PRÁCTICA DE LABORATORIO DE QUIMICA

Determinación de constantes físicas: punto de ebullición y punto de fusión

1. INTRODUCCION

Las constantes físicas de las sustancias químicas constituyen una herramienta valiosa para la identificación en el laboratorio, de la naturaleza de un determinado compuesto químico. De todas las constantes la más usada es el punto de fusión.

Probablemente la ventaja de su uso, como criterio de identificación aproximado, es lo sencillo del procedimiento, así como su constancia, a pesar de cambios moderados de presión.

2. OBJETIVOS

- Identificar compuestos puros a partir de la determinación de alguna de sus propiedades físicas.
- Aprender a determinar el punto de fusión y el punto de ebullición de un compuesto puro.
- Adquirir habilidad y destreza en el montaje y manejo del equipo indicado para realizar la prueba de identificación.

3. FUNDAMENTO TEÓRICO

El punto de fusión de un compuesto se define como la temperatura a la cual coexisten en equilibrio la fase sólida y líquida del compuesto, a la presión de una atmósfera. Esto significa que el punto de fusión y el punto de congelación de un compuesto puro, son idénticos.

La fusión es el proceso por el cual un sólido pasa a líquido por la acción del calor; el punto de fusiónde una sustancia sólida a una presión dada se define como la temperatura a la cual ocurre la transición de las fases. Sin embargo, este proceso puede ir acompañado por descomposición del producto. El punto de fusión suele ser la primera propiedad física que se determina para caracterizar una sustancia sólida, por ser un criterio importante de identificación y además informa de la pureza del compuesto. Los compuestos orgánicos puros, en general tienen puntos de fusión definidos, pero cuando presentan impurezas, la temperatura de fusión disminuye y el intervalo defusión se amplía. [1]

El punto de ebullición es la temperatura a la cual un líquido cambia a la fase gaseosa y se caracteriza por la formación de burbujas de vapor dentro del líquido, que se elevan y escapan al ambiente.

[1] https://www.rua.unam.mx/portal/Descargas/index/70785

El punto de ebullición normal de un líquido es la temperatura a la cual su presión de vapor es igual a 760 mm de Hg (una atmósfera). De esta definición se puede deducir que la temperatura de ebullición de un líquido varía con la presión atmosférica, es decir, un líquido puede bullir a diferente temperatura, si se eleva o disminuye la presión externa que actúa sobre el mismo; por esa razón, es posible establecer en general que el punto de ebullición de un líquido es la temperatura a la cual su presión de vapor es igual a la presión externa ejercida sobre su superficie (Levine, I.N., 2002).

Las moléculas de un compuesto líquido están en continuo movimiento y aquellas más energéticas que se hallan en la superficie, pueden escaparse a la fase gaseosa. Si se coloca un compuesto líquido en un recipiente cerrado, se escaparán moléculas de la fase líquida a la fase gaseosa y el número de ellas en ésta fase aumentará, hasta que la velocidad con la cual las moléculas en la fase gaseosa reingresan al líquido, sea igual a la velocidad con la cual se escapan. En este momento el sistema se encuentra en equilibrio y la presión en la fase gaseosa debido a las moléculas del compuesto, es lo que se llama la presión de vapor del compuesto. Esta presión de vapor depende de la temperatura a la que se halle el compuesto líquido.

Para un compuesto líquido existe mayor tendencia a escapar a la fase gaseosa y por lo tanto, mayor presión de vapor.

Cuando un compuesto líquido en un recipiente abierto se empieza a calentar, paulatinamente va aumentando su presión de vapor, hasta que llega un momento en que ésta se hace igual a la presión atmosférica. Cuando esto sucede, el líquido ha alcanzado su punto de ebullición.

En el punto de ebullición, la velocidad de vaporización ha aumentado drásticamente, puesto que ocurre en la superficie y en el seno mismo del líquido.

El punto de ebullición de un líquido depende de la presión externa, llamándose punto de ebullición normal, cuando la presión externa es una atmósfera.

La presión externa puede reducirse (Por medio de una bomba de vacío, por ejemplo), dando lugar a que el líquido ebulla a una temperatura más baja que la normal.

El punto de ebullición, por su valor y por la precisión en su rango, también se puede tomar como criterio de pureza en muestras de compuestos químicos.

4. CONDICIONES DE SEGURIDAD

4.1. ELEMENTOS DE PROTECCIÓN PERSONAL Y DISPOSITIVOS DE SEGURIDAD

Es necesario que para el trabajo en el laboratorio se use de manera permanente los siguientes elementos:

- Bata Antifluido, color blanco, manga larga, de abotonar
- Gafas de seguridad o mono gafas
- Guantes de nitrilo
- Cofia
- Calzado cerrado y resistente a sustancias químicas
- Cabina de extracción
- Fuente lava ojos y ducha de seguridad

4.2. MANEJO DE SUSTANCIAS QUÍMICAS

Hacer revisión de las hojas de datos de seguridad de los reactivos y sustancias de uso doméstico que se van a utilizar durante la práctica de laboratorio. La revisión debe incluir lo siguiente:

- Nombre de la sustancia
- Pictograma SGA
- Palabra de advertencia
- Indicaciones de peligro
- Consejos de prudencia
- Qué hacer en caso de presentarse un contacto accidental
- Qué hacer en caso de presentarse un incendio
- Qué hacer en caso de presentarse un derrame de la sustancia
- Cómo realizar la eliminación de los residuos

5. MATERIALES Y REACTIVOS

Materiales x grupo	Reactivos	Equipos
1 Tubo de Thiele	Diferentes sustancias líquidas	Mechero de gas
1 espátula	Diferentes sustancias sólidas	1 Termómetro
1 vidrio reloj	Glicerina	
4 capilares	Aceite mineral	
1 Mortero con pistilo	Alcohol etílico 96%	
1 microtubo	Alcohol etílico 70%	
2 bandas de goma	Isopropanol	
1 Corcho	Butanol	
1 Soporte universal	Azúcar	
1 pinza de 3 dedos con nuez	Sacarosa	
1 vaso de precipitados de 20 mL	Ácido cítrico	
	Acido salicílico	

Líquidos que se pueden usar para llenar el tubo Thiele:

LÍQUIDO	PUNTO DE EBULLICIÓN
Aceite de Algodón	216 °C
Aceite de silicón	290°C
Ftalato de dibutilo	340 °C
Aceite de parafina	370 °C

6. PROCEDIMIENTO

6.1 Procedimiento de determinación del punto de ebullición.

- Se prepara un tubo capilar sellado por un extremo.
- Añadir dentro de un microtubo de ensayo 3 gotas de la sustancia líquida.
- Se introduce el tubo capilar (sellado por un extremo) en el microtubo que contiene la sustancia liquida. Se coloca, cuidando que el extremo abierto esté hacia abajo en contacto con el líquido y fijarlo con una banda de hule a un termómetro (Figura 1).



Figura 1: Montaje muestra para determinación punto de ebullición.

- Para lecturas precisas, el microtubo con la muestra se mantiene cerca y al nivel del bulbo del termómetro, la banda de hule se debe mantener por encima del nivel del aceite caliente o se podría fundir y romper.
- Se coloca un tubo de Thiele en un soporte universal, sostenido por una pinza de tres dedos.
- Se llena, hasta la altura del brazo, con un líquido estable a altas temperaturas (Figura 2).
- Iniciar el calentamiento lentamente, permitiendo que la temperatura se eleve, hasta observar que del capilar empiezan a salir burbujas de aire.
- En el momento que las burbujas salen en forma rápida y continua, se anota la temperatura que es la que corresponde al punto de ebullición; observar que casi simultáneamente dejan de salir las burbujas y el líquido sube al capilar.



Figura 2: Montaje para determinación punto de ebullición.

NOTA: Ver el proceso en el video: https://youtu.be/NIt4p8WlhL4
A este método se le conoce como de Siwoloboff. (Shriner, R.L., 2013).

6.2 Procedimiento de determinación del punto de fusión

- Se prepara un tubo capilar sellado por un extremo, para que contenga la muestra
- Una pequeña cantidad del compuesto cuyo punto de fusión se va a determinar, se pulveriza sobre un vidrio de reloj o un mortero.
- Se toma el capilar de vidrio, previamente sellado por uno de sus extremos, se hace presión con la parte abierta sobre el polvillo, para introducir una pequeña cantidad del mismo.
- Lo volteamos dando golpecitos suaves sobre la parte sellada del capilar para que el polvillo descienda hasta el fondo, en la cantidad deseada.
- El capilar que contiene la muestra se fija conuna banda de goma a un termómetro.
- Se coloca el tubo de Thiele sostenido por una pinza de tres dedos en un soporte universal, se llena de un líquido con un punto de ebullición elevado.
- El tubo capilar con la muestra y el termómetro se ponen dentro del tubo de Thiele y se calienta el líquido con un mechero Bunsen, colocado en la parte angular del tubo, como se muestra en la Figura 3.
- La banda de goma se debe mantener por encima del nivel del aceite caliente, o se podría fundirel caucho y romper.
- Para lecturas precisas, el compuesto de muestra en el tubo capilar se mantiene cerca y al nivel del bulbo del termómetro, que está completamente sumergido y centrado en el aceite.
- El corcho o tapón que sostiene el termómetro en su lugar debe cortarse en un lado para permitir la visión de la región de nivel de mercurio.
- Se inicia el calentamiento lentamente permitiendo que la temperatura se eleve, se registra la temperatura en la que la muestra empieza a fundir y la temperatura en que la fusión sea completa.
- Realizar la determinación por triplicado.



Figura 3: Montaje para determinación punto de fusión.

NOTA: Ver los procesos en el video: https://www.youtube.com/watch?v=KWwkk3tO7K8

7. Tablas de recolección de datos

7.1 Determinación del punto de ebullición

Punto de ebullición aceite mineral: _____ ºC

Sustancia	Temperatura de ebullición (°C)	
	Teórica	Experimental

7.2 Determinación del punto de fusión

Sustancia	Temperatura de fusión (°C)	
	Teórica	Experimental

8. Disposición de residuos

Recolecte los residuos de esta práctica en una jarra, dentro del laboratorio. Para su disposición final, siga el procedimiento establecido en su Centro de Formación.

Recolectar los capilares usados, para descartarlos en material de vidrio roto.

9. PREGUNTAS COMPLEMENTARIAS

1) Cómo relacionamos el punto de fusión con la pureza de una sustancia?
2) Si una sustancia ha sido fundida, cree usted que se puede volver a utilizar para determinar su punto de fusión ? Por qué ?
3) Que factores pueden afectar el cambio en la temperatura del punto de ebullición de una sustancia pura?
4) Defina con sus propias palabras el punto de ebullición en términos de presiones.

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA:

[1] LUGO, G. La Importancia de los laboratorios. http://www.imcyc.com/revistact06/dic06/INGENIERIA.pdf.
[2] Instrumentos de laboratorio. Universidad Pedro Luis Gallo. Perú. 2015
[3] NTC 4431-1998. Te. Método para determinar el contenido de cenizas totales.

11. ANEXOS

- No aplica.