

DETERMINACION DE LAS CONSTANTES FISICAS

I. OBJETIVOS

- Determinar el punto de ebullición y el punto de fusión con la finalidad de identificar a un compuesto orgánico.

II. MARCO TEORICO:

CONSTANTES – FISICAS: PUNTOS DE FUSION Y EBULLICION

Una especie Química es una sustancia formada por moléculas iguales (Químicamente homogénea).

Cada especie química o sustancia pura posee un conjunto de propiedades físicas y químicas propias, mediante las cuales puede caracterizarse o identificarse (Criterio de Identidad) o conocer su grado de pureza (Criterio de Pureza).

La identificación de un compuesto consiste en probar que este es idéntico a otro ya conocido y descrito.

La pureza e identidad de un compuesto cualquiera queda establecida cuando estas propiedades físicas y químicas son idénticas a las registradas para este compuesto en la literatura química.

Estas propiedades también nos permiten seguir y controlar los procesos de purificación (como cristalización, destilación, sublimación etc.) para determinar su eficacia o indicarnos cuando la muestra está pura y es innecesario continuar su purificación.

Las propiedades físicas más útiles para estos fines son:

- Caracteres organolépticos como: color, olor, sabor, etc.
- Punto de fusión

- Punto de ebullición
- Rotación específica.
- Solubilidad
- Índice de refracción
- Espectros de absorción, etc.

Estas propiedades toman el nombre de “**CONSTANTES FISICAS**” porque son prácticamente invariables características de la sustancia.

El punto de fusión (para los sólidos) y el punto de ebullición (para los líquidos), son propiedades que pueden ser determinadas con facilidad, rapidez y precisión, siendo las constantes físicas más usadas, por lo que constituyen determinaciones rutinarias en el laboratorio de Química Orgánica.

PUNTO DE FUSION

Esta constante puede determinarse introduciendo una diminuta cantidad de sustancia dentro de un pequeño tubo capilar, e introduciendo este junto con un termómetro en un baño, calentando lenta y progresivamente y observando la temperatura a la cual empieza (temperatura inicial) y termina (temperatura final) la fusión. A la diferencia entre ambas (temperatura final – temperatura inicial) se le conoce como **RANGO DE FUSION**.

Desde el punto de vista práctico, el punto de fusión (o el de solidificación) se define como la temperatura a la que un sólido se transforma en líquido a la presión de 1 atmósfera.

La temperatura a la que un sólido comienza a fundir debe permanecer constante hasta que todo el sólido y el estado líquido de la sustancia están en equilibrio, una en presencia de la otra.

En la práctica existen 2 dificultades para la determinación del punto de fusión.

1. Es difícil mantener la temperatura constante, aún utilizando pequeñas cantidades de muestra. Si medimos la temperatura externamente a la muestra, la temperatura varía muy poco.
2. Pueden originarse errores en la determinación por la sobre calefacción o por el sub-enfriamiento de la sustancia.

Por ello, en vez de obtener una temperatura constante, habrá siempre una pequeña diferencia de temperaturas entre el comienzo y el final de la fusión. A este intervalo de temperaturas se le llama también punto de fusión.

En condiciones de equilibrio (sin sobre enfriamiento) la temperatura la que un sólido puro funde es igual a la temperatura en que el compuesto fundido solidificada o congela.

En una sustancia pura el cambio de estado es generalmente muy rápido, por lo que el Rango de fusión es pequeño (generalmente menor de 1°C) y la temperatura de fusión es característica.

El punto de fusión sufre cambios pequeños (casi siempre imperceptibles) por un cambio moderado de la presión atmosférica; en cambio, se altera notablemente por la presencia de impurezas (para que las impurezas afecten el Punto de fusión, es necesario que estas sean por lo menos algo solubles en el líquido fundido. En la práctica esto ocurre casi siempre).

La presencia de impurezas, por lo general, amplía el rango de fusión, de tal manera que un compuesto impuro funde en un intervalo de temperaturas mayor (varios grados) y lo hace a una temperatura inferior a la del compuesto puro. Por ello la utilización de esta constante como criterio de pureza y de identidad.

El descenso en el punto de fusión de una sustancia debido a la presencia de impurezas depende de la proporción de impurezas presente y de la naturaleza de la sustancia. Puede expresarse en términos cuantitativos.

El descenso del punto de fusión es directamente proporcional a la molalidad de la impureza y a la constante crioscopia de la sustancia.

Esto se expresa matemáticamente así:

$$\Delta T = K_c \cdot M.$$

ΔT = Descenso del Punto de Fusión

K_c = Constante crioscópica

M = Molalidad del soluto.

Este es el fundamento de los métodos crioscópicos (Método de Rast) para la determinación de pesos moleculares.

PUNTO DE FUSION MIXTO

Dos compuestos diferentes, al estado puro, pueden fundir a temperaturas muy próximas e incluso iguales, pero mezclas de ellas (en cualquier proporción) nos dará siempre puntos de fusión mas bajos y rangos mayores. Este es el fundamento del "Punto de Fusión Mixto", usado cuando se quiera verificar la identidad del producto de una reacción nueva; ayudar en la identificación de una sustancia desconocida, o establecer la identidad de 2 muestras de la misma sustancia, aisladas por métodos diferentes o de orígenes distintos. Consiste en mezclar partes aproximadamente iguales de las sustancias que se supone son idénticas y determinar el P.F. se trata de la misma sustancia, pero si hay un gran descenso de este, los 2 compuestos que hemos mezclado no son idénticos.

El P.F. es influenciado por el tamaño de los cristales, velocidad de calentamiento, etc., por ello debe cuidarse que estos factores sean siempre uniformes especialmente la velocidad de calentamiento.

En muchos casos, la sustancia se descompone en el momento de fundir. Esto debe indicarse al reportar los resultados de la siguiente manera:

$$\text{p.f.} = 240^{\circ}\text{C desc.}$$

PUNTO DE EBULLICION

El punto de ebullición junto con el índice de refracción se emplean como criterio de identidad y pureza de las sustancias líquidas.

El punto de ebullición se define como la temperatura a igual al de la presión externa o atmosférica. De esta definición se puede deducir que la temperatura de ebullición de un líquido varía con la presión atmosférica.

Todo aumento de temperatura que reproduzca en la masa de un líquido, produce un aumento en la energía cinética, de sus moléculas y por lo tanto en su "**PRESION DE VAPOR**"; la que puede definirse como la tendencia de las moléculas a salir de la superficie del líquido y pasar al estado de vapor. Es tendencia a vaporizarse o Presión de Vapor, es típica de cada líquido y solo depende de la temperatura; al aumentar ésta, también aumenta la presión de Vapor.

El punto de ebullición normal de una sustancia se define como la temperatura a la cual su P. de Vapor es igual a la presión atmosférica normal (760 mm. De Hg ó 1 atmósfera).

También puede definirse (el P.E) como la temperatura a la que las fases líquidas y gaseosas de una sustancia están en equilibrio. Al nivel del mar, la presión atmosférica es de 760 mm. De Hg y el agua hierve a 100°C, pero en muchos lugares de la sierra (a más de 3000 m.s.n.m) el P.E. del agua es menor de 90°C, debido a la menor presión atmosférica.

Por todo ello, cuando se determina el P.E. de una sustancia, deberá anotarse la P. Atmosférica que hay en ese momento, y luego hacer las correcciones necesarias.

Todos los líquidos que no se descompongan antes de alcanzar una presión de vapor de 760 mm Hg., tienen un P.E. característico.

En general, el P.E. de una sustancia depende de la masa de sus moléculas y de la intensidad de las fuerzas atractivas entre ellas. En una serie homologada, los P.E. de cada compuesto aumentarán al aumentar el Peso Molecular. Los líquidos polares tienen mayores P.E., que los no polares del mismo P. molecular; mientras que los polares y asociados (por enlace de hidrógeno) generalmente tienen P.E., considerablemente más elevados que los no polares no asociados.

Para realizar esta experiencia necesitaremos:

TABLA Nº 1

Punto de Ebullición	
Acetato de Etilo	76-77°C
Alcohol Amilico	138°C
Alcohol Isobutilico	106-109°C
Ácido Acético	118°C

TABLA Nº 2

Punto de Fusión	
Hidroquinona	170-173°C
Timol	50-51°C
Acetanilida	114°C
Paradimetil Benzaleído	73-74°C

III. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Materiales

- Vaso de Precipitado
- Pinza
- Mechero de Bunsen
- Tubos Capilares
- Tubo de Ensayo
- Trípode y rejilla
- Soporte universal
- Termómetro de 150°C

Reactivos

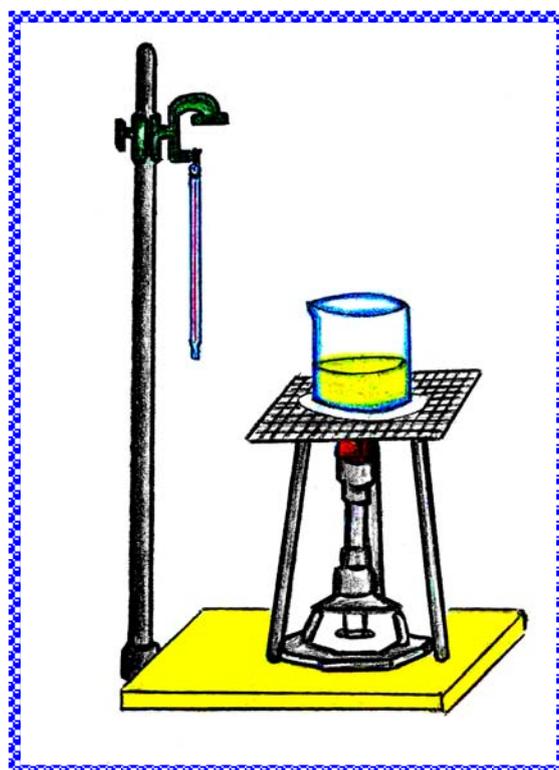
- Muestra del problema 1
- Muestra del problema 2
- Aceite

Determinación del punto de ebullición (Método de Siwoloboff)

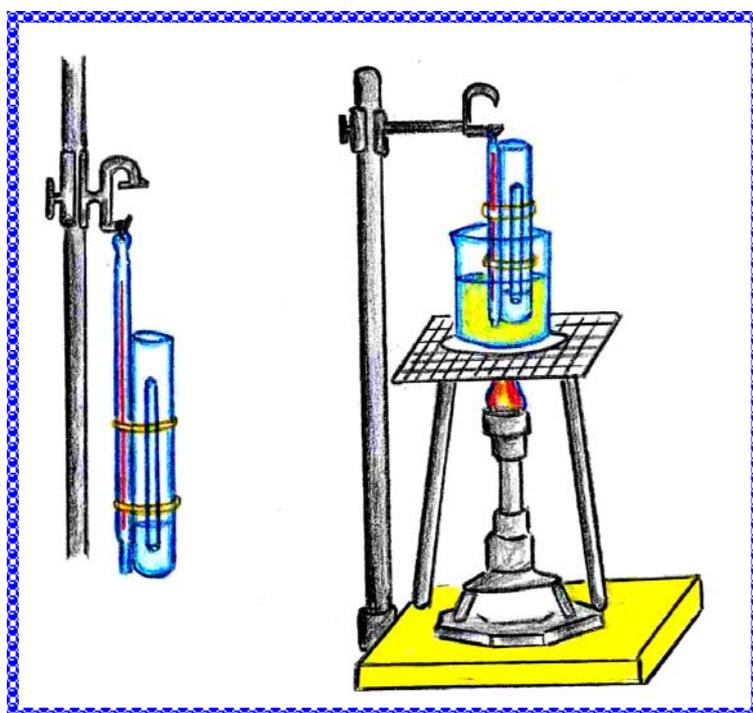
Análisis Organoléptico de la muestra:

Observamos la muestra y tratamos de analizar mediante nuestros sentidos.

1. Armamos el sistema tal como se muestra en el gráfico, lo mas conveniente sería utilizar el tubo thycle, debido a su distribución uniforme de la temperatura, pero por e tamaño de este se usará un vaso de precipitado.



2. Cerramos uno de los extremos del capilar calentando unos breves segundos.
3. Utilizamos como baño al aceite, este solo hasta la mitad del vaso de precipitado aproximadamente.
4. Introducimos el capilar a un tubo de ensayo con la muestra y sujetamos al termómetro con una lija; no olvidar que la parte abierta del capilar tiene que estar en contacto con la muestra del problema.
5. Finalmente introducimos al baño y calentamos observando la primera burbuja en T_1 y la cadena larga de estas en T_2 .



Resultados

- Transparente
- Olor mas o menos agradables
- Produce una sensación de frió al contacto con la piel.
- Al contacto con la lengua produce una sensación de sequedad.

Temperatura 1.....	76.0°C
Temperatura 2.....	77.0°C
Tp.....	77°C

De acuerdo con la temperatura promedio (T_p) = 77°C temperatura de ebullición y la tabla N° 1, nuestra muestra es el **ACETATO DE ETILO**.

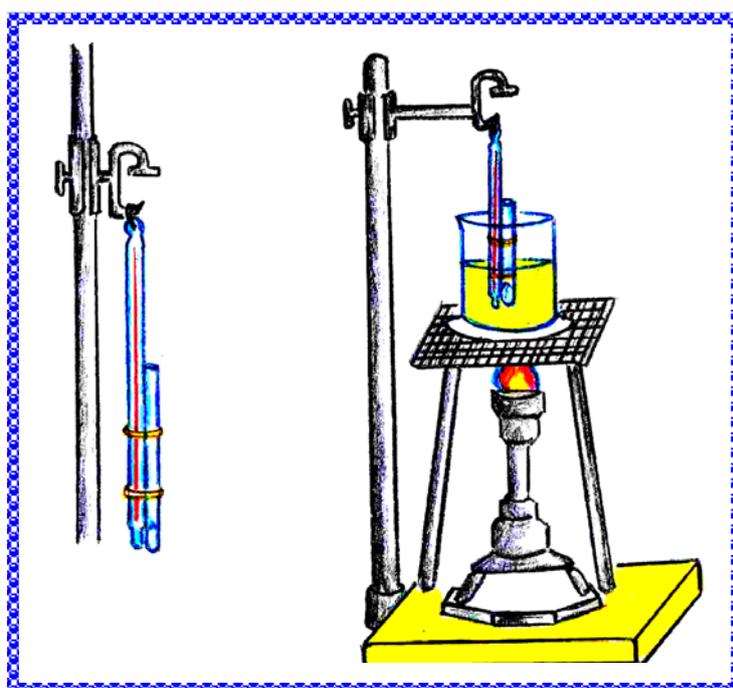
También podemos decir que la Δt fue 1°C aproximadamente mostrando la alta pureza de nuestra muestra.

Determinación del punto de fusión (Método del tubo capilar)

Análisis Organoléptico de la muestra:

Observamos la textura y consistencia de la muestra y sus otras propiedades físicas color, olor.

1. Armamos el sistema tal como se muestra en el grafico 1
2. Introducimos la muestra 2 al tubo capilar con cuidado y cerramos, aquí también usaremos como baño al aceite.
3. Sujetamos el capilar al termómetro con una liguita, no olvidar que la parte abierta del capilar debe estar hacia arriba.
4. Finalmente introducimos al baño y calentamos observando la primera burbuja cuando se funde T_1 y cuando termina de fundirse T_2 .



Resultados

- Blanquecino
- Granulado (pequeño)
- Olor poco agradable
- Cuando se calienta para cerrar el capilar emite chispas

Temperatura 1.....	49°C
Temperatura 2.....	51°C
Tp.....	50°C

De acuerdo con la temperatura promedio (T_p) = 52°C temperatura de fusión y la tabla N° 2 nuestra muestra es el **TIMOL**.

También podemos decir que por $\Delta t = 2^\circ\text{C}$ aproximadamente nuestra sustancia posee un alto grado de pureza.

IV. RECOMENDACIONES

- Calentar un poco el baño antes de la aparición debido que al inicio no hay constancia de temperatura.
- Tener cuidado al cerrar el capilar ya que este puede causar variación en la temperatura tomada.
- Lavar bien el tubo de ensayo y enjuagar con agua destilada para eliminar impurezas.
- No chocar el termómetro a las paredes del vaso de precipitado.

V. CONCLUSIONES

- A través del punto de ebullición y fusión podemos identificar no solo a una muestra si no también su grado de pureza.
- El punto de ebullición viene hacer la temperatura promedio del estado (líquido a vapor) a condiciones normales de una sustancia, siempre y cuando esta sea impura, ya que al ser una sustancia pura el Δt cada vez se aproxima a cero siendo $T_1 = T_2 = T_p$ análogamente ocurrirá para el punto de fusión.
- La influencia de la presión atmosférica es importante en nuestra experiencia ya que esta variará la temperatura de ebullición y fusión.

VI. BIBLIOGRAFIA

- A. Cugua M. Experimentos de Química Orgánica, Lima – Perú 1980