

75/B

Tomo XLII

N.º 1 y 2

1939

ANALES
DE LA
ASOCIACIÓN DE QUÍMICA Y FARMACIA
DEL
URUGUAY
(REVISTA)



Dirección y Administración :
CALLE EJIDO, 1589
MONTEVIDEO (Uruguay)

Imprenta Artística de Dornaleche Hnos.
Calle Cerro Largo, 783
1940

TRABAJOS CIENTIFICOS

II. Sección. Química Inorgánica

Procedimiento y equipo para trabajar con H_2S u otros gases

Por ITUZAINGÓ ALVARIZA

QUÍMICO INDUSTRIAL

La producción y manipulación del ácido sulfhídrico en los laboratorios de enseñanza de Análisis Cualitativo, es un problema que no ha tenido hasta ahora una solución satisfactoria.

La necesidad de su empleo en análisis ha hecho que se procurara mejorar o solucionar definitivamente ese problema.

En este trabajo se estudian esos dos aspectos y se propone una solución que, contemplando las exigencias de la enseñanza, asegura un funcionamiento regular de la producción y una manipulación en las mejores condiciones de higiene y seguridad.

PRODUCCION

En todos los laboratorios de enseñanza se hace uso, habitualmente, de la reacción del ácido sulfúrico o del ácido clorhídrico sobre el sulfuro de hierro en aparatos generadores especiales.

El Kipp es un aparato ingenioso y muy útil para pe-

queñas producciones y para el uso personal, pero adolece de importantes defectos, como ser: no es práctico para producciones de relativa importancia; no permite obtener una corriente continua y regular durante mucho tiempo; el ácido no se mezcla con el que ya está pracialmente saturado, la acción se hace cada vez más lenta e incompleta y el ácido no es aprovechado totalmente, etc.

Para el trabajo colectivo, en una clase, donde varios estudiantes en un momento dado deben hacer uso del ácido sulfhídrico, es un aparato inapropiado porque es prácticamente imposible conseguir una corriente regular que climente al mismo tiempo varias salidas de gas uniformemente. Este hecho se agrava por la circunstancia de que el gasto de gas no puede ser regular, sino que aumenta o disminuye de acuerdo a la necesidad del momento. En clases con 35 a 40 alumnos que trabajan individualmente, esa circunstancia trae inconvenientes en el desarrollo normal del trabajo y una pérdida de tiempo extraordinaria.

El consumo de ácido clorhídrico es más de diez veces superior a las necesidades del curso y el del sulfuro alcanza a más de seis veces.

Por otra parte, en el Kipp es muy difícil evitar pérdidas de gas por las bocas naturales cuando no son aparatos especiales con cierres ajustados a esmeril.

El aparato de Ostwald es muy superior al Kipp en cuanto a producción y aprovechamiento del ácido y del sulfuro. Además, puede almacenar en el frasco intermedio una cantidad importante de gas, lo que permite disponer de una corriente regular de H_2S .

Su funcionamiento está basado en los mismos principios del Kipp. La distribución del gas por canalización es posible, pero sólo funciona normalmente para consumos bajos y regulares.

Cuando los consumos son elevados el sistema se desequilibra fácilmente.

Para las necesidades de un laboratorio de enseñanza con numerosos alumnos, no es un equipo apropiado, aun cuando puede ser muy útil.

El equipo de Sarriá. — Está basado en los mismos principios y adolece en realidad de los mismos defectos. Lo que se ha buscado principalmente en esa disposición es que el lavado del sulfuro, para obtener un mayor ren-

dimiento y un funcionamiento más regular, se haga con facilidad.

El equipo de Breithut. — Es un generador sencillo, fácil de construir con los materiales corrientes de laboratorio. Se ha dado especial importancia a la facilidad de carga y descarga del ácido.

El aprovechamiento del ácido y del sulfuro alcanza a los valores del equipo de Ostwald, pero como no tiene depósito intermedio la producción está regulada en todo momento por el consumo. Es un buen aparato pero no tiene la elasticidad necesaria para atender regularmente las exigencias de un alumnado numeroso.

Otros equipos, como los de Kleine, Koninck, etc., no han tenido éxito mayor.

LA MANIPULACION

El hidrógeno sulfurado es un compuesto extremadamente venenoso, actúa haciendo sufrir una alteración profunda a la sangre, ennegreciéndola. Los fenómenos de intoxicación comprenden: parálisis, vértigos y pérdida de la sensibilidad.

El hidrógeno sulfurado es absorbido no sólo por las vías respiratorias sino también por la piel y las mucosas. Se elimina rápidamente por el organismo. Es un gas incoloro, de olor repugnante característico, reacciona sobre un gran número de sustancias. En solución acuosa es igualmente muy apto para entrar en reacción. La mezcla de H_2S y oxígeno es detonante en contacto con la llama.

El H_2S debe manipularse, pues, con precaución. Las instrucciones y enseñanzas dadas a los estudiantes para su manejo, tendientes a evitar efectos perjudiciales a la salud, así como las medidas tomadas para proteger las partes metálicas existentes en los laboratorios, no han dado los resultados esperados.

El trabajo obligatorio bajo campana se cumple rigurosamente, pero es inevitable la producción de pérdida de gas en clases numerosas, donde casi de continuo debe abrirse la campana para atender el trabajo. La inexperiencia del estudiante es también un factor preponderante para que la atmósfera del laboratorio de análisis contenga cantidades exageradas de H_2S .

El sistema de renovación del aire instalado en los laboratorios tampoco ha dado los resultados previstos.

El problema ha llegado a tener caracteres alarmantes en lo que respecta a la higiene y desde el punto de vista del trabajo es una seria preocupación por las alteraciones que experimentan los reactivos y los problemas analíticos. Otro aspecto de la cuestión, que tiene también su importancia, es el consumo exagerado de sulfuro de hierro y ácido clorhídrico.

Desde hace mucho tiempo preocupa la solución de este problema y después de un estudio detenido, de experimentación con todos los aparatos anteriormente descritos y analizando todos los aspectos del asunto he llegado a conclusiones definidas, construyendo un equipo que permite trabajar en condiciones óptimas de higiene y que resuelve en todos sus aspectos el problema, cualquiera que sea la necesidad del curso. En primer término hay que establecer que no existe ninguna razón de interés para que el H_2S se prepare en el Laboratorio de Análisis Químico; por el contrario, por su propia naturaleza debe ser elaborado fuera del laboratorio. He estudiado un aparato productor, para grandes cantidades de H_2S .

Sus características principales son: una torre de grés conteniendo el sulfuro de hierro; el ácido clorhídrico, colocado en un recipiente más alto que la torre, cae en forma de lluvia dentro de ella. El ataque se produce, pues, de arriba abajo buscando con ello un mejor aprovechamiento del ácido y un lavado del sulfuro con el objeto de arrastrar el carbón proveniente del hierro con que se ha fabricado el sulfuro y otras impurezas que llegan a recubrir los trozos de sulfuro de hierro impidiendo el ataque por el ácido.

El exceso de ácido y la solución ferrosa se recogen en un depósito al pie de la torre. Este depósito está dividido en dos compartimentos que se comunican por trop-plein, de modo de permitir la decantación de las impurezas arrastradas antes de que el monta-ácidos vuelva el líquido hacia el depósito de ácidos. De modo que el ácido o la solución se mantiene en circulación hasta agotamiento.

El gas producido se hace barbotar por dos lavadores de vidrio conteniendo agua.

De los lavadores el gas pasa a un gasómetro de me-

tal, metalizado con plomo o pintado con pintura "Orba", inatacable por el ácido sulfhídrico (experimentado por mí durante cuatro meses).

El cierre hidráulico del gasómetro se hace con parafina líquida. La cañería por donde pasa el gas es de plomo y la sumergida en los frascos lavadores de vidrio.

Del gasómetro se aspira el gas y se comprime dentro de un botellón para gases, por medio de un compresor.

Yo he llegado, con los medios de que dispongo, a comprimir hasta 6 atmósferas a la temperatura del laboratorio. Pero no hay ninguna dificultad para llegar hasta el H_2S líquido, estado que se alcanza a 0_0 y 10 atmósferas.

Es un líquido transparente e incoloro, hierve a -61° bajo la presión atmosférica. Su temperatura crítica es $+100.4$ y su presión crítica 89 atmósferas. La tensión del vapor del hidrógeno sulfurado líquido es a $+18.2^\circ C$ de 16,95 atmósferas y a $20^\circ C$ de 18,62 atmósferas.

La densidad del líquido a $+20^\circ C$ es: $D = 0.91$ (Bleckrode).

Almacenado el hidrógeno sulfurado se tiene una fuente permanente en las mejores condiciones de higiene y seguridad y se elimina del laboratorio una de las más importantes causas de la existencia de H_2S en la atmósfera.

Las pérdidas naturales de todos los aparatos productores de H_2S , así como la preocupación de su funcionamiento, la limitación forzosa de su rendimiento, la escasa capacidad de producción, la imposibilidad de obtener una corriente regular y regulable en todo momento y con cualquier intensidad, así como el problema de la canalización, quedan automáticamente resueltos con el almacenamiento del hidrógeno sulfurado.

El envase más apropiado para el gas comprimido o el líquido es el botellón de acero o metal especial que actualmente, con el desarrollo de la "industria de gases", se encuentra en el mercado en diferentes tipos y variados tamaños.

Manipulación. — El 80 % de la H_2S de la atmósfera del laboratorio es debido a defectos en la manipulación. En la práctica corriente se trabaja bajo campana, el exceso de gas es llevado fuera del laboratorio por un sistema de aspiración.

Esto es cierto cuando se trabaja individualmente con

un equipo, en campana de buen tiro, y el operador tiene experiencia, pero cuando varios operadores tienen que trabajar con un equipo productor al mismo tiempo, en una misma campana y sin la experiencia necesaria, como es el caso de los estudiantes, es prácticamente imposible evitar pérdidas notables de gas que pasan a la atmósfera del laboratorio.

Por otra parte, la difícil regulación de la corriente gaseosa en los equipos actuales, hace muy problemático el trabajo regular. El barbotaje no es uniforme y mientras que en unos recipientes se hace con violencia en otros se detiene, el sistema de llaves independientes, muy usado actualmente, no es eficaz porque es dificultoso llegar a la regulación, requiere tiempo y una atención permanente que no es posible prestar. También influye principalmente las distintas alturas de líquido que debe vencer el gas, siendo corriente que los recipientes no son iguales ni contienen la misma cantidad de líquido.

En algunos laboratorios de enseñanza han resuelto en parte estos inconvenientes sustituyendo las llaves en la canalización por esferas de vidrio (como en las buretas) y marcando todos los recipientes con una señal a la misma altura. El sistema de cierre con esfera de vidrio, si bien resuelve el problema del cierre automático, es esclavizante porque obliga al operador a permanecer al lado del recipiente pellizcando constantemente el tubo de goma y respirando, por tanto, en una atmósfera de gas. Los autores de esa innovación han debido llegar a ese sistema de cierre para evitar consumos excesivos y eliminar llaves y pinzas que los estudiantes olvidan cerrar muy a menudo, produciéndose escapes de gas y agotando la capacidad del productor en poco tiempo.

Además, es de práctica hacer la saturación con H_2S en vaso abierto, lo que tiene como consecuencia que grandes cantidades de gas pasen a la atmósfera.

El problema de la manipulación del gas H_2S para el laboratorio de enseñanza, queda, pues, colocado entre los siguientes términos:

- 1.º Una fuente permanente de gas.
- 2.º Una presión de gas regulable a voluntad.
- 3.º Canalización del gas a presión constante.
- 4.º Salidas múltiples de gas (bocas de servicio).

- 5.º Trabajo individual o colectivo.
- 6.º Barbotaje regular y uniforme con cualquier consumo.
- 7.º Cierre seguro de las bocas de servicio.
- 8.º Eliminación automática de las pérdidas naturales de H_2S .
- 9.º Control permanente de la concentración de H_2S en la atmósfera.
10. Manejo fácil.
11. Higiene.
12. Seguridad.

He conseguido resolver el problema en toda su amplitud construyendo un aparato especial, de manejo sencillo y seguro, que llena todas las necesidades de clase, cualquiera sea el número de alumnos, no requiere campana, permite el trabajo individual, asegura una atmósfera sana, su funcionamiento no exige atención permitiendo emplear el tiempo que requiere una precipitación, en otros trabajos.

Descripción del aparato y funcionamiento. — La figura 1 muestra un dibujo del aparato, tal como debe ser en definitiva, y la fotografía (fig. 2) muestra el *aparato experimental* que desde hace tiempo funciona en los laboratorios de investigación del Instituto de Química Industrial.

El H_2S comprimido o líquido está contenido en el botellón (H) provisto de una llave (h) que regula la salida del gas. La válvula reguladora (G), munida de dos llaves con sus correspondientes manómetros; (g^1) que indica la presión del gas dentro del botellón y (g^2) con su llave de reducción que indica la presión del gas que pasa al aparato de distribución. Esta llave (g^2) puede regularse a voluntad.

(F) es una llave de seguridad para interrumpir en caso necesario el pasaje del gas al distribuidor, sin necesidad de mover la llave (g^2), que ya está regulada.

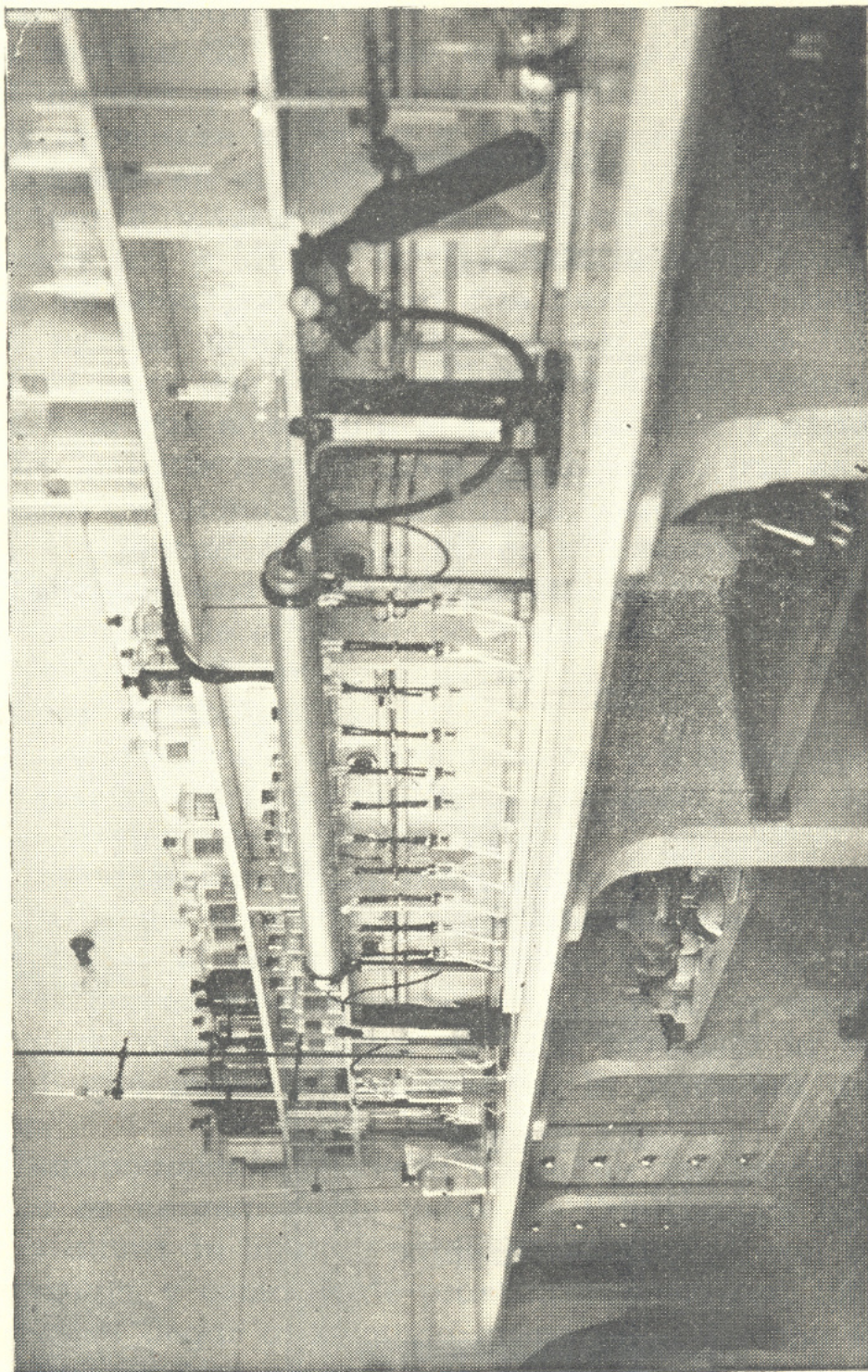
La válvula G y el distribuidor están unidos por un tubo de goma de paredes gruesas.

El distribuidor de gas está formado por dos tubos concéntricos de *bakelita* u otro material inatacable por el gas H_2S , el interior (D) de 37,5 mm. de diámetro y el exterior (C) de 60 mm. de diámetro.

El tubo (D) lleva acoplados tantas salidas tubulares (d) como salidas de gas se desea, a una distancia de 12/13 cms. cada una.

El equipo experimental trabaja con once Erlenmeyers, de modo que su largo total es de 1.50 cms.

Esos tubos (d) tienen 30 mm. de largo por 4 mm. de

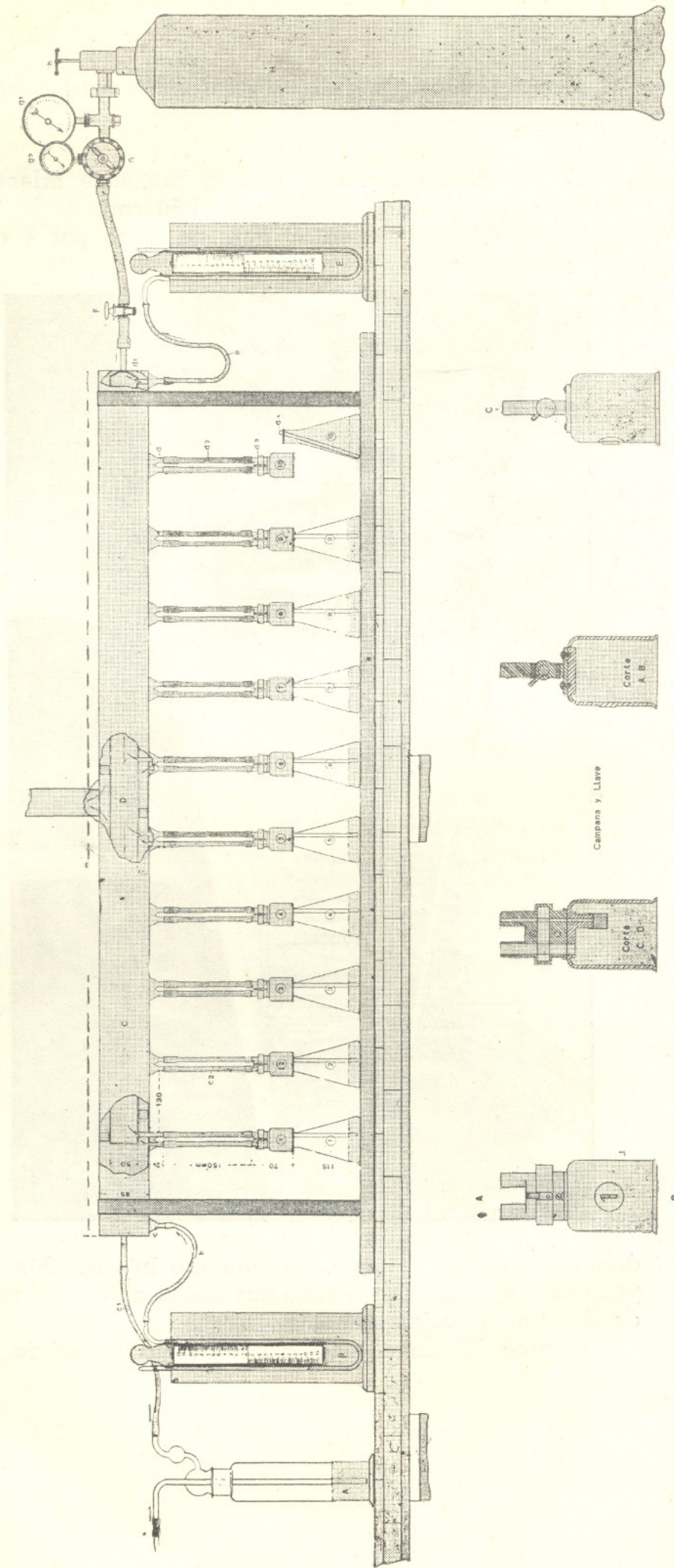


Equipo experimental trabajando en el Laboratorio de Investigaciones del Instituto de Química Industrial

diámetro exterior y 1 mm. de diámetro interno. Atraviesan, por tanto, el tubo (C) saliendo sus bocas afuera en un largo de 20 mm. aproximadamente.

El tubo (C) lleva junto a cada boca de salida (d) un

Equipo para trabajar con H₂S u otros gases



Industria Química

tubo (c) de 20 mm. de largo, diámetro exterior 4 mm. y 2 mm. de diámetro interno.

A las bocas (c) y (d) se unen los tubos de goma (c^2) y (d^2) de 15 cms. de largo, en el extremo de los cuales se coloca la campana (J), que lleva en su parte superior una llave especial (K) formando una sola pieza.

Campana y llave estarán construídas de bakelita y puede apreciarse su forma y funcionamiento en el detalle que aparece en el dibujo; (1) y (2) son dos bocas iguales cada una (c) y (d) a donde van colocados los extremos de los tubos (c^2) y (d^2). El N.º 3 indica la llave propiamente dicha, formada por un tubo que lleva en su interior una barra maciza, ambos atravesados por agujeros (a) y (b); la barra lleva una perilla que atraviesa una ranura hecha en el tubo que sirve para el juego de abrir y cerrar.

En la parte inferior lleva una boca (d) que es la continuación del canal (a-b) donde se coloca un manchón de goma de 20 mm. de largo (d^3 en el aparato). Además, el tubo (D) lleva una salida (e) que se une con tubo de goma al manómetro de agua (E), para conocer en todo momento la presión equivalente a columna de agua que hay en el canal de distribución de H_2S .

El tubo (C) está en comunicación por medio de un tubo (I) con un aspirador mecánico, que lleva fuera del laboratorio el aire mezclado con H_2S .

Un manómetro (B) de agua unido por tubo de goma a la boca (b) del tubo (C) indica constantemente la depresión que produce el aspirador. Un frasco lavador (A) unido al tubo (C) por un tubo de goma a la boca (c^1) y conteniendo un líquido detector, indica en todo momento la cantidad de H_2S que pueda encontrarse en la atmósfera del laboratorio.

Funcionamiento. — Para conseguir un funcionamiento regular es necesario que todos los Erlenmeyers tengan la misma altura de líquido, para ello se marcan con un trazo bien visible, y como es de práctica trabajar con 100 cc. de solución al llegar al segundo grupo de la marcha sistemática para facilitar el ajuste de la acidez, se puede marcar a la altura correspondiente. Además, cada campana lleva un número de orden que corresponde a un operador, lo mismo se hace con el recipiente.

Para poner en funcionamiento el equipo se hace mar-

char el aspirador, se abre la llave (h), se regula con (g^2) el pasaje de gas al distribuidor, de modo que la presión en (D) alcance para vencer la columna de agua de un Erlemmeyer y que el gas atravesase el líquido burbuja a burbuja.

Estas operaciones hay que hacerlas una sola vez para regular la salida del gas. Cuando se desea detener el funcionamiento, por ejemplo, al terminar la clase, basta cerrar las llaves (h) y (f) y detener el aspirador.

Para poner en marcha se hace funcionar el aspirador y se abren las llaves (h) y (F). El equipo está pronto. La puesta a punto del equipo como el movimiento de las llaves (h), (F), (G), (g^2) y aspirador corresponde al Sr. Ayudante, los estudiantes sólo manejan las llaves (J) y cada uno la que le corresponde por su número. Cada estudiante tendrá además su Erlemmeyer numerado y el tubo (d^4).

Las campanas (J) quedan pendientes de sus tubos de goma.

Cuando se desea hacer uso del gas se toma la campana correspondiente, se levanta y se hace girar 90° , de modo que su base quede hacia adelante, se coloca el tubo (d^4) en el manchón (d^3), después se introduce el tubo (d^4) en el Erlemmeyer y dejando apoyar la campana sobre el cuello del matraz se lleva todo a su lugar. Se corre la perilla (c) de la llave (K) y automáticamente la corriente de gas H_2S pasando por (d^4) barbotando en el líquido y una corriente de aire, producida por la aspiración, penetra debajo de la campana arrastrando el exceso de H_2S y llevándolo fuera del laboratorio.

En esas mismas condiciones pueden trabajar todos los matraces juntos o cualquiera de ellos.

No existiendo dentro del tubo (D) de distribución más presión que la requerida para vencer la columna del líquido del matraz, todos los barbotajes se hacen con una regularidad notable.

Terminada la operación para retirar el matraz se cierra la llave (K), correr la perilla, levantar la campana, desprender el tubo (d^4) del manchón y dejarlo dentro del matraz.

Llevar matraz y tubo a la correspondiente mesa de trabajo y continuar las operaciones.

Para controlar la atmósfera del laboratorio el aparato está provisto de un frasco lavador (A), conteniendo el detector de H_2S de Bell y Hall, cuya composición es:

Nitroprusiato de sodio	0.5 grs.
Carbonato de sodio	3.7 grs.
Bicarbonato de sodio	1.9 grs.
Agua	1000 cc.

por el cual se hace pasar una corriente de aire aprovechando la depresión producida por el aspirador.

Cuando el aire contiene H_2S el líquido detector se colorea en rosado para 50 partes por millón, verde para 100 por millón y violeta sombra para 500 partes por millón.

El cambio de color obtenido es reversible.

Cuando el indicador obscurece hay que renovarlo.

El funcionamiento no puede ser más simple. No requiere técnica especial, permite que el estudiante aproveche todo el tiempo que dura el tratamiento con H_2S en otros trabajos.

Permite el trabajo individual, no necesita operar bajo campana, cada matraz funciona como un aparato aislado.

No hay pérdida de H_2S en la atmósfera del laboratorio.

Es sencillo, económico, limpio, seguro y eficaz.

El aparato experimental, cuya fotografía acompaño, fué construído en los talleres del Instituto de Química Industrial y está funcionando y experimentándose con excelente resultado en el laboratorio de Investigaciones de dicha Institución.

Las llaves (K) están reemplazadas por pinzas Morh y las campanas (J) por tubos de vidrio cerrados con un tapón bihoradado para dar paso a los tubos (c^2) y (d^2).

Ha sido sometido a un funcionamiento ininterrumpido de 48 horas, trabajando los once matraces sin percibirse en la atmósfera del laboratorio ningún indicio de H_2S .

BIBLIOGRAFIA

- Pascal. — *Traité de Chimie Minerale*. Tomo II.
Ostwald. — *Les principes scientifiques de la chimie analytique*.
Koninck. — *Traité de chimie analytique minerale*.
Treadwell. — *Tratado de química analítica*.
Chesneau. — *Principes theoriques et pratiques d'analyse minerale*.
Ostwald. — *Química Inorgánica*.
Vitoria. — *Prácticas Químicas*.
Molinari. — *Química General y Aplicada a la Industria*.
Ullmann. — *Enciclopedia de Química Industrial*.
Curtman. — *Análisis Químico Cualitativo*.
Mathieu. — *Analyse Chimique*.
Engelder. — *Elementary Qualitative Analyses*.
Ware. — *Essentials of Qualitative Chemical Analyses*.
Saz. — *Análisis Químico Mineral*.