

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 30 de 34 |

MANUAL DE FISICOQUIMICA II

ELISEO AMADO GONZALEZ
Universidad de Pamplona

**INSTITUTO DE BIOCOMBUSTIBLES, ENERGÍAS
ALTERNATIVAS Y RENOVABLES -IBEAR
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
PAMPLONA, NORTE DE SANTANDER. COLOMBIA
2011.**

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 31 de 34 |

PRESENTACION

El conocimiento de la fisicoquímica es de gran importancia en el entendimiento de las propiedades de los alimentos, en los procesos de transformación y almacenaje de los alimentos. Por tanto, en este MANUAL DE FISICOQUIMICA II se establecen los parámetros básicos relacionados con termodinámica, comportamiento de gases, cinética, propiedades reológicas y coloides.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 32 de 34 |

TABLA DE CONTENIDOS

| | | |
|-------------|---|---|
| PRACTICA 1 | NORMAS DE SEGURIDAD | 3 |
| PRACTICA 2 | PRESION DE VAPOR EN FUNCION DE LA TEMPERATURA | |
| PRACTICA 3 | EQUILIBRIO QUIMICO EN FASE GASEOSA, EFECTO DE LA TEMPERATURA | |
| PRACTICA 4 | DETERMINACION DE LA CONSTANTE DE ESTABILIDAD DEL COMPLEJO COBRE-GLICINA | |
| PRACTICA 5 | DETERMINACION DE LAS CONSTANTES DE IONIZACION DE UN AMINOACIDO. | |
| PRACTICA 6 | VISCOCIDAD DE SOLUCIONES | |
| PRACTICA 7 | EQUILIBRIO SOLIDO-LIQUIDO EN UN SISTEMA BINARIO | |
| PRACTICA 8 | EQUILIBRIO LÍQUIDO - VAPOR | |
| PRACTICA 9 | SISTEMA TERNARIO LÍQUIDO | |
| PRACTICA 10 | COEFICIENTE DE REPARTO | |
| PRACTICA 11 | CINETICA QUIMICA: REACCIONES DE PRIMER ORDEN Descomposición Catalítica del Peróxido de Hidrógeno | |
| PRACTICA 12 | CINETICA DE REDUCCION DEL ION PERMANGANATO | |

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 33 de 34 |

PRACTICA 1 NORMAS DE SEGURIDAD

OBJETIVO GENERAL

Conocer las normas básicas de presentación y comportamiento en el laboratorio. Identificar los símbolos, naturaleza de riesgos especiales y precauciones en la manipulación de reactivos.

MARCO TEORICO

Las siguientes normas de laboratorio garantizan la seguridad la integridad personal y por tanto, son de obligatorio cumplimiento. De otra parte, los reactivos tienen una tarjeta de seguridad o de identificación que contiene información relacionada con los riesgos asociados con su manipulación

PRECAUCIONES PERSONALES

1. Es obligatorio presentarse en el laboratorio utilizando una bata blanca de mangas largas, gorro, botas plásticas y gafas de protección.
2. En el laboratorio no se puede comer, fumar o almacenar alimentos.
3. Los reactivos no deben estar en contacto directo con sus manos, boca, cara o cualquier otra parte de su cuerpo. En caso contrario informe inmediatamente al docente.
4. Busque la asesoría del docente sobre el uso de material, equipos o reactivos.
5. Lea siempre la etiqueta de seguridad que se encuentra en el envase de los reactivos antes de utilizarlos.
6. Cierre la llave del gas y evita respirarlo.

COMPUESTOS QUIMICOS PELIGROSOS

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 34 de 34 |

Las etiquetas de los reactivos deben contener la siguiente información:
Nombre del reactivo.

Indicación de riesgo: T+ Muy tóxico, T tóxico, Xn Peligroso, C corrosivo, Xi, irritante, N Peligroso para el medio ambiente, E explosivo, O oxidante, F+ Extremadamente inflamable o F Altamente inflamable.

Consejo de Seguridad. En el caso del acetonitrilo se lee, S 16-36/37.

Tabla 1. Seguridad para la manipulación de reactivos. Complete.

S1 Mantenga cerrado. S2 Mantenga fuera del alcance de niños.

| Código | Seguridad | Código | Seguridad |
|--------|------------------------|--------|---|
| S1 | Mantenga cerrado | S2 | Mantenga fuera del alcance de los niños |
| S3 | Mantenga en lugar frío | S4 | No agitar |
| S5 | | S6 | |
| S7 | | S8 | |
| S9 | | S10 | |
| S11 | | S12 | |
| S13 | | S14 | |
| S15 | | S16 | |
| S17 | | S18 | |
| S19 | | S20 | |
| S21 | | S22 | |
| S23 | | S24 | |
| S25 | | S26 | |
| S27 | | S28 | |
| S29 | | S30 | |
| S31 | | S32 | |
| S33 | | S34 | |
| S35 | | S36 | |
| S37 | | S38 | |
| S39 | | S40 | |
| S41 | | S42 | |
| S43 | | S44 | |
| S45 | | S46 | |
| S47 | | S48 | |
| S49 | | S50 | |

| | | | |
|--|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 35 de 34 |

| | | | |
|-----|--|-----|--|
| S51 | | S52 | |
| S53 | | S54 | |
| S55 | | S56 | |
| S57 | | S58 | |

BASES Y ACIDOS UTILIZADOS

Complete la tabla 2.

Tabla 2. Características de algunos compuestos de uso normal.

| COMPUESTO QUIMICO | INDICACION DE RIESGO | NATURALEZA DEL RIESGO | ADVERTENCIA DE SEGURIDAD |
|---|----------------------|-----------------------|--------------------------|
| Acido Acético (ácido etanoico) | | | |
| Hidróxido de sodio ("880 Ammonia") | | | |
| Acido fórmico | | | |
| Acido bromhídrico | | | |
| Acido clohídrico | | | |
| Acido fluohídrico | | | |
| Acido nítrico | | | |
| Acido fosfórico | | | |
| Acido sulfúrico | | | |

CUESTIONARIO

Qué significa la lista de CAS numbers?

Para cada práctica de laboratorio el estudiante debe llenar la siguiente ficha:

Ficha de Riesgo de la Práctica.

| | |
|-----------|--------|
| Nombre: | Fecha: |
| Práctica: | |
| | |

Tabla 3. CODIGO DE RIESGO:

| | | | | | | | | |
|---------------|---|---|---|---|---|---|---|------|
| Instrumentos, | T | A | F | V | I | O | W | Otro |
|---------------|---|---|---|---|---|---|---|------|

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 36 de 34 |

| | | | | | | | | |
|-----------|--|--|--|--|--|--|--|--|
| reactivos | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |

- T: Tóxico
- A: Corrosivo/Irritante
- F: Radioactivo
- O: Agente oxidante
- C: carcinogeno
- F: Inflamable
- X: Explosivo
- W: Reacción violenta con agua
- G: libera gases en contacto con agua/ácido/base
- E: Equipo o material de vidrio de alto riesgo.

Riesgo y códigos de exposición potencial

| Categoría de riesgo | Código |
|---------------------|--------|
| No significativa | 0 |
| Baja | 1 |
| Medio | 2 |
| Alto | 3 |
| Severa | 4 |
| Extrema | 5 |

| Exposición potencial | Código |
|----------------------|--------|
| Bajo | x |
| Medio | xx |
| Alto | xxx |

Tabla 4. Código de Protección

| Estado | Operación | PS | Categoría de riesgo | Exposición potencial | P-código | Precauciones |
|--------|-----------|----|---------------------|----------------------|----------|--------------|
|--------|-----------|----|---------------------|----------------------|----------|--------------|

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 37 de 34 |

| | | | | | | |
|--|--|--|--|--|--|--|
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |

P- Código:

P1: laboratorio abierto (bata y gafas de protección)

P2: laboratorio abierto restringido (Mecheros restringidos) Posibles sustancias inflamables.

P3: Protección al contacto (bata, gafas y guantes de seguridad)

P4: Uso de vitrina de extracción de gases y humos

La presente declaración debe ser entregada al profesor antes de iniciar cada práctica:

Yo declaro mediante la firma de este documento, que entiendo los riesgos de accidente químico en este experimento y que usaré los elementos de protección y seguiré los protocolos de seguridad (PS). Igualmente declaro que no realizaré experimentos sin la debida autorización. Finalmente asumo completamente bajo mi responsabilidad cualquier accidente que me pueda ocurrir o causar.

Nombre:

Firma:

Fecha:

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 38 de 34 |

PRACTICA 2 PRESION DE VAPOR EN FUNCIÓN DE TEMPERATURA

OBJETIVO GENERAL

- ✓ Observar el comportamiento de la Temperatura de ebullición en función de la presión.
- ✓ Determinar los valores de presión de vapor de un líquido a diferentes temperaturas.
- ✓ Calcular la entalpía de vaporización de un líquido a partir de mediciones experimentales.
- ✓ Analizar la validez de la ecuación de Clausius-Clapeyron para la relación Presión - Temperatura en un sistema Líquido-Vapor.

MARCO TEORICO

La presión de vapor de una sustancia, ya sea líquida o sólida, es una de las propiedades más importantes desde el punto del diseño y la operación de procesos industriales; por ejemplo, la generación de vapor, el secado de productos, la separación de líquidos por destilación, etc. Para el caso de los líquidos, la presión de vapor es la presión que ejercen las moléculas en fase de vapor cuando están en equilibrio con el líquido. La presión de vapor solo depende de la naturaleza del líquido y de su temperatura; a mayor temperatura mayor presión de vapor y viceversa. La presión de vapor de un líquido determinado, a temperatura constante, es aproximadamente constante en el vacío, en el aire o en presencia de cualquier otra mezcla de gases.

El punto de ebullición de un líquido es la temperatura en la cual su presión de vapor es igual a la presión atmosférica. La relación matemática entre la

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 39 de 34 |

presión de vapor y la temperatura está dada por la ecuación de Clausius - Clapeyron:

$$\frac{\partial P}{\partial T} = \frac{\Delta H_{vap}}{RT^2} P$$

P es la presión de vapor a la temperatura T .

R es la constante de los gases ideales.

ΔH_{vap} , la entalpia molar de vaporización de la sustancia.

MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Equipos

- Montaje experimental tal como se muestra en la Fig. 1
- Plancha de calentamiento o mechero Bunsen
- Bomba de vacío
- Manómetro de mercurio o sensor de presión con lectura digital o análoga
- Termómetro hasta 110 °C con precisión de 0,5 o 1°C.

Materiales

- Vasos de precipitado (250-100 mL)
- Probetas de 250 y 100 mL
- Soporte universal, pinzas y nueces
- Guantes desechables de látex
- Guantes aislantes de carnaza

Reactivos

Agua destilada y agua de grifo • Solventes orgánicos como Etanol 96%, Alcohol isopropílico o acetona

PROCEDIMIENTO

Armar el equipo que se muestra en la Fig. 1.

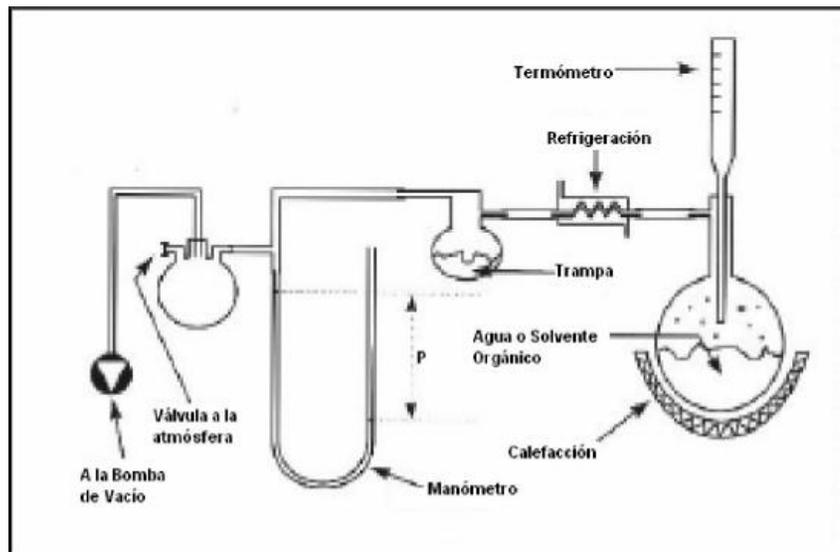


Fig. 1.

- Llene el balón con el líquido seleccionado hasta la mitad o un poco menos, de su capacidad total. Coloque el termómetro inserto en un tapón de caucho, en la boca del balón de tal manera que no haya posibilidad de escape del vapor.
- Verifique que todas las uniones estén bien selladas. Abra el paso de agua de refrigeración y cierre la válvula que va a la atmósfera para impedir la entrada de aire.
- Encienda la bomba de vacío para evacuar completamente el aire del sistema; observe como disminuye la presión.
- Si la temperatura ambiental es suficientemente alta, es posible que el líquido comience a ebullición. Si la ebullición se hace muy fuerte, apague la bomba de vacío y abra un poco la válvula para permitir la entrada de un poco de aire. Cierre la válvula cuando la ebullición se normalice. Si se alcanza el mínimo de presión sin que el líquido ebullición, apague la bomba y comience un calentamiento suave del balón hasta que el líquido comience la ebullición.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 32 de 34 |

e. Mantenga una ebullición constante durante algunos minutos para permitir que el sistema alcance el equilibrio. Una vez logrado este, registre los valores de presión y temperatura.

f. Abra la válvula para elevar la presión en alrededor de 0,06 Bar (45 mm de Hg o 0,059 atm).

g. Aumente la intensidad del calentamiento hasta que el líquido comience a ebullición de nuevo. Mantenga la ebullición constante hasta alcanzar el equilibrio y registre los nuevos valores de presión y temperatura. h. Repita los pasos descritos en g. Y h. Hasta alcanzar la presión atmosférica. Mida la temperatura de ebullición a presión atmosférica.

i. Apague la calefacción y luego de unos minutos, cese la refrigeración.

j. Permita que el líquido enfríe completamente; desarme el montaje y lave si es necesario.

k. Realice los cálculos indicados en el numeral 5

CALCULOS

- a. Elabore una grafica de $P_{vapor} (mmHg)$ vs. $T(^{\circ}C)^{11}$. Elabore, también una grafica de $\ln P_{vap}$ vs. $\frac{1}{T(k)}$. Esta ultima debe ser una recta; ajuste por el método de mínimos cuadrados.
- b. Calcule el valor de $\Delta \bar{H}_{vap}$ del líquido empleado, a partir de las ecuaciones de las graficas anteriores.

CUESTIONARIO

La gráfica de $\ln P_{vapor}$ vs. $T(K)$ debe ser una recta. ¿Los datos experimentales si presentan este comportamiento? ¿Por qué pueden presentarse desviaciones?

Compare los valores de $\Delta \bar{H}_{vap}$ calculados a partir de las dos gráficas elaboradas. Discuta las diferencias encontradas. ¿Qué método está menos sujeto a error? Compare con el valor dado por la literatura.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 33 de 34 |

A partir de los datos experimentales, calcule la temperatura de ebullición del líquido empleado, a $P = 1\text{atm}$. Compare el valor obtenido con el valor dado en la literatura. Discuta las posibles causas de diferencia.

BIBLIOGRAFÍA

1. C.M. ROMERO, L.H. BLANCO, "TÓPICOS EN QUÍMICA BÁSICA - EXPERIMENTOS DE LABORATORIO", Primera Edición, Academia Colombiana de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales. Santa Fe de Bogotá, D.C., 1996. p.p. 39-43.
2. Práctica No. 13 DEPENDENCIA DE LA PRESIÓN DE VAPOR DEL AGUA CON LA TEMPERATURA (Página electrónica)
<http://www.ucm.es/info/termo/PDFS/practica13.pdf>.
3. VAPOR PRESSURE OF A LIQUID AS A FUNCTION OF TEMPERATURE. S.C. Foster and Mississippi State University. 2003 (Página electrónica)
<http://www.msstate.edu/dept/Chemistry/scf2/4411/vaporP.htm>.

PRACTICA 3: EQUILIBRIO QUIMICO EN FASE GASEOSA, EFECTO DE LA TEMPERATURA

2. OBJETIVO GENERAL

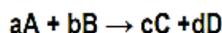
Determinar la presión total en función de la temperatura para el sistema en equilibrio.

3. MARCO TEORICO

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 34 de 34 |

Las reacciones químicas no tienen lugar siempre a la misma velocidad, ni se alcanza siempre una transformación completa de los reactivos en productos.

Si por ejemplo analizamos como tiene lugar una reacción entre gases:



en la que inicialmente sólo tenemos reactivos **A** y **B**, veremos que inicialmente las moléculas de **A** y de **B** son muy numerosas y chocan entre sí rompiéndose los enlaces que la forman, liberando sus átomos y formando nuevos enlaces entre ellos, dando lugar a las sustancias producto **C** y **D**, produciéndose la **reacción directa**, tal como está escrita. A medida que la reacción va progresando, puede suceder también, (especialmente si los productos no son muy estables), que las especies **C** y **D** reaccionen entre sí para dar lugar a las especies iniciales **A** y **B**, es decir, que se produce la **reacción inversa**. Esta reacción inversa es muy lenta al principio, pero a medida que transcurre el proceso y va aumentando el número de moléculas de **C** y **D**, la probabilidad de colisión entre estas es mayor y por tanto aumentará la velocidad de la reacción inversa.

Por lo tanto llega un momento en que las velocidades de reacción en ambos sentidos se igualan y a partir de este momento la reacción aparentemente "se para". El número de moléculas de cualquier especie permanece constante (ya que se crean las mismas moléculas que las que se destruyen) y por lo tanto también permanece constante la concentración de las mismas. Se dice entonces que la reacción ha alcanzado un estado de equilibrio químico.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

| | |
|-----------------------------------|-----------------------|
| Celda de reacción (capacidad 1 L) | Manómetro de mercurio |
| Baño de agua | Mechero |
| Termómetro | Tubo de ensayo |
| Tapa esmerilada. | Tubo de teflón |
| Lave de dos vías | Trampa |
| Conexión en tubo de teflón | |

5. REACTIVOS

Nitrato de plata, agua destilada, tubo de teflón y guantes de latex.

6. PROCEDIMIENTO

Se recogen el gas que se genera al calentar en seco una cantidad apropiada de Nitrato de plomo dentro de un balón que se usa como celda de reacción y se llena con la mezcla de $N_2O_4(g)$ y $NO_2(g)$. La figura 1 ilustra este procedimiento.

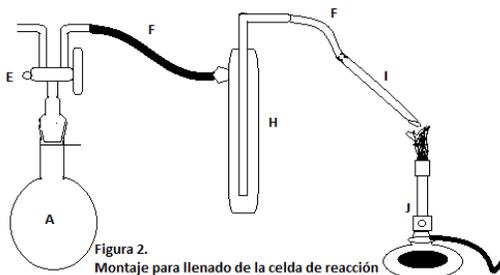


Figura 2.
Montaje para llenado de la celda de reacción

La trampa de humedad se coloca para remover las pequeñas cantidades de vapor de agua que puedan estar presentes en el sistema.

El sistema se evacúa usando una bomba de vacío a través de la llave E. se debe recordar en todo momento que el NO_2 es un gas altamente corrosivo y por lo tanto se debe evitar el uso de materiales que puedan ser atacados por él.

El aparato que se usa en este experimento corresponde al diseño que aparece en la figura 2.

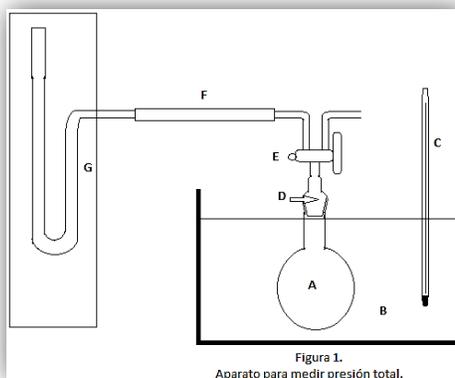


Figura 1.
Aparato para medir presión total.

La celda A contiene la mezcla de gases en equilibrio y está conectada por medio de un tubo de teflón, plástico inerte, a un manómetro de mercurio G. se recomienda colocar unas gotas de un aceite que no sea atacado por el dióxido de nitrógeno sobre el mercurio para protegerlo.

Cuando la celda esté llena y conectada como aparece en la figura 2, tome la lectura de presión a la temperatura del baño B. Esta última debe ser cercana a la temperatura ambiente. Varié la temperatura del baño aumentándola aproximadamente en 5 grados. Cuando el valor de la presión se estabilice anote los datos de presión y temperatura, y repita el procedimiento. Esto se hace hasta alcanzar una temperatura de 60-70 °C o unas 8 lecturas de presión. Deje

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 32 de 34 |

enfriar el baño sin desocupar la celda de reacción. La llave E no debe moverse en ningún momento.

8. CÁLCULOS

9. PRE-INFORME

- ✓Cuál es la diferencia entre densidad y peso específico.
- ✓Defina cada uno de los siguientes términos: viscosidad, elevación del punto de ebullición, calor específico y coeficiente de expansión térmica.

10. CUESTIONARIO

1. Identifique las causas de error.
- 2.Cuál es el efecto de la temperatura sobre la densidad del jugo de naranja?

11. BIBLIOGRAFÍA

4. P.W. Atkins. Physical chemistry. (6 ed.) Oxford University Press, Oxford, 2001.
5. M-C. Potter, D. Wiggert, M. Hondzo. Mecánica de Fluidos. (2 ed) Prentice Hall. México. 1998.

1. PRÁCTICA 4: DETERMINACION DE LA CONSTANTE DE ESTABILIDAD DEL COMPLEJO COBRE-GLICINA

3. OBJETIVO GENERAL

Determinar la constante de estabilidad del complejo Cobre Glicina

4. MARCO TEORICO

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 33 de 34 |

Titulaciones pH de Complejos Metálicos

El carácter ácido de la glicina (HA) permite la evaluación de las constantes de estabilidad para la complejación del ion glicinato, $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CO}^{2-}(\text{A}^-)$, con el Cu^{2+} . Sin embargo, primero se deben determinar las constantes de disociación, K_a , de la glicina.

El valor de K_a se puede determinar midiendo $[\text{H}^+]$ en una disolución de concentración conocida de HA. La concentración protónica $[\text{H}^+]$ se mide comúnmente con un pH-metro y un electrodo de vidrio estándar. Debido a que el pH-metro determina la fuerza electromotriz (fem) o voltaje del electrodo de vidrio en relación a un electrodo de referencia, una medición de pH determina la actividad de H^+ , a_{H^+} , y no su concentración, $[\text{H}^+]$, en disolución. Puesto que nosotros queremos calcular constantes de estabilidad con concentraciones, será necesario convertir a H^+ a $[\text{H}^+]$ usando el coeficiente de actividad conocido de H^+ en una disolución que tenga una fuerza iónica dada, μ .

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

1 Probeta de 50 mL
 2 Vasos deprecitado de 100 mL
 6 Erlenmeyer de 125 mL
 1 Bureta de 50 mL
 1 Embudo de vidrio
 1 pH-metro.
 Mechero, tripode, malla, soporte universal, pinzas.

5. REACTIVOS

80 mL de Glicina al 0.03 M.
 200 mL de NaOH al 0.1 N.
 5 g de CuCl_2 .
 1L de H_2O .
 1 g de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ Ftalato ácido de potasio.

6. PROCEDIMIENTO

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 34 de 34 |

Estandarización de NaOH

La valoración del NaOH al 0.1 M se hace por triplicado, pesando 0.8000 g del estándar primario ftalato ácido de potasio, el cual se disuelve en 75 mL de agua destilada, y se le agregan 2 gotas de la disolución de fenolftaleína. El punto de equivalencia se toma al primer vire permanente a la tonalidad rosa.

Se toma una alícuota de 50 mL de solución de glicina 0,03 M en agua y se mide el pH. Luego con una bureta que contiene NaOH 0,1 N se inicia la titulación, haciendo adiciones de 0,1 mL de soda y se mide en cada caso el pH. Después se agregan cantidades cada vez mayores de soda, hasta llegar a un pH superior a 9.

Se toma una nueva alícuota de 50 mL de la solución de glicina y se añade una cantidad exactamente pesada de una sal cúprica (CuCl_2 por ejemplo), que contenga 0,5 milimoles de Cu^{++} . Se titula la solución, con NaOH 0,1 N usando el procedimiento descrito en primera parte.

7. CÁLCULOS

Con los datos obtenidos se gráfica, las curvas de titulación (pH versus mL NaOH) para la solución de glicina y de glicina más ion cúprico.

Se calcula para distintos valores de pH (entre 3,5 y 8,5), la concentración total de ligando unido al ion metálico para determinar en cada caso (\bar{n}) el promedio de moléculas de ligando unidas al ión Cu^{+2} .

Con los valores de la concentración de aminoácidos no disociado, ($\text{NH}_3+\text{CH}_2\text{COO}^-$) en cada caso y sabiendo que $\text{pK}_a = 9,60$ a $25,0^\circ\text{C}$, se calcula la concentración de glicina libre A Y el p(A) correspondiente a partir de la ecuación.

$$\text{p(A)} = \text{pK}_a - \text{pH} - \log(\text{HA})$$

a partir de los resultados obtenidos se construye una gráfica de \bar{n} Vs. p(A) para los distintos valores de pH considerados. Interpolando, determinar os valores p(A) para: $\bar{n}=0,5$, 1.0, y 1.5 y así calcular K_1 , K, y K_2 respectivamente.

Los valores registrados en la literatura son $\log K = 15,3$; $\log \text{K}_1 = 8,3$; $\log \text{k}_2 = 7$ todos a 25°C .

8. BIBLIOGRAFÍA

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 35 de 34 |

1. G. S. Girolami, T. B. Rauchfuss, R. J. Angelici, "Synthesis and technique in inorganic chemistry: A laboratory manual", 3rd ed., USB: Sausalito, CA (1999), pp. 219–231.

2. Braibanti, A.; Ostacoli, G.; Paoletti, P.; Pettit, L. V.; Sammartano, S. Pure Appl. Chem. 1987, 59, 1721. Constantes de estabilidad para glicinato de níquel. Técnicas para la Determinación de la Constante de Estabilidad y Tratamiento de Datos

1. PRÁCTICA 5: DETERMINACIÓN DE LAS CONSTANTES DE IONIZACIÓN DE UN AMINOÁCIDO

2. OBJETIVO GENERAL

Titular con NaOH y con HCl de diversos aminoácidos (glicina, ácido aspártico, arginina), a fin de determinar el número de funciones ionizables, y el valor pKa y el pKb de cada función.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 36 de 34 |

3. MARCO TEORICO

Las propiedades de los aminoácidos, constituyentes fundamentales de las proteínas, radican principalmente en su comportamiento ácido-básico. En efecto, los aminoácidos presentan al menos dos grupos ionizables, como se puede apreciar en su fórmula general (figura 1).

Formula general de los aminoácidos.



Figura 1

La función (a) que se llama grupo carboxilo se encuentra protonada a pH ácido y pierde un protón a pH neutro (con la aparición de una carga negativa) según la ecuación siguiente (figura 2).

Funciones ácido y base conjugada de los aminoácidos

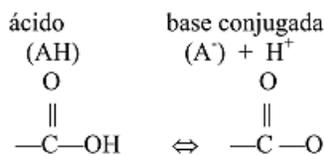


Figura 2.

Esta función química está caracterizada por su constante de ionización (K_a), es decir, la constante de equilibrio de la reacción de ionización (figura 3).

Constante de equilibrio de la reacción de ionización

$$k_{a1} = \frac{(\text{A}^-)(\text{H}^+)}{\text{AH}} \text{ Ec. 1.}$$

El caso de los aminoácidos (AA) es algo más complicado, puesto que hay 2 funciones ionizables. Eso se va a traducir en curvas de titulación multifásicas. (figura 6).

Sobre la base de las propiedades iónicas que poseen los grupos R de los aminoácidos, constituyentes de las proteínas, se han desarrollado métodos de separación cuantitativa a partir de mezclas complejas, como un hidrolizado de proteínas.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 37 de 34 |

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

| | |
|------------------|-------------------|
| pH-Metro. | Balones aforados. |
| Tubos de ensayo. | Fiolas. |
| Pipetas. | Buretas. |

5. REACTIVOS

Carbohidrato de sodio: 6.5 g por grupo

Aminoácidos.

HCl 0.5 N. y NaOH 0.5 N

6. PROCEDIMIENTO

Las titulaciones se hacen en fiolas que contienen la solución de aminoácido.

Se agrega el NaOH 0.5 N con una bureta. El pH se mide mediante un pH-metro provisto de un electrodo de vidrio introducido en la fiola.

En una fiola, se mide, con precisión la solución de aminoácido, y se diluye con agua. La solución del AA ha sido llevada a pH 1.2, antes de comenzar la titulación. Después de haber introducido el electrodo en la fiola de tal manera que el vidrio poroso este sumergido en la solución, se agita y se mide el pH inicial. Ahora se agregan un volumen conocido de NaOH y se anota el valor obtenido de pH. No olvidar agitar bien la fiola antes de medir. La titulación se considera terminada cuando el pH (habiendo alcanzado valores cercanos a 13) no cambia más al agregar NaOH. Se repite el procedimiento descrito con la base, pero se titula con el ácido.

Después de terminada la práctica, se grafican los valores de pH (en las ordenadas) en función de las cantidades de NaOH o HCl (en las abscisas). Se determina para cada AA el valor de pKa, pKb, el valor de pI (isoeléctrico, es decir el pH al cual la carga de AA es nula) y se escribe para cada fase de la curva obtenida la fórmula iónica de la molécula presente.

Titulación de los Aminoácidos.

1. Es conveniente familiarizarse previamente con el uso del pH-metro, utilizando una muestra de tampón patrón.
2. Pese 200 mg de un aminoácido neutro (monoamino-monocarboxílico) como la glicina, disuelva en 10 ml de agua destilada y se lleva a pH 13.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 31 de 34 |

3. Titule la disolución del aminoácido (utilizando una bureta y un pH-metro) con HCl 0.5 N; gota a gota, hasta que la solución alcance un pH de 1.2.
4. Terminada cada nueva adición del ácido, agítese la solución y anote el pH y el volumen consumido (lectura de la bureta).
5. Disuelva otros 200 mg de la muestra en 10 ml de agua y titule con NaOH 0.5 N del mismo modo que hizo con el ácido, hasta que la solución alcance un pH de 13.
6. Repita ésta operación con un aminoácido trifuncional como la histidina, el ácido glutámico o la lisina.

8. CÁLCULOS

1. Calcule los meq de OH consumidos al titular la solución anterior, si se gastaron 0.2 ml de KOH a 0.14N.
2. Calcule los Eq de H consumidos de HCl 1 N, si se consumen 0.2 ml cuando se titula L-Val 0.1 M.
3. Si el pH de una disolución 0.01 M de un ácido HA, es 3.80. Calcule el pK del ácido.

10. CUESTIONARIO

1. La ecuación (1) es válida para cualquier rango de molalidades del soluto?
2. Cuál sería la explicación al aumento en el punto de ebullición?
3. Compare los resultados de PM experimentales y teóricos y calcule el error experimental.

11. BIBLIOGRAFÍA

1. P.W. Atkins. Physical chemistry. (6 ed.) Oxford University Press, Oxford, 2001.

1. PRÁCTICA 6: EQUILIBRIO SOLIDO-LIQUIDO EN UN SISTEMA BINARIO

2. OBJETIVOS

- ✓ Construir el diagrama de fases sólido-líquido del sistema naftaleno-ácido benzoico a través del análisis térmico, de curvas de enfriamiento.



- ✓ Determinar la temperatura y composición eutéctica del binario naftaleno-ácido benzoico.
- ✓ Calcular el calor de fusión de los componentes del sistema mediante la aplicación de la ecuación de solubilidad ideal de un soluto.

3. MARCO TEORICO

En el conjunto de diagramas de fases para dos componentes, se observan comportamientos diversos en los cambios de fase líquido-sólido. El más sencillo de estos casos es aquel en el cual los componentes son totalmente miscibles en la fase líquida y totalmente inmiscibles en la fase sólida. En la Figura 1 se presenta un diagrama de fases sólido-líquido, típico de tales sistemas.

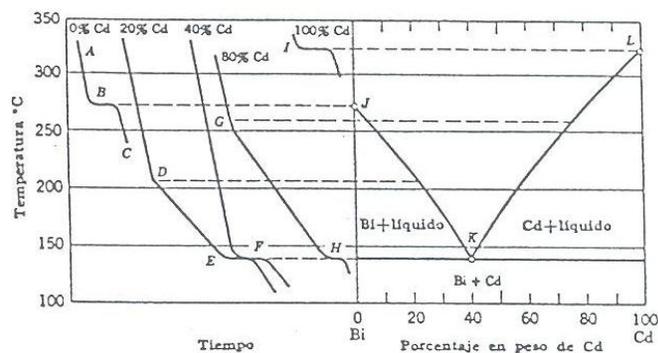


Figura 1.- Curvas de enfriamiento y diagrama de fases para el sistema Bi-Cd.

Figura 1.- Curvas de enfriamiento y diagrama de fases para el sistema Bi-Cd

Las líneas de equilibrio sólido-líquido de binarios donde los compuestos son totalmente miscibles en fase líquida e inmiscible en fase sólida, pueden construirse mediante la ley de solubilidad ideal:

$$\ln(x_{sto}) = -\frac{\Delta H_{f.sto}}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{f.sto}} \right)$$

donde x_{sto} , $T_{f.sto}$ y $\Delta H_{f.sto}$ son, respectivamente, la fracción molar, la temperatura de fusión y el calor de fusión de la sustancia, Mejorara complementando la teoría de quién sería soluto considerada como soluto. R es la constante universal de los gases y T la temperatura absoluta a la cual se encuentra la solución saturada. No obstante, es sabido que la validez de esta expresión está restringida a unos pocos sistemas reales.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 33 de 34 |

Vaso de precipitado de 250 ml (6)
 Tubo de ensayo (6)
 Termómetro
 Balón de 250 ml
 Pinzas
 Balanza analítica
 Manta de calentamiento
 Cronometro
 Mechero, tripode, malla, soporte universal, pinzas.

5. REACTIVOS

Papel aluminio
 Naftaleno
 Ácido benzoico
 Aceite comestible
 Grano de arena

6. PROCEDIMIENTO

Preparar sobre el papel aluminio 0,50 g de cada una de las mezclas de naftaleno y ácido benzoico estipuladas en la tabla 1 y colocarlas en tubos de ensayo rotulados convenientemente.

Tabla 1.- Mezclas de naftaleno vs. ácido benzoico a ser utilizadas en la construcción del diagrama de fases.

| Tubo No | Porcentaje en peso del Naftaleno | Tubo No | Porcentaje en peso del Naftaleno |
|---------|----------------------------------|---------|----------------------------------|
| 1 | 0 | 5 | 70 |
| 2 | 25 | 6 | 80 |
| 3 | 45 | 7 | 90 |
| 4 | 65 | 8 | 100 |

Agregar aceite comestible en un balón de 250 ml y sumergir en él el extremo de un tubo de ensayo que contiene la mezcla de naftaleno y ácido benzoico a estudiar. Sujetar externamente el tubo con pinzas. Los tubos de ensayo deben estar cerca del fondo del balón, sin tocarlo, y el nivel de aceite debe estar aproximadamente 1 cm. por encima del nivel de la muestra sólida. Introduzca un termómetro según el caso, en el tubo de ensayo a analizar.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 34 de 34 |

Después de ser colocada la muestra, se debe calentar con la manta de calentamiento a temperatura baja. Anote la temperatura a la cual empieza a fundir la muestra. Detenga el calentamiento cuando falte alrededor del 25% de la muestra por fundir; el calor en tránsito en el aceite será suficiente para completar el cambio de fase. Anotar la temperatura a la cual justo termina la fusión de la muestra.

Vigile la temperatura hasta que ésta comience a descender (todo el sistema debe estar líquido). En ese instante, agregue un grano de arena al interior del tubo y comience a medir el tiempo que transcurre. Registre cada $\frac{1}{2}$ minuto el valor de la temperatura y/o el tiempo para cada variación de temperatura de $0,5^{\circ}\text{C}$. Permita el enfriamiento del sistema, y anote la temperatura y tiempo en los cuales empieza a formarse el primer cristal en el fondo del tubo. Detenga la experiencia un minuto después de verificar que toda la mezcla ha cristalizado. Mantenga la atención en la forma del termograma que se construye identificando los puntos de inflexión y de temperatura constante.

Repita el procedimiento anterior para el resto de los tubos, hasta completar el estudio de todas las mezclas preparadas inicialmente.

7 CÁLCULOS Y CUESTIONARIO

Con los puntos de fusión de cada una de las mezclas y de los componentes puros, construir el diagrama temperatura-composición del sistema y determinar el punto eutéctico del mismo en la intersección de las dos curvas de equilibrio. Comparar con el valor teórico reseñado en la bibliografía-.

Construir las curvas de enfriamiento para cada composición, e intente relacionar la forma de las mismas con el diagrama de fases ya construido. Explique cuáles son las principales limitaciones del análisis térmico implementado en la práctica.

Construir el diagrama de fases teórico para el sistema naftaleno-ácido benzoico haciendo uso de la ley de solubilidad ideal.

Utilizando el diagrama de fases construido, calcular que cantidad de cristales se obtendrían al calentar una mezcla naftaleno-ácido benzoico con 30% de naftaleno hasta 80°C .

11. BIBLIOGRAFÍA

1. P.W. Atkins. Physical chemistry. (6 Ed.) Oxford University Press, Oxford, 2001.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 35 de 34 |

2. F. DANIELS; R. ALBERTY. Fisicoquímica. 2a edición. CECSA: México, D.F. (1972).
3. S' A. International Critical Tables of Numerical Data, Physics, Chemistry and Technology. Vol. IV McGraw Hill Book Company (1928)

PRACTICA 8: EQUILIBRIO DE FASES BINARIO: LÍQUIDO-VAPOR

2. OBJETIVO GENERAL

- ✓ Analizar el equilibrio de fases líquido - vapor de una mezcla binaria a presión constante.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 36 de 34 |

- ✓ Evaluar la idealidad o no idealidad de la disolución utilizada y su efecto en el diagrama de fases.

3. MARCO TEORICO

La mayor parte de los sistemas reales en equilibrio gas-líquido presenta desviaciones positivas o negativas en la curva presión-composición. Se observará que los sistemas con mínimo en la curva de presión de vapor presentan un máximo en la curva de temperatura-composición. Las disoluciones que hierven a temperatura máxima o mínima se llaman mezclas azeotrópicas.

Se observa que el diagrama temperatura-composición consta de dos curvas, representando la curva superior las composiciones del vapor en equilibrio con las distintas soluciones a sus puntos de ebullición (curva de rocío), y la curva inferior los puntos de ebullición de estas disoluciones (curva de burbuja). Cuando el sistema tiene una mezcla azeotrópica, las dos curvas se encuentran con pendiente nula a la composición de esta mezcla.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Aparato especial para puntos de ebullición, como se indica en la figura 1; soporte de hierro y pinzas, termocupla de 100°C, manta calefactora, veinticuatro frascos con tapón-hermético; pipetas para tomar muestras del balón de ebullición y para introducir en ella los componentes, refractómetro de Abbe, barómetro. Propipeta.

5. REACTIVOS

Agua bidestilada y n-propanol.

6. PROCEDIMIENTO

CURVA DE CALIBRACIÓN

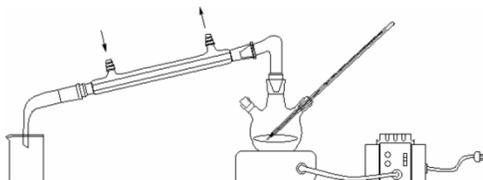
Medir la densidad de las siguientes soluciones utilizando un picnómetro a temperatura ambiente. Recuerde anotar la tara, el volumen y la incertidumbre del instrumento.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 37 de 34 |

| Mezcla No. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|--------------------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| A: Acetona (ml) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| B: Cloroformo (ml) | 9 | 8 | 7 | 6 | 5 | 4 | 3 | 2 | 1 |

DIAGRAMA DE FASES

1. Armar el equipo de destilación.



2. Colocar una mezcla de 10 ml del compuesto A y 40 ml del compuesto B en el balón de tres bocas.
3. Ajuste el reóstato de la chaqueta a un máximo de 80% de voltaje.
4. Llevar la mezcla anterior a ebullición y anotar la temperatura.
5. Enfríe lentamente los recipientes del destilado y remanente a temperatura ambiente.
6. Tomar una muestra del destilado y remanente del líquido del balón, y determinar sus densidades con un picnómetro. Recuerde anotar la tara, el volumen y la incertidumbre del instrumento.
7. Devuelva el la muestra de remanente líquido al balón de tres bocas y deseche la muestra de destilado.
8. Repetir el procedimiento hasta obtener los datos necesarios para la primera parte del diagrama de fases del sistema (hasta que la densidad del destilado sea igual a la del líquido remanente).
9. Limpiar el equipo y repetir el procedimiento, con una mezcla inicial de 10 ml del compuesto B y 40 ml del compuesto A.

8. CÁLCULOS y CUESTIONARIO

- Gráfica de la curva de calibración de densidad de la mezcla a las diferentes concentraciones en fracción molar del compuesto más volátil.
- Gráfica experimental del diagrama de fases con fracción molar del compuesto más volátil.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 38 de 34 |

- Gráfica teórica del diagrama de fases con fracción molar del compuesto más volátil según la ley de Raoult.
- Justificándose en la gráfica anterior, discutir acerca de la idealidad o no idealidad de la disolución utilizada y su efecto en el diagrama de fases tomando como base las relaciones intermoleculares entre el Cloroformo y la Acetona.

11. BIBLIOGRAFÍA

1. P.W. Atkins. Physical chemistry. (6 ed.) Oxford University Press, Oxford, 2001.
2. M-C. Potter, D. Wiggert, M. Hondzo. Mecánica de Fluidos. (2 ed) Prentice Hall. México. 1998.

1. PRACTICA 9: VISCOCIDAD DE SOLUCIONES

2. OBJETIVO GENERAL

Determinar la influencia de la concentración en el valor de la viscosidad

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 39 de 34 |

3. MARCO TEORICO

La viscosidad es la principal característica de la mayoría de los productos lubricantes. Es la medida de la fluidez a determinadas temperaturas. Si la viscosidad es demasiado baja el film lubricante no soporta las cargas entre las piezas y desaparece del medio sin cumplir su objetivo de evitar el contacto metal-metal.

La Ley de la viscosidad de Newton vista con anterioridad, establece que en movimientos fluidos laminares existe una relación lineal entre las tensiones tangenciales y los gradientes de velocidad, siendo la constante de proporcionalidad una propiedad física del fluido llamada viscosidad dinámica o absoluta μ :

$$\tau = \mu \frac{\partial u}{\partial y}$$

Aquellos fluidos que verifican la relación (1), se denominan fluidos newtonianos, y muchos fluidos comunes tanto líquidos como gaseosos se comportan siguiendo esa relación. La misma también puede expresarse de otro modo analizando la deformación en el entorno de un punto. Por simplicidad, pero sin pérdida de generalidad, considérese un movimiento unidimensional donde la componente u según el eje x de la velocidad V sea una función solamente de la coordenada y , que dicha componente varíe linealmente con y de tal manera que $\frac{\partial u}{\partial y} > 0$. Un rectángulo de fluido infinitesimal de lados dx y dy antes de deformarse está definido por los vértices $O123$, y luego de un instante dt pasará a ocupar el cuadrilátero $O12'3'$:

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- | | |
|--------------------------------|-------------------------------|
| ✓ Viscosímetro de Ostwal | ✓ picnómetros de 10 mL |
| ✓ Viscosímetro | ✓ 2 jeringas con manguera. |
| ✓ Cronometro | ✓ Un vaso de 600mL |
| ✓ 3 balones aforados de 100 mL | ✓ 1 baño termostatado a 50 °C |
| ✓ 1 espátula | ✓ 1 baño termostatado a 40 °C |
| ✓ 1 vidrio de reloj | |

5. REACTIVOS

- ✓ sacarosa
- ✓ glicerina
- ✓ 2 frascos de Miel de abejas
- ✓ 1 lb. Pectina de alto metoxilo

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 31 de 34 |

- ✓ 1 lb. de pectina de bajo metoxilo 20 ml
- ✓ Hexacianoferrato(III) : 20 ml

6. PROCEDIMIENTO

Determinación de la viscosidad de la sacarosa

Prepare tres soluciones de 100ml de azúcar del 5,10 y 15% en peso en balones aforados.

Debe llevar los cálculos para la preparación de las soluciones.

Determine la densidad picnométrica de cada solución. Asegúrese de conocer el funcionamiento del viscosímetro de Ostwald, puede consultarlo en la literatura disponible o en el manual de funcionamiento del viscosímetro del laboratorio. Determine la viscosidad de cada una de las soluciones a 20°C. Lea la viscosidad de su muestra problema.

Determinación de la viscosidad dinámica del agua a 40 y 50 o C

Coloque el viscosímetro con agua en un baño termostatado a 40 o C, espere unos cinco minutos antes de realizar al lectura. Suponga que la densidad del agua es constante en función de la temperatura. Realice la misma determinación a 50 o C.

Determinación de la viscosidad de soluciones poco fluidas

Para muestras de pectina, alginato y la miel. Mida la viscosidad de las soluciones. Determine la viscosidad de la glicerina como patrón. En este punto use el viscosímetro de paletas rotatorias.

VI QUE ESPERA OBTENER

Elabore un cuadro donde muestre que espera obtener en cada uno de los experimentos propuestos. Consulte la viscosidad de la miel, la pectina de alto y bajo metoxilo y el alginato.

7. CÁLCULOS Y CUESTIONARIO

- ✚ Ajuste los valores de densidad vs concentración por mínimos cuadrados.
- ✚ Representar gráficamente la viscosidad dinámica y la viscosidad cinemática frente a la concentración de azúcar.
- ✚ Represente gráficamente los valores de viscosidad dinámica para el agua.
- ✚ Interpole la concentración de la muestra problema.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 32 de 34 |

- ✚ Medir la viscosidad dinámica de la muestra problema a temperatura ambiente y utilizar la gráfica de viscosidad frente a concentración para calcular por interpolación, la concentración de la muestra problema. Comparar los resultados obtenidos por densidad y viscosidad.
- ✚ Discutir los resultados obtenidos en los dos viscosímetros en función de la estructura de las moléculas.

8. BIBLIOGRAFÍA

1. P.W. Atkins. Physical chemistry. (6 Ed.) Oxford University Press, Oxford, 2001.
2. Glaston S. "Fisicoquímica". Fondo interamericano. España. 1956
3. Cengel B. "Termodinámica". Mc Graw Hill., México. 2000.
4. Ball W. Davis "Fisicoquímica" Thomson. México. 2002.

PRACTICA 10 EQUILIBRIO DE FASES TERNARIO: LÍQUIDO - LÍQUIDO

OBJETIVOS

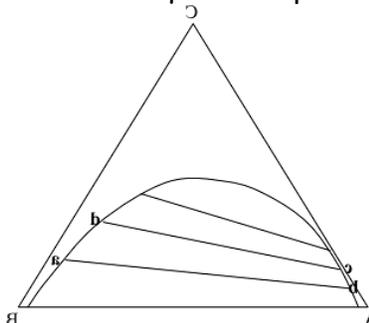
- ✓ Analizar el equilibrio ternario entre líquidos.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 33 de 34 |

- ✓ Aprender el uso del diagrama triangular.

1. MARCO TEORICO

El sistema de tres componentes (A, B, C) que se va a estudiar es del tipo I, es decir, dos componentes (A y B) son prácticamente inmiscibles, mientras que el otro componente, C, es miscible en todas proporciones con A y con B. Si representamos los datos de equilibrio líquido-líquido a temperatura constante, para un sistema de este tipo, en un diagrama triangular, obtenemos una gráfica similar a la que se representa en la figura 1.



En la figura 1 se han trazado algunas líneas de reparto para el sistema ABC. En esta práctica se determinará el equilibrio líquido-líquido del sistema ternario benceno-agua-ácido acético. El agua (A) y el benceno (B) son prácticamente inmiscibles, mientras que el ácido acético (C) es totalmente miscible con ambos.

2. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

Bureta de 50 ml, pinza y soporte, vaso de precipitado de 1000 ml, 6 tubos de ensayo Pyrex con bordes y dimensiones de 16x150mm, 1 disco con 6 perforaciones para colocar los tubos, termocupla con lectura de 0-1000°C, o termómetro de 0-150°C, agitador magnético y una plancha de calentamiento.

3. REACTIVOS

Fenol concentrado, naftaleno, ácido acético, cloruro de potasio y agua destilada.

4. PROCEDIMIENTO

- a) DETERMINACION DE LA TEMPERATURA CRÍTICA DE DISOLUCIÓN.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 34 de 34 |

Pesar en cada tubo de ensayo las siguientes cantidades de fenol, apreciando al centigramo: 1,00 - 1,50 - 2,00 - 2,50 - 3,00 - 3,50 respectivamente. Rotular los tubos. (PRECAUCIÓN: el fenol puede producir quemaduras importantes en la piel).

Añadir a cada tubo, mediante una bureta, el volumen de agua necesario hasta obtener un peso total de 6 gramos. Tapar cada tubo con algodón.

Colocar los dos primeros tubos en un vaso de precipitado de 1000ml con agua destilada, agitador magnético, disco con perforaciones y provisto de una termocupla o termómetro. Calentar el sistema con la plancha de calentamiento a unos 40°C sin dejar de agitar los tubos. Anotar para cada tubo la temperatura a la cual su contenido se hace transparente, debido al cambio de sistema bifásico (heterogéneo) a monofásico (homogéneo). Cuando esto haya sucedido en todas las muestras, dejar enfriar lentamente, anotando ahora la temperatura a la cual retorna la turbidez en cada tubo. Repetir el proceso para los tubos restantes.

Construir el diagrama de fases aproximado según se explica posteriormente, y determine la composición crítica del sistema antes de proceder al apartado (b).

b) EFECTO DE CIERTOS ADITIVOS SOBRE LA TEMPERATURA CRITICA DE DISOLUCION.

Preparar tres mezclas en tubos de ensayo con la composición de la solución crítica (obtenida anteriormente) y añadir a cada uno, alguna de las sustancias siguientes, en concentración de 0,1 moles por 1000 gramos de solución: cloruro de potasio; naftaleno; ácido acético. Volver a determinar la temperatura a la cual los sistemas heterogéneos se vuelven homogéneos y viceversa, tal como se hizo anteriormente. Tabular los resultados.

5. CÁLCULOS

Hacer una tabla con la composición en peso y en fracción molar de cada mezcla y con las temperaturas a las cuales se vuelven transparentes al calentar y turbias al enfriar, en otra columna anotar el valor medio de cada pareja de temperaturas. Realizar este paso para los tubos sin aditivos y con aditivos.

Construir el diagrama de fases graficando las temperaturas promedio en función de la composición tanto molar como en peso y midiendo los puntos obtenidos. El máximo de la curva dará la temperatura crítica de la solución y la composición correspondiente a ésta. Indique las áreas que presentan una y dos fases.

| | | | |
|---|---------------------------------------|---------------|--------------|
|  | Guía Unificada de Laboratorios | Código | FLA-23 v. 00 |
| | | Página | 35 de 34 |

A partir de los gráficos, determinar la temperatura y composición del punto crítico del binario y compararlos con los valores reportados en la literatura. Incluir también los ensayos con aditivos. Discutir la regla de las fases y aplicarla al sistema estudiado. Exponer la causa física de la inmiscibilidad parcial del sistema estudiado, dando algunos ejemplos de sistemas que presenten el mismo fenómeno. Explicar los efectos de los diferentes aditivos sobre la solubilidad mutua del fenol y el agua. Finalmente, demostrar la aplicación de la regla de la palanca utilizando una de las líneas de reparto del sistema.

6. BIBLIOGRAFÍA

1. L-S. GLASTONE. Tratado de Química Física. Editorial Aguilar, Madrid (1966)
M. URQUIZA. Experimentos de Fisicoquímica. Editorial Limusa Wiley, México (1969). G.W.
2. CASTELLAN. Fisicoquímica. Editorial Fondo Educativo Intera-mericano, México (1971).
3. F. DANIEL-S, R. ALBERTY. Fisicoquímica. Compañía Editorial Continental S.A., 9a. edición, México (1969).