

UNIVERSIDAD NACIONAL EXPERIMENTAL

FRANCISCO DE MIRANDA

ÁREA DE TECNOLOGÍA

PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA

LABORATORIO DE FISICOQUÍMICA

REALIZADO POR:

Punto Fijo; Julio del 2002

ESQUEMA

INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

MATERIALES Y REACTIVOS

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

CALCULOS PREVIOS

METODO EXPERIMENTAL

DATOS EXPERIMENTALES

RESULTADOS

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

INTRODUCCION

Es posible tratar todos los equilibrios heterogéneos desde un punto de vista unificado por medio del principio conocido como *Regla de las Fases*, con el cual el número de variables a que se encuentra sometido un equilibrio heterogéneo cualquiera, queda definido bajo ciertas condiciones experimentales definidas. En los casos de sistemas de tres componentes se conviene fijar la temperatura y presión variando solamente las composiciones del sistema; la manera de representar este sistema es mediante la utilización de un triángulo equilátero donde cada uno de sus vértices indica uno de los componentes puros, en cada lado se leerá la

composición del sistema ternario.

Esta practica abarcara las relaciones de solubilidad del sistema de tres componentes como lo son el acetato de etilo – ácido acético–agua, se trazara el diagrama de equilibrio y se construirá la curva de solubilidad (binodal) para una temperatura dada y por ultimo se determinara las composiciones de los puntos críticos y máximos.

El procedimiento experimental a llevarse a cabo para lograr cumplir los objetivos anteriormente planteados se dividen en dos partes, la primera parte, para la construcción de la curva binodal, se preparan 10 alícuotas que contengan de 10–90 % de acetato de etilo en agua y se titularan con ácido acético glacial y a partir del punto final de la titulación se calculara cada las composiciones en peso y fracciones molares de cada alícuota, con ellas se trazara la curva de solubilidad. La segunda parte (construcción de las líneas de unión) se preparan cuatro disoluciones con cantidades conocidas de acetato de etilo, ácido acético y agua, se colocaran en un embudo de separación y se agitara por dos minutos, se separan las capas formadas, a continuación se tomara una alícuota de cada disolución y se titularan con una base fuerte, en este caso, hidróxido de sodio. Con el porcentaje en peso de ácido acético de cada fase se proyectan las líneas de unión del sistema. Con el diagrama completo se determinara el punto máximo y el punto critico isotérmico del sistema, además de los grados de libertad.

Los diagramas de líquidos ternarios son de considerable valor en problemas de separación y extracción con solventes y gracias a ellos es posible deducir si la separación buscada puede realizarse y en cuales condiciones de operación para lograr resultados óptimos.

OBJETIVOS

- Estudiar las relaciones de solubilidad del sistema de tres componentes: Acetato de etilo– ácido acético– agua. Son tres las posibles categorías de sistemas de tres compuestos líquidos que presentan miscibilidad parcial: un par, dos pares o tres pares de líquidos parcialmente miscibles. Este caso será el de un par de líquidos parcialmente miscible.
- Trazar el diagrama de equilibrio para el sistema estudiado. Se han propuestos diversos esquemas para representar bidimensionalmente los diagramas de equilibrio de los sistemas ternarios, aunque el mas utilizado y el que se utilizara en la practica es el método del triangulo equilátero.
- Construir la curva de solubilidad (binodal) para una temperatura dada y determinar las líneas de reparto. En la practica se tendrá una mezcla de agua y acetato de etilo a las cuales se agregaron cantidades de ácido acético, la mezcla de una composición global que se encuentra dentro del área del domo dará dos capas liquidas de composiciones dadas por las líneas de unión apropiada por la composición de la mezcla. Esta curva se denomina binodal.

MATERIALES Y REACTIVOS

DETERMINACIÓN de la curva de equilibrio	
Materiales	Reactivos
4 Buretas	Agua Destilada
8 Erlenmeyers de 250 ml	Ácido Acético Glacial, CH_3COOH
4 Embudos	Acetato de Etilo, $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$
4 Pipetas de 10 ml	Hidróxido de Sodio, NaOH 0.4 M
4 Vasos de Precipitado	Fenoltaleína

DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO

Balanza analítica:

La balanza ha sido un instrumento utilizado tradicionalmente por los cultivadores de la química a lo largo del tiempo. Algunos autores suelen considerar la obra de Antoine Lavoisier como el punto de partida del empleo sistemático de las balanzas en química, gracias al uso del principio de conservación de la masa. En cualquier caso, podemos afirmar que el establecimiento de las leyes químicas cuantitativas a finales del siglo XVIII y principios del siglo XIX supuso un mayor protagonismo de la balanza dentro de la química. El desarrollo de los métodos gravimétricos de análisis durante el siglo XIX obligó a la búsqueda de balanzas más cómodas y precisas para el trabajo cotidiano de los químicos.

Esta tiene una precisión que supera a muchas balanzas mecánicas y además permite el libre acceso al platillo. Es necesario evitar las corrientes de aire para poder apreciar las pequeñas diferencias de masa, por ello una balanza analítica consta siempre de un estuche agrupado con puertas que permiten la remoción de objetos.

CALCULOS PREVIOS

Preparación de soluciones de 10,20,30,40,50,60,70,80 y 90% de Acetato de Etilo, $C_4H_8O_2$, en Agua.

%v/ v = , despejando

Entonces, para obtener una solución de 10% de $C_4H_8O_2$ en H_2O

1.0 ml $C_4H_8O_2$ en 90 ml de H_2O

para obtener una solución de 20% de $C_4H_8O_2$ en H_2O

2.0 ml $C_4H_8O_2$ en 80 ml de H_2O

y así sucesivamente

DATOS EXPERIMENTALES

Parte Experimental: Determinación de la Curva de Equilibrio

Parte a: CONSTRUCCIÓN de la curva BINODAL	
Alícuota (%v/ v)	Volumen gastado de Ácido Acético (ml)
10	0.5
20	0.7
30	1.5
40	2.0
50	3.45
60	2.75
70	2.75
80	2.45
90	1.45

Parte B: CONSTRUCCIÓN de laS LINEAS DE UNION			
Disolución	Peso del vaso	Peso del vaso	Vol. gastado

		antes	después	de NaOH (ml)	
1	Acuosa	23.20	30.04	4.8	
		Orgánica	22.35	23.58	5.4
	2	Acuosa	22.09	29.01	11.4
		Orgánica	114.89	115.70	7.8
	3	Acuosa	60.3	67.92	15.2
		Orgánica	49.48	50.86	13.2
	4	Acuosa	21.92	30.20	16.8
		Orgánica	22.18	24.28	18.8

RESULTADOS

Para la construcción de la Curva Binodal, los valores fueron los siguientes:

Para el Acetato de Etilo:

ml en la solución	Gramos	moles	%p/ p	Fracción Molar
10	9.01	0.102	9.05	0.0200
20	18.02	0.205	18.25	0.0446
30	27.03	0.307	27.41	0.0729
40	36.04	0.409	36.72	0.1080
50	45.05	0.512	45.66	0.1530
60	54.06	0.614	55.76	0.2130
70	63.07	0.717	65.73	0.2940
80	72.08	0.819	76.15	0.4150
90	81.09	0.921	87.56	0.6110

Para el Agua:

ml en la solución	Gramos	moles	%p/ p	Fracción Molar
90	90	5	90.42	0.978
80	80	4.44	81.01	0.957
70	70	3.88	70.99	0.922
60	60	3.33	61.41	0.882
50	50	2.78	50.68	0.829
40	40	2.22	41.26	0.770
30	30	1.67	31.26	0.686
20	20	1.11	21.13	0.563
10	10	0.56	10.79	0.372

Para el Ácido Acético:

ml en la solución	Gramos	moles	%p/ p	Fracción Molar
0.5	0.525	0.0087	0.53	0.00171
0.7	.735	0.0123	0.74	0.00267

1.5	1.575	0.0263	1.59	0.00625
2.0	2.1	0.0350	2.14	0.00936
3.45	3.6	0.0600	3.65	0.01789
2.75	2.89	0.0480	2.98	0.01670
2.75	2.89	0.0480	3.01	0.01970
2.45	2.57	0.0430	2.72	0.02180
1.5	1.52	0.0252	1.64	0.01686

Para la Construcción de las Líneas de Unión, los valores fueron los siguientes:

Disolución		Gramos	Moles	%p/ p	Fracción Molar
1	Acuosa	6.84	0.00192	84.76	0.47059
	Orgánica		1.23	0.00216	15.24
	2	Acuosa	6.92	0.00456	89.52
	Orgánica		0.81	0.00312	10.48
	3	Acuosa	7.62	0.00608	84.67
	Orgánica		1.38	0.00528	15.33
	4	Acuosa	8.28	0.00672	79.77
	Orgánica		2.1	0.07520	20.23

DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Al analizar los resultados obtenidos, como se puede apreciar en la gráfica del diagrama ternario, Agua– Acetato de etilo– Ácido Acético, se deduce que es un sistema de tres líquidos donde un par de ellos presentan miscibilidad parcial, en nuestro caso este par es Agua– Acetato de Etilo. La curva binodal mostrada en dicho diagrama indica que toda composición que este contenida dentro de ella dará una formación de dos capas saturadas, una acuosa y otra orgánica, formando unas disoluciones ternarias conjugadas.

Las líneas de unión inscritas dentro de la curva binodal tienen pendientes distintas, no horizontales, tal como se aprecia. Este comportamiento era de esperarse debido al aumento de las solubilidades mutuas del acetato de etilo y el agua en presencia del ácido acético.

Las líneas de unión también reflejan que el ácido acético presenta una mayor solubilidad en el acetato de etilo que en el agua. Esto se explica por que el acetato de etilo es un Ester, es decir, un derivado de ácidos carboxílicos y siendo el ácido acético uno de esos ácidos no es de extrañar dicho comportamiento para un mismo grupo funcional (Carbo–alcoxi).

La formación de las dos capas es producto de que la experiencia realizada se mezclaron cantidades relativas de los componentes que excedían la solubilidad mutua, observándose una laguna de miscibilidad entre el agua y el acetato.

Se puede observar en la tabla de resultados que el volumen de ácido acético fue aumentando, desde la muestra de 10% hasta la disolución de 50%, cambiando después de este punto debido a la presencia de disoluciones con mayor contenido de acetato de etilo en la cual se necesita una menor cantidad de ácido acético para eliminar la turbidez.

Toda composición que este fuera de la curva binodal dará una disolución homogénea de los tres líquidos, la regla de las fases establece que para definir el sistema en este caso serían necesarios dos grados de libertad, y como la presión es constante y el diagrama es isoterma, será necesario fijar la composición de dos

componentes y automáticamente la tercera composición será conocida.

Si aplicamos la regla de las fases dentro de la curva binodal, se obtiene que será necesario solo un grado de libertad, esto es debido a que hay dos fases. Fijando la composición de uno de los tres líquidos, quedara definido el sistema, gracias a las líneas de unión.

El punto máximo de la curva binodal, difiere del punto de pliegue, lo cual se explica por la ley de distribución ya que la naturaleza de las dos capas no permanece constante. El punto de pliegue representa la cantidad de ácido acético en la que este se distribuye de igual forma en la fase acuosa y la orgánica.

CONCLUSIONES

- El sistema de tres líquidos formado por acetato de etilo– agua– ácido acético, forma sistemas con un par de ellos parcialmente miscibles, en este caso en el aceto y el agua.
- La mezcla de los tres líquidos forman disoluciones ternarias conjugadas, es decir, dos capas saturadas, una acuosa y otra orgánica.
- El ácido acético es más soluble en acetato de etilo que en el agua, formando líneas de unión no horizontales y con pendientes distintas.
- Por encima del punto máximo de la curva binodal, será una solución homogénea de una fase líquida.
- Una mezcla por debajo y dentro de la curva forma dos fases líquidas insolubles saturadas de composiciones en equilibrio.
- Las líneas que unen las composiciones en equilibrio son las denominadas líneas de unión.
- Los grados de libertad necesarios dentro de la curva binodal es de uno, en cambio por encima de esta es de dos grados de libertad.

RECOMENDACIONES

- Hay que ser muy cuidadoso al momento de utilizar el ácido acético, debido a que este es muy volátil, así que para la obtención de unos resultados óptimos es necesario que antes de verter la cantidad del ácido en la bureta para la valoración, la mezcla de acetato y de agua este lista para titularse.
- Seria favorable para aumentar nuestro conocimiento de los comportamientos de sistemas de tres líquidos con un par parcialmente miscibles, trabajar a diferentes temperaturas, y así observar la variación de la curva de solubilidad a una temperatura alta con respecto a una menor.
- Realizar experimentos con sistemas de tres líquidos con dos pares parcialmente solubles, dos líquidos parcialmente soluble y un sólido y tres pares parcialmente solubles.

BIBLIOGRAFIA

CASTELLAN G.W. Físico–química

DANIELS A. Físico–química

GLASSTONE, S. Elementos de físico–química

CALCULOS TIPICOS

Calculo de los moles y masa de Ácido Acético:

$\text{CH}_3\text{COOH} = 1.050 \text{ gr/ ml}$

$\text{PMCH}_3\text{COOH} = 60 \text{ gr/ mol}$

Para 10% de C₄H₈O₂ en H₂O y un volumen gastado de CH₃COOH= 0.5 ml

mCH₃COOH=

nCH₃COOH=

Calculo de los moles y masa de Acetato de Etilo:

C₄H₈O₂= 0.901 gr/ ml

PM C₄H₈O₂= 60 gr/ mol

Para 10% de C₄H₈O₂ en H₂O y un volumen de C₄H₈O₂= 10 ml

m C₄H₈O₂=

n C₄H₈O₂=

Calculo de los moles y masa del Agua:

H₂O= 1.00 gr/ ml

PM H₂O= 18 gr/ mol

Para 10% de C₄H₈O₂ en H₂O y un volumen de H₂O= 90 ml

m H₂O =

n H₂O =

Cálculos de los porcentajes en peso de los compuestos para la obtención de la curva de solubilidad:

grT= grCH₃COOH + grC₄H₈O₂ + grH₂O = (0.525 + 9.01 + 90) gr = 99.535 gr

Calculo de las líneas de Unión:

Para la fase orgánica formada por acetato de etilo y agua

Para la disolución:

nNaOH= [NaOH] * V

si VNaOH = 5.4 ml = 0.0054 L

nNaOH=

Para la fase acuosa formada por agua y acetato de etilo:

nNaOH= [NaOH] * V

si VNaOH = 4.8 ml = 0.0048 L

$n_{\text{NaOH}} =$

las fracciones molares serán:

$X_{\text{for}} = 0.47059$

$X_{\text{fac}} = 0.52941$

Los porcentajes en peso serán:

Disolución # 1: