

CNEA 330

Generador de Gas y Bureta
para Análisis de
Gases poco Solubles

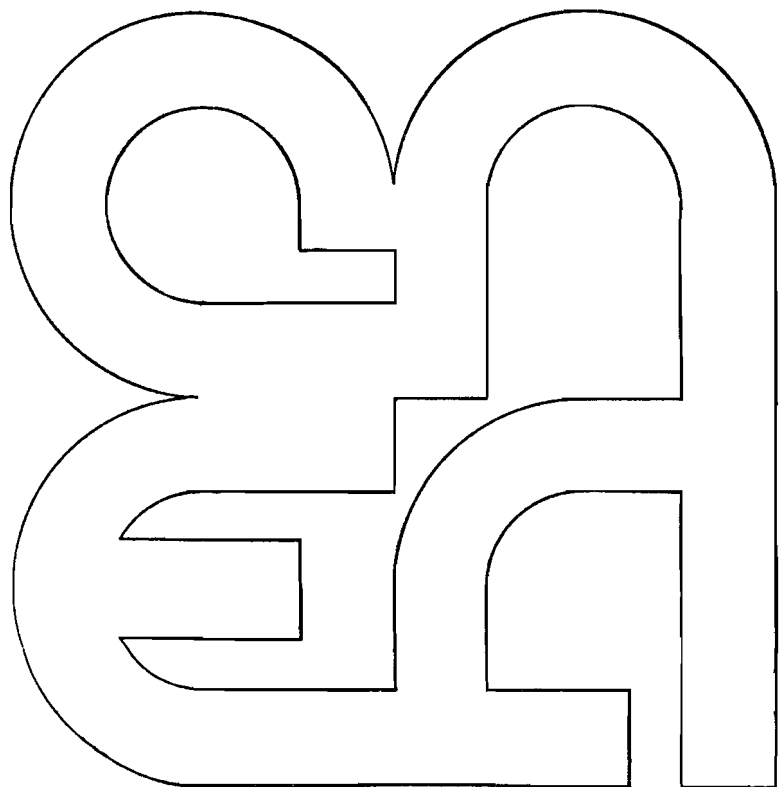
A. A. Suñer
J. Botbol

A. M. L. G. de Batistoni
R. Aprile

Comisión
Nacional
de Energía
Atómica

República Argentina

Buenos Aires, 1973



INIS CLASSIFICATION AND KEYWORDS

B11

GAS ANALYSIS

GASES

OXIGEN

ZINC OXIDES

SOLIDS

SURFACE AIR

QUANTITATIVE CHEMICAL ANALYSIS

CHEMISORPTION

GENERADOR DE GAS Y BURETA PARA ANALISIS DE GASES POCO SOLUBLES

A.A. Suñer, J. Botbol, A.M.L.G. de Batistoni y R. Aprile

RESUMEN

Se describe un generador de gases y una bureta receptora, adaptados para el análisis de gases poco solubles en agua.

El generador está constituido por un recipiente a modo de erlenmeyer con un tubo de desprendimiento capilar en la parte superior. La bureta tiene dos robinetes, uno de ellos de gran paso, que se continúa en un embudo receptor de gas.

El equipo puede ser empleado para mediciones de volúmenes de gases poco solubles absorbidos en la superficie de un sólido o desprendidos en una reacción química. También para análisis de éstos ya sea individualmente o constituyendo una mezcla.

Se ha utilizado con éxito para la determinación de oxígeno desprendido de peróxido de cinc.

SUMMARY

Gas generator and buret for poorly soluble gas analysis

A generator of gases and a collecting buret adapted for analysis poorly soluble gases is described.

The generator is made with an erlenmeyer flask connected by a capillary to the buret. It has two stopcocks, the lower high pass ends in a gas receiving funnel.

The apparatus can be employed for the measurement of gases absorbed on surfaces or produced in a chemical reaction. It can be also employed for the analysis of them and was used for the determination of oxygen formed in the decomposition of zinc peroxide.

DESCRIPCION DEL EQUIPO

El equipo fue desarrollado de tal forma, que permite generar el gas que se produce en una reacción química, medirlo y analizarlo cuantitativamente, si este constituye una mezcla.

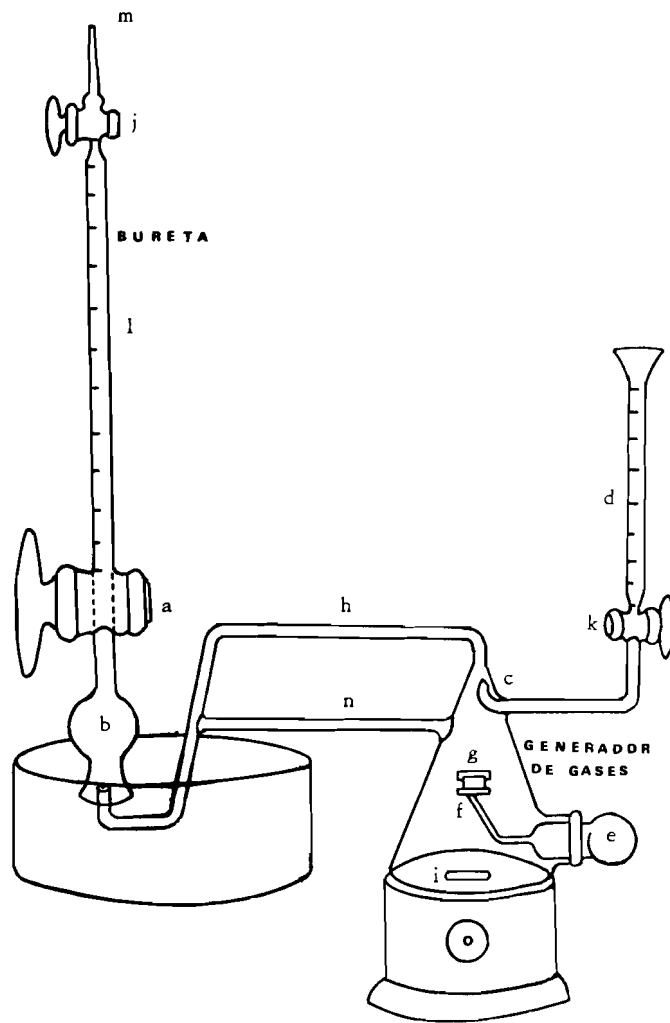
En la figura se muestra un esquema del equipo construido.

El robinete (a) de la bureta (l) es de 4 mm, de diámetro de paso. La campana (b) y el tubo de desprendimiento y descarga del erlenmeyer están sumergidos en el líquido contenido en un cristizador. El pico de descarga (c) de la bureta para reactivos (d) está curvado hacia la pared del recipiente y alojado en el cuarto superior del mismo, para impedir que en la descarga de reactivos estos se mezclen con el líquido que está cubriendo la muestra.

El pesamuestra (g) de plástico debe ser maquinado cuidadosamente, de modo que la tapa ajuste convenientemente y se abra al caer al fondo del recipiente, cuando se gira el tapón porta-pesamuestra (f). La apertura de la tapa puede ser ayudada con la barra de agitación magnética (i) que se coloca dentro del erlenmeyer.

USO DEL EQUIPO

Se pesa la muestra en el pesamuestra, se tapa y se lo coloca en la plataforma (f) porta-pesamuestra del tapón (e). Con la barra magnética agitadora en su interior, se tapa el erlenmeyer. A continuación se introduce por la bureta de agregado de reactivos, el producto que al atacar la muestra genera el gas. Posteriormente se agrega agua por la misma bureta. El volumen de agua que se debe agregar, depende del método de medición: a erlenmeyer lleno de líquido, o por desplazamiento del gas (es decir, con erlenmeyer a la mitad de su volumen). Luego se gira el tapón, de modo que el pesamuestra caiga de su



EQUIPO PARA LA DETERMINACION DE GASES POCO SOLUBLES

- a) Robinete de 4 mm de diámetro, b) Campana receptora de gases, c) Tubo de descarga de reactivos, d) Bureta de 10 ml, graduada al 0,1 ml, e) Tapón portamuestra, f) Porta-pesamuestra, g) Pesamuestra, h) Tubo capilar 0,1 a 0,2 mm de diámetro interno, i) Agitador magnético, j) Robinete standard, k) Robinete standard, l) Bureta de 25 o 50 ml, m) Punta o vértice de la bureta, n) Varilla de vidrio macizo para dar rigidez.

plataforma, y se agita. El pesamuestra se destapará, entrando el reactivo en contacto con el material del mismo lo que generará las burbujas del gas producto de la reacción, que irán hacia el vértice del recipiente si está lleno, o la superficie del líquido si está hasta la mitad de su volumen.

En el primer caso el gas se desplaza por el tubo capilar hasta que se descarga en la campana de la bureta, donde se mide y/o se analiza agregando los reactivos de absorción. En el segundo caso se produce desplazamiento del gas que hay en el interior del erlenmeyer (aire) y se puede medir su volumen en la bureta, pero no analizar, puesto que el gas que llega a ella no es el generado en la reacción.

Una vez que se ha colectado el gas en la bureta (l) se deja equilibrar y se mide la temperatura y la presión a que está sometido (hay que tener en cuenta la presión de vapor y la presión hidrostática de la columna de agua que hay dentro de la bureta). Se determina el volumen total del gas y luego se le agregan los reactivos adecuados para absorber y analizar el gas.

El agregado de reactivos se realiza conectando la punta (m) de la bureta con un tubo proveniente de un recipiente con dicho reactivo y haciendo suave vacío por la parte inferior. Para ello hay que cerrar el robinete inferior, retirar la bureta del cristizador, llenar completamente la campana con agua. Con la bureta en posición invertida se coloca un tapón con un tubo pasante en la campana (b) que conecta por un tubo de goma a una ampolla de decantación llena de agua, operándose luego en forma similar a la bureta gassométrica de Bunte descrita en la literatura.

CORRECCION DE ERRORES POR SOLUBILIDAD

Al considerar los errores existentes en el método debe tenerse en cuenta la técnica empleada. Cuando se trabaja a "erlenmeyer lleno", la presión parcial del gas desprendido es prácticamente una atmósfera, consecuentemente, el error por solubilidad es grande. En cambio si se trabaja a "erlenmeyer semilleno" la presión parcial de los gases desprendidos es menor y el error por solubilidad, menor. Eligiendo convenientemente las condiciones de trabajo, se puede conseguir un error de exactitud menor del 1 %. La precisión del equipo es tal, que midiendo volúmenes de gases no pequeños (entre 1/5 y 1/2 del volumen total de la bureta), se puede lograr una desviación standard cercana a 1 %.

APLICACION AL ANALISIS DE OXIGENO

Se empleó el equipo descrito para analizar H_2O_2 y ZnO_2 .

a) H_2O_2 . Se agregó al erlenmeyer un volumen medido de H_2O_2 valorado con antelación por permanganimetría, luego se atacó al producto agregando lentamente MnO_4K 0,25N en medio sulfúrico 0,2N. El volumen de O_2 desprendido fue de 17,7 ml, la volumetría directa con MnO_4K indicó que el volumen correspondía a 17,73 ml.

b) ZnO_2 . Se analizaron partidas de este material de uso técnico, con contenidos varios en peróxidos de cinc, determinándose gasométricamente el contenido de O_2 de la siguiente forma:

Se atacó la muestra de ZnO_2 con SO_4H_2 0,5N determinándose a "volumen semilleno" el oxígeno absorbido*. A continuación se descompuso el agua oxigenada formada con la técnica permanganimétrica empleada para la determinación de oxígeno peroxídico. Estos valores se compararon con la volumetría directa de MnO_4K concordando dentro del 1 %.

La técnica descrita permitió determinar simultáneamente el oxígeno peroxídico y el oxígeno absorbido u ocluído en la red cristalina.

* Este producto retiene en la red cristalina O_2 , que no es medible por permanganimetría; Crespi, M.B.A. y otros, trabajo no publicado.

