQUTiruvFU>
<https://www.youtube.com/watch?v=nQNaTfqXEck>

9. PUNTOS DE DISCUSIÓN

- 9.1. Las reacciones químicas (objetivo de aplicación de estas).
- 9.2. Técnicas de separación y purificación utilizadas
- 9.3. Importancia de la determinación de pH
- 9.4. Punto de fusión

10. CUESTIONARIO:

- 10.1. ¿Qué consecuencias se pueden tener de la presencia de impurezas y defectos en un sólido cristalino?
- 10.2. Escriba las ecuaciones de formación de los hidróxidos de aluminio, hierro (II) y magnesio.
- 10.3. Escriba las ecuaciones que representan la eliminación de calcio y del bario en este experimento.
- 10.4. Escriba la ecuación de la eliminación de los carbonatos.
- 10.5. Describa la forma correcta de utilizar los elementos de cristalería manipulados.
- 10.6. Describa el proceso de filtración al vacío.
- 10.7. Describa el proceso de desecación y cómo está armado el equipo.

11. Referencias bibliográficas

Cervantes, B. y Loredo, J. (2009). *Manual Pedagógico de Prácticas de Química General en Microescala*. Universidad Iberoamericana.

Casabó, J. (1996). *Estructura atómica y enlace químico*. Reverte

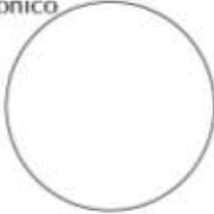
Durst, D y Gokel, G. (1985). *Química orgánica experimental*. Reverté

Muñoz, E. y Grau, M. (2013). *Ingeniería Química*. Universidad Nacional a Distancia Madrid.

12. Anexos

Preparación de un papel de filtro de pliegues

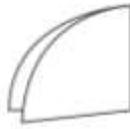
Recortar un círculo de papel de filtro con el tamaño del embudo cónico



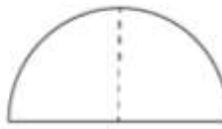
Doblar a la mitad



Volver a doblar a la mitad



Abrir el papel



Doblar el filtro a la mitad en el semicírculo



Volver a doblar el papel a la mitad



Abrir el papel



Doblar cada cuarto de papel en medios semicírculos de manera que queden alternados



Desplega hasta que quede en forma cónica

