



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN**

**“VALIDACIÓN METODOLÓGICA DEL MANUAL DE PRÁCTICAS
DEL LABORATORIO DE FISICOQUÍMICA IV”**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

Q U I M I C A .

P R E S E N T A:

JUANA LULE CORNEJO

**ASESORES: Dr. RODOLFO GOMEZ BALDERAS
M. C. RICARDO BALTAZAR AYALA**

CUAUTITLAN IZCALLI, EDO. DE MÉXICO. 2004



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN**

**“VALIDACIÓN METODOLÓGICA DEL MANUAL DE PRÁCTICAS
DEL LABORATORIO DE FISICOQUÍMICA IV”**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

Q U I M I C A

P R E S E N T A:

JUANA LULE CORNEJO

**ASESORES: Dr. RODOLFO GOMEZ BALDERAS
M. C. RICARDO BALTAZAR AYALA**

CUAUTITLAN IZCALLI, EDO. DE MÉXICO. 2004



FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN
 UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
 DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTOS APROBATORIO



DR. JUAN ANTONIO MONTARAZ CRESPO
 DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN
 P R E S E N T E

ATN: Q. Ma. del Carmen García Mijangos
 Jefe del Departamento de Exámenes
 Profesionales de la FES Cuautitlán

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicarle a usted que revisamos la TESIS:

Validación metodológica del Manual de Prácticas
de laboratorio de Fisicoquímica IV.

que presenta la pasante: Juana Lule Cornejo
 con número de cuenta: 9020801-0 para obtener el título de :
Química

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

ATENTAMENTE
"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 11 de Junio de 2004.

PRESIDENTE	<u>QFB. Delia Reyes Jaramillo</u>	
VOCAL	<u>MC. Ofelia Vega Vázquez</u>	
SECRETARIO	<u>Dr. Rodolfo Gómez Balderas</u>	
PRIMER SUPLENTE	<u>IQ. Leticia Zuñiga Gómez</u>	
SEGUNDO SUPLENTE	<u>Dra. Esther Agacino Valdés</u>	

CON AGRADECIMIENTO:

- ❖ A toda mi familia en especial a mis padres

Sra. María de Jesús Cornejo Ramos
Sr. Leonardo Lule Jiménez

- ❖ A mis asesores a quienes le dedico es trabajo por su apoyo.

Dr. Rodolfo Gómez Balderas
Dr. Ricardo Baltazar Ayala

- ❖ A Mr. Victor Yin (Sydney Environment Chemistry Office) de la Universidad de Sydney en Australia, por su interés y su apoyo económico.

A mis profesores

- ❖ Que se esforzaron en enseñarme lo que no entendía, fueron tantos que ya no recuerdo todos sus nombres....pero nunca se han borrado de mi memoria.
- ❖ A las profesoras de la sección de Fisicoquímica, que me apoyaron en todo momento.

Gloria (a las dos)
Leticia
Lupita
Marina
Esther

en especial a la Profesora Gloria Borjón por enviar este trabajo al congreso al III congreso Iberoamericano de Física y Química Ambiental.

- ❖ A mis amigos y compañeros de la FES. CI en especial a L. G. Z. R.
- ❖ A todas las personas que de una u otra forma me ayudaron durante mis estudios

Al Sr. Memo
Lic. Romel
Encargados de la Biblioteca

A TODOS GRACIAS

“¿De mi nombre nada quedara
nadie mi fama recordar?
Pero los jardines que yo plante,
Son jóvenes y crecerán”

Príncipe Huexotzinca

Índice

Objetivos.....	1
Introducción.....	2
Metodología.....	4
Resultados y Análisis de Resultados	
Capítulo 1.....	8
Evaluación Metodológica de la Práctica 0	
Capítulo 2.....	14
Evaluación Metodológica de la Práctica 1	
Capítulo 3.....	42
Evaluación Metodológica de la Práctica 2	
Capítulo 4.....	63
Evaluación Metodológica de la Práctica 3	
Capítulo 5.....	80
Evaluación Metodológica de la Práctica 4	
Capítulo 6.....	94
Evaluación Metodológica de la Práctica 5	
Capítulo 7.....	118
Evaluación Metodológica de la Práctica 6	
Capítulo 8.....	134
Evaluación Metodológica de la Práctica 7	
Capítulo 9.....	150
Evaluación Metodológica de la Práctica 8	
Apéndice.....	159
Conclusiones.....	174
Bibliografía.....	175

Objetivos de la tesis

Validar integralmente la metodología de trabajo experimental para un Laboratorio de Termodinámica en la FES-C.

Proponer y validar prácticas a microescala para un Laboratorio de Termodinámica en la FES-C.

Proponer un Manual de Prácticas Válidas para un Laboratorio de Termodinámica en la FES-C que incluya prácticas a microescala.

Introducción

El trabajo en un Laboratorio de Termodinámica contribuye a desarrollar en el alumno habilidades experimentales que le ayuden a estudiar las propiedades termodinámicas de la materia, en particular de sustancias puras o sistemas reactivos en equilibrio [1] que más tarde aplicará en su trabajo profesional. Tradicionalmente en la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán (FES-C) las prácticas de un laboratorio de Termodinámica son parte del curso de Laboratorio de Físicoquímica IV, en la carrera de Química, y de los Laboratorios de Enseñanza Multidisciplinaria I y II (LEM-I y II), en la carrera de Ingeniería Química. Esto nos permite tomar el Manual de Prácticas ya existente para estos laboratorios, validarlas, modificarlas y en su caso proponer aquellas para el trabajo a microescala con el fin de cumplir el objetivo de la Tesis.

En los cursos hasta ahora existentes, las tres primeras prácticas comprenden el estudio de propiedades macroscópicas fáciles de medir de sustancias puras. Esta etapa ayuda a que los estudiantes desarrollen destrezas en el manejo de instrumental simple (picnómetros, viscosímetros, refractómetros, etc.) Más tarde, en la segunda parte del curso, se aprovechan estas habilidades para estudiar las propiedades termodinámicas de sistemas complejos (soluciones y mezclas reactivas) en equilibrio [2]. Estas prácticas se han venido realizando en los Laboratorios de Físicoquímica prácticamente desde la fundación de la FES-C. A lo largo del tiempo se han identificado obstáculos metodológicos que tienen impacto en el aprovechamiento del tiempo, de los recursos materiales y del aprendizaje por parte de los estudiantes. Aunque se debe señalar que no se cuenta con ninguna evaluación objetiva de dicho impacto, estos cursos no cuentan con buena popularidad entre los estudiantes, quienes en general tienen una idea negativa de las prácticas. Creemos que se tiene que actuar de forma metodológica para cambiar esta idea.

Parte del trabajo en el mejoramiento de la enseñanza experimental se ha caracterizado por actualizaciones del Manual de Prácticas que se emplea en el laboratorio [2, 3, 4]. Como resultado, en este momento se cuenta con un manual relativamente fácil de seguir, con referencias bibliográficas actualizadas y con un formato casi uniforme para todas las prácticas. No obstante algunas deficiencias son evidentes y merece una revisión cuidadosa de ortografía y redacción.

Con la experiencia ganada durante varios cursos por diferentes maestros de la Sección de Fisicoquímica, el procedimiento marcado por el manual frecuentemente se ajusta al tiempo de trabajo en el laboratorio o al tipo de material disponible. Por ejemplo, algunas veces se divide el trabajo experimental entre los grupos de trabajo y otras veces realizando la práctica en dos sesiones experimentales. Como se mencionó, estas adecuaciones dependen mucho de la experiencia del maestro, lo cual podría suponer un riesgo en el éxito de la sesión experimental en caso del maestros con menos experiencia.

Las actualizaciones y adecuaciones in-situ de los Manuales de Prácticas son un buen principio para mejorar la docencia experimental. Sin embargo, deberían de estar acompañadas por una evaluación más sistemática y exhaustiva del trabajo en el laboratorio.

Otra parte del mejoramiento de la enseñanza experimental se ha enfocado al desarrollo de hojas de cálculo. Con el fin de evitar operaciones repetitivas en la elaboración de los informes de trabajo y centrar la atención del estudiante en la comprensión de conceptos, se ha desarrollado un trabajo de recopilación para poner al alcance del estudiante información relativa a la práctica [5, 6, 7, 8] y trabajo de cómputo para auxiliar a los estudiantes en la elaboración de su reporte [9, 10]. Respecto al último punto, se han elaborado un conjunto de hojas de cálculo empleando el programa de cómputo Microsoft Excel [11]. No obstante, hasta el momento estos programas de cómputo no se están utilizando de manera uniforme ni se ha probado su desempeño en condiciones reales de trabajo aunque bajo el supuesto de estar bien programadas y tener una presentación amigable para los estudiantes debería ser suficiente para ser utilizadas, puesto que los alumnos están familiarizados con el uso de Excel.

Finalmente, recientemente se ha reconocido que algunas de las prácticas que se desarrollan a lo largo del curso podrían sustituirse por prácticas que se realicen a microescala con el consiguiente ahorro de recursos. Por ello, es deseable que se evalué la posibilidad de cambiar la metodología tradicional de trabajo por una nueva que incluya la realización de experimentos a microescala.

De lo anterior se desprende la necesidad de una primera evaluación metodológica integral del trabajo en el laboratorio de fisicoquímica, en particular de las prácticas de un curso de termodinámica.

Materiales y métodos

Los materiales que se emplearán en el desarrollo de esta Tesis comprenden el instrumental de Laboratorio de Fisicoquímica y los equipos empleados en el curso experimental de Fisicoquímica IV. Se evaluarán las siguientes ocho prácticas:

- 1) Índice de refracción
- 2) Densidad
- 3) Viscosidad
- 4) Calorimetría
- 5) Volúmenes molares parciales
- 6) Equilibrio líquido-líquido ternario
- 7) Equilibrio heterogéneo de reacciones iónicas
- 8) Presión de vapor y entalpía de vaporización del agua

Para realizar la evaluación metodológica del trabajo experimental seleccionamos un conjunto de puntos que se consideran importantes por a) posible impacto en el aprendizaje de los estudiantes, b) la dinámica de trabajo durante la sesión experimental y c) los recursos con los que cuenta el laboratorio. Dichos puntos discutidos con mas detalle se dan enseguida. Desde luego que la selección de estos puntos podría parecer algo arbitraria aunque son resultado de una discusión cuidadosa entre los participantes en el desarrollo de esta tesis y reflejan la experiencia de trabajo del asesor y co-asesor del trabajo.

1) Presentación al estudiante

Se espera que el estudiante genere su primera impresión del Laboratorio a partir de lo que se le presenta en el manual, por ello es muy importante que tenga en sus manos un texto elaborado con cuidado. Para esto, habrá que revisar cuidadosamente el formato de cada práctica y modificarlo adecuadamente para evitar generar confusiones en el estudiante.

Esta revisión deberá incluir tanto la forma como el contenido.

2) Tiempo de realización de la práctica

Es importante considerar que la sesión experimental incluye una breve discusión de la práctica a realizar (basada en la investigación previa), para después seguir con el desarrollo experimental. Así, los tiempos de realización de la práctica deben considerar esta discusión. Al evaluar este punto, buscamos ajustar al tiempo de una sesión de laboratorio, o en caso necesario, proponer la división de actividades entre los distintos grupos de trabajo de tal forma que el tiempo no exceda la sesión experimental.

3) Material

Una fuente de frustración, y pérdida de interés, entre los estudiantes es trabajar con equipos en mal estado o equipo inadecuado. Por ello, en nuestra evaluación vamos a investigar si existe material de vidrio y equipo suficiente en condiciones adecuadas para que un grupo de cuatro estudiantes trabaje simultáneamente. De no ser así, se harían sugerencias para remediar estas deficiencias.

4) Reactivos

Es importante para planear las actividades del laboratorio, saber la cantidad de reactivos utilizada por cada grupo en cada práctica. Además, con el fin de ahorrar tiempo de la sesión experimental, habrá que determinar cuales soluciones son factibles de prepararse antes de la sesión experimental. De la misma forma, en caso de que en la práctica se utilicen sustancias comerciales se debería sugerir cuales para limitar el tipo de resultados experimentales a obtener y que sean adecuadas con el material y los equipos del laboratorio. Por último, de ser posible, habría que proponer alternativas para desarrollar la misma práctica con diferentes reactivos.

5) Reproducibilidad y confiabilidad de los resultados

Uno de los puntos mas importantes a evaluar es el de reproducibilidad y confiabilidad de los resultados experimentales. Es claro que distintos equipos de estudiantes manejan material e instrumentos similares y trabajaran bajo las mismas condiciones en el

laboratorio, de ahí que esperaríamos que obtengan resultados similares en sus mediciones, es decir, esperaríamos que las prácticas sean reproducibles. Por otro lado, los estudiantes están buscando valores de propiedades termodinámicas que en general se encuentran reportadas en la literatura, así que queremos evaluar hasta que punto los resultados obtenidos en el laboratorio son confiables. En su caso, también quisiéramos averiguar que cuidados se deben tener en el trabajo experimental para no comprometer ni la reproducibilidad ni la confiabilidad de los resultados. Adicionalmente, como se ha marcado en los objetivos, modificaremos algunas prácticas para que se realicen a microescala y por ello el conjunto de resultados obtenidos al realizar la práctica de manera tradicional servirá como guía para la validación de la misma práctica a microescala.

6) Hojas de cálculo

Como se explicó anteriormente, existen hojas de cálculo para apoyar la elaboración del informe experimental. Creemos que es muy conveniente que se evalúen y se propongan, si se encuentra necesario, modificaciones que las hagan de uso general en el Laboratorio.

7) Costos

No podríamos tener una evaluación sin incluir los costos de realizar la práctica. Estos costos nos ayudarán a decidir sobre uno u otro reactivo en caso de tener mas de una opción de realización de la práctica, por ejemplo. Además nos darán una estimación directa del ahorro logrado al migrar una práctica a microescala.

8) Migración a microescala

En los casos que se considere factible se propondrá y se evaluarán los siete puntos anteriores para la misma práctica a escala micro.

Con el fin de evaluar los ocho puntos discutidos anteriormente, seguiremos la siguiente metodología:

- 1) Planeación de la sesión experimental de acuerdo al manual tradicional y a micro escala

- 2) Desarrollo de la práctica de la manera tradicional y desarrollo de la misma práctica a microescala cuando sea posible
- 3) Identificación de problemas durante el desarrollo de la práctica en ambas metodologías
- 4) Propuesta de solución de los problemas identificados
- 6) Repetición de la práctica para obtener un conjunto reproducible de resultados experimentales
- 7) Empleo de hojas de cálculo para la desarrollar aquellos puntos donde se utilicen
- 8) Identificación de problemas con la hoja de cálculo y propuestas para resolverlos
- 9) Recomendaciones metodológicas para cada una de las prácticas evaluadas

Capítulo 1

Evaluación Metodológica de la Práctica 0

Introducción

La creación de esta nueva práctica se debe a dos factores importantes que se consideraron a medida que se trabajó en el laboratorio. El primero, es que al iniciar el curso se plantean prácticas microescala donde es preciso emplear material adecuado, por lo que se deben tener habilidades para su manejo. El segundo, es que se requiere cierto tiempo para la construcción de algunos de estos materiales que no se podrían hacer cuanto se esta realizando la práctica donde se requieran, por lo que es conveniente que este material se prepare con anterioridad. Esta práctica fue creada pensando que el estudiante debe familiarizarse con el material a microescala antes de iniciar su curso, además de que debe tener habilidad en su manejo, para introducirlo de manera rápida en el trabajo a microescala.

Presentación al estudiante

Creamos una práctica a la que nombramos “Construcción de material a microescala” y la incluimos en el manual de prácticas como práctica 0. El profesor de laboratorio podrá realizar esta práctica en su clase de presentación con su grupo asignado. El objetivo de esta práctica es que el alumno construya micropipetómetros, microagitadores, microburetas y goteros que empleará en las prácticas a microescala. Por su puesto que no solo debe aprender a construirlos, sino que es necesario que lo emplee con muestras de agua y adquiera habilidad en el manejo del material, para que posteriormente lo use en las prácticas que así lo requieran.

Tiempo de realización de la práctica

El tiempo promedio de esta práctica fue de 2 horas. Claro que debemos tomar en cuenta que son equipos que en promedio están integrados por 4 estudiantes y pueden requerir de un menor tiempo en la construcción del material, pero pueden necesitar tiempo para aprender su manejo de manera correcta. Esta práctica debería realizarse en la misma sesión de presentación de laboratorio.

Material

El material que proponemos como el más adecuado se encuentra en el formato de esta práctica al final del capítulo. El laboratorio cuenta con este material y puede proporcionar a grupos con cuatro equipos o más. Ciertos materiales los traerá el estudiante como se puede ver en la lista de material.

Reactivos

Como en esta práctica solo se pretende que el alumno aprenda a construir y manejar el material para trabajo a microescala es conveniente que utilice agua para hacer las pruebas de uso de lo que construyó.

Hoja de Cálculo

La práctica pretende que el estudiante fabrique y se familiarice con el uso de material, por ello no es necesario tener una hoja de cálculo.

Formato final de la Práctica

A continuación de este capítulo presentamos el formato de esta nueva práctica.

Conclusiones

Presentamos una práctica donde se construye material para el trabajo a microescala que se desarrolla durante el curso. Debido a que el costo para el laboratorio se limitan a una pipeta Pasteur por alumno esta es la práctica más barata del laboratorio.

CONSTRUCCIÓN DE MATERIAL PARA MICROESCALA

Introducción

Esta es una práctica sencilla y de poca duración donde el alumno construye el material a microescala por lo que se recomienda que se realice en la sesión de presentación del curso. Durante el curso se realizan algunas prácticas a microescala, que tienen ventajas en cuanto a ecología, higiene, seguridad y económica. Aunque se requieren técnicas especiales, estas no son difíciles de aplicar, claro que si es necesario tener un mayor habilidad en el manejo de sustancias químicas

Objetivos

1. Construir un micropicnómetro.
2. Construir microagitadores magnéticos.
3. Construir un gotero.
4. Construir una microbureta.
5. Aprender a usar su material a microescala.

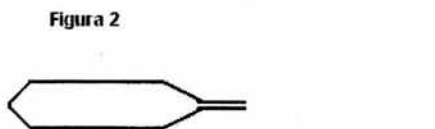
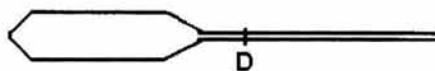
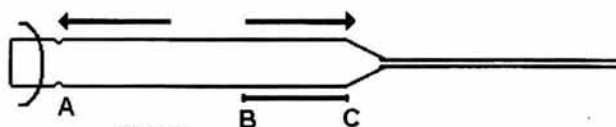
Material, Equipo y Sustancias

Material	Equipo	Sustancias
1 Pipeta Pasteur.		
1 Mechero Bunsen.		
<u>1 sequeta para ampollitas.</u>		
<u>1 Clip.</u>		
<u>1 Regla de 30 cm</u>		
1 Pipeta de 1 mL 1/100		
1 Pipeta de 2 mL 1/100		
<u>1 jeringa con completa de 1 mL (con</u>		
<u>aguja)</u>		
1 jeringa con completa de 10 mL (con		
aguja)		
1 Propipeta		

Procedimiento Experimental

Construcción de un Micropicnómetro

1. Sujetar la pipeta Pasteur de los puntos A y C, como lo indica la figura 1.
2. Calentar con el mechero el punto B, entre el punto B y C hay aproximadamente de 1 a 1.5 cm, hasta el rojo vivo rotar la pipeta Pasteur y jalar como le indican la flechas en la figura 1.
3. Calentar el punto B, para sellarlo; como lo indica la figura 2.
4. Cortar con una lija metálica en el punto D (aproximadamente 0.5 cm del capilar original de la pipeta Pasteur); como lo indica la figura 3.
5. Pesarse su micropicnómetro seco y con agua. Llenar el micropicnómetro con una jeringa desechable con agua



Construcción de un Microagitador Magnético

6. Desdoblar el clip y corte en los puntos a, b, c, d, e y f, con ayuda de la segueta; como lo indica la figura 4.

7. Introducir las partes cortadas, una a una, dentro del filamento de la pipeta Pasteur, que sobro de su micropicnómetro, calentar con el mechero para sellar una punta en g y después cortar la punta h para sellarla; figura 5 y Figura 6. Con una pipeta Pasteur se pueden obtener de 3 a 4 microagitadores.



Figura 4

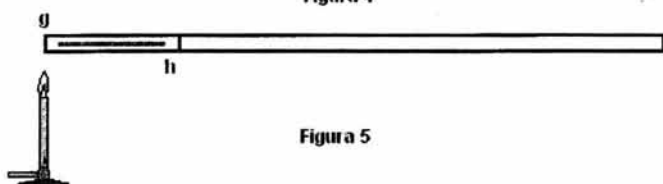


Figura 5



Figura 6

Construcción de un Gotero

8. Al construir el micropicnómetro sobraré la parte A que se ve en la figura 1. Cortar con la segueta, el punto E como se indica para obtener un gotero; ver figura 7.

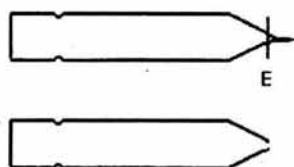


Figura 7

Construcción de una Microbureta

1. Colocar una aguja de una jeringa de 1 mL o 5 mL en la pipeta que se usará como microbureta, presionando la aguja para que entre. Recordar que las agujas de las jeringas tienen un tapón protector, usar este para manipular la aguja e introducirla con mayor facilidad a la pipeta.

2. Colocar en el extremo superior una propipeta (jeringa con una manguera de plástico en la punta). Ver la figura 8.
3. Tomar diferentes volúmenes de agua, de preferencia pequeños volúmenes para practicar.

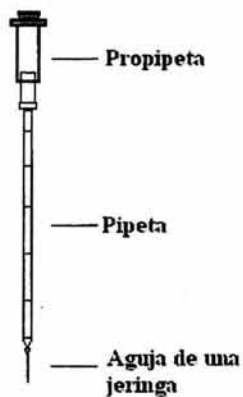


Figura 8

Bibliografía

1. Fregoso A. y Cervantes N.V. 2002. Taller práctico de química general en microescala. U. I. A.
2. Moran M.T. y Castañeda M.G. 2002. Taller práctico de fisicoquímica en microescala. U. I. A.

Capítulo 2

Evaluación Metodológica de la Práctica 1

Introducción

Esta práctica es la primera del conjunto de prácticas diseñadas para que el estudiante desarrolle habilidades para medir propiedades de sustancias puras y/o mezclas. Posteriormente se utilizará lo aprendido para el estudio de propiedades termodinámicas de sistemas mono y multicomponentes.

Presentación al estudiante

En la evaluación de la presentación al estudiante se encontró que el cambio del título de “Índice de refracción de sustancias puras y mezclas binarias. Fundamentos y aplicaciones” es deseable por contener información de lo que se realizará durante el experimento.

Los objetivos se redactaron nuevamente para contener lo relativo a refractividad molar, ya que aunque antes se pedía como parte del cuestionario previo no se mencionaba más adelante. Además se incluyó el cálculo de la polarizabilidad de las sustancias puras a partir de la ecuación de Clausius-Mosotti [12].

La investigación previa contiene los puntos a discutir antes de iniciar la experimentación. Estos servirían para que el estudiante integre los conceptos con su trabajo de laboratorio y éste con la aplicación del índice de refracción en la industria. Aunque las sustancias utilizadas en esta práctica no representan riesgo extremo para la salud, es importante que los estudiantes conozcan las reglas de seguridad para su manejo, así que se incluyó este punto en la Investigación previa.

Tiempo de realización de la práctica

El tiempo promedio de realización de la práctica fue de 3 horas. Consideramos que este tiempo es suficiente para que tanto equipos con más de 3 integrantes o equipos pequeños puedan terminar el trabajo de la práctica; por supuesto que el tiempo que utilice un cierto equipo depende, primero, de su pericia para la preparación de sus muestras y, segundo, de que comprenda como manejar de manera adecuada el refractómetro de Abbe.

Uno de los objetivos de la práctica es el desarrollo de habilidades por parte del alumno, por supuesto el tiempo de laboratorio esta limitado a 3 horas, por lo que sugerimos que siempre y cuando el grupo sea pequeño se trabaje en equipos de 2 integrantes, esto con la finalidad de que ambos estudiantes tengan la posibilidad de usar el refractómetro de Abbe. En caso contrario, con equipos grandes, las actividades se pueden dividir entre los integrantes para cumplir los objetivos que se plantean en la práctica.

Material

El material que actualmente se utiliza debería ser sustituido por el que se presenta en el formato final de la práctica. Esta sugerencia esta basada en la experiencia adquirida al evaluar la práctica. No obstante, es claro que se pueden dar variaciones en el uso del material de vidrio y que la limitante más importante es su disponibilidad. La lista se presenta por equipo; pero en caso de tener cuatro equipos trabajando no habría para todos los equipos; se recomienda poner atención en este punto. Sugerimos que la preparación de sacarosa se efectúe por grupo, pues a cada equipo se le proporciona solo un matraz aforado para preparar su curva patrón, lo que provoca errores en el momento de las diluciones sucesivas por la viscosidad de la solución original, como se mostrará más adelante.

Reactivos

Respecto a los reactivos que se utilizan en esta práctica, cada equipo necesitara de 5 a 10 mL de acetona (para limpieza del refractómetro), 1 mL de metanol, 1 mL de acetona, un sistema formado por 25 mL del compuesto A y 25 mL del compuesto B y 25 g de sacarosa. Recomendamos que se prepare la mezcla binaria agua/acetona; esta Tesis aporta un conjunto de resultados experimentales reproducibles para este sistema y podría ser una guía para evaluar el desarrollo de la práctica. Aunque como veremos más adelante, la utilización de la Hoja de Cálculo da una alternativa de evaluación de la práctica in situ.. Los sistemas que proponemos se eligieron de acuerdo a la miscibilidad, los posibles riesgos a la salud y el costo de sus componentes, se presentan en orden alfabético en Tabla A1.1.

Componente A	Componente B
Acetona	Metanol
Agua	Acetona
Agua	Metanol

Tabla A1.1: Sistemas que se recomienda utilizar en esta práctica

Confiabilidad y Reproducibilidad de los resultados

Para constatar la confiabilidad de nuestros resultados, contrastamos nuestras mediciones para las sustancias puras con los valores reportados. Por otro lado, para confirmar la reproducibilidad de las mediciones se realizaron tres ensayos de la práctica. A continuación presentamos los resultados en tres partes que es como sugerimos al estudiante presente su informe.

1) Sustancias puras

La Tabla A1.2 presenta los resultados de las mediciones del índice de refracción (η) para los compuestos puros en los tres ensayos, el promedio sobre éstos y los valores reportados. Consideramos que un análisis estadístico mas allá de los promedios no es justificable por el tamaño de la población (tres), y desde luego no realizamos un número mayor de experimentos por la cantidad de reactivos gastados y por la consistencia de los resultados observada en las tres pruebas. Como se puede observar en la Tabla A1.2, los resultados son reproducibles hasta la segunda cifra significativa, lo cual es aceptable dentro de los propósitos de la práctica, aunque bien podrían señalar la necesidad de calibrar los refractómetros del laboratorio pues estos instrumentos en general deben dar lecturas precisas hasta la tercera o cuarta cifra significativa.

	η , ensayo 1	η , ensayo 2	η , ensayo 3	η , promedio	η , reportado[13]
Acetona	1.3560	1.3550	1.3560	1.3557	1.3590
Agua	1.3290	1.3290	1.3290	1.3290	1.3330

Tabla A1.2: Índice de refracción experimental para los componentes puros, T = 20 °C.

A partir de los índices de refracción promedio para los compuestos puros y de los valores reportados para su densidad se puede calcular el valor de la Refracción Específica, (R_S , cm^3/g) de la sustancia utilizando la ecuación de Lorentz-Lorentz:

$$R_S = [(\eta^2 - 1)/(\eta^2 + 2)](1/\rho) \quad \text{A1.1}$$

En la cual η es el índice de refracción y ρ es la densidad a la temperatura de η . De igual modo para calcular la Refracción Molar (R_M , cm^3/mol) usamos:

$$R_M = [(\eta^2 - 1)/(\eta^2 + 2)M]/\rho \quad \text{A1.2}$$

Donde M es el peso molecular (58.08 y 18.02 g/mol, para acetona y agua respectivamente). Finalmente, para el cálculo de la Polarización (α , cm^3) de la molécula se utiliza la ecuación de Clausius-Mosotti:

$$\alpha = (3/4\pi)(R_M/N_o) \quad \text{A1.3}$$

En donde N_o es el número Avogadro ($6.0229 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$) [13]. La tabla A1.3 presenta los resultados obtenidos y los valores reportados para estas propiedades.

	Experimentales			Calculado a partir de η reportado[13]		
	R_S	R_M	$\alpha \times 10^{-24}$	R_S	R_M	$\alpha \times 10^{-24}$
Acetona	0.2783	16.1634	6.4073	0.2805	16.2900	6.4578
Agua	0.2041	3.6761	1.4573	0.2065	3.7204	1.4749

Tabla A1.3: Refracción Específica (R_S , cm^3/g), Refracción Molar (R_M , cm^3/mol) y Polarización (α , cm^3) para los componentes puros, $T = 20^\circ\text{C}$.

Es alentador observar cómo se obtienen resultados que comparan bastante bien con los reportados. Las diferencias deben ser atribuidas al error que se acarrea en los valores del índice de refracción. Cabe notar que el conjunto de ecuaciones utilizado es adecuado para sustancias no polares, en tanto que agua y acetona son polares. Sin embargo, como los valores son notablemente cercanos a los reportados no consideramos

mayores aproximaciones (considerar la constante dieléctrica de las sustancias, por ejemplo) para estos cálculos.

2) Mezclas binarias

Para las mezclas binarias agua/acetona, la Tabla A1.4 presenta el índice de refracción experimental de los componentes puros y de las mezclas binarias en los tres ensayos, también se reporta el valor promedio sobre los ensayos.

Los tres ensayos se efectuaron el mismo día y la temperatura fue de 20°C, en el trabajo normal de un grupo se debe registrar la temperatura de trabajo por el efecto que ésta tiene sobre la densidad. Como ya se comparó antes, los valores promedio de las mediciones para los líquidos puros corresponden bastante bien con los reportados en la literatura a la misma temperatura.

	η , ensayo 1	η , ensayo 2	η , ensayo 3	η , promedio
Acetona	1.3560	1.3550	1.3560	1.3557
a	1.3590	1.3590	1.3600	1.3593
b	1.3600	1.3610	1.3610	1.3607
c	1.3600	1.3600	1.3610	1.3603
d	1.3580	1.3580	1.3580	1.3580
e	1.3540	1.3540	1.3550	1.3543
f	1.3490	1.3490	1.3490	1.3490
g	1.3450	1.3440	1.3440	1.3443
h	1.3390	1.3400	1.3400	1.3397
i	1.3340	1.3340	1.3340	1.3340
Agua	1.3290	1.3290	1.3290	1.3290

Tabla A1.4: Índice de refracción experimental para el sistema acetona/agua, T= 20 °C.

Para conocer la composición de las mezclas consultar el formato de la práctica que se encuentra al final de este capítulo.

La constancia de las lecturas, demuestra la reproducibilidad de los resultados; vale la pena notar que la curva patrón obtenida no muestra una relación lineal entre las variables, como podrían esperar algunos estudiantes.

3) Soluciones de azúcar (sacarosa)

Una de las aplicaciones importantes del índice de refracción en la industria, es la determinación del contenido de azúcar de diversas soluciones. En esta práctica, aprovechamos la capacidad del refractómetro de Abbe para dar lecturas directas del índice de refracción y de los grados Brix de la solución.

Como sabemos, la escala Brix relaciona la densidad de un suero con el porcentaje de azúcar en una solución de igual densidad. Es importante señalar que los grados Brix no expresan el verdadero porcentaje de azúcar en una solución que además de azúcar pueda contener otros sólidos disueltos que también modifican el índice de refracción. Por ello la escala Brix es recomendable para sueros tipo Maple, en el cual 98% de sólidos disueltos es azúcar y para propósitos prácticos el valor en grados Brix es el porcentaje de azúcar.

Presentamos en la Tabla A1.5 las lecturas del índice de refracción (η) para las soluciones de sacarosa en función del porcentaje peso/volumen (% W/V), y el promedio sobre los tres ensayos de la práctica.

% W/V	η , ensayo 1	η , ensayo 2	η , ensayo 3	η , promedio
50	1.4020	1.4025	1.4015	1.4020
40	1.3875	1.3875	1.3905	1.3885
30	1.3765	1.3755	1.3775	1.3765
20	1.3655	1.3590	1.3615	1.3620
10	1.3455	1.3470	1.3455	1.3460
5	1.3375	1.3365	1.3380	1.3373

Tabla A1.5: Índice de refracción experimental a para soluciones de sacarosa en agua, T = 20 °C

La Tabla A1.6 presenta las lecturas y el valor promedio pero ahora en la escala de grados Brix. Como se observa, los porcentajes preparados (primera columna) difieren de los leídos con el refractómetro (véase la columna de los promedios, por ejemplo). Pudiera ser que estas desviaciones se debieran a que la sacarosa usada se encontraba hidratada o a pérdidas de muestra en el proceso de preparación de las soluciones por diluciones sucesivas. Como se apuntó antes, la solución inicial es bastante viscosa y difícil de trabajar. La columna de % Error relativo (calculado a partir de los promedios) en la

misma tabla muestra que el error no es sistemático, como se esperaría si la hidratación del reactivo fuera homogénea.

% W/V	ensayo 1	ensayo 2	ensayo 3	Promedio	% Error rel
50	41.0	41.5	41.0	41.17	17.7
40	33.5	33.5	35.0	34.00	15.0
30	27.5	27.0	28.0	27.50	8.3
20	21.0	17.0	18.5	18.83	5.85
10	8.5	9.5	8.5	8.83	11.7
5	3.0	2.5	3.5	3.0	10.0

Tabla A1.6: Grados Brix para soluciones de sacarosa en agua, T = 20 °C

Así, decidimos preparar las soluciones sin realizar diluciones sucesivas. La Tabla A1.7 muestra los resultados así obtenidos. Podemos notar que aunque el error sigue presente es claramente menor, aunque ciertamente parece no ser sistemático, lo más probable es que la hidratación del reactivo no sea homogénea. No obstante, es recomendable que las soluciones se preparen por grupo evitando el proceso de diluciones sucesivas.

% W/V	ensayo 1	ensayo 2	Promedio	% Error relativo
50	43.0	43.0	43.0	14.0
40	38.0	38.5	38.25	4.4
30	28.5	29.0	28.75	4.2
20	19.5	19.5	19.50	2.5
10	10.0	10.0	10.0	0.0
5	5.0	4.5	4.75	5.0

Tabla A1.7: Grados Brix para soluciones de sacarosa en agua, preparadas tomando el reactivo directamente del frasco, T = 20 °C.

Hoja de Cálculo

Utilizamos los valores promedio de los tres ensayos para evaluar el funcionamiento de la hoja de cálculo [14]. Hay que aclarar que el formato de la Hoja se modificó un poco, para corresponder al desarrollo de la práctica, dividiéndose en el

estudio de las sustancias puras, el tratamiento de mezclas binarias y el estudio de las soluciones de sacarosa.

Los promedios de los tres ensayos para esta práctica, se analizaron con la hoja de cálculo y el resultado lo observamos en el Apéndice.

En general encontramos que esta hoja de cálculo es fácil de manejar. El código de colores que emplea ayuda a ubicar donde se deben registrar las lecturas experimentales y donde leer los resultados de los cálculos. Lo que se encuentra en azul es llenado por el alumno, los datos proporcionados por el programa (calculados a partir de fórmulas) y los resultados obtenidos se presentan en rojo.

Esta hoja calcula la refracción específica (R_s), la refracción molar (R_M) y la polarización (α) de los componentes puros a partir de los datos de densidad y masa molar.

Para las mezclas binarias, se calcula la fracción mol de los componentes y se utilizan para trazar una gráfica de índice de refracción vs fracción mol de uno de los componentes (acetona en este caso).

Finalmente para las soluciones de sacarosa, se muestran los puntos de índice de refracción contra porcentaje de sacarosa en la solución. En esta misma gráfica aparece en línea continua el porcentaje de azúcar leído en la escala del refractómetro para cada solución. Cómo se ha explicado anteriormente, los puntos no caen sobre la línea posiblemente por el error debido a la hidratación del reactivo.

Cabe señalar que el alumno no tiene acceso a las ecuaciones en la hoja de cálculo, por lo tanto no hay posibilidad de cambios accidentales que pudieran originar valores erróneos. Desde luego no se desea ofrecer un programa tipo caja negra al estudiante, por lo que se le pide que realice los cálculos de fracción mol para una de sus muestras y lo verifique con la hoja.

Costos

El costo estimado de la práctica por equipo se presenta en la Tabla A1.8, para la mezcla binaria acetona/agua y las soluciones de sacarosa.

Reactivo	Cantidad		Costo	
Acetona	25	mL	\$	6.62
Sacarosa	25	g	\$	15.15
<i>Costo total por equipo</i>			\$	21.77

Tabla A1.8: Costo de la práctica de índice de refracción, en pesos.

En la Tabla A1.9 se muestra, en orden alfabético, el costo de los sistemas alternativos que podrían manejarse en esta misma práctica. El costo de los reactivos es un factor a considerar cuando se trabaje con una mezcla distinta a acetona/agua. No se muestra el costo del agua destilada porque esta se destila en la Facultad, ni el costo de la sacarosa que es el mismo independientemente de la mezcla binaria.

Componente A	mL	Costo	Componente B	mL	Costo	Costo total
Acetona	25	\$ 6.62	Metanol	25	\$ 6.12	\$ 12.75
Agua	25		Acetona	25	\$ 6.62	\$ 6.62
Agua	25		Metanol	25	\$ 6.12	\$ 6.12

Tabla A1.9 Costos por equipo de los sistemas alternativos para la práctica de índice de refracción.

Ahora, considerando que un grupo en general se divide en cuatro equipos, y que estos equipos trabajen la misma mezcla binaria, el costo por grupo, incluyendo la sacarosa, será el que se presenta en la Tabla A1.10. Por supuesto que no todos los equipos en un grupo tienen que trabajar con la misma mezcla binaria, así el costo total de un grupo dependerá de la mezcla que se trabaje.

Sistema	Costo por equipo	Costo por grupo
Acetona/Metanol	\$ 27.89	\$ 111.58
Agua/Acetona	\$ 21.77	\$ 87.09
Agua/Metanol	\$ 21.27	\$ 85.08

Tabla A1.10: Costo total para la practica de índice de refracción en términos de las distintas mezclas binarias.

Los precios son reales al tiempo de realizar este estudio. Los costos [15] se estimaron el día 29 de Agosto del 2003, con un tipo de cambio en 11.18 Pesos Mexicanos = 1USD. Solo se contienen costos por reactivos y no se consideran ni los costos de equipo y material de laboratorio ni se estiman otras cantidades como las horas hombre invertidas en la realización de la práctica o la posibilidad de datos erróneos que obliguen a repetir ciertas partes de la práctica con efecto en el costo. Además tampoco se cotiza la acetona empelada para la limpieza del equipo, por ser proporcionada por el estudiante.

MIGRACIÓN A MICROESCALA DE PRÁCTICA I

Introducción

Presentamos la primera práctica desarrollada a microescala. La propuesta de trabajo a microescala busca que el alumno aprenda a trabajar con una cantidad menor de reactivos y/o solventes, sin cambiar los objetivos de la práctica y sin que los resultados experimentales se vean afectados por estos cambios. Discutimos de nuevo algunos puntos de la versión a microescala de la práctica, en especial estamos interesados en demostrar que los resultados experimentales no se verán afectados.

Como se ha comentado en la introducción de esta Tesis, el trabajo a microescala obliga a un mayor cuidado en el manejo de muestras pues los errores relativos son mayores al disminuir las cantidades de reactivo usadas en la experimentación.

Presentación al estudiante

La práctica se presenta al estudiante en un formato coherente con todo el manual, y se distingue del formato actual por las sugerencias de trabajo agregadas, que deberían seguirse para garantizar la reproducibilidad de los resultados. Al trabajar con cantidades

tan pequeñas de reactivos los riesgos a la salud casi desaparecen, pero recomendamos que los estudiantes las entiendan su toxicidad y las reglas de seguridad incluyéndolo como parte de su cuestionario previo.

Tiempo de realización de la práctica

El tiempo promedio de realización de la practica fue de: 3 horas y 30 minutos. El incremento se debe a que se debe tener más cuidado al preparar las mezclas binarias pues los volúmenes son más pequeños, y el error se incrementa si no se trabaja con precaución.

Material

En esta propuesta a microescala, el material que se presenta es el mejor que tenemos en el laboratorio hasta el momento. Al realizar la migración a microescala se encontraron limitaciones en la cantidad de material: no hay suficientes matraces Erlenmeyer de 25 mL ni suficientes matraces aforados de 10 y 5 mL, imprescindibles para la curva de sacarosa a microescala. Claro que el material se puede modificar para reducir el tiempo de trabajo. Por ejemplo usar viales y gradillas adecuadas al tamaño de los viales.

Reactivos

Respecto a los reactivos, solo cambia la cantidad empleada. Ahora cada equipo necesitará entre 5 y 10 mL de acetona (para limpieza del refractómetro), 1 mL de metanol, 1 mL de acetona, un sistema formado por 3.5 mL del compuesto A y 3.5 mL del compuesto B y 5 g de sacarosa.

De nuevo, creemos que la mezcla binaria agua/acetona es el más recomendable ya que esta tesis aporta resultados reales reproducibles para este sistema. Proponemos que las mezclas binarias opcionales sean las mismas que en la práctica actual (ver Tabla A1.1). Las mismas recomendaciones que se han dado para la preparación de las soluciones de sacarosa son válidas cuando se trabaja a microescala.

Confiabilidad y Reproducibilidad de los resultados

La confiabilidad de los resultados se cotejaron directamente con los reportados en la literatura para sustancias puras, aun cuando se pueden comparar con los obtenidos al realizar la práctica en su formato actualizado. De acuerdo a nuestra metodología de trabajo la práctica se ensayo tres veces para constatar la reproducibilidad de nuestros resultados. Seguimos la presentación sugerida al estudiante, esto es, primero presentamos los resultados para sustancias puras, luego los obtenidos para la mezclas binarias y finalmente los obtenidos para las soluciones de sacarosa.

1) Sustancias puras

La Tabla M1.1 muestra los resultados para compuestos puros, el promedio de los ensayos y sus valores reportados. Un análisis estadístico más complejo no es justificable para una población de tres ensayos, por supuesto a microescala se pueden realizar un mayor numero de ensayos, por que son mínimas las cantidades de reactivos, pero al demostrar su reproducibilidad se consideró innecesario un mayor número de ensayos.

	η , ensayo 1	η , ensayo 2	η , ensayo 3	η , promedio	η , reportado[13]
Acetona	1.3560	1.3570	1.3560	1.3563	1.3590
Agua	1.3300	1.3290	1.3300	1.3297	1.3330

Tabla M1.1: Índice de refracción experimental (microescala) para los componentes puros, T = 20 °C.

Al igual que en la práctica tradicional, los resultados a microescala muestran que el índice de refracción medido es comparable con el reportado hasta la segunda cifra significativa, esto refuerza nuestra opinión acerca de que el equipo tendría que calibrarse para ganar mayor precisión, claro que también debemos considerar que este error es parte del error experimental.

A partir de los promedios de estos resultados para compuestos puros y de sus densidades, se calculó la Refracción Especifica (R_s , cm^3/g), Refracción Molar (R_M , cm^3/g) y Polarización (α), con las ecuaciones dadas anteriormente. La Tabla M1.2 contiene los resultados y muestra también los valores calculados a partir del índice de refracción reportado.

	Experimentales (microescala)			Calculado a partir de η reportado [13]		
	R_S	R_M	$\alpha \times 10^{-24}$	R_S	R_M	$\alpha \times 10^{-24}$
Acetona	0.2887	16.1880	6.4173	0.2805	16.2900	6.4578
Agua	0.2045	3.6833	1.4601	0.2065	3.7204	1.4749

Tabla M1.2: Refracción Específica (R_S , cm^3/g), Refracción Molar (R_M , cm^3/mol) y Polarización (α , cm^3) para los componentes puros, $T = 20^\circ\text{C}$.

Es interesante observar que los resultados de la práctica a microescala producen valores ligeramente mejores para estas propiedades que aquellos de la práctica en su formato actual.

2) Mezclas binarias.

Al igual que en la práctica tradicional, los ensayos se efectuaron el mismo día y manteniendo la temperatura en 20°C . La Tabla M1.3 muestra las lecturas del índice de refracción de los componentes puros y de las mezclas binarias para el sistema acetona/agua, se incluyen también los promedios calculados sobre los tres ensayos.

	η , ensayo 1	η , ensayo 2	η , ensayo 3	η , promedio
Acetona	1.3560	1.3570	1.3560	1.3563
a	1.3610	1.3610	1.3610	1.3610
b	1.3620	1.3620	1.3620	1.3620
c	1.3610	1.3610	1.3610	1.3610
d	1.3570	1.3570	1.3570	1.3570
e	1.3540	1.3530	1.3540	1.3537
f	1.3490	1.3490	1.3490	1.3490
g	1.3460	1.3460	1.3430	1.3450
h	1.3390	1.3420	1.3410	1.3407
i	1.3330	1.3350	1.3360	1.3347
Agua	1.3300	1.3290	1.3300	1.3297

Tabla M1.3: Índice de refracción experimental (microescala) para el sistema acetona/agua, $T = 20^\circ\text{C}$.

Para conocer la composición de las mezclas consultar el formato de la práctica que se encuentra al final de este capítulo.

3) Soluciones de azúcar (sacarosa).

Anteriormente ya explicamos la importancia del índice de refracción para determinar el contenido de azúcar de una solución y el uso de los grados Brix. Ahora mostramos los resultados a microescala de la curva patrón para las soluciones de sacarosa, estos se presentan en la Tabla M1.4.

% W/V	η , ensayo 1	η , ensayo 2	η , ensayo 3	η , promedio
50	1.4050	1.4060	1.4060	1.4057
40	1.3935	1.3970	1.3960	1.3955
30	1.3780	1.3790	1.3785	1.3785
20	1.3585	1.3630	1.3630	1.3615
10	1.3495	1.3480	1.3475	1.3483
5	1.3405	1.3405	1.3400	1.3403

Tabla M1.4: Índice de refracción experimental (microescala) a para soluciones de sacarosa en agua, T = 20 °C

Los Grados Brix para los tres ensayos anteriores y su valor promedio se presentan en la Tabla M1.5. Las desviaciones entre la escala Brix y los valores de la concentración de la solución (que deberían ser los mismos) las hemos discutido con anterioridad, vimos que el método de preparar las soluciones por diluciones sucesivas introduce errores por la pérdida de muestra, por ello de nueva cuenta se recomienda que en esta parte de la práctica las soluciones se preparen por grupo, tomando el reactivo directamente del frasco para cada concentración.

% W/V	ensayo 1	ensayo 2	Ensayo 3	Promedio	% Error relativo
50	33.50	30.00	33.50	32.33	35.34
40	27.50	25.50	27.50	26.83	32.93
30	21.50	19.50	21.15	20.72	30.93
20	14.50	10.25	15.00	13.25	33.75
10	7.50	6.50	9.50	7.83	21.7
5	4.00	4.90	4.50	4.47	10.06

Tabla M1.5: Grados Brix para soluciones de sacarosa en agua, preparadas tomando el reactivo directamente del frasco, T = 20 °C.

Hoja de Cálculo

Anteriormente realizamos la evaluación de la hoja de calculo [14] con los resultados en su formato actual, y ahora lo hacemos con los promedios de los resultados obtenidos a microescala. Esta hoja de calculo se encuentra en el apéndice. El manejo de esta hoja no presenta ningún cambio en cuanto a su diseño para microescala, por lo que las consideraciones en su manejo son las mismas.

Costos

Como es de esperarse, los costos al trabajar en escala micro disminuyen de manera proporcional a la disminución en las cantidades de reactivos. Así, la práctica en microescala es cinco veces más económica que la práctica tradicional. Los costos totales para los distintos sistemas que se pueden trabajar en esta práctica se muestran en la Tabla M1.6. Los precios [4] se estimaron el día 29 de Agosto del 2003, con el tipo de cambio en 11.18 Pesos Mexicanos =1USD.

Sistema	Costo por equipo		Costo por grupo	
Acetona/Metanol	\$	5.58	\$	22.32
Agua/Acetona	\$	4.35	\$	17.42
Agua/Metanol	\$	4.25	\$	17.02

Tabla M1.6: Costo total para la practica de índice de refracción en términos de las distintas mezclas binarias.

Formato final de la Práctica

Como no queremos limitar nuestra evaluación hemos decidido presentar en el final de este capítulo dos versiones de la práctica, una para la práctica actualizadas en escala normal y otro para la práctica a escala micro.

Conclusiones

La evaluación metodológica de esta práctica nos ha llevado a proponer cambios importantes en el formato que el alumno lee en su manual, el nuevo formato se puede consultar en el Apéndice de esta Tesis.

Los resultados para las sustancias puras indican que coinciden con los datos reportados hasta la segunda cifra significativa y, aunque son ligeramente mejores cuando trabajamos a microescala, se concluye que el refractómetro debería ser calibrado.

La evaluación del trabajo con las soluciones de sacarosa nos permitió encontrar un inconveniente importante en el procedimiento experimental, por lo cual sugerimos que no se trabaje con el método de diluciones sucesivas al preparar estas soluciones, sino que se preparen por grupo con reactivo tomado directamente del frasco.

Dado que el trabajo a microescala no afecta la calidad de las mediciones, consideramos muy conveniente, que en adelante esta práctica se trabaje en escala micro. Por supuesto es necesario adquirir material adecuado y suficiente, como mencionamos en su momento el material que aparece en los formatos de la práctica es el más adecuado dentro de lo que hoy cuenta el laboratorio.

ÍNDICE DE REFRACCIÓN DE SUSTANCIAS PURAS Y MEZCLAS BINARIAS. CONCEPTOS Y APLICACIONES

Introducción

El índice de refracción (n), la refracción específica (R_s), la refracción molar (R_M) y la polarización (α) son indicadores de la manera en la cual una molécula interacciona con la luz. En la práctica se estudia la dependencia del índice de refracción con la concentración y se discute la dependencia con la temperatura, presión y longitud de onda de la luz incidente. Se realizan mediciones de esta variable para caracterizar líquidos a partir de sus valores de refracción específica y polarización, y para determinar la composición de mezclas.

Objetivos

1. Comprender los conceptos de índice de refracción, refracción molar y polarización.
2. Familiarizarse con el funcionamiento y manejo del refractómetro de Abbe.
3. Construir curvas patrón del índice de refracción versus concentración para una mezcla binaria.
4. Determinar la composición de mezclas binarias a partir de mediciones de su índice de refracción.

Investigación Previa

1. Explicar el fenómeno de refracción y definir el índice de refracción. Explicar la relación entre el índice de refracción y la longitud de onda de la luz utilizada para su determinación.
2. Explicar el funcionamiento del refractómetro de Abbe.
3. Discutir si el índice de refracción con la temperatura y la presión para líquidos y gases.
4. Explicar cómo se calcula la fracción mol de los componentes de una solución a partir de datos de densidad.
5. Discutir la variación del índice de refracción de una mezcla binaria en función de la concentración.
6. Describir como construir una curva patrón de índice de refracción versus concentración, discutir su utilidad.

7. Explicar qué es y cómo se calcula la refracción específica y la refracción molar.
8. Investigar los valores de refracción específica para los compuestos puros (agua, acetona y metanol) o calcularlos a partir del índice de refracción de estas sustancias.
9. Definir la polarización de una molécula. Investigar la relación entre la polarización y la refracción molar.
10. Mencionar algunas aplicaciones de la medición del índice de refracción y/o de refracción molar en investigación y en la industria.
11. Incluir como parte de la Investigación Previa las medidas de seguridad para el manejo de los reactivos usados en esta práctica.

Material, Equipo y Sustancias

Material	Equipo	Sustancias
4 vasos de precipitados de 50 mL	1 Refractómetro de Abbe	<u>10 mL de acetona (para</u>
1 Pipeta graduada de 5 mL	1 Parrilla con agitador	<u>limpieza del refractómetro)</u>
1 Pipeta graduada de 1mL	magnético	25 g de sacarosa
2 Pipetas volumétricas de 1mL		25 mL de acetona
2 Pipetas volumétricas de 2mL		Agua destilada
2 Pipetas volumétricas de 5mL		
9 Matraces Erlenmeyer de 25mL con tapón de hule		Sistemas alternativos Acetona/metanol
1 Matraz aforado de 50mL		Agua/metanol
1 Vidrio de reloj		
1 Pizeta		
2 Goteros de plástico		
2 Perillas (o propipeta)		
<u>Algodón</u>		

Procedimiento Experimental

1. Lavar y secar perfectamente el material.
2. Determinar el índice de refracción de agua, acetona y metanol.
3. Preparar las siguientes mezclas con los solventes A y B, medir el índice de refracción de ellas, usando una o 2 gotas.

MUESTRA	A	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	B
A (mL)	1 gota	4.5	2.0	3.5	1.5	1.0	1.0	1.5	0.5	0.5	0
B (mL)	0	0.5	0.5	1.5	1.0	1.0	1.5	3.5	2.0	4.5	1 gota

4. Registrar el valor de la temperatura de trabajo.
5. Medir el índice de refracción de cada mezcla. Aplicar las muestras con un gotero de plástico y después de la medición, limpiar la superficie del prisma con algodón impregnado de acetona.
6. Preparar por grupo soluciones de sacarosa en agua (W/V) en las siguientes concentraciones: 50% (se disuelven 25 g de sacarosa en agua y se aforan a 50 mL), 40%, 30%, 20%, 10% y 5% w/v.
7. Medir el índice de refracción de cada una de ellas. Tomar las lecturas utilizando ambas escalas del refractómetro, la de índice de refracción y la de % de sacarosa.
8. Medir el índice de refracción de las muestras problemas que se le asignen.

Resultados

Temperatura de trabajo: ____ °C

Sustancia	Agua	Acetona	Metanol
Densidad (g/mL)			

Muestra	A	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	B	Mx	My
η													

Mx y My son las muestras problema de mezclas de componentes A y B

Sacarosa	50%	40%	30%	20%	10%	5%	S1	S2
η								
%								

S1 y S2 son las muestras problema de soluciones de sacarosa

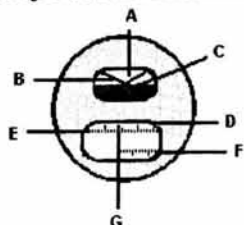
Análisis de Resultados

1. Contrastar los resultados experimentales del índice de refracción para los compuestos puros con los reportados en la literatura.
2. Utilizando los datos de densidad e índice de refracción calcular la refracción específica de los compuestos puros.
3. A partir de la refracción específica calcular la refracción molar y la polarización de los compuestos puros. Discutir cualquier diferencia que hubiera con los valores reportados o con los calculados a partir del índice de refracción reportado.
4. Utilizando las contribuciones individuales de átomos y enlaces calcular la refracción específica de los compuestos estudiados y comparar con los resultados experimentales.
5. Construir una curva patrón del índice de refracción como función de la fracción mol de uno de los componentes. Incluir los datos de los componentes puros.
6. Explicar por qué no se obtiene una relación lineal.
7. Construir una curva patrón del índice de refracción como función del porcentaje de sacarosa. Sobre esta misma gráfica traza la curva patrón de acuerdo a la escala del refractómetro. Explicar a qué se podrían deber las desviaciones para las soluciones más concentradas.
8. Utilizando las curvas patrón determinar la concentración de las muestras problema M_x , M_y , S1 y S2.
9. ¿Qué variables podrían afectar la medición experimental del índice de refracción?. Discute sobre la forma de controlarlos.
10. ¿Sería posible determinar el índice de refracción de un sólido?

Bibliografía

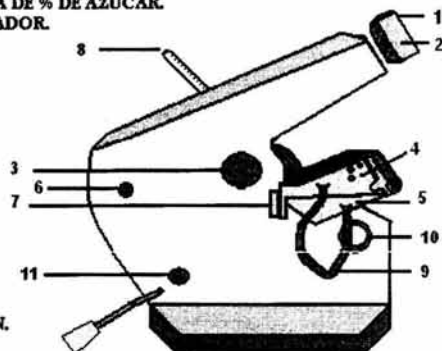
1. Farrington, Daniel, et al. *Curso de Físicoquímica Experimental*. Mc.Graw Hill. 1972.
2. Crockfor. Horace D. et al. *Laboratory Manual of Physical Chemistry*. John Wiley & Sons. 1975.
3. Bettelheim Federick. *Experimental Physical Chemistry*. W. B. Saunders Company. 1971.
4. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, Edición 80, D. R. Lide (Editor), CRC Press, Boca Raton (2000).

Manejo del Refractómetro Abbe.



- A) CAMPO DE MEDICIÓN.
 B) HILOS CRUZADOS.
 C) FRONTERA ENTRE LOS CAMPOS.
 D) CAMPO DE LECTURAS.
 E) ESCALA DE ÍNDICE DE REFRACCIÓN.
 F) ESCALA DE % DE AZUCAR.
 G) INDICADOR.

- 1) OCULAR.
 2) AJUSTE DEL OCULAR.
 3) CONTROL DE DISPERSIÓN (ROTACIÓN DE PRISMAS DE AMICI).
 4) CUBIERTA DEL PRISMA SUPERIOR.
 5) CUBIERTA DEL PRISMA INFERIOR.
 6) CONTROL DE ENCENDIDO.
 7) SEGURO.
 8) TERMOMETRO.
 9) MANGUERA PARA AGUA.
 10) ENTRADA PARA LAMPARA DE MEDICIÓN.
 11) ENTRADA PARA LA LAMPARA DE ILUMINACIÓN.



- A. Conectar el equipo a la corriente eléctrica y la manguera a la toma de agua.
 B. Encender el refractómetro y abrir el agua.
 C. Verificar la temperatura en el termómetro. La temperatura a la que se realiza la práctica se ajusta, manteniendo un flujo constante de agua, ya que el índice de refracción varía significativamente con la temperatura.
 D. Abrir la caja de prismas, girando hacia arriba el prisma superior.
 E. Frotar suavemente los prismas superior e inferior con algodón impregnado de acetona. Dejar secar.
 F. Colocar la muestra en el prisma inferior con un gotero o una pipeta, dejando caer una o dos gotas y sin tocar el prisma con el gotero.
 G. Cerrar la caja de prismas con el seguro.
 H. Observar por el ocular el campo de medición.
 I. Si es necesario, girar los prismas de AMICI para eliminar la franja coloreada y hacer que aparezca bien definida la frontera entre los campos luminosos y oscuro.
 J. Girar el botón que se encuentra en la parte derecha del aparato para hacer coincidir la línea divisoria entre los campos con la línea de intersección de los hilos cruzados.
 K. Tomar la lectura del índice de refracción en el campo de lecturas.

- L. Abrir nuevamente la caja de prisma y limpiar estos con algodón impregnado de acetona. Una vez secos cerrar la caja de prismas.
- M. Apagar el aparato y protegerlo del polvo.

ÍNDICE DE REFRACCIÓN DE SUSTANCIAS PURAS Y MEZCLAS BINARIAS. CONCEPTOS Y APLICACIONES

(Trabajo a Microescala)

Introducción

El índice de refracción (n), la refracción específica (R_s), la refracción molar (R_M) y la polarización (α) son indicadores de la manera en la cual una molécula interacciona con la luz. En la práctica se estudia la dependencia del índice de refracción con la concentración y se discute la dependencia con la temperatura, presión y longitud de onda de la luz incidente. Se realizan mediciones de esta variable para caracterizar líquidos a partir de sus valores de refracción específica y polarización, y para determinar la composición de mezclas.

Objetivos

1. Comprender los conceptos de índice de refracción, refracción molar y polarización.
2. Familiarizarse con el funcionamiento y manejo del refractómetro de Abbe.
3. Construir curvas patrón del índice de refracción versus concentración para una mezcla binaria.
4. Determinar la composición de mezclas binarias a partir de mediciones de su índice de refracción.

Investigación Previa

1. Explicar el fenómeno de refracción y definir el índice de refracción. Explicar la relación entre el índice de refracción y la longitud de onda de la luz utilizada para su determinación.
2. Explicar el funcionamiento del refractómetro de Abbe.
3. Discutir si el índice de refracción con la temperatura y la presión para líquidos y gases.
4. Explicar cómo se calcula la fracción mol de los componentes de una solución a partir de datos de densidad.
5. Discutir la variación del índice de refracción de una mezcla binaria en función de la concentración.

6. Describir como construir una curva patrón de índice de refracción versus concentración, discutir su utilidad.
7. Explicar qué es y cómo se calcula la refracción molar y la refracción específica.
8. Investigar los valores de refracción específica para los compuestos puros (agua, acetona y metanol) o calcularlos a partir del índice de refracción de estas sustancias.
9. Definir la polarización de una molécula. Investigar la relación entre la polarización y la refracción molar.
10. Mencionar algunas aplicaciones de la medición del índice de refracción y/o de refracción molar en investigación y en la industria.
11. Incluir como parte de la Investigación Previa las medidas de seguridad para el manejo de los reactivos usados en esta práctica.

Material, Equipo y Sustancias

Material	Equipo	Sustancias
4 Vasos de precipitados de 50 ml	1 Refractómetro de Abbe	<u>5 mL de acetona (para</u>
2 Microburetas graduadas de 1mL		<u>limpieza del refractómetro)</u>
2 Microburetas graduadas de 2mL		5g de sacarosa
1 Pipeta volumétrica de 1mL		5 ml de acetona
1 Pipeta volumétrica de 2mL		Agua destilada
9 Matraces Erlenmeyer de 25mL con tapón de hule		Systemas alternativos:
1 Matraz aforado de 10mL		Acetona/metanol
1 Matraz aforado de 5mL		Agua/metanol
1 vidrio de reloj		
1 Pizeta		
2 Perillas (o propipeta)		
<u>2 Goteros de vidrio</u>		
<u>Algodón</u>		

Procedimiento Experimental

1. Lavar y secar perfectamente el material.
2. Determinar el índice de refracción de agua, acetona y metanol.
3. Preparar las siguientes mezclas con los solventes A y B, medir el índice de refracción de ellas, usando una o 2 gotas. Medir las mezclas en cuanto se preparen.

MUESTRA	A(puro)	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	B(puro)
A (mL)	1 gota	0.1	0.1	0.3	0.2	0.2	0.3	0.7	0.4	0.9	0.0
B (mL)	0.0	0.9	0.4	0.7	0.3	0.2	0.2	0.3	0.1	0.1	1 gota

4. Registrar el valor de la temperatura de trabajo.
5. Medir el índice de refracción de cada mezcla. Aplicar las muestras con un gotero de plástico y después de la medición, limpiar la superficie del prisma con algodón impregnado de acetona.
6. Preparar por grupo soluciones de sacarosa en agua (W/V) en las siguientes concentraciones: 50% (se disuelven 25 g de sacarosa en agua y se aforan a 50 mL), 40%, 30%, 20%, 10% y 5% w/v.
7. Medir el índice de refracción de cada una de ellas. Tomar las lecturas utilizando ambas escalas del refractómetro, la de índice de refracción y la de % de sacarosa.
8. Medir el índice de refracción de las muestras problema que se le asignen.

Resultados

Temperatura de trabajo: ____ °C

Sustancia	Agua	Acetona	Metanol
Densidad (g/mL)			

Muestra	A	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7	M8	M9	B	Mx	My
η													

Mx y **My** son las muestras problema de mezclas de componentes A y B

Sacarosa	50%	40%	30%	20%	10%	5%	S1	S2
η								
%								

S1 y S2 son las muestras problema de soluciones de sacarosa

Análisis de Resultados

1. Contrastar los resultados experimentales del índice de refracción para los compuestos puros con los reportados en la literatura.
2. Utilizando los datos de densidad e índice de refracción calcular la refractividad molar de los compuestos puros.
3. A partir de la refracción molar calcular la refracción específica y la polarización de los compuestos puros. Discutir cualquier diferencia que hubiera con los valores reportados o con los calculados a partir del índice de refracción reportado.
4. Utilizando las contribuciones individuales de átomos y enlaces calcular la refractividad específica de los compuestos estudiados y comparar con los resultados experimentales.
5. Construir una curva patrón del índice de refracción como función de la fracción mol de uno de los componentes. Incluir los datos de los componentes puros.
6. Explicar por qué no se obtiene una relación lineal.
7. Construir una curva patrón del índice de refracción como función del porcentaje de sacarosa. Sobre esta misma gráfica traza la curva patrón de acuerdo a la escala del refractómetro. Explicar a qué se deben las desviaciones para las soluciones más concentradas.
8. Utilizando las curvas patrón determinar la concentración de las muestras problema M_x , M_y , S1 y S2.
9. ¿Qué variables podrían afectar la medición experimental del índice de refracción?. Discute sobre la forma de controlarlos.
10. ¿Sería posible determinar el índice de refracción de un sólido?

Bibliografía

1. Farrington, Daniel, et al. Curso de Físicoquímica Experimental. Mc.Graw Hill. 1972.
2. Crockfor. Horace D. et al. Laboratory Manual of Physical Chemistry. John Wiley & Sons. 1975.
3. Bettelheim Federick. Experimental Physical Chemistry. W. B. Saunders Company. 1971.
4. CRC Handbook of Chemistry and Physics, Edición 80, D. R. Lide (Editor), CRC Press, Boca Raton (2000).

Manejo del Refractómetro Abbe

El manejo del refractómetro Abbe es el que se presenta en el formato actual para esta práctica

Capítulo 3

EVALUACIÓN METODOLÓGICA DE LA PRÁCTICA 2

Introducción

Esta es la segunda práctica enfocada a que el estudiante desarrolló habilidades para medir las propiedades de sustancias puras. Ahora corresponde el turno a la densidad. Es importante el estudio de esta propiedad por que se utiliza como un parámetro indicativo de pureza de algunas sustancias líquidas (soluciones o suspensiones).

Presentación al estudiante

Al evaluar la presentación al estudiante se consideró, que el cambio de título de “Densidad” por el de “Densidad de líquidos conceptos y aplicaciones”, ya que el nuevo es más informativo que el anterior.

Los objetivos primero y tercero mantienen su redacción, pero el segundo se amplía, considerando que comprender el principio físico en el que se basan los métodos para determinar la densidad de los líquidos es importante.

En la investigación previa se ha cambiado la redacción de las preguntas y por consistencia se agregó la investigación de propiedades y toxicidad de las sustancias a manejar en la práctica.

Por consistencia, la lista de material se presenta ahora en un formato similar al de la Práctica 1.

El procedimiento experimental se redactó de nuevo, y se omitieron las diversas notas incluyéndolas como puntos del procedimiento. Igualmente importante es que el procedimiento experimental se ajuste al trabajo que se puede realizar durante la práctica. Por lo cual se incluye un punto adicional para que el profesor determine, de forma demostrativa, la densidad usando la balanza Mohr–Westphal.

Tiempo de realización de la práctica

El tiempo promedio de realización de la práctica fue de 2 horas, pero el tiempo para un grupo depende de factores difíciles de evaluar. Entre ellos, la habilidad de los

estudiantes, organización interna de los equipos, organización del grupo para pesar sus muestras (solo hay tres balanzas analíticas en los dos laboratorios, y es lógico pensar no hay un solo grupo trabajando), se recomienda que el maestro vigile las actividades para terminar a tiempo. Asimismo, el maestro de laboratorio debería planear y dedicar no más de 30 minutos a la explicación de la práctica y a mostrar como se usa la balanza Mohr–Westphal.

Material

El material utilizado para esta práctica es el adecuado, la lista se presenta en el formato final de la práctica. La lista de material es por equipo, y el laboratorio puede proveer, sin ningún problema material para que un grupo de cuatro equipos trabajen simultáneamente. Es muy conveniente que las balanzas analíticas sean previamente calibradas.

El laboratorio cuenta con una sola balanza completa de Mohr–Westphal así que consideramos que la parte del uso de la balanza sea demostrativa. Respecto a los hidrómetros hacemos ver que el laboratorio cuenta con 7 hidrómetros para diversos usos entre ellos: °A.P.I, °Brix, peso específico, densímetros para líquidos ligeros y para líquidos pesados; con base en esto creemos conveniente que se empleen de acuerdo al criterio del profesor de laboratorio, aunque se han agregado recomendaciones de uso en el desarrollo de la práctica.

Reactivos

En esta práctica, cada equipo necesitará 35 mL de etanol y 35 mL de una muestra problema. La Tabla A2.1 muestra una lista de solventes, cualquiera de estos puede usarse como muestra problema en las determinaciones con el picnómetro y la balanza Mohr–Westphal. En la misma Tabla A2.1 presentamos productos comerciales a los que se les determinaría la densidad utilizando el hidrómetro adecuado.

Picnómetro/Balanza Mohr-Westphal	Hidrómetro
Acetona	Miel Caro®
Benceno	Diesel
Cloroformo	Vinagre blanco
Propanol	

Tabla A2.1: Muestras problema y productos comerciales utilizados en la práctica.

Confiabilidad y reproducibilidad de los resultados

Para probar la confiabilidad de los resultados se cotejaron con los reportados en la literatura [13]. Además se realizaron tres determinaciones de la propiedad para cada muestra utilizando el mismo picnómetro. Con el fin de confirmar la reproducibilidad de las mediciones se realizaron tres ensayos de la práctica utilizando distinto picnómetro. En la Tabla A2.2 se reportan los resultados de las masas medidas en cada determinación con sus promedios correspondientes para cada ensayo de la práctica. Al igual que en la práctica 1, un análisis estadístico mas exhaustivo resulta innecesario por el tamaño de la población (3 experimentos).

Picnómetro	Masa 1	Masa 2	Masa 3	Masa Prom.
Ensayo 1				
Seco	16.8790	16.8710	16.8739	16.8746
Agua	26.8046	26.8060	26.8099	26.8068
Etanol	24.7443	24.7460	24.7358	24.7420
Ensayo 2				
Seco	16.4651	16.4581	16.4618	16.4617
Agua	26.6073	26.6099	26.6026	26.6066
Etanol	24.4973	24.5282	24.4769	24.5008
Ensayo 3				
Seco	17.1855	17.1885	17.1843	17.1861
Agua	27.1270	27.0945	27.1050	27.1088
Etanol	25.0217	25.0179	25.0238	25.0211

Tabla A2.2: Masas (g) medidas en los tres ensayos (T = 19 °C).

Los tres ensayos se realizaron el mismo día, la temperatura no varió durante los tres ensayos de 19 °C. Así, en el trabajo normal de un grupo pensamos que no habrá

variaciones significativas de temperatura a lo largo de toda la sesión experimental. Sin embargo los estudiantes deben registrar este dato.

A partir de los pesos promedios de obtenidos para la masa del sistema, se puede calcular el volumen del picnómetro. Se resta el peso promedio del picnómetro seco al peso promedio del picnómetro con agua y se divide este resultado entre la densidad reportada para el agua a la temperatura de trabajo.

Para calcular la densidad del etanol se usa la masa promedio del etanol, al cual se le resta la masa promedio del picnómetro seco, por último el resultado se divide entre el volumen del picnómetro.

Las ecuaciones para calcular la densidad, densidad relativa y peso específico, fueron tomados de la Enciclopedia de Tecnología Química [13] y no se reportan aquí. Los resultados aparecen en la Tabla A2.3. como puede observarse en los resultados, los valores determinados experimentalmente reproducen los reportados hasta la segunda cifra significativa, desviaciones mas allá de la segunda cifra significativa podrían ser un indicador de la calidad del trabajo experimental realizado por el estudiante.

	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Promedio	Reportado
Volumen Pic. (mL)	9.9478	10.1609	9.7147		
ρ (g/mL)	0.7909	0.7912	0.7884	0.7902	0.7893
ρ_{relativa}	0.7909	0.7912	0.7884	0.7902	0.7893
$W_{\text{esp}}(19\text{ }^{\circ}\text{C})$	0.7921	0.7924	0.7896	0.7914	0.7907
$W_{\text{esp}}(15.5\text{ }^{\circ}\text{C})$	0.7916	0.7920	0.7891	0.7909	0.7894

Tabla A2.3: Valores experimental a T=19 °C para el etanol. Los datos reportados en la literatura corresponden a la temperatura de 20 °C.

Se observan en la tabla A2.3 dos renglones para peso específico, el primero indica el peso específico a la temperatura de trabajo y el segundo se usa como un factor de comparación a la temperatura de 15.5 °C.

No tenemos ningún resultado utilizando el hidrómetro ni de la balanza Mohr-Westphal, porque emplean una gran cantidad de reactivo y además porque el profesor de laboratorio, explicaba el funcionamiento de estos de manera demostrativa.

Hoja de Cálculo

La hoja de cálculo existente [14] se evaluó usando los resultados de los tres ensayos y comparando los resultados que de ella se obtienen entre sí y con los reportados en la literatura, esto nos permitió estar seguros que las formulas contenidas en la hoja están correctamente programadas. El formato de esta hoja de calculo solo se modificó con respecto a la tabla de muestras problema que presenta. Asimismo se incluyeron muestras que pueden ser analizadas con los hidrómetros, como son los que se muestran en la Tabla P2A.T.

El empleo de esta hoja, de la misma manera que en el caso de índice de refracción, resulta sencillo y el código de colores empleado es bastante útil; como antes señalamos, en color azul aparecen los datos ingresados, en rojo los datos tomados de la literatura y que la hoja de Excel necesita para realizar cálculos y también los resultados obtenidos.

En el apéndice se encuentra un ejemplo de la hoja de cálculo para esta práctica. Como hemos trabajado con picnómetros distintos, el ejemplo se presenta para un solo picnómetro.

Costos

El costo estimado por equipo de esta práctica se presenta en la Tabla A2.4. En esta Tabla no aparecen costos para el agua y acetona, la primera por que la suministra la Facultad sin cargo al laboratorio y la segunda por ser proveída por el alumno.

Sustancias	Cantidad	Costos
Etanol	35 mL	\$ 19.78
<i>Costo total de la práctica por equipo</i>		\$ 19.78
<i>Costo total de la práctica por grupo</i>		\$ 79.13

A2.4: Costo para la práctica de densidad, en pesos.

El costo estimado de las muestras problema para esta práctica se presenta en la Tabla A2.5.

Frecuentemente los grupos de laboratorio quedan integrados por cuatro equipos, con esto en mente evaluamos los costos por grupo y los presentamos en la Tabla A2.6. Distintos precios van a resultar de las distintas combinaciones de muestra problema que se utilicen.

Sustancias	Cantidad	Costos
Acetona	35 mL	\$9.41
Cloroformo	35 mL	\$11.80
Propanol	35 mL	\$12.99

Tabla A2.5: Costos de las muestras problema por equipo. Los precios están en pesos.

Los precios [14] se estimaron el día 29 de octubre del 2003, son reales al realizar este estudio pero como los hemos reportado en pesos es claro que cambiarán en función del costo del dólar americano en el país. Como se ve en la Tabla A2.6, trabajando acetona como la muestra problema tiene el menor costo, mientras que trabajando propanol es el más caro. Una manera adicional de reducir costos es utilizando las muestras en varios grupos, aunque esto incrementa el riesgo de contaminación de los reactivos y la falta de reproducibilidad de resultados. Como veremos más abajo la migración a microescala nos da una muy buena opción de ahorro para esta práctica.

Sustancias	Costo por equipo	Costo por grupo
Acetona	\$29.20	\$116.79
Cloroformo	\$31.58	\$126.33
Propanol	\$32.77	\$131.09

Tabla A2.6: Costo total de la práctica de densidad con diferentes muestras problema. Los precios son por grupo.

MIGRACIÓN A MICROESCALA DE PRÁCTICA 2

Introducción

En esta propuesta de trabajo a microescala se pretende que el alumno aprenda a usar un micropicnómetro y a trabajar con cantidades pequeñas de solventes. Como ya discutimos en la práctica 1, cuando se trabaja a microescala el efecto de los errores sobre los resultados puede ser más importante por lo que se tiene que tener un mayor cuidado. Como se discutirá mas adelante, migrar la práctica de densidad a microescala nos dio un ejemplo interesante del tipo de cuidados especiales necesarios para no afectar los resultados.

Presentación al estudiante

El formato que se presenta al estudiante incluye cambios sustanciales en la parte del material y un cambio en el procedimiento experimental que ahorrará tiempo, ambos se discuten más abajo, por lo demás es básicamente el mismo.

Tiempo de realización de la práctica

El tiempo promedio de realización de la practica fue de 2 horas y 30 minutos. La parte mas tardada es el secado del picnómetro que consume de 15 a 20 minutos, pues es necesario que este completamente seco entre una prueba y otra. Una recomendación derivada directamente de este inconveniente es que la determinación por triplicado de la masa del picnómetro seco se realice antes de llenarlo con alguna sustancia.

Otro aspecto que puede tener un efecto importante en el tiempo es la cantidad de balanzas analíticas disponibles por grupo, se recomienda que al menos se usen dos de las tres existentes. El maestro debería advertir de este inconveniente al grupo.

Al igual que cualquier práctica, las habilidades en el manejo del equipo aumentan o disminuyen el tiempo. Sin embargo, creemos que es necesario señalar que el trabajo a microescala podría exigir mayor habilidad para manejar el material, por ello recomendamos supervisión cercana por parte del maestro para terminar a tiempo.

Material

El formato original se modifico sustituyendo el material por el utilizado a microescala. Con el objeto de disponer del material adecuado al momento de realizar esta práctica, se ha propuesto una nueva practica que se lleva el nombre de “Fabricación de un micropicnómetro” (ver Apéndice). Esta nueva práctica no deberá realizarse el mismo día destinado para la práctica de densidad pues no alcanzaría el tiempo. Como se dijo en su momento, debería realizarse el día de la presentación del profesor de laboratorio.

La lista de material adecuado por equipo puede consultarse en el formato de la práctica (Apéndice). El laboratorio puede proveer, sin ningún problema a un grupo de cuatro equipos o más grandes, para trabajar simultáneamente. Sería recomendable que en lugar de usar vasos, como se hizo durante el desarrollo de esta tesis, se usaran viales para contener sus muestras.

Hacemos notar que en esta práctica todo el grupo utilizará y compartirá una o dos balanzas analíticas dependiendo de el laboratorio en que se trabaje .Finalmente, es muy importante resaltar que el manejo del micropicnómetro debe hacerse utilizando un aislante térmico o pinzas, el contacto con las manos puede ocasionar errores importantes en los resultados.

Reactivos

En esta práctica, cada equipo necesitará 3 mL de agua, etanol, agua y de una muestra problema, y 10 mL de acetona. Las muestras, para usar con el picnómetro y para usar con el hidrómetro, son las mismas que propusimos anteriormente, ver Tabla A2.1.

Confiabilidad y reproducibilidad de los resultados

Siguiendo la metodología, y con el fin de constatar la reproducibilidad de los resultados, se realizaron tres ensayos de la práctica trabajando en las mismas condiciones de temperatura. La Tabla M2.1, presenta los resultados obtenidos en el laboratorio y sus promedios. Una población de tres experimentos no justifica un análisis estadístico mas minucioso y los resultados son bastante reproducibles como para pensar en realizar mas ensayos.

Los tres ensayos para esta práctica se realizaron el mismo día y con las mismas condiciones de trabajo por lo que la temperatura fue la misma (20 °C), como

comentamos, creemos que durante una sesión experimental la temperatura no cambiaría mas allá de un par de grados pero es necesario que los estudiantes registren su valor.

Picnómetro	Masa 1	Masa 2	Masa 3	Masa Prom.
Ensayo 1				
Seco	0.7942	0.7949	0.7952	0.7948
Agua	1.5326	1.5329	1.5327	1.5327
Etanol	1.3864	1.3811	1.3805	1.3827
Ensayo 2				
Seco	0.9827	0.9830	0.9827	0.9828
Agua	1.8633	1.8629	1.8632	1.8631
Etanol	1.6610	1.6600	1.6599	1.6603
Ensayo 3				
Seco	0.8587	0.8592	0.8600	0.8593
Agua	1.6099	1.6112	1.6102	1.6104
Etanol	1.4600	1.4599	1.4598	1.4599

Tabla M2.1: Masas (g) medidas en los tres ensayos (T = 20 °C).

El análisis de resultados se hace sobre los valores calculados de la densidad, densidad relativa, y peso específico. Estos se calcularon utilizando la hoja de cálculo, que contiene las ecuaciones para determinar dichas cantidades tal como se describe en la Enciclopedia de Tecnología Química [13]. Los resultados se reportan en la Tabla M2.2. Al igual que en la práctica que no es a microescala, los valores de densidad son reproducibles hasta la segunda cifra significativa.

	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Promedio	Reportado
Volumen Pic. (mL)	0.7393	0.8819	0.7525		
ρ (g/mL)	0.7952	0.7693	0.7981	0.7875	0.7893
$\rho_{relativa}$	0.7952	0.7693	0.7981	0.7875	0.7893
$W_{esp}(19\text{ }^{\circ}\text{C})$	0.7966	0.7706	0.7995	0.7889	0.7907
$W_{esp}(15.5\text{ }^{\circ}\text{C})$	0.7960	0.7700	0.7989	0.7883	0.7894

Tabla M2.2: Valores experimental a T = 19 °C para el etanol. Los datos reportados en la literatura corresponden a la temperatura de 20 °C.

Existen dos pesos específicos, porque el primero es a la temperatura de trabajo y el segundo se usa como factor de comparación a 15.5 °C.

No se tienen resultados del Hidrómetro y ni de la balanza Mohr-Westphal, por la razones explicadas en la Pág. 38.

Es importante añadir que la reproducibilidad de los resultados parece estar fuertemente influenciada por el manejo que se haga del picnómetro. En particular, cuando el picnómetro se maneja con las manos se obtuvieron los resultados reportados en la Tabla M2.3, como se observa, no hay correspondencia con los valores reportados en la literatura. Este error podría deberse al cambio de temperatura ocasionado por el contacto con las manos, que a su vez produciría un cambio en el volumen del micropicnómetro comprometiendo la reproducibilidad de los resultados.

	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Promedio	Reportado
Volumen Pic. (mL)	0.7318	0.7513	0.7516		
ρ (g/mL)	0.8129	0.8176	0.8122	0.8142	0.7893
$\rho_{relativa}$	0.8129	0.8176	0.8122	0.8142	0.7893
$W_{esp}(19\text{ }^{\circ}\text{C})$	0.8142	0.8189	0.8134	0.8155	0.7907
$W_{esp}(15.5\text{ }^{\circ}\text{C})$	0.8137	0.8184	0.813	0.8150	0.7894

Tabla M2.3: Valores experimental para el etanol, en este caso el picnómetro se maneja sin aislante térmico.

Los datos reportados en la literatura corresponden a la temperatura de 20 °C.

Hoja de Cálculo

La utilización de la hoja de cálculo existente [14] para esta práctica tiene la ventaja de permitir la identificación de posibles errores mientras se realiza la experimentación y no cambia, con respecto a la discutida con anterioridad para esta práctica, cuando se trabaja a microescala. En el apéndice se encuentra un ejemplo de la hoja de cálculo para esta práctica.

Costos

El costo estimado de esta práctica por equipo se presenta en la Tabla M2.4. Si consideramos que un grupo promedio tiene cuatro equipos, el costo es de \$6.52 pesos sin considerar el costo de su muestra problema. Que representa un ahorro de 91.4% respecto de la práctica tradicional.

Sustancias	Cantidad	Costos
Etanol	3 mL	\$ 1.70
<i>Costo total de la práctica por equipo</i>		\$ 1.70
<i>Costo total de la práctica por grupo</i>		\$ 6.78

M2.4: Costo para la práctica de densidad, en pesos.

El costo estimado de las muestras problema para esta práctica se presenta en la Tabla M2.5. De nuevo, los costos son por equipo.

Sustancias	Cantidad	Costos
Acetona	3 mL	\$0.81
Cloroformo	3 mL	\$ 1.01
Propanol	3 mL	\$ 1.11

Tabla M2.5: Costos de las muestras problema por equipo. Los precios están en pesos.

Los precios[15] se estimaron el día 29 de octubre del 2003, son reales al realizar este estudio pero, como ya comentamos, están sujetos a las variaciones de precio del dólar. La Tabla A2.6 muestra que trabajar con acetona como muestra problema produce la combinación más barata, mientras que trabajar con propanol da la más cara.

Sustancias	Costo por equipo	Costo por grupo
Acetona	\$2.50	\$10.01
Cloroformo	\$2.71	\$10.83
Propanol	\$2.81	\$11.24

Tabla A2.6: Costo total de la práctica de densidad con diferentes muestras problema. Los precios son por grupo.

Formato final de la Práctica

Al final de este capítulo aparecen las dos versiones de la práctica, una para la práctica actualizadas en escala normal y otro para la práctica a escala micro.

Conclusiones

A través de nuestro estudio recomendamos que el uso de la balanza de Mohr-Westphal sea de carácter demostrativo. Que los hidrómetros se utilicen para la determinación de la densidad de productos comerciales, para evitar hacer uso de grandes volúmenes de reactivos puros, además para ilustrar su empleo en situaciones reales fuera del laboratorio escolar.

La evaluación metodológica de esta práctica nos ha permitido determinar que los resultados obtenidos para la densidad, tanto en la modalidad actual como en la de microescala, reproducen hasta la segunda cifra significativa los valores reportados en la literatura.

Aunque el trabajo a microescala puede consumir mayor tiempo y se necesitan mayores precauciones, es muy recomendable en términos del ahorro de reactivos. También vale la pena señalar que trabajando con cantidades mínimas de solventes los riesgos de accidente disminuyen.

Identificamos y reportamos fuentes posibles de error en la modalidad de microescala, pensamos que una buena supervisión por parte del maestro ayudará al estudiante a desarrollar habilidades que le permitan trabajar con confianza y disminuyan las fuentes de error.

DENSIDAD DE LÍQUIDOS. CONCEPTO Y APLICACIONES

Introducción

La densidad es una propiedad intensiva que se define como el cociente masa/volumen. En tanto que la densidad relativa se define como la relación que existe entre el peso de un volumen de sustancia y el peso del mismo volumen de agua, a una temperatura dada. En general se habla de densidad relativa al agua a 4 °C, que se toma como unidad. Puesto que existen varias definiciones y escalas alrededor del concepto de densidad, esta práctica comprende el estudio de dichos conceptos y se extiende a las aplicaciones de esta importante propiedad de la materia.

Objetivos

1. Comprender el concepto de densidad y las diversas formas de expresarla.
2. Conocer los distintos métodos para determinar la densidad de líquidos y el principio físico en el que se basan.
3. Conocer las distintas escalas para expresar la densidad de líquidos.
4. Desarrollar habilidades para medir la densidad.

Investigación Previa

1. ¿Cuál es la diferencia entre propiedades extensivas y propiedades intensivas?
2. Explicar qué es masa, peso, volumen, densidad, densidad relativa y peso específico.
3. Especificar las diferencias entre densidad absoluta y densidad relativa.
4. Describir como se determina la densidad con el picnómetro.
5. Describir como se determina la densidad usando el hidrómetro. Explicar el principio físico en el que se basa y listar los diferentes tipos de hidrómetros con sus escalas en función de su uso.
6. Describir el principio físico en el que se basa la balanza Mohr-Westphal.
7. Investigar como varía la densidad de un líquido con la temperatura.
8. Investigar como varía la densidad de un gas con la temperatura y la presión
9. Investigar como varía la densidad de una mezcla con la concentración.

10. Incluir como parte de la Investigación Previa las medidas de seguridad para el manejo de los reactivos usados en esta práctica.

Material, Equipo y Sustancias

Material	Equipo	Sustancias
1 Picnómetro de 10mL	1 Balanza Mohor-Wesphal	35 mL de etanol
1 pinzas para picnómetro, guantes y pañuelos desechables		5 ml de Acetona
4 vasos de precipitados de 50 mL		35 mL de agua destilada
1 Hidrómetro		35 mL de la muestra
1 termómetro		problema para picnómetro y balanza Mohor-Wesphal:
1 pizeta		acetona, benceno cloroformo o propanol
		Productos comerciales para el hidrómetro: Miel Caro [®] , Diesel y vinagre blanco.

Procedimiento Experimental

1. Lavar y secar perfectamente el material de vidrio.
2. Determinar la masa del picnómetro seco. Se recomienda no tocarlo con las manos, manejarlo con pinzas, guantes desechables y/o pañuelos de papel desechables.
3. Tomar el valor de la temperatura a la cual se trabaja en el laboratorio.
4. Determinar la masa del picnómetro lleno con agua destilada, después la masa del picnómetro lleno con etanol y finalmente con la muestra problema. Verifique que el picnómetro este totalmente seco entre una medición y otra. Es más sencillo secar el picnómetro si se enjuaga con un poco de acetona.
5. Repetir los puntos anteriores tres veces.

6. El profesor explicara de manera demostrativa, como determinar la densidad del agua y del etanol, utilizando la balanza Mohr-Westphal y el hidrómetro. Para el hidrómetro se usan los productos comerciales productos comerciales.

Resultados

Temperatura de trabajo: _____ °C

	Masa	Masa	Masa
	(g)	(g)	(g)
Picnómetro seco			
Picnómetro + agua			
Picnómetro + etanol			
Picnómetro + muestra problema			

Análisis de Resultados

1. Buscar en la literatura la densidad del agua a la temperatura de trabajo.
2. Con el dato anterior, determina el volumen del picnómetro.
3. Determinar la densidad del etanol y de la muestra problema.
4. Comparar los valores de densidad obtenidos para el agua, el etanol y la muestra problema con los encontrados en la literatura.
5. Haciendo la aproximación que la temperatura de trabajo fue de 15.5 °C, determinar la densidad relativa; el peso específico (15.5 °C y temperatura de trabajo); del etanol y sustancia problema.

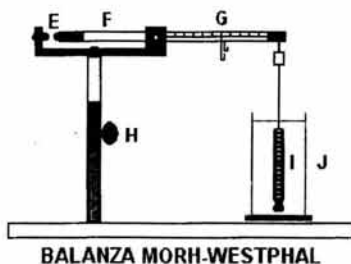
Bibliografía





1. Farrington, Daniel, et al. Curso de Fisicoquímica Experimental. Mc.Graw Hill. 1972.
2. Crockfor. Horace D. et al. Laboratory Manual of Physical Chemistry. John Wiley & Sons. 1975.
3. Bettelheim Federick. Experimental Physical Chemistry. W. B. Saunders Company. 1971.

Manejo del Picnómetro

El picnómetro debe llenarse con las muestras hasta el borde de tal manera que, al ponerle el tapón, su capilar se llene con la muestra, sin permitir la formación de burbujas. Cuando el tapón es colocado una parte de la muestra se desbordará, por lo que el picnómetro debe secarse totalmente por fuera (con pañuelos desechables) antes de pesarse en la balanza analítica.

Manejo de la Balanza Mohr-Westphal

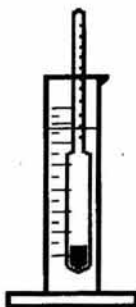


-  A jinetillo (0.1).
-  B jinetillo (0.01).
-  C jinetillo (0.001).
-  D jinetillo (0.0001).
- E fiel (aguja de la balanza).
- F brazo corto.
- G brazo largo.
- H tornillo de ajuste.
- I flotador.
- J vaso.

5. Ajustar la balanza.
6. Colocar la muestra en la probeta.
7. Introducir la plomada en la muestra, cuidando que este completamente cubierta por el líquido.
8. Colocar jinetillos en el brazo de la balanza hasta obtener la lectura adecuada.
9. Anotar la lectura de la densidad.

Manejo del Hidrómetro

HIDROMETRO



- A. Verter la muestra en la probeta para hidrómetro.
- B. Introducir el hidrómetro en la muestra y leer la escala donde coincide el nivel superior del líquido.
- C. Existen hidrómetros para medir diferentes intervalos de densidad, dependiendo de la muestra.

DENSIDAD DE LÍQUIDOS. CONCEPTO Y APLICACIONES.

(Trabajo a Microescala)

Introducción

La densidad es una propiedad intensiva que se define como el cociente masa/volumen. En tanto que la densidad relativa se define como la relación que existe entre el peso de un volumen de sustancia y el peso del mismo volumen de agua, a una temperatura dada. En general se habla de densidad relativa al agua a 4 °C, que se toma como unidad. Puesto que existen varias definiciones y escalas alrededor del concepto de densidad, esta práctica comprende el estudio de dichos conceptos y se extiende a las aplicaciones de esta importante propiedad de la materia.

Objetivos

1. Comprender el concepto de densidad y las diversas formas de expresarla.
2. Conocer los distintos métodos para determinar la densidad de líquidos y el principio físico en el que se basan.
3. Conocer las distintas escalas para expresar la densidad de líquidos.
4. Desarrollar habilidades para medir la y densidad.

Investigación Previa

1. ¿Cuál es la diferencia entre propiedades extensivas y propiedades intensivas?
2. Explicar qué es masa, peso, volumen, densidad, densidad relativa y peso específico.
3. Especificar las diferencias entre densidad absoluta y densidad relativa.
4. Describir como se determina la densidad con el picnómetro.
5. Describir como se determina la densidad usando el hidrómetro. Explicar el principio físico en el que se basa y listar los diferentes tipos de hidrómetros con sus escalas en función de su uso.
6. Describir el principio físico en el que se basa la balanza Mohr–Westphal.
7. Investigar como varia la densidad de un líquido con la temperatura.
8. Investigar como varia la densidad de un gas con la temperatura y la presión

- Investigar como varia la densidad de una mezcla con la concentración.
- Incluir como parte de la Investigación Previa las medidas de seguridad para el manejo de los reactivos usados en esta práctica.

Material, Equipo y Sustancias

Material	Equipo	Sustancias
1 micropicnómetro.	1 Balanza Mohor-Wesphal	5 mL de etanol
1 pinzas para depilar, guantes y pañuelos desechables.		5 ml de Acetona
4 vasos de precipitados de 10ml.		5 mL de agua destilada
1 Picnómetro de 10mL		5 mL de la muestra problema para picnómetro y balanza
1 hidrómetro		Mohor-Wesphal: acetona, benceno cloroformo o
1 termómetro		propanol
2 jeringas de 3 mL con aguja.		Productos comerciales para el hidrómetro: Miel Caro [®] , Diesel y vinagre blanco.
1 pizeta		

Procedimiento Experimental

- Lavar y secar perfectamente el material de vidrio.
- Tomar la masa del picnómetro tres veces seguidas seco. Se recomienda no tocarlo con las manos, manejarlo con pinzas, guantes desechables y/o pañuelos de papel desechables.
- Tomar el valor de la temperatura a la cual se trabaja en el laboratorio.
- Llenar con la muestra a medir, determinar la masa del picnómetro con muestra, vaciarlo y determinar la masa de la misma sustancia nuevamente. Medir tres veces la masa del picnómetro con muestra.
- Es más sencillo secar el picnómetro si se enjuaga con un poco de acetona.

6. El profesor explicara de manera demostrativa, como determinar la densidad del agua y del etanol, utilizando la balanza Mohr-Westphal y el hidrómetro. Para el hidrómetro se usan los productos comerciales productos comerciales.

Resultados

Temperatura de trabajo: ____ °C

	Masa	Masa	Masa
	(g)	(g)	(g)
Picnómetro seco			
Picnómetro + agua			
Picnómetro + etanol			
Picnómetro + muestra problema			

Análisis de Resultados

1. Buscar en la literatura la densidad del agua a la temperatura de trabajo.
2. Con el dato anterior, determina el volumen del micropicnómetro.
3. Determinar la densidad del etanol y de la muestra problema.
4. Comparar los valores de densidad obtenidos para el agua, el etanol y la muestra problema con los encontrados en la literatura.
5. Haciendo la aproximación que la temperatura de trabajo fue de 15.5 °C, determinar la densidad relativa; el peso específico (15.5 °C y temperatura de trabajo); del etanol y sustancia problema.

Bibliografía

1. Farrington, Daniel, et al. Curso de Físicoquímica Experimental. Mc.Graw Hill. 1972.
2. Crockfor. Horace D. et al. Laboratory Manual of Physical Chemistry. John Wiley & Sons. 1975.
3. Bettelheim Federick. Experimental Physical Chemistry. W. B. Saunders Company. 1971.

Manejo del Picnómetro

El micropicnómetro debe llenarse con las muestras hasta el borde con una jeringa de plástico, sin permitir la formación de burbujas. Una parte de la muestra se desbordará, cuando se este llenando por lo que el micropicnómetro debe secarse totalmente (con pañuelos desechables) antes de pesarse en la balanza analítica (ver practica 0).

Nota: El manejo de la Balanza Mohr-Westphal y el Hidrómetro es el mismo que se presente en el formato Actual de esta práctica. Ver Págs. 50 y 51.

Capítulo 4

Evaluación metodológica de la práctica 3

Introducción:

Esta experiencia es la tercera y última del conjunto de prácticas diseñadas para que el estudiante desarrolle habilidades para medir propiedades de sustancias puras y/o mezclas. El estudiante tendrá la oportunidad de medir tiempos de flujo en dos tipos distintos de viscosímetro y a partir de ellos calcular la viscosidad del líquido.

Presentación al estudiante

Por consistencia con las dos prácticas anteriores creemos conveniente que esta práctica se llame “Viscosidad de líquidos conceptos y aplicaciones”, pues como hemos discutido, es bueno que el título de idea clara de la práctica.

En la parte introductoria a la práctica hemos resaltado la importancia de estudiar la viscosidad en aceites, pues el cambio en su tendencia a fluir con la temperatura los vuelve útiles como lubricantes en máquinas sometidas a cambios de temperatura.

Redactamos nuevamente los objetivos, incluimos que el alumno entienda el origen de la viscosidad en términos de la teoría molecular para líquidos, que conozca las unidades en que se expresa la viscosidad, y desarrolle habilidades en el manejo de los viscosímetros.

La investigación previa se redactó nuevamente para contener puntos a discutir antes de su trabajo de laboratorio y que no aparecían antes. Además se incluyó un problema de viscosidad para que el alumno utilice las ecuaciones programadas en la hoja de Excel. Se pide también que se investigue la nomenclatura utilizada en aceites automotrices pues las mediciones en el viscosímetro Saybolt se hacen sobre esta sustancia. Finalmente, el estudiante investigará los riesgos de uso y toxicidad de los solventes utilizados en la práctica.

Tiempo de realización de la práctica

El tiempo promedio de realización de la práctica fue de 3 horas en la parte de trabajo con el viscosímetro Ostwald y 50 minutos en el viscosímetro Saybolt. Aunque la

práctica es sencilla, lo que más consume tiempo es alcanzar el equilibrio térmico entre el baño de temperatura y la sustancia de trabajo.

Para ajustar el tiempo de realización a una sola sesión, tenemos dos recomendaciones: 1) Organizar el trabajo de laboratorio de tal forma que en un grupo con cuatro equipos, el trabajo se reparta asignando un sistema a cada equipo. Por ejemplo de la siguiente forma: agua y metanol, agua y etanol, y aceite; y 2) que para las mediciones con el viscosímetro Saybolt, cada equipo aporte un integrante y se forme un nuevo equipo que trabaje en las mediciones del tiempo de flujo del aceite.

Material

La lista de material modificado se reporta en el formato de la práctica (ver Apéndice 1). Revisamos la cantidad de material existente en el laboratorio y podemos asegurar que se cuenta con el suficiente para que cuatro equipos trabajen simultáneamente.

El laboratorio solo cuenta con dos viscosímetros tipo Saybolt, en cualquier caso solo un equipo (formado por integrantes de todos los equipos habituales) debería trabajar los viscosímetros por cuestiones de tiempo. De esta forma, como se mide el flujo a dos temperaturas distintas se podría reservar un viscosímetro para cada una de las temperaturas.

Reactivos

Respecto a los reactivos que se utilizan en esta práctica, cada equipo necesitara 10 mL de agua, metanol, etanol, acetona (para limpieza del viscosímetro Ostwald), y 200 mL de aceite para motor por equipo.

Estamos conscientes que podría ser muy interesante tener resultados para la serie de alcoholes primarios metanol-etanol-propanol. Sin embargo, los datos reportados en la literatura para las densidades del propanol a distintas temperaturas no cubren las trabajadas en el laboratorio, por lo que no es deseable trabajar con éste. Adicionalmente, aunque largos tiempos de flujo, como el del propanol, disminuyen el error experimental también incrementan el de realización de la práctica por lo cual no recomendamos usar

otros alcoholes a menos que se siga una división de trabajo como la sugerida anteriormente.

Confiabilidad y reproducibilidad de los resultados

Para saber a que grado nuestros resultados son confiables, los comparamos con lo reportado en la literatura [13]. La reproducibilidad se comprobó repitiendo toda práctica en tres veces.

Las temperaturas de trabajo, se mantuvieron constantes durante los tres ensayos, los ensayos se realizaron en tres días distintos, de acuerdo a lo indicado en el formato de la practica.

1) Viscosímetro de Ostwald.

Los solventes que usaron para las mediciones con el viscosímetro de Ostwald fueron: agua, metanol y etanol. Los resultados para estas sustancias, obtenidos en los tres ensayos de la práctica, se muestran en la Tabla A3.1–A3.3.

	Temperatura (°C)	tiempo 1	tiempo 2	tiempo 3	Promedio
Agua	25	70.80	71.10	71.18	71.03
	35	62.65	62.85	62.00	62.50
	45	52.03	52.37	52.15	52.18
Metanol	25	60.93	61.00	60.74	60.89
	35	56.72	56.63	56.87	56.74
	45	50.47	50.69	51.16	50.77
Etanol	25	125.94	125.75	125.80	125.83
	35	104.81	105.37	106.43	105.54
	45	91.13	90.82	90.19	90.71

Tabla A3.1: Tiempos de flujo (s) en función de la temperatura para el agua, metanol, etanol y aceite obtenidos en el ensayo I.

	Temperatura (°C)	tiempo 1	tiempo 2	tiempo 3	Promedio
Agua	25	75.09	75.02	75.60	75.24
	35	63.02	62.22	62.17	62.47
	45	51.75	52.28	52.31	52.11
Metanol	25	63.94	64.69	63.79	64.14
	35	58.38	57.94	56.38	57.57
	45	53.57	51.19	51.16	51.97
Etanol	25	127.93	127.78	127.69	127.80
	35	105.04	105.87	105.99	105.63
	45	91.50	91.78	92.06	91.78

Tabla A3.2: Tiempos de flujo (s) en función de la temperatura para el agua, metanol, etanol y aceite obtenidos en el ensayo 2.

	Temperatura (°C)	tiempo 1	tiempo 2	tiempo 3	Promedio
Agua	25	75.91	75.72	75.88	75.84
	35	62.66	61.84	62.90	62.47
	45	52.81	52.86	51.95	52.54
Metanol	25	62.55	65.19	65.25	64.33
	35	57.81	57.61	57.81	57.74
	45	51.47	52.53	51.55	51.85
Etanol	25	127.93	127.78	127.99	127.90
	35	105.59	105.94	105.51	105.68
	45	91.66	91.10	91.86	91.54

Tabla A3.3: Tiempos de flujo (s) en función de la temperatura para el agua, metanol, etanol y aceite obtenidos en el ensayo 3.

La viscosidad absoluta, dinámica o coeficiente de viscosidad (η), se define como la fuerza por unidad de área necesaria para mantener una unidad de gradiente de velocidad en ángulos rectos a la dirección del flujo entre dos planos paralelos separados por una unidad de distancia [13], sus unidades son los poises (P). El coeficiente de viscosidad relativo al agua se mide comúnmente con el viscosímetro de Ostwald. En la técnica se mide el tiempo (t) requerido para que una cantidad determinada de líquido fluya a temperatura constante, y se utiliza la siguiente fórmula:

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{\rho_1 * t_1}{\rho_2 * t_2} \quad A3.1$$

donde el subíndice 1 identifica al líquido de viscosidad desconocida y 2 el líquido de referencia, en este caso el agua. Lo datos de la viscosidad del agua a diferentes temperaturas se pueden encontrar tabulados en el Manual de Química y Física CRC, pero si no se reporta el dato para la temperatura de trabajo, se puede emplear la siguiente ecuación [13] para el cálculo de la viscosidad:

$$\log \eta = \frac{A}{T} + B \quad A3.2$$

Donde A y B son constantes para una sustancia dada. T es la temperatura en Kelvin y η es la viscosidad.

De igual forma en el Manual de Química y Física CRC se encuentran reportadas las densidades del agua, metanol y etanol a diferentes temperaturas, pero en el caso de que no se encuentre la densidad a la temperatura de trabajo, se emplea un ajuste por mínimos cuadrados de los datos tabulados para obtener una ecuación que describe la variación de la densidad con la temperatura.

La viscosidad cinemática (ν), es la relación de la viscosidad dinámica con la densidad de fluido [13], se reporta en stokes (St) o centistokes (cSt) y se calcula de la siguiente forma:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho_{\text{fluido}}} \quad A3.3$$

En las Tablas A3.4-A3.6 se muestran los resultados obtenidos utilizando la hoja de cálculo, para la viscosidad relativa y la viscosidad cinemática. Para cada ensayo de la

práctica se utilizó un viscosímetro de Ostwald distinto, por ello no se promedian los tiempos de flujo obtenidos.

	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Reportado
T=25 °C				
tiempo (s)	71.03	75.24	75.84	
η (P)				0.009
ν (St)				0.009
T=35 °C				
tiempo (s)	62.50	62.47	62.47	
η (P)				0.008
ν (St)				0.008
T=45 °C				
tiempo (s)	52.18	52.11	52.54	
η (P)				0.006
ν (St)				0.006

Tabla A3.4: Tiempo de flujo experimental, viscosidad absoluta reportada y viscosidad cinemática calculada para el agua a las temperaturas de trabajo.

	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Reportado
T=25 °C, $\rho = 0.7927$ (g/ml)				
tiempo (s)	60.89	64.14	64.33	
η (P)	0.006	0.006	0.006	0.005
ν (St)	0.007	0.008	0.008	0.006
T=35 °C, $\rho = 0.7780$ (g/ml)				
tiempo (s)	56.74	57.57	57.74	
η (P)	0.005	0.006	0.006	0.005*
ν (St)	0.007	0.007	0.007	0.006*
T=45 °C, $\rho = 0.7689$ (g/ml)				
tiempo (s)	50.77	51.97	51.85	
η (P)	0.005	0.005	0.005	0.004*
ν (St)	0.006	0.006	0.006	0.005*

Tabla A3.5: Tiempo de flujo, viscosidad relativa y viscosidad cinemática para el metanol a distintas temperaturas.

*Las viscosidades a estas temperaturas se calcularon extrapolando los datos tabulados a -25, 0 y 25 °C con la ecuación A3.2

	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Reportado
T=25 °C, $\rho = 0.7851$ (g/ml)				
tiempo (s)	125.83	127.80	127.90	
η (P)	0.012	0.012	0.012	0.011
ν (St)	0.016	0.015	0.015	0.014
T=35 °C, $\rho = 0.7764$ (g/ml)				
tiempo (s)	105.54	105.63	105.68	
η (P)	0.010	0.010	0.010	0.009*
ν (St)	0.013	0.013	0.013	0.012*
T=45 °C, $\rho = 0.7677$ (g/ml)				
tiempo (s)	90.71	91.78	91.54	
η (P)	0.008	0.009	0.009	0.008*
ν (st)	0.011	0.011	0.011	0.010*

Tabla A3.6: Tiempo de flujo, viscosidad relativa y viscosidad cinemática para el etanol a distintas temperaturas.

*Las viscosidades a estas temperaturas se calcularon interpolando los datos tabulados a -25, 0, 25, 50 y 75 °C con la ecuación A3.2.

Los resultados obtenidos para las viscosidades relativas tanto del metanol como del etanol son confiables hasta la segunda cifra significativa, como se observa al compararlos con los reportados en la literatura [13]. Y son reproducibles entre los distintos ensayos realizados e independientes del viscosímetro de Ostwald utilizado.

2) Viscosímetro Saybolt.

En las mediciones con el viscosímetro Saybolt, se emplearon muestras de aceite para automóvil de la marca “Súper QHP Premium Motor” del tipo SE HD SAE30 [16] SE corresponde a un aceite que se recomienda para modelos 70–79 de automóviles, según la clasificación del API (American Petroleum Institute); HD significa Heavy Duty, que indica las condiciones de trabajo en las que el aceite conserva sus propiedades; finalmente, SAE30 indica que es un aceite monogrado con 30 grados en la escala de viscosidad establecida por la Society of Automotive Engineers.

La viscosidad Saybolt indica el tiempo que transcurre para fluir 60 centímetro cúbico de aceite por un orificio calibrado. Este resultado se indica como Segundos Saybolt Universales (SSU). Si se opera con aceites de muy alta viscosidad o bajas temperaturas se substituye el orificio calibrado por otro que tiene un diámetro diez veces

mayor. En este último caso el resultado se indica como Segundos Saybolt Furol (SSF). La palabra Furol es una contracción de la frase “fuel and road oil”.

Los viscosímetros del laboratorio son del tipo Saybolt y contienen dos tubos uno calibrado para Saybolt Universal y otro calibrado para Saybolt Furol. El tubo Saybolt Universal se utiliza en la lectura a temperatura alta (210 °F), pues a la temperatura baja el aceite no fluye de manera continua. El tubo Saybolt Furol debe utilizarse a la temperatura baja (100 °F), pues el tiempo de flujo a temperatura alta es muy pequeño y queda fuera del rango de validez de las ecuaciones o tablas para convertir segundos Furol a viscosidad cinemática. El procedimiento experimental se modificó para incluir estas consideraciones.

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla A3.7.

Temperatura	tiempo 1	tiempo 2	tiempo 3	Promedio
100 (°F, Saybolt Furol)	44.82	48.69	47.43	46.98
210 (°F, Saybolt Universal)	72.48	69.87	70.88	71.08
100 (°F, Saybolt Furol)	48.36	45.69	45.63	46.56
210 (°F, Saybolt Universal)	71.02	71.23	71.14	71.13
100 (°F, Saybolt Furol)	46.83	47.40	48.06	47.43
210 (°F, Saybolt Universal)	71.21	70.90	69.19	70.43

Tabla A3.7: Tiempos de flujo (s) en función de la temperatura para el aceite.

Para el cálculo de la viscosidad cinemática en Stokes en un viscosímetro Saybolt con capilar tipo Saybolt Furol se realiza con las siguientes ecuaciones [17]:

$$25 \leq t \leq 40 \quad \nu = 0.00224t - \frac{1.84}{t} \quad \text{A3.4}$$

$$40 < t \quad \nu = 0.216t - \frac{0.60}{t} \quad \text{A3.5}$$

donde t es el tiempo de flujo en segundos.

Finalmente, para calcular la viscosidad cinemática en Stokes un viscosímetro Saybolt con capilar tipo Saybolt Universal se usan las siguientes ecuaciones [17].

$$32 \leq t \leq 100 \quad \nu = 0.00226t - \frac{1.95}{t} \quad \text{A3.6}$$

$$100 \leq t \leq 1000 \quad \nu = 0.00220t - \frac{1.35}{t} \quad \text{A3.7}$$

donde t es el tiempo de flujo en segundos.

La tabla A3.7 muestra los resultados obtenidos para la viscosidad, en centistokes (cSt), del aceite SE HD SAE30, y se compara con el valor reportado en la tabla de propiedades técnicas de este aceite [16].

	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Promedio	Reportado
		T = 100 °F			
tiempo (s, Furol)	46.98	46.56	47.43	46.99	
ν (cSt)				100.2	90.0
		T = 210 °F			
tiempo (s, Universal)	71.08	71.13	70.43	70.88	
ν (cSt)				13.7	11.7

Tabla A3.7: Viscosidad cinemática experimental para el aceite.

Los resultados de los tres ensayos muestran que el experimento es reproducible a ambas temperaturas. Los resultados son confiables con una diferencia de hasta 10.2 cSt.

Hoja de Cálculo

La utilización de la hoja de cálculo existente para esta práctica [14] tiene la ventaja de permitir la identificación de posibles errores mientras se realiza la experimentación. De igual forma que en las anteriores hojas de calculo esta presenta dos colores los cuales sirven para identificar los datos que se ingresan, los que da la máquina y los calculados. Lo que se encuentra en azul es llenado por el alumno, los datos proporcionados por el programa (calculados a partir de fórmulas) y, los resultados obtenidos se presentan en rojo.

En el apéndice se encuentra un ejemplo de la hoja de cálculo para esta práctica. Para agua, metanol y etanol no trabajamos con el promedio sobre ensayos, porque aunque se trabajo bajo las mismas condiciones se usaron viscosímetros diferentes.

Observamos que la hoja de cálculo utiliza la misma nomenclatura para viscosidad relativa y viscosidad cinemática, desde luego esto podría originar confusión entre los

estudiantes, se recomienda que se utilice la nomenclatura del Manual de Química y Física CRC: η para viscosidad relativa y ν para viscosidad cinemática.

Adicionalmente, la hoja de calculo debería dividirse en dos secciones, una para trabajar los datos del viscosímetro Ostwald y otra para los datos del viscosímetro Saybolt. En este último caso también se tienen que reprogramar las ecuaciones para distinguir entre Saybolt Universal y Saybolt Furol pues hasta el momento solo incluyen las primeras. Es conveniente señalar el rango de validez (en segundos) de estas ecuaciones.

Por otro lado, sugerimos que la hoja de calculo grafique automáticamente la variación de la viscosidad con la temperatura, para todas las sustancias trabajadas. Estas graficas incluirían los valores experimentales obtenidos por el estudiante y los reportados en la literatura, con el fin de que el alumno observe claramente la relación entre las variables.

Costo

El costo estimado de esta práctica por equipo y por grupo de cuatro equipos, se muestra en la Tabla A3.8, la cotización no toma en cuenta los costos del agua por ser suministrada por el laboratorio, la acetona que es comprada por el alumno y el aceite que igualmente lo adquiere el estudiante.

Solvente	Cantidad	Costos Pesos
Etanol	10 mL	\$5.65
Metanol	10 mL	\$2.49
<i>Costo total de la práctica por equipo</i>		\$8.14
<i>Costo total de la práctica por grupo</i>		\$32.55

Tabla PA3.8: Costos para la práctica de viscosidad.

Los precios [4] son reales al día que se hizo el estudio y se estimaron el día 29 de octubre del 2003. Como podemos observar en los costos, no creemos que sea necesario

que esta práctica migre a microescala, primero porque no se conoce material adecuado y segundo porque el laboratorio tiene el suficiente material para trabajar la práctica.

Formato final de la Práctica

El formato de la práctica actualizada se presenta después de las conclusiones de este capítulo.

Conclusiones

Para esta práctica encontramos que nuestros resultados con el viscosímetro Ostwald son confiables y reproducibles hasta la segunda cifra significativa. Para el viscosímetro Saybolt son reproducibles y confiables dentro de ~ 10 cSt.

A no ser que se reorganice el trabajo del grupo como hemos sugerido, creemos conveniente que se trabajen solo dos muestras en el viscosímetro de Ostwald (sin usar propanol), ya que esta práctica resulta ser una de las más lentas y complicada en el control de la temperatura.

Por los costos de la práctica y por la carencia de material adecuado esta práctica no fue cambiada a microescala.

VISCOSIDAD DE LÍQUIDOS. CONCEPTOS Y APLICACIONES

Introducción

La viscosidad, es la propiedad de un fluido que tiende a oponerse a su flujo cuando se aplica una fuerza, los fluidos de alta viscosidad presentan una cierta resistencia a fluir; los fluidos de baja viscosidad fluyen con facilidad. La fuerza con la que una capa de fluido en movimiento arrastra consigo a las capas adyacentes del fluido determina su viscosidad, que se mide en un viscosímetro que tiene un orificio de tamaño conocido. El tiempo que tarda en salir una cantidad determinada de líquido a través de un orificio, esta directamente relacionado con su viscosidad.

Mientras que la viscosidad de una sustancia simple se mide con un viscosímetro de Ostwald, la viscosidad de productos derivados del petróleo, como son los aceites lubricantes, se mide con un viscosímetro tipo Saybolt. En particular resulta interesante estudiar las variaciones de la viscosidad en función de la temperatura.

Objetivos

1. Comprender el concepto de viscosidad y familiarizarse con las unidades en las que se expresa.
2. Determinar la viscosidad experimental de algunos líquidos puros y aceites lubricantes.
3. Estudiar la variación de la viscosidad con el cambio de temperatura.
4. Comprender el origen de la viscosidad en términos de la teoría molecular para fluidos.
5. Desarrollar habilidades para medir la viscosidad.

Investigación Previa

1. Investigar cómo se define la viscosidad.
2. Discutir el origen de la viscosidad de acuerdo a la teoría molecular de los fluidos, y la diferencia entre fluidos Newtonianos y no Newtonianos.
3. Investigar la variación de la viscosidad con la temperatura para líquidos y para gases.

- Comentar los diferentes métodos de determinación de viscosidad y el principio en el que se basan. Incluir viscosímetro de Ostwald y viscosímetro de Saybolt.
- Definir la viscosidad absoluta o dinámica, viscosidad relativa, viscosidad cinemática y viscosidad Saybolt (Universal y Furol) y las unidades en que se expresan, cada una de ellas.
- A partir de la ecuación de Poiseville deducir la ecuación para determinar la viscosidad (utilizando un viscosímetro Ostwald).
- Investigar que significa la nomenclatura para designar distintos tipos de aceite (por ejemplo SAE 60).
- Resolver el siguiente ejercicio: La viscosidad del agua es de 1.002×10^{-3} Pa·s a 20 °C, si el agua requiere 120.5 s para desplazarse entre las marcas de un viscosímetro de Ostwald y la acetona requiere 49.5 s ¿Cuál es la viscosidad relativa de la acetona?. ($\rho_{\text{acetona}} = 0.792$ g/mL y $\rho_{\text{agua}} = 0.998$ g/mL, a 20 °C).
- Incluir las medidas de seguridad para el manejo de las sustancias y reactivos utilizados en la práctica.

Equipo, Material y Sustancias

Material	Equipo	Sustancias
1 Soporte universal	1 Parrilla con agitador	<u>10 mL de acetona (para</u>
1 Pinza para bureta	magnético	<u>limpieza del viscosímetro</u>
1 Cronómetro	1 Viscosímetro de Saybolt	<u>Ostwald)</u>
1 Viscosímetro de Ostwald		10 mL de metanol
3 Vasos de precipitados de 50mL		10 mL de etanol
1 Vaso de precipitados de 500mL		Agua destilada
1 Termómetro		200 mL de aceite lubricante
1 Perilla (o propipeta)		

Procedimiento Experimental

- Lavar y secar perfectamente el material de vidrio, utilizar acetona para secar el viscosímetro de Ostwald.

- Colocar el viscosímetro de Ostwald dentro de un baño de agua a temperatura constante (ver manejo del viscosímetro). Es necesario que se cuente con la seguridad de que la muestra dentro del viscosímetro se encuentre en equilibrio térmico con el baño de temperatura constante.
- Hacer mediciones del tiempo de flujo del agua y los alcoholes, a tres temperaturas diferentes (se sugieren 25, 35 y 45° C), repetir cada medición tres veces.
- Utilizando el viscosímetro de Saybolt, hacer mediciones de la viscosidad del aceite a dos temperaturas diferentes (se sugiere 100 y 210 °F). Fijar la temperatura del baño térmico utilizando el termómetro que es parte del equipo. Tomar nota del tipo de tubo que se está utilizando, i.e. Saybolt Universal o Saybolt Furol.

Resultados

Agua	Tiempo 1	Tiempo 2	Tiempo 3
	s	s	s
T= °C			
T= °C			
T= °C			

Metanol	Tiempo 1	Tiempo 2	Tiempo 3
	s	s	s
T= °C			
T= °C			
T= °C			

Etanol	Tiempo 1	Tiempo 2	Tiempo 3
	s	s	s
T= °C			
T= °C			
T= °C			

Aceite	Tiempo 1	Tiempo 2	Tiempo 3
	s	s	s
T= 100 °F			
T= 210 °F			

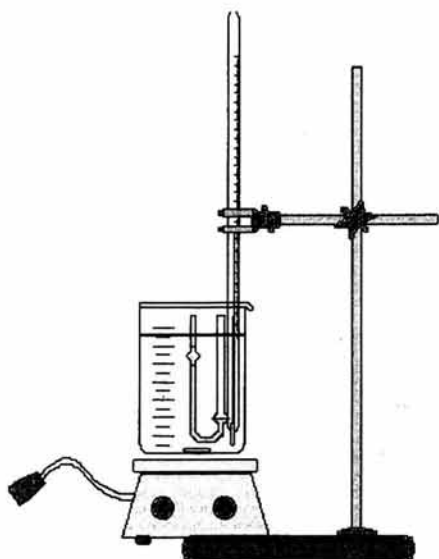
Análisis de Resultados

1. Buscar en la literatura el valor de la viscosidad y densidad del agua a las temperaturas de trabajo.
2. Buscar en la literatura las densidades del metanol y etanol a las temperaturas de trabajo.
3. Con los datos anteriores determina la viscosidad relativa y cinemática del metanol y etanol a cada temperatura.
4. Determinar la viscosidad Saybolt (Universal o Furol, de acuerdo al tubo empleado) del aceite a las dos temperaturas de trabajo.
5. Clasificar los líquidos estudiados como Newtonianos o no Newtonianos.

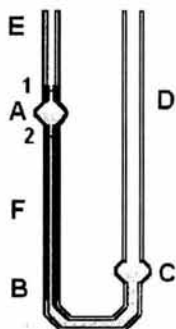
Bibliografía

1. Farrington, Daniel, et al. Curso de Fisicoquímica Experimental. Mc.Graw Hill. 1972.
2. Crockfor. Horace D. et al. Laboratory Manual of Physical Chemistry. John Wiley & Sons. 1975.
3. Maron, H. Samuel y PRUTTON F. Carl. Fundamentos de Fisicoquímica. Limusa. 1975.
4. Levine N. Levine. Fisicoquímica Vol. 1. 4° Ed. Mc Graw Hill. 1996.
5. Normas. ASTM: D445-53, D567 y D446.

Manejo del Viscosímetro de Ostwald



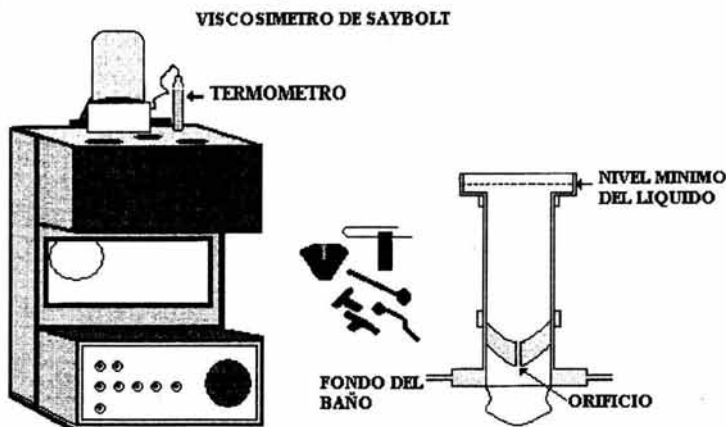
- A) Bulbo superior.
- B) Principio del tubo capilar.
- C) Bulbo inferior.
- D) Extremo grueso.
- E) Extremo delgado.
- F) Tubo capilar.
- 1 y 2 Las marcas.



VISCOSIMETRO DE OSTWALD

- A. Verter la muestra por el extremo grueso del viscosímetro (D), en una cantidad tal que al succionar con la perilla por el extremo delgado del aparato (E), el bulbo superior (A) y el inferior (C) queden a la mitad de su volumen.
- B. Succionar por el extremo delgado (E) con la perilla y obligar al líquido a pasar sobre la marca (1) superior del bulbo (A).
- C. Con el cronómetro, medir el tiempo que tarda la muestra en pasar de la marca superior (1) a la marca inferior (2) de bulbo (A).

Manejo del Viscosímetro Saybolt



- A. Identificar los componentes del viscosímetro Saybolt y observar la diferencia entre el tubo Saybolt Universal y Salybolt Furol.
- B. Activar la agitación y el calentamiento del baño externo (de aceite) del aparato. Ajustar el control de temperatura a la temperatura deseada, con el termómetro que es parte del equipo.
- C. Limpiar y secar perfectamente el tubo Saybolt para el aceite de trabajo.
- D. Poner el tapón correspondiente en el orificio inferior del tubo.
- E. Colocar el aceite de trabajo dentro del tubo Saybolt.
- F. Esperar a que la temperatura de la muestra alcance la del baño exterior.
- G. Situar un recipiente receptor debajo del orificio del tubo Saybolt y destapar el orificio en el mismo instante el que se activa el cronómetro.
- H. Parar el cronómetro en el instante en que deja de fluir el chorro continuo y el aceite empieza a gotear.

**ESTA TESIS NO SALE
DE LA BIBLIOTECA**

Capítulo 5

Evaluación Metodológica Práctica 4

Introducción

En la presente práctica se determina experimentalmente el intercambio de energía, en forma de calor, entre un sistema y sus alrededores, cuando el sistema sufre una transformación física o química. Desde esta práctica y en adelante, los estudiantes estudiarán propiedades termodinámicas y cambios en estas propiedades para soluciones y sustancias puras.

Presentación al estudiante

Presentamos al estudiante un nuevo formato de práctica. Dado que durante la práctica se realizan determinaciones calorimétricas de procesos físicos y químicos, consideramos que el título debería ser “Calorimetría” en lugar de “Termoquímica” pues este último no engloba los procesos físicos. Los objetivos se han redactado de forma tal que sea evidente la aplicación de conceptos estudiados en la clase de teoría a la que el laboratorio corresponde. La redacción del procedimiento experimental se ha corregido con el fin de hacerla más clara. Incluimos una parte nueva en el procedimiento experimental para modificar la preparación de la solución de hidróxido de sodio. Sabemos que el hidróxido de sodio reacciona con el CO_2 disuelto en el agua, esta reacción consume NaOH y hace que la concentración de la solución sea diferente a la que deseamos; para reducir esta fuente de error se siguió la técnica estándar de preparación de hidróxido de sodio. También se le pide al alumno valorar su solución de hidróxido de sodio usando un patrón primario de biftalato de potasio.

Tiempo de realización de la práctica

El tiempo promedio de realización de la practica fue de 3 horas. Como todo el grupo utiliza la misma mezcla, las soluciones pueden ser preparadas por el laboratorista y así ahorrarle tiempo al grupo. La determinación de la constante del calorímetro requiere que el agua caliente utilizada se encuentre a temperatura constante, se recomienda que se ponga a calentar desde el inicio de la práctica y que el control de temperatura de la

parrilla no se lleve al máximo. Desde luego, el tiempo de trabajo para un equipo depende de la habilidad y organización de sus integrantes.

Material

Respecto al material utilizado en esta práctica, encontramos que es el adecuado, aunque se necesita incluir el anillo metálico para el frasco Dewar, la lista completa del material se puede ver en el Formato Final de la Práctica. La lista de material es por equipo, estimamos que el laboratorio cuenta con el suficiente para que cuatro equipos trabajen simultáneamente.

Reactivos

En esta práctica cada equipo necesitará 600 ml de agua destilada, 10 g de NH_4NO_3 , 7 g de NaOH , 4.5 ml de HCl , 20 g de hielo y 2 gramos de biftalato de potasio. Recomendamos que la solución de NaOH se prepare como se ha indicado anteriormente.

Para el estudio del calor de disolución de la sal se incluye como sistema alternativo el NH_4Cl . Para esta sustancia el proceso también es endotérmico (requiere absorber calor para que se lleve a cabo) con un $\Delta H_{\text{dis}} = 14.7 \text{ kJ/mol}$. En caso de usar el NH_4NO_3 , el $\Delta H = 25 \text{ kJ/mol}$.

Confiabilidad y reproducibilidad de los resultados

Para examinar la reproducibilidad de los resultados, se realizaron los tres ensayos de la práctica. En cada ensayo se midieron los cambios de temperatura una sola vez utilizando un calorímetro distinto.

A continuación presentamos el análisis de resultados, siguiendo el orden del informe de un alumno o equipo y, cuando es posible, comparamos nuestros resultados con los reportados en la literatura.

1) Constante del calorímetro

El calorímetro (o vaso Dewar), consiste en un recipiente con doble pared de vidrio entre las que se ha practicado un cierto grado de vacío que disminuye la pérdida de calor. Para conocer la proporción de energía absorbida por el calorímetro, se calcula la constante del calorímetro, K , es:

$$K = (\text{Calor perdido por el agua caliente} - \text{Calor ganado por el agua fría}) / (\text{cambio de temperatura del agua}) [18]$$

Las temperaturas medidas en los tres ensayos y las constantes (**K**) de los tres distintos calorímetros se presentan en la tabla A4.1.

Agua	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
T _{ambiente} (°C)	20.5	20.8	20.9
T _{alta} (°C)	51.0	52.0	53.0
T _{equilibrio} (°C)	34.0	35.0	35.5
Constante del calorímetro			
K (J / K)	108.16	82.26	82.87

Tabla A4.1: Temperaturas medidas para la calibración del calorímetro

2) Calor de disolución

El calor de disolución se define como la cantidad de calor generado por un mol de sustancia disuelta [19]. La Tabla A4.2, nos muestra los resultados obtenidos en los tres ensayos, para el nitrato de amonio. Como se puede observar, los resultados del calor de disolución en los tres ensayos tienen una variación de hasta 2.4 kJ/mol, indicando que son claramente reproducibles. Respecto a la confiabilidad, el valor promediado sobre los tres ensayos esta en buen acuerdo con el valor reportado en la literatura [13 y 20]

NITRATO DE AMONIO	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Promedio	Reportado
m _{NH₄NO₃} (g)	10.0003	10.0180	10.0079		
T _{ambiente} (°C)	20.4	20.3	20.5		
T _{equilibrio} (°C)	15.0	15.2	15.0		
$\Delta H_{\text{disolución}}$ (kJ/mol)	22.7	20.3	22.0	21.7	25.0

Tabla A4.2: Calor de disolución de nitrato de amonio

3) Calor de neutralización

El calor de neutralización es el calor producido al reaccionar un mol de ácido con un mol de base [21]. En la Tabla A4.3, encontramos los valores relevantes para el cálculo del calor de neutralización de ácido clorhídrico con hidróxido de sodio. Los resultados finales del cálculo del calor de neutralización, nos permiten observar que el experimento es reproducible independientemente del calorímetro empleado. El valor promedio sobre

los tres ensayos nos muestra que el resultado del calor de neutralización es confiable como se ve al comparar con el valor reportado en la literatura [14]

NaOH y HCl	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Promedio	Reportado
[NaOH] (mol/L)	0.5	0.5	0.5		
[HCl] (mol/L)	0.5	0.5	0.5		
Vol _{NaOH} (mL)	100	100	100		
Vol _{HCl} (mL)	100	100	100		
T _{amb} (°C)	20.8	20.5	20.6		
T _{equilibrio} (°C)	23.8	23.6	23.4		
$\Delta H_{\text{neutralización}}$ (kJ/mol)	-56.38	-56.04	-52.47	-54.96	-56.07

Tabla A4.3: Análisis de los resultados Calorimetría

4) Calor de fusión

El calor de fusión se define como la cantidad de calor necesaria para transformar una unidad de masa de hielo del estado sólido al estado líquido a la temperatura de fusión del mismo [22]. Los resultados de los tres ensayos aparecen en la Tabla A4.4. Los resultados obtenidos nos muestran que el valor experimental encontrado es reproducible y confiable [14].

HIELO	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Promedio	Reportado
m _{hielo} (g)	20.1755	20.8747	20.1300		
T _{inicial agua} (°C)	52.5	54.0	51.0		
T _{hielo} (°C)	-10	-10	-10		
T _{equilibrio} (°C)	33.4	34.0	34.9		
ΔH_{fus} = kJ/mol	6.07	5.68	5.99	5.91	6.01

Tabla A4.4 : Resultados de la práctica de calorimetría.

Finalmente vale la pena señalar que todos los resultados se obtuvieron con la hoja de calculo [14]. Es necesario mencionar que cada ensayo se realizó con un calorímetro diferente, para simular las mismas condiciones que un grupo enfrentaría al realizar la misma práctica y en todos los casos los valores experimentales reproducen los resultados en la literatura.

Hoja de Cálculo

Como acabamos de mencionar el análisis de resultados se hace con la hoja de calculo [14], por supuesto para los tres ensayos. Este formato fue modificado para que el alumno no trabaje con unidades tan grandes como son los Joules, sino que use los kilo joules.

La hoja de cálculo, que usamos para esta práctica, permite identificar posibles errores mientras se realiza la experimento y agiliza la elaboración de los informes experimentales, reduciendo el manejo numérico de los resultados dando la posibilidad de concentrarse en los conocimientos involucrados. Al igual que en las otras prácticas, esta hoja también maneja dos colores, rojo para datos que nos da la maquina y para los resultados, azul para datos que introducimos.

Vale la pena recordar que aunque el estudiante no tiene acceso a las ecuaciones para calcular la constante del calorímetro, el Δ de disolución, el Δ de neutralización y el Δ de fusión; debe de realizar estos cálculos y verificarlos con la hoja.

En el apéndice se encuentra un ejemplo de la hoja de cálculo para esta práctica. No es posible sacar un promedio de los tres ensayos ya que aunque se trabajaron al mismo día con las misma condiciones de trabajo se emplearon distintos calorímetros, para comprobar que el la práctica es reproducible con distinto material.

Costo

El costo estimado de esta práctica por equipo se presenta en la Tabla A4.5, claro que también consideramos que un grupo ordinariamente esta compuesto por cuatro equipos y la cotización para un grupo como el que señalamos esta indicada en la misma Tabla.

Solvente	Cantidad	Costos Pesos
Ácido Clorhídrico	4.5 mL	\$ 1.83
Hidróxido de sodio	7 g	\$ 5.31
Nitrato de amonio	10 g	\$ 6.86
Biftalato de potasio	2 g	\$ 2.15
<i>Costo total de la práctica por equipo</i>		\$ 16.15
<i>Costo total de la práctica por grupo</i>		\$ 64.59

Tabla A4.5: Costos para la práctica de calorimetría.

De la misma manera consideramos el costo si usamos NH_4Cl . La Tabla A4.6 reporta el costo con esta sustancia por equipo y también por un grupo de cuatro equipos.

Solvente	Cantidad	Costos Pesos
Ácido Clorhídrico	4.5 mL	\$ 1.83
Hidróxido de sodio	7 g	\$ 5.31
Cloruro de amonio	10 g	\$ 5.54
Biftalato de potasio	2 g	\$ 2.15
<i>Costo total de la práctica por equipo</i>		\$ 14.83
<i>Costo total de la práctica por grupo</i>		\$ 59.33

Tabla A4.6: Costos para la práctica de calorimetría.

Estos precios [15] son actuales al momento de finalizar la tesis y se estimaron el día 29 de octubre del 2003.

MIGRACIÓN A MICROESCALA DE PRÁCTICA 4

Introducción

La presente práctica, se migró a microescala con ciertas adecuaciones del material, descritas más adelante. En otras instituciones de educación superior [23] se trabaja con un procedimiento modificado a microescala que asegura reproducibilidad y confiabilidad de resultados.

Presentación al estudiante

Por el momento no tenemos ninguna propuesta de presentación al estudiante porque, solo modificamos algunos materiales y las cantidades de reactivo empleadas sin mayores cambios en el procedimiento experimental.

Tiempo de realización de la práctica

El tiempo total promedio sobre los tres ensayos realizados para esta práctica a escala micro fue de 3 horas, que es similar al tiempo empleado para trabajar a escala normal.

Material

En lugar del frasco Dewar utilizamos un tubo de ensaye dentro de una bola de poliestireno como calorímetro. El material de vidrio utilizado fue el adecuada para manejar cantidades más pequeñas de reactivos.

Reactivos

Las cantidades de reactivos se redujeron un 90%, usando 60 ml de agua destilada, 1 g de NH_4NO_3 , 0.20412 g de NaOH, 0.42 ml de HCL y 2 g de hielo.

Reproducibilidad de los resultados

Para demostrar la reproducibilidad de los resultados, se ensayó práctica a microescala en tres ocasiones.

1) Constante del calorímetro.

La Tabla M4.1 presenta los valores para la constante del calorímetro obtenidos en los tres ensayos. Como se puede observar los resultados obtenidos para la constante del calorímetro indicarían que el calorímetro aporta energía al sistema. Sin embargo este no es el caso puesto que sabemos que el poliestireno es un excelente aislante térmico.

Agua	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
T _{ambiente} (°C)	20.1	20.4	20.6
T _{alta} (°C)	52.0	52.5	52.0
T _{equilibrio} (°C)	39.0	38.5	37.0
K (J / K)	-0.013	-0.009	-0.004

Tabla M4.1: Temperaturas medidas para la calibración del calorímetro

Buscando la razón de estos resultados erróneos observamos que el bulbo del termómetro no queda completamente cubierto cuando trabajamos con muestras de 10 mL de agua. Repetimos la experiencia pero ahora trabajando con muestras de 20 mL de agua, que cubren el bulbo del termómetro sin ningún problema, los resultados para un ensayo se muestran en la Tabla M4.2.

Agua	Ensayo 1
T _{ambiente} (°C)	20.5
T _{alta} (°C)	56.5
T _{equilibrio} (°C)	32.0
K (J / K)	0.094

Tabla M4.1: Temperaturas medidas para la calibración del calorímetro utilizando 20 mL de muestra.

Los resultados anteriores confirman que una vez que el bulbo del termómetro se cubre con la muestra, la constante del calorímetro tiene un valor positivo. Sin embargo, trabajar con 20 mL de muestra no se puede considerar trabajo a microescala por lo cual no continuamos con la migración a microescala de esta práctica. Cabe añadir que si se tuvieran termómetros adecuados en principio no habría ningún problema para trabajar a microescala.

Formato final de la Práctica

Se presenta al final de la discusión a microescala el formato de la práctica actualizada.

Conclusiones

Los resultados obtenidos a escala normal muestran que la práctica es reproducible y confiable. Respecto a la migración a microescala encontramos que hasta el momento el único impedimento es la carencia de termómetro adecuados, pues con los que cuenta el laboratorio no se garantiza la confiabilidad de resultados. Aunque el costo de trabajar a escala normal no es muy elevado se obtendría un ahorro mínimo del 90% al migrar la práctica a escala micro por lo que sería deseable que se adquirieran los termómetros adecuados. Al comparar los costos de la practica actualizada empleando el NH_4NO_3 , y los costos usando NH_4Cl nos damos cuenta que el NH_4Cl es solo un poco barato, que el NH_4NO_3 , lo que involucra un pequeño ahorro.

CALORIMETRÍA

Introducción

En la práctica se estudian tres procesos. Dos procesos físicos y uno químico. Los procesos físicos corresponden a la disolución de la sal y a la fusión del hielo. El proceso químico corresponde a la reacción de neutralización entre un ácido fuerte y una base fuerte. La proporción de energía absorbida por el calorímetro, se conoce como la constante del calorímetro K .

Objetivos

1. Discutir y comprender los conceptos de sistema, alrededores, capacidad calorífica, estado termodinámico, propiedad de estado, propiedad de trayectoria y cambio de estado.
2. Determinar los calores de 1) disolución de una sal, 2) neutralización de un ácido y, 3) de fusión del hielo.

Investigación Previa

1. Investigar los enunciados de la ley cero y la primera ley de la termodinámica, además su relación con la calorimetría.
2. Definir entalpía y la variación de entalpía de un proceso.
3. ¿Cómo se define un proceso exotérmico y uno endotérmico?.
4. ¿Cómo se define la capacidad calorífica?.
5. Investigar cómo se calcula la constante del calorímetro, cómo se determina y para qué sirve.
6. Investigar los métodos para determinar cambios de entalpía durante un proceso. Describir diferentes tipos de calorímetros.
7. Investigar la propiedades y medidas de seguridad para todos los reactivos utilizados en esta práctica.

Material, Equipo Y Sustancias

Material	Equipo	Sustancias
1 soporte universal	1 Parrilla con agitador	100 mL de disolución de HCl
1 aro de metal	magnético	0.5 M
1 frasco Dewar con tapón horadado		100 mL de disolución de NaOH 0.5 M
1 termómetro con precisión de 0.1 °C		10 g de NH_4NO_3 25 g de hielo
1 barra magnética		Agua destilada
1 probeta de 100 mL		
1 vidrio de reloj		
2 vasos de precipitados de 250 mL		
1 espátula		
1 pizeta		

Procedimiento Experimental

1. Constante del calorímetro

Fijar el termómetro en la tapón horadado del frasco Dewar.

En el frasco Dewar colocar, desde una probeta, 100 mL de agua destilada $\text{Vol}(T_{\text{ambiente}})$ a temperatura ambiente. Tapar el frasco y medir la temperatura del agua hasta que ésta permanezca constante (T_{ambiente}).

Calentar 100 mL de agua destilada a una temperatura de alrededor de 50 °C, esperar hasta que la temperatura permanezca constante (T_{alta}) al menos durante cinco minutos. Agregar este volumen de agua $\text{Vol}(T_{\text{alta}})$ al frasco Dewar y tapar el tubo.

Medir la temperatura del sistema cada 30 segundos hasta que permanezca constante ($T_{\text{equilibrio}}$).

2. Calor de disolución

Ahora verter 100 mL de agua destilada $Vol_{H_2O}(T_{ambiente})$ en el frasco Dewar vacío, esperar a que se alcance el equilibrio térmico (aproximadamente 4 minutos) y medir la temperatura ($T_{ambiente}$).

Pesar aproximadamente 10 g de NH_4NO_3 ($M_{NH_4NO_3}$), añadir al frasco Dewar, medir la temperatura del sistema cada 30 segundos hasta que permanezca constante ($T_{equilibrio}$).

3. Calor de neutralización

En el frasco Dewar vacío colocar 100 mL de solución de HCl 0.5 M (Vol_{HCl}), medir la temperatura cada 30 segundos hasta que se alcance el equilibrio ($T_{ambiente}$).

Añadir 100 mL de solución de NaOH 0.5 M (Vol_{NaOH}) a la misma temperatura ($T_{ambiente}$). Tapar el frasco.

Medir la temperatura del sistema en intervalos de 30 segundos hasta que permanezca constante ($T_{equilibrio}$).

4. Calor de fusión

Finalmente en su frasco Dewar vacío agregar 100 mL de agua (Vol_{agua}) destilada a una temperatura de aproximadamente $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ (T_{alta}).

Tomar un cubo de hielo de aproximadamente 20 g y pesarlo en un vidrio de reloj (M_{hielo}). Regresarlo al congelador después de pesar y esperar por 15 minutos. Junto con el hielo, colocar el termómetro dentro el congelador para medir la temperatura (T_{hielo}). Es muy importante que el hielo este a una temperatura por debajo de $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ y que se conozca la cantidad exacta de hielo agregada.

Añadir el hielo al frasco Dewar y medir la temperatura del sistema cada 30 segundos hasta que permanezca constante ($T_{equilibrio}$).

Resultados

1. Constante del calorímetro.

Agua	Vol (T_{ambiente})	Vol (T_{alta})	T_{ambiente}	T_{alta}	$T_{\text{equilibrio}}$
	mL	mL	°C	°C	°C

2. Calor de disolución.

NH_4NO_3	$\text{Vol}_{\text{H}_2\text{O}}(T_{\text{ambiente}})$	M (NH_4NO_3)	T_{ambiente}	$T_{\text{equilibrio}}$
	mL	g	°C	°C

3. Calor de neutralización

NaOH y HCl	[NaOH]	[HCl]	Vol_{NaOH}	Vol_{HCl}	T_{ambiente}	$T_{\text{equilibrio}}$
	mol / L	mol / L	mL	mL	°C	°C

4. Calor de fusión.

Hielo	Vol_{agua}	M_{hielo}	T_{alta}	T_{hielo}	$T_{\text{equilibrio}}$
	mL	g	°C	°C	°C

Análisis de Resultados

1. Buscar en la literatura la densidad del agua a la temperatura ambiente, así como el C_p del agua.
2. Con los datos anteriores y los registrados experimentalmente determinar la constante del calorímetro (Considerar el C_p del agua constante con la temperatura).
3. Calcular los cambios de entalpía de la disolución de NH_4NO_3 en agua.
4. Calcular el calor de neutralización entre HCl y NaOH. En ambos casos considere que la masa de NH_4NO_3 , HCl y NaOH es despreciable en comparación con el agua.

5. Buscar en la literatura el C_p del hielo y con este dato calcular el cambio de entalpía de fusión del hielo, de nuevo considerar el C_p del hielo constante con la temperatura.

Bibliografía

1. Levenspiel Octave. Fundamentos de Termodinámica. Prentice Hall Hispanoamericano S. A. 1997.
2. Crockfor. Horace D. et al. Laboratory Manual of Physical Chemistry. John Wiley & Sons. 1975.
3. Maron, H. Samuel y Prutton F. Carl. Fundamentos de Fisicoquímica. Limusa. 1975.
4. Levine N. Levine. Fisicoquímica Vol. 1. 4° Ed. Mc Graw Hill. 1996.
5. Farrington, Daniel, et al. Curso de Fisicoquímica Experimental. Mc.Graw Hill. 1972.

Capítulo 6

Evaluación Metodológica de la Práctica 5

Introducción

Esta es la quinta práctica, en esta se determina una de las propiedades termodinámicas de una mezcla de dos componentes, el volumen molar parcial. El estudiante preparará soluciones agua/etanol y determinará su densidad experimentalmente. A partir de sus mediciones calculará el volumen molar parcial de los componentes de la mezcla

Presentación al estudiante

En la evaluación se cambió el título “Volúmenes molares parciales” por el de “Volúmenes molares parciales de la mezcla Agua/Etanol”, que contiene más información de lo que se hará durante la experimentación.

Se agregó una introducción para dar un panorama global del tema que se trabaja durante la práctica.

Se incluye un nuevo objetivo para hacer clara la relación entre densidad y volúmenes molares parciales, que aunque se maneja durante la práctica antes se omitía. Se cambió también el cuestionario previo, agregando más preguntas que ayudaran al estudiante a entender mejor el tema.

Tiempo de realización de la práctica

El tiempo promedio de esta práctica fue de 3 horas. El tiempo en esta práctica se puede incrementar si los alumnos no han aprendido a organizarse, aunque para esta práctica esperaríamos que el alumno ya este familiarizado con la determinación experimental de la densidad esto no excluye la posibilidad de cometer errores que le lleven a requerir un mayor tiempo para esta sección de laboratorio. Se recomienda que los equipos se organicen al máximo para utilizar la balanza.

Material

Proponemos, para esta práctica, como el material más adecuado el que se encuentra en el Formato Final de esta práctica, (ver final de este capítulo). El laboratorio cuenta con el material indicado para que grupos de cuatro equipos trabajen sin problemas.

Reactivos

Respecto a los reactivos que se utilizan son 140 mL de etanol, 60 mL de agua y 10 mL de acetona.

Confiabilidad y reproducibilidad de los resultados

Con el formato actual se trabajaron tres ensayos de la mezcla agua/etanol, el mismo día y con semejantes condiciones de trabajo, la temperatura reportada es de 20 °C en el trabajo normal de un grupo esperaríamos que no se den variaciones mayores a dos grados centígrados entre las lecturas de dos equipos distintos, estas variaciones no se consideran importantes para los resultados de la práctica. Los resultados de cada uno las masas de los picnómetros con las distintas muestras en los tres ensayos se encuentran en la Tabla A5. 1.

Agua (mL)	Etanol (mL)	Ensayo 1 Masa (g)	Ensayo 2 Masa (g)	Ensayo 3 Masa (g)
0	0	17.0560	16.9946	16.5872
20	0	27.0560	26.9485	26.7333
15	5	26.7526	26.6808	26.4582
11	9	26.4442	26.3379	26.1738
8	12	25.9784	26.0643	25.8456
6	14	25.8256	25.8215	25.5850
5	15	25.7520	25.6620	25.4670
4	16	25.6399	25.5300	25.3000
3	17	25.4956	25.3653	25.2017
2	18	25.3320	25.2400	25.0557
1	19	25.1678	25.0596	24.8956
0	20	25.0083	24.9194	24.7064

Tabla A5.1: Masas medidas en el picnómetro más la muestra a T = 20 °C.

Para el análisis de resultados de mezcla agua/etanol, empleamos la hoja de calculo titulada “Volúmenes molares parciales” [14].

Los resultados de los tres ensayos se muestran en la Tabla A5.2, A5.3, y A5.4.

V_{agua} (mL)	V_{etanol} (mL)	X_{agua}	X_{etanol}	V_{agua} (mL/mol)	V_{etanol} (mL/mol)
20	0	1.0000	0.0000	17.95	54.36
15	5	0.9060	0.0940	17.92	55.01
11	9	0.7971	0.2029	17.80	55.68
8	12	0.6818	0.3182	17.59	56.29
6	14	0.5793	0.4207	17.31	56.76
5	15	0.5172	0.4828	17.11	57.01
4	16	0.4455	0.5545	16.84	57.25
3	17	0.3619	0.6381	16.48	57.50
2	18	0.2631	0.7369	15.99	57.72
1	19	0.1447	0.8553	15.31	57.89
0	20	0.0000	1.0000	14.34	57.94

Tabla A5.2: Volúmenes molares parciales experimental a $T = 20^\circ\text{C}$ para la mezcla agua / etanol. Ensayo 1

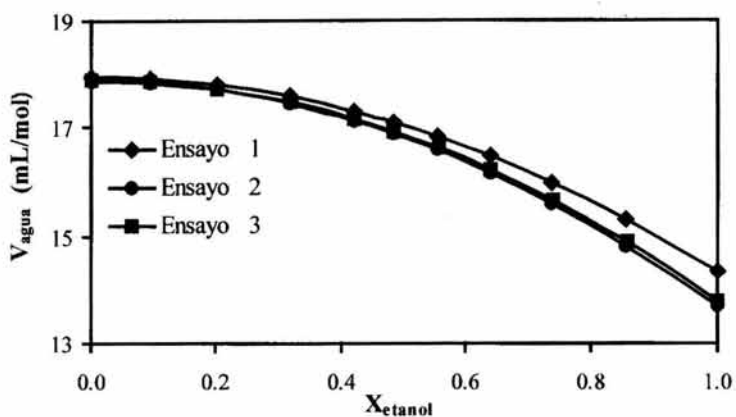
V_{agua} (mL)	V_{etanol} (mL)	X_{agua}	X_{etanol}	V_{agua} (mL/mol)	V_{etanol} (mL/mol)
20	0	1.0000	0.0000	17.87	53.90
15	5	0.9059	0.0941	17.83	54.64
11	9	0.7969	0.2031	17.70	55.42
8	12	0.6815	0.3185	17.45	56.12
6	14	0.5791	0.4209	17.13	56.66
5	15	0.5169	0.4831	16.90	56.94
4	16	0.4452	0.5548	16.59	57.23
3	17	0.3616	0.6384	16.17	57.51
2	18	0.2629	0.7371	15.61	57.77
1	19	0.1445	0.8555	14.82	57.97
0	20	0.0000	1.0000	13.71	58.06

Tabla A5.3: Volúmenes molares parciales experimental a $T = 20^\circ\text{C}$ para la mezcla agua / etanol. Ensayo 2

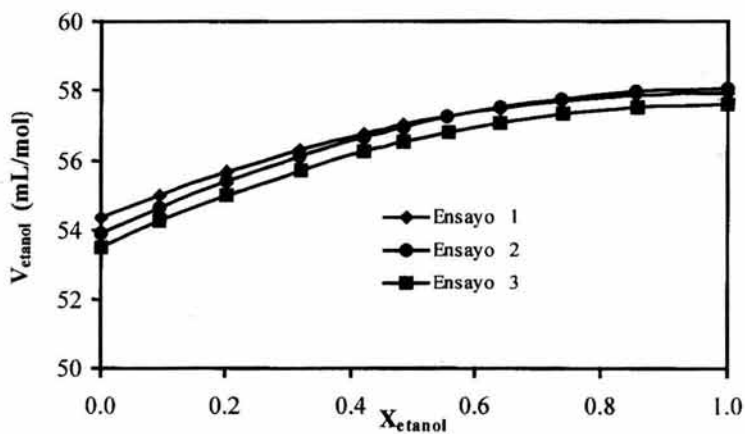
V_{agua} (mL)	V_{etanol} (mL)	X_{agua}	X_{etanol}	V_{agua} (mL/mol)	V_{etanol} (mL/mol)
20	0	1.0000	0.0000	17.89	53.52
15	5	0.9055	0.0945	17.85	54.26
11	9	0.7961	0.2039	17.72	55.02
8	12	0.6804	0.3196	17.47	55.72
6	14	0.5778	0.4222	17.16	56.24
5	15	0.5156	0.4844	16.93	56.52
4	16	0.4439	0.5561	16.63	56.80
3	17	0.3604	0.6396	16.22	57.08
2	18	0.2619	0.7381	15.66	57.33
1	19	0.1439	0.8561	14.89	57.52
0	20	0.0000	1.0000	13.80	57.61

Tabla A5.4: Volúmenes molares parciales experimental a $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ para la mezcla agua / etanol. Ensayo 3

En seguida se muestran las graficas de volúmenes molares parciales del agua y del etanol como función de la fracción mol de etanol para los tres ensayos. Si observamos los diferentes valores de los volúmenes molares parciales de los dos componentes, conforme la composición de la solución se acerca al agua pura o al etanol puro, la propiedad molar parcial se acerca al valor del volumen molar del componente puro, como es de esperarse. Como puede observarse a partir de las gráficas la máxima diferencia en el volumen molar del agua ($X_{\text{etanol}} = 0$) entre los tres ensayos es de 0.6 mL/mol mientras que la diferencia para el volumen molar del etanol ($X_{\text{etanol}} = 1$) entre los tres ensayos es de 0.9 mL/mol. Consideramos que estos resultados muestran que el experimento es reproducible.

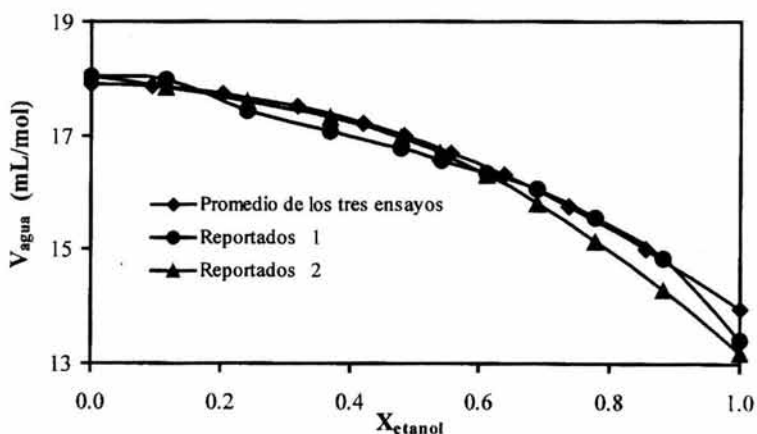


Volumen molar parcial del agua en función de la fracción mol de etanol.
Práctica actualizada. Ensayo 1, 2 y 3.

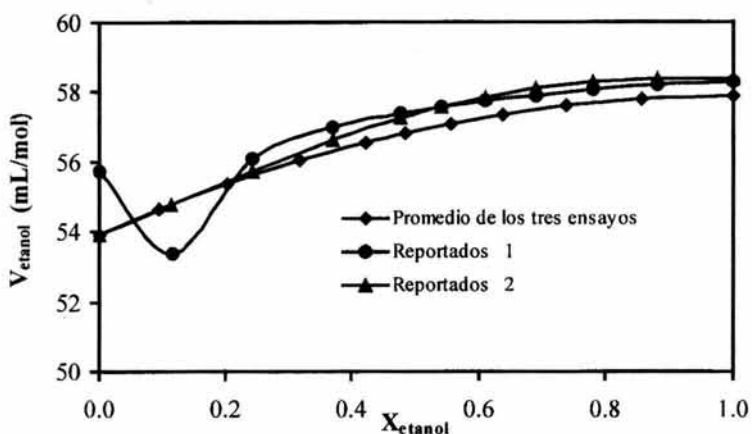


Volumen molar parcial del etanol en función de la fracción mol de etanol. Práctica actualizada. Ensayo 1, 2 y 3.

Ahora para constatar la confiabilidad de la práctica trabajamos con promedios sobre los tres ensayos y comparamos los volúmenes molares parciales promedia de agua y etanol con aquellos reportados en la literatura [24]. Hicimos dos tipos de comparaciones, en primer lugar tomamos los valores reportados y los ajustamos a una ecuación de noveno grado (Reportados 1), para reproducir el tipo de grafica que el estudiante encontraría en los libros de texto, particularmente el mínimo observado en la curva de volumen molar parcial de etanol vs fracción mol de etanol. En segundo lugar, ajustamos los valores reportados (Reportados 2) a una ecuación segundo de grado que es como se trabajan los resultados experimentales, y que desde luego no reproducen el mínimo de la curva de volumen molar parcial de etanol vs fracción mol de etanol. Las siguientes graficas muestran las curvas obtenidas.



**Volumen molar parcial del agua en función de la fracción mol de etanol.
Práctica a actualizada. Ver texto para datos reportados.**



Volumen molar parcial del etanol en función de la fracción mol de etanol. Práctica actualizada. Ver texto para datos reportados.

Como se puede observar a partir de las graficas. Los resultados obtenidos reproducen bastante bien los reportados (cuando se comparan las curvas a segundo grado), por lo que podemos decir que el experimento es confiable.

Hoja de Cálculo

La hoja de cálculo, es amigable, fácil de llenar y entender y nos muestra todos los resultados que se piden en el formato de la práctica [14]. En el apéndice encontramos un ejemplo de esta hoja.

La hoja maneja dos colores, azul (los datos experimentales), rojo (los datos que la maquina nos proporciona de acuerdo a las condiciones de trabajo y los resultados). Así mismo, las graficas que se observan en esta hoja de calculo nos permiten comparar los resultados experimentales con los datos reportados.

Finalmente podría ser conveniente que el maestro de laboratorio aclare la nomenclatura utilizada para las distintas variables en la hoja de calculo, pues por limitaciones del programa Excel las cantidades molares aparecen subrayadas y no testadas como es la convención estándar lo cual se podría prestar a confusiones.

Costos

El costo estimado de esta práctica por equipo y por un grupo de cuatro equipos se muestra en la Tabla A5.5.

Solvente	Cantidad	Costos Pesos
Etanol	140 mL	\$ 79.13
<i>Costo total de la práctica por equipo</i>		\$ 79.13
<i>Costo total de la práctica por grupo</i>		\$ 316.53

Tabla A5.5: Costos para la práctica de volúmenes molares parciales.

En el costo estimado no consideramos el agua ni la acetona empleada solo consideramos el costo del etanol. Los precios [15] son reales al tiempo de realizar este estudio y se estimaron el día 29 de octubre del 2003. Aunque solo se incluyen el costo por reactivo y no se considera el costo de equipo y material de laboratorio ni se estiman otras cantidades como las horas hombre invertidas en la realización de la práctica o la posibilidad de datos erróneos que obliguen a repetir ciertas partes de la práctica con efecto en el costo. Advertimos que estos costos son estimaciones con base en lo nuestra experiencia y no deberían tomarse más que como una referencia si se desean usar planear las compras del almacén del laboratorio.

MIGRACIÓN A MICROESCALA PRÁCTICA 5

Introducción

En esta tercera práctica desarrollada a microescala, presentamos una propuesta para el trabajo en esta modalidad. Reducimos la cantidad de solventes a un total de muestra de 2 mL en comparación con la cantidad anterior que era de 20 mL. Las ventajas y desventajas de trabajar con tan pequeñas cantidades las discutiremos a medida que presentemos los resultados.

En esta práctica las precauciones deben extremarse al trabajar con un micropipómetro, lo frágil del material al medir las muestras puede causar que este se

rompa, o la densidad de las soluciones podría cambiar por efecto de la temperatura si el micropicnómetro se maneja con las manos. Además es necesario hacer conciencia en el alumno de que al trabajar, reduciendo el tamaño de la muestra, el error podría incrementarse de manera notable, por lo que debe ser más cuidadoso y seguir paso a paso el procedimiento experimental.

Presentación al estudiante

Además de los cambios que se hicieron al formato de la práctica convencional, se han agregado los convenientes para la técnica a microescala. Como hubo un cambio apreciable en el volumen de la muestra de trabajo, de 20 a 2 mL, el procedimiento experimental a microescala se ajustó cuidadosamente para garantizar su efectividad.

Tiempo de realización de la práctica

En esta práctica el tiempo se incrementó 30 minutos más que en el formato actual, por lo que requirió de un tiempo promedio de 3 horas y 30 minutos. Este incremento de tiempo se debe a los cuidados que son necesarios para el manejo del micropicnómetro. Los equipos pueden incrementar o disminuir este tiempo de acuerdo a dos factores. El primero, es su habilidad de trabajar con sus muestras, esto es el tiempo de preparación y el manejo del micropicnómetro; y el segundo, la organización de todo el grupo para hacer uso de la balanza analítica para pesar las muestras. Es recomendable tener orden cuando se pesa, porque es necesario preparar la muestra y pesarla inmediatamente. Una limitante es que en los dos laboratorios de fisicoquímica solo se cuentan con tres balanzas. Pero debemos recordar que existen grupos que entran a trabajar simultáneamente en ambos laboratorios y que hacen uso de las balanzas por lo que podría ser una limitante en el trabajo cuando se usen las balanzas. No obstante, recordamos que el tiempo reportado corresponde al trabajo de una sola persona por lo que es válido suponer que un equipo de cuatro integrantes tardará menos.

Material

En el Formato Final de la práctica se encuentra el material que consideramos adecuado para esta propuesta a microescala.

Consideramos necesario mencionar que existen dos limitantes al trabajar con matraces Erlenmeyer de 25 mL. La primera es que el laboratorio solo cuenta con pocos matraces de esta capacidad con tapón y, la segunda es que el matraz es muy grande para el tamaño de la muestra a microescala. Creemos que lo más recomendable cuando se trabaja con muestras a microescala, es cambiar los matraces Erlenmeyer de 25 mL, por viales con tapa de rosca de una capacidad de 10 mL como máximo, y que sean al menos tan delgados como un tubo de ensayo para que puedan ser colocadas en un gradilla sin problemas. Así, el alumno preparará y no correrá el riesgo de que se caigan y se rompan.

Reactivos

Respecto a el reactivo se emplearan 14 mL de etanol. El volumen de reactivo se reduce de manera significativa, la capacidad de un micropicnómetro varía entre 0.5 mL y 0.9 mL.

Reproducibilidad de los resultados

Las masas de cada uno de los ensayos se muestra en la Tabla M5.1. Se efectuaron tres ensayos utilizando la mezcla agua/etanol con diferentes micropicnómetros.

Agua (mL)	Etanol (mL)	Ensayo 1 Masa (g)	Ensayo 2 Masa (g)	Ensayo 3 Masa (g)
0.00	0.00	0.7953	0.8595	0.9846
5.00	0.00	1.5130	1.8565	1.8296
3.75	1.25	1.5098	1.8149	1.8077
2.75	2.25	1.4772	1.7881	1.7825
2.00	3.00	1.4662	1.7543	1.7586
1.50	3.50	1.4495	1.7300	1.7396
1.25	3.75	1.4381	1.7177	1.7327
1.00	4.00	1.4300	1.7022	1.7152
0.75	4.25	1.4151	1.6878	1.7052
0.50	4.50	1.4036	1.6732	1.6924
0.25	4.75	1.3947	1.6587	1.6823
0.00	5.00	1.3847	1.6407	1.6577

Tabla M5.1: Masas medidas en el micropicnómetro más la muestra a T = 20°C

Al igual que en el análisis presentado para la práctica convencional, aquí también empleamos la hoja de cálculo titulada “volúmenes molares parciales” para obtener los resultados [14].

Los resultados de los tres ensayos se muestran en la Tabla M5.2, M5.3, y M5.4.

V_{agua} (mL)	V_{etanol} (mL)	X_{agua}	X_{etanol}	V_{agua} (mL/mol)	V_{etanol} (mL/mol)
2.0	0.0	1.0000	0.0000	18.01	54.21
1.5	0.5	0.9057	0.0965	17.97	54.84
1.1	0.9	0.7964	0.2078	17.86	55.49
0.8	1.2	0.6809	0.3247	17.65	56.08
0.6	1.4	0.5783	0.4279	17.38	56.53
0.5	1.5	0.5161	0.4902	17.19	56.77
0.4	1.6	0.4444	0.5618	16.93	57.01
0.3	1.7	0.3609	0.6450	16.58	57.25
0.2	1.8	0.2623	0.7426	16.10	57.46
0.1	1.9	0.1441	0.8590	15.44	57.63
0.0	2.0	0.0000	1.0000	14.51	57.70

Tabla M5.2: Volúmenes molares parciales experimental a $T = 18^\circ\text{C}$ para la mezcla agua / etanol. Microescala Ensayo 1

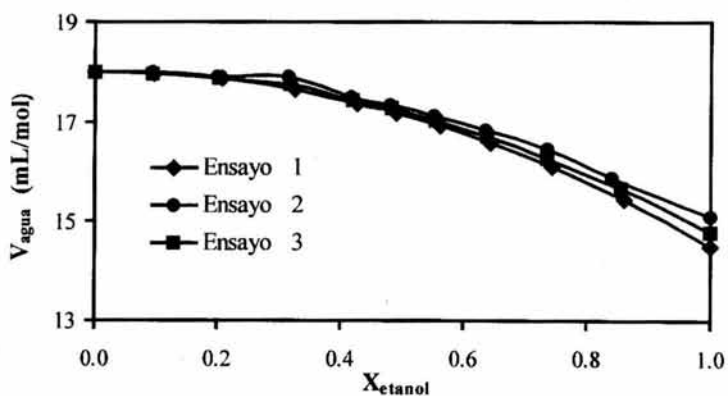
V_{agua} (mL)	V_{etanol} (mL)	X_{agua}	X_{etanol}	V_{agua} (mL/mol)	V_{etanol} (mL/mol)
2.0	0.0	1.0000	0.0000	18.00	54.81
1.5	0.5	0.9096	0.0931	17.98	55.32
1.1	0.9	0.7988	0.2012	17.89	55.86
0.8	1.2	0.6841	0.3159	17.91	56.35
0.6	1.4	0.5820	0.4180	17.50	56.73
0.5	1.5	0.5199	0.4801	17.33	56.92
0.4	1.6	0.4481	0.5519	17.12	57.13
0.3	1.7	0.3644	0.6356	16.83	57.32
0.2	1.8	0.2652	0.7348	16.44	57.51
0.1	1.9	0.1460	0.8400	15.89	57.65
0.0	2.0	0.0000	1.0000	15.10	57.71

Tabla M5.3: Volúmenes molares parciales experimental a $T = 18^\circ\text{C}$ para la mezcla agua / etanol. Microescala Ensayo 2

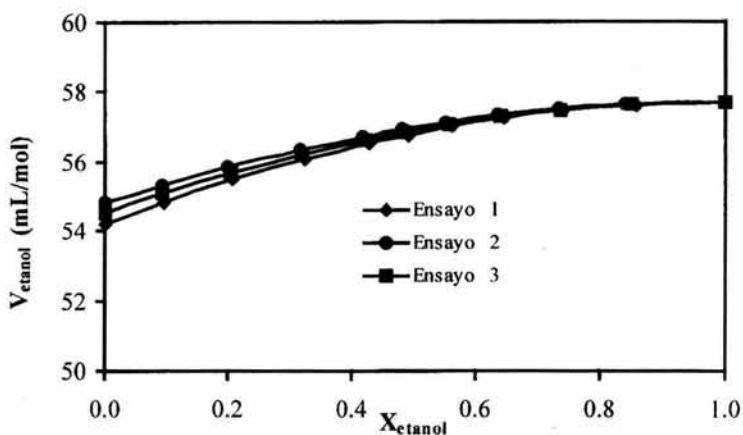
V_{agua} (mL)	V_{etanol} (mL)	X_{agua}	X_{etanol}	V_{agua} (mL/mol)	V_{etanol} (mL/mol)
2.0	0.0	1.0000	0.0000	18.00	54.47
1.5	0.5	0.9062	0.0938	17.98	55.05
1.1	0.9	0.7975	0.2025	17.87	55.65
0.8	1.2	0.6823	0.3177	17.68	56.20
0.6	1.4	0.5799	0.4201	17.43	56.62
0.5	1.5	0.5178	0.4822	17.25	56.84
0.4	1.6	0.4461	0.5539	17.01	57.06
0.3	1.7	0.3624	0.6376	16.69	57.28
0.2	1.8	0.2636	0.7364	16.25	57.48
0.1	1.9	0.1450	0.8550	15.64	57.64
0.0	2.0	0.0000	1.0000	14.77	57.71

Tabla M5.4: Volúmenes molares parciales experimental a $T = 18^\circ\text{C}$ para la mezcla agua / etanol. Microescala Ensayo 3

A continuación se muestran las gráficas de los volúmenes molares parciales del agua y del etanol como función de la fracción mol del etanol para los tres ensayos a microescala.



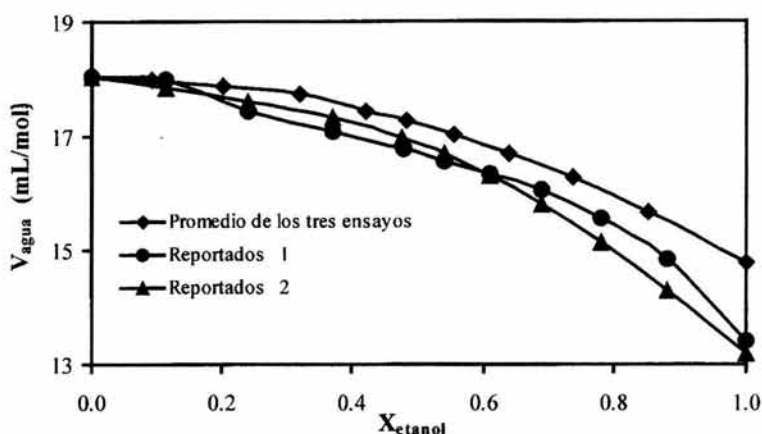
Volumen molar parcial del agua en función de la fracción mol de etanol. Práctica a microescala. Ensayo 1, 2 y 3.



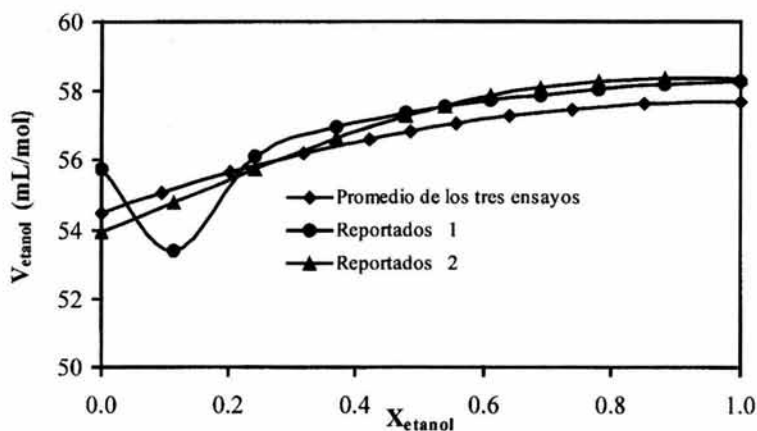
Volumen molar parcial del etanol en función de la fracción mol de etanol. Práctica a microescala. Ensayo 1, 2 y 3.

Observamos, a partir de estas gráficas, que no hay diferencia en el volumen molar determinado para el agua ($X_{\text{etanol}} = 0$) en los tres ensayos. Para el volumen molar parcial del etanol ($X_{\text{etanol}} = 1$) entre los tres ensayos tampoco se observa variación, por lo que consideramos que esta práctica a microescala es reproducible.

Para constatar la confiabilidad de la práctica promediamos los resultados de los tres ensayos y los comparamos con los reportados en la literatura [24]. Empleamos dos tipos de comparaciones, como en la práctica actualizada; la curva "Reportados 1" corresponde a los valores reportados que se ajustaron a una ecuación de noveno grado y la curva "Reportados 2" corresponde a un ajuste a una ecuación de segundo grado. Las graficas que a continuación se muestran presentan las curvas obtenidas.



Volumen molar parcial del agua en función de la fracción mol de etanol. Práctica a microescala. Ver texto para datos reportados.



Volumen molar parcial del etanol en función de la fracción mol de etanol. Práctica microescala. Ver texto para datos reportados.

Observamos que los datos experimentales ajustados a una curva de segundo son muy similares (<1.0 mL/mol) con los reportados en la literatura, por lo que concluimos que el experimento es confiable.

Hoja de Cálculo

La hoja de cálculo desarrollada para la práctica actualizada es la misma que se emplea a microescala, no sufre ninguna modificación [14].

Pero insistimos en que se tenga cuidado con la nomenclatura que por limitaciones se emplea en esta página.

Costos

El costo de esta práctica a microescala, por equipo y por un grupo que contenga cuatro equipos, se presenta en la Tabla M5.5. Los precios [15] son reales en el momento de realizar el estudio y se estimaron el día 29 de octubre del 2003. No consideramos los costos de equipo o la posibilidad de datos erróneos que obliguen a repetir ciertas partes de la práctica, solo se incluyen el costo por reactivo. Pero se muestran con base en lo nuestra experiencia y que no deberían tomarse más que como una referencia del costo total.

Solvente	Cantidad	Costos Pesos
Etanol	14 mL	\$ 7.91
<i>Costo total de la práctica por equipo</i>		\$ 7.91
<i>Costo total de la práctica por grupo</i>		\$ 31.65

Tabla M5.5: Costos para la práctica de volúmenes molares parciales a microescala.

Formato final de la Práctica

A continuación de este capítulo presentamos el formato de la práctica actualiza y el formato a microescala.

Conclusiones

La evaluación metodológica de esta práctica nos ha permitido determinar que los resultados obtenidos para la práctica de volúmenes molares parciales, en su modalidad

actual como en la de microescala, son reproducibles y confiables aunque en ambos casos trabajamos con distinto material.

No obstante el trabajo a microescala puede consumir mayor tiempo y se necesitan mayores precauciones, es muy aconsejable en términos del ahorro de reactivos. Vale la pena señalar que trabajando con cantidades mínimas de solventes los riesgos de accidente disminuyen, al igual que los de contaminación.

Detectamos y reportamos las fuentes de error en la modalidad de microescala, y creemos que una buena supervisión por parte del maestro ayudará al estudiante a desarrollar habilidades que le permitan trabajar con confianza y disminuyan las fuentes de error.

VOLÚMENES MOLARES PARCIALES DE LA MEZCLA AGUA/ETANOL

Introducción

Una de las variables termodinámicas intensivas es el volumen molar parcial que se define como: el cambio en el volumen molar de una mezcla al cambiar el número de moles de uno de los componentes manteniendo la presión, la temperatura y la cantidad de los otros componentes constantes. Matemáticamente se expresa como:

$$\bar{v}_i = \left(\frac{\partial V}{\partial n_i} \right)_{P, T, n_{j \neq i}}$$

Donde \bar{v} es el volumen molar parcial y el subíndice i expresa el componente al cual se refiere el valor.

Objetivos

1. Comprender el concepto y la importancia de las propiedades molares parciales.
2. Comprender el concepto de volumen molar parcial y las variables de las que depende.
3. Obtener experimentalmente los volúmenes molares parciales de los componentes de una mezcla a partir de medidas de densidad.

Investigación Previa

1. Investigar que es una propiedad molar parcial.
2. ¿Por qué son importantes las propiedades molares parciales? Investigar en qué se aplican.
3. Investigar cómo se determinan las cantidades molares parciales por el método de las ordenadas al origen (o intersecciones).
4. Definir qué es el volumen molar parcial y por qué varía con la composición de una muestra.
5. Investigar como se determinan los volúmenes molares parciales a partir de medidas de densidad.
6. ¿Cómo se calcula la densidad de una mezcla a partir de los datos de densidad de los componentes puros y la composición de la mezcla?

- ¿Cómo se calcula el volumen molar de una disolución?
- Incluir como parte de la Investigación Previa las medidas de seguridad para el manejo de los reactivos usados en esta práctica.

Material, Equipo y Sustancias

Material	Equipo	Sustancias
1 picnómetro de 10 mL		<u>10 mL de acetona</u>
1 pinzas para picnómetro y guantes de plástico		130 mL de etanol
2 vasos de precipitados de 50 mL		60 mL de agua destilada
9 matraces Erlenmeyer de 25 mL con tapón		
2 pipetas volumétricas de 1 mL		
2 pipetas volumétricas de 2 mL		
2 pipetas volumétricas de 5 mL		
2 pipetas volumétricas de 10 mL		
1 termómetro		
1 Pizeta		

Procedimiento Experimental

- Lavar y secar perfectamente todo el material de vidrio.
- Pesar el picnómetro vacío, después pesarlo lleno con agua destilada y después pesarlo lleno con etanol. Entre una lectura y otra el picnómetro se debe lavar y secar. Registrar la temperatura de trabajo.
- Preparar las siguientes mezclas:

Muestra	a	b	c	d	e	f	g	h	i
Agua (mL)	1	2	3	4	5	6	8	11	15
Etanol (mL)	19	18	17	16	15	14	12	9	5

Los volúmenes aquí sugeridos se pueden cambiar por los que se consideren más convenientes.

4. Pesar el picnómetro lleno con cada una de las mezclas. Determinar la temperatura de trabajo.

Resultados

Temperatura de trabajo. ____ (°C)

Masa del picnómetro seco. _____ (g)

Masa del picnómetro con agua. _____ (g)

Masa del picnómetro con etanol. _____ (g)

Muestra	a	b	c	d	e	f	g	h	i
Masa (g)									

Análisis de Resultados

1. Buscar en la literatura la densidad del agua a la temperatura de trabajo. Con este dato determinar el volumen del picnómetro.
2. Calcular la densidad del etanol.
3. Calcular el número de moles del agua (n_{agua}) y del etanol (n_{etanol}) en cada mezcla y con estos datos calcular la fracción mol de agua y de etanol de cada una de las mezclas.
4. Calcular la densidad (ρ_{dis}) y el Volumen (v_{dis}) de cada una de las mezclas.
5. Calcular el cambio en el volumen de mezclado molar ΔV_{mez} , de cada una de las muestras. Incluye al agua y al etanol puros
6. Calcular el volumen molar V , de cada una de las muestras. Incluye al agua y al etanol puros
7. Trazar un gráfico ΔV_{mez} vs. X_{etanol} . Discutir el comportamiento de la curva obtenida.
8. Trazar un gráfico v_{dis} vs. X_{etanol}
9. Proponer la siguiente forma funcional para el gráfico del punto 8: $v_{\text{dis}} = A X_{\text{etanol}}^2 + B X_{\text{etanol}} + C$, donde A, B y C son parámetros ajustables. NOTA. Aunque la curva parece ser una recta no lo es.
10. Llevar a cabo una regresión para encontrar los parámetros A, B y C. Si se tiene duda respecto a como llevar a cabo esto, consultar con su asesor.

11. Calcular nuevamente el (v_{dis}) para cada muestra utilizando la ecuación del punto 10.
12. Calcular $\partial V_{dis}/\partial X_{etanol}$ para cada muestra, incluyendo agua y etanol puros.
13. Con los datos de los puntos 9 y 10 determinar el volumen molar parcial del agua y del etanol ,
 v_{agua} y v_{etanol} , para cada una de las muestras, incluyendo las sustancias puras.
14. Elaborar un grafico v_{agua} vs. X_{etanol} y otro v_{etanol} vs. X_{etanol} .
15. Comparar sus resultados con los reportados en la literatura.
16. ¿Porque el grafico del punto 8 no puede ser una línea recta?

Bibliografía

1. Farrington, Daniel, et al. Curso de Fisicoquímica Experimental. Mc.Graw Hill. 1972.
2. Crockfor. Horace D. et al. Laboratory Manual of Physical Chemistry. John Wiew & Sons. 1975.
3. Bettelheim Federick. Experimental Physical Chemistry. W. B. Saunders Company. 1971.
4. Maron, H. Samuel y PRUTTON F. Carl. Fundamentos de Fisicoquímica. Limusa. 1975.
5. Levine N. Levine. Fisicoquímica Vol. 1. 4° Ed. Mc Graw Hill. 1996.
6. Smith y Van Ness. Introducción a la Termodinámica en Ingeniería Química. Mac Graw Hill. 1987.

VOLÚMENES MOLARES PARCIALES PARA LA MEZCLA AGUA/ETANOL

(TRABAJO A MICROESCALA)

Introducción

Una de las variables termodinámicas intensivas es el volumen molar parcial que se define como: el cambio en el volumen molar de una mezcla al cambiar el número de moles de uno de los componentes manteniendo la presión, la temperatura y la cantidad de los otros componente constantes. Matemáticamente se expresa como:

$$\bar{v}_i = \left(\frac{\partial V}{\partial n_i} \right)_{P, T, n_j \neq i}$$

Donde \bar{v} es la volumen molar parcial y el subíndice i expresa el componente al cual se refiere el valor.

Objetivos

1. Comprender el concepto y la importancia de las propiedades molares parciales.
2. Comprender el concepto de volumen molar parcial y las variables de las que depende.
3. Obtener experimentalmente los volúmenes molares parciales de los componentes de una mezcla a partir de medias de densidad.

Investigación Previa

1. Investigar que es una propiedad molar parcial.
2. ¿Por qué son importantes las propiedades molares parciales? Investigar en qué se aplican.
3. Investigar cómo se determinan las cantidades molares parciales por el método de las ordenadas al origen (o intersecciones).
4. Definir qué es el volumen molar parcial y por qué varía con la composición de una muestra.
5. Investigar como se determinan los volúmenes molares parciales a partir de medidas de densidad.

6. ¿Cómo se calcula la densidad d de una mezcla a partir de los datos de densidad de los componentes puros y la composición de la mezcla?
7. ¿Cómo se calcula el volumen molar de una disolución?
8. Incluir como parte de la Investigación Previa las medidas de seguridad para el manejo de los reactivos usados en esta práctica.

Material, Equipo y Sustancias

Material	Equipo	Sustancias
1 micropicnómetro		15 mL de etanol
1 pinzas para depilar y guantes de plástico		<u>5 mL de acetona</u>
2 vasos de precipitados de 50 mL		6 mL de agua destilada
9 matraces Erlenmeyer de 25 mL con tapón		
2 Microburetas graduadas de 1mL. 1/100		
2 Microburetas graduadas de 2 mL. 1/100		
1 termómetro		
2 jeringas de 3 mL con aguja		
1 Pizeta		

Procedimiento Experimental

1. Lavar y secar perfectamente todo el material de vidrio.
2. Pesar el micropicnómetro vacío, después pesarlo lleno con agua destilada y después pesarlo lleno con etanol. Entre una lectura y otra el picnómetro se debe lavar y secar. Registrar la temperatura de trabajo.

3. Prepara las siguientes mezclas

Muestra	a	b	c	d	e	f	g	h	i
Agua / mL	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.8	1.1	1.5
Etanol / mL	1.9	1.8	1.7	1.6	1.5	1.4	1.2	0.9	0.5

Los volúmenes aquí sugeridos se pueden cambiar por los que se consideren más convenientes.

4. Pesarse el micropicnómetro lleno con cada una de las mezclas a medida que las prepare (manejarlo con las pinzas de depilación). Determinar la temperatura de trabajo.

Resultados

Temperatura de trabajo. ____ (°C)

Masa del picnómetro seco. _____ (g)

Masa del picnómetro con agua. _____ (g)

Masa del picnómetro con etanol. _____ (g)

Muestra	a	b	c	d	e	f	g	h	i
Masa / g									

Análisis de Resultados

1. Buscar en la literatura la densidad del agua a la temperatura de trabajo. Con este dato determinar el volumen del picnómetro.
2. Calcular la densidad del etanol.
3. Calcular el número de moles del agua (n_{agua}) y del etanol (n_{etanol}) en cada mezcla y con estos datos calcular la fracción mol de agua y de etanol de cada una de las mezclas.
4. Calcular la densidad (ρ_{dis}) y el Volumen (v_{dis}) de cada una de las mezclas.
5. Calcular el cambio en el volumen de mezclado molar ΔV_{mez} , de cada una de las muestras. Incluye al agua y al etanol puros
6. Calcular el volumen molar V , de cada una de las muestras. Incluye al agua y al etanol puros
7. Trazar un gráfico ΔV_{mez} vs. X_{etanol} . Discutir el comportamiento de la curva obtenida.

8. Trazar un grafico v_{dis} vs. X_{etanol}
9. Proponer la siguiente forma funcional para el gráfico del punto 8: $v_{dis} = A X_{etanol}^2 + B X_{etanol} + C$, donde A, B y C son parámetros ajustables. NOTA. Aunque la curva parece ser una recta no lo es.
10. Llevar a cabo una regresión para encontrar los parámetros A, B y C. Si se tiene duda respecto a como llevar a cabo esto, consultar con su asesor.
11. Calcular nuevamente el (v_{dis}) para cada muestra utilizando la ecuación del punto 10.
12. Calcular $\frac{\partial v_{dis}}{\partial X_{etanol}}$ para cada muestra, incluyendo agua y etanol puros.
13. Con los datos de los puntos 9 y 10 determinar el volumen molar parcial del agua y del etanol , v_{agua} y v_{etanol} , para cada una de las muestras, incluyendo las sustancias puras.
14. Elaborar un grafico v_{agua} vs. X_{etanol} y otro v_{etanol} vs. X_{etanol} .
15. Comparar sus resultados con los reportados en la literatura.
16. ¿Porque el grafico del punto 8 no puede ser una línea recta?

Bibliografía

1. Farrington, Daniel, et al. Curso de Físicoquímica Experimental. Mc.Graw Hill. 1972.
2. Crockfor. Horace D. et al. Laboratory Manual of Physical Chemistry. John Wiew & Sons. 1975.
3. Bettelheim Federick. Experimental Physical Chemistry. W. B. Saunders Company. 1971.
4. Maron, H. Samuel y PRUTTON F. Carl. Fundamentos de Físicoquímica. Limusa. 1975.
5. Levine N. Levine. Físicoquímica Vol. 1. 4° Ed. Mc Graw Hill. 1996.
6. Smith y Van Ness. Introducción a la Termodinámica en Ingeniería Química. Mac Graw Hill. 1987.

Capítulo 7

Evaluación metodológica de la práctica 6

Introducción:

En esta la sexta práctica estudiaremos un sistema que contiene tres componentes (agua/cloroformo/ácido acético). Los pares cloroformo/ácido acético y agua/ácido acético son completamente miscibles mientras que el agua y el cloroformo no lo es [25]. Al mezclarse los tres componentes agua/cloroformo/ácido acético se obtienen dos fases una orgánica y una acuosa, en donde se ha repartido el ácido acético [26 y 27].

Es importante señalar, que el sistema que se maneja en esta práctica es una nueva propuesta donde se emplean pequeñas cantidades de reactivos, por lo que la consideramos a microescala. Anteriormente se usaba benceno en lugar de cloroformo, este cambio deriva de la preocupación por el uso de benceno en el laboratorio.

Presentación al estudiante

Como ya mencionamos esta práctica es una propuesta nueva en cuanto al sistema que empleamos (agua/cloroformo/ácido acético) y al procedimiento experimental. Pero retomamos el resto de la práctica lo tomamos del formato que ya existía, de este consideramos conveniente dividir los objetivos, para hacerlos más claros y que contengan la información, de lo que se le pide al estudiante. Se corrigió además la redacción de la investigación previa y se agregaron algunos puntos para reforzar conceptos como la regla de fases de Gibbs.

Tiempo de realización de la práctica

El tiempo promedio de realización de la práctica fue de 2 horas y 30 minutos. La práctica, se divide en dos partes, la primera es construir una curva de solubilidad y la segunda es determinar las rectas de reparto. El tiempo que un equipo puede emplear varía dependiendo de su habilidad y organización. Aunque se recomienda que el trabajo se divida entre los integrantes del equipo, la mitad puede trabajar en la construcción de la curva de reparto y la otra mitad en lo relativo a las rectas de reparto. Esta división del trabajo permitirá ahorrar tiempo.

Material

En esta práctica sugerimos como el material más adecuado el que presenta el formato final de la práctica y que esta incluido al final del capítulo. Existe suficiente material para trabajar cuatro o más equipos sin problemas a pesar de que se dividan el trabajo como indicamos anteriormente. Pero hacemos del conocimiento del profesor y alumnos de laboratorio que no existen los tapones de vidrio esmerilados para los embudos de separación, la alternativa que se esta empleando son tapones de goma o corcho.

Reactivos

Como se estableció en la metodología de la Tesis, se realizaron tres ensayos de la práctica. En la determinación de la curva de solubilidad se utilizó 1 mL de cloroformo, 35 mL de ácido acético y 10 mL de agua; por ensayo. Para las rectas de reparto en se gastaron; 120 mL de agua, 6 mL de ácido acético, 20 mL de cloroformo y 5g de hidróxido de sodio (NaOH), también por ensayo.

El NaOH se emplea en esta práctica como patrón primario, pero debemos mencionar que aun puro el NaOH contiene carbonato de su reacción con el CO₂ atmosférico y del agua absorbida, por lo que es necesario estandarizar la solución de NaOH con un patrón primario. El ftalato ácido de potasio, es una sustancia apropiada para este propósito. Al preparar soluciones fuertemente básicas debemos recordar que estas atacan fuertemente el material de vidrio por lo que es conveniente almacenarlas en envases de plástico, además de que no deben de estar en la burea más allá del tiempo necesario, ya que se reduce su molaridad con la acción del vidrio del recipiente que los contenga [28]. Nuestra experiencia en la realización de los ensayos es que las lentejas de NaOH estaban apreciablemente hidratadas y la concentración que preparamos era distinta a la que deseábamos ver las tablas de resultados.

Confiabilidad y reproducibilidad de los resultados

Con este nuevo formato se trabajaron tres ensayos en dos días diferentes y con condiciones similares, la temperatura de trabajo fue de 20°C, para los tres ensayos, claro que es conveniente recordar que en un grupo la temperatura puede variar dos grado, entre los distintos equipos.

Los resultados de los volúmenes, masas y concentración de NaOH, para los tres ensayos se muestran divididos en dos partes como el procedimiento experimental (ver el formato al final del capítulo) lo indica.

1) Construcción de la curva de solubilidad

La Tabla A6.1 presenta los resultados obtenidos en el laboratorio para la construcción de la curva de saturación del sistema agua/cloroformo/ácido acético.

	CHCl ₃	H ₂ O		Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
	(mL)	(mL) _{agregado}	(mL) _{acumulado}	CH ₃ CO ₂ H	CH ₃ CO ₂ H	CH ₃ CO ₂ H
a	1	0.10	0.10	0.60	0.60	0.70
b	1	0.05	0.15	0.85	0.90	1.00
c	1	0.10	0.25	1.00	1.10	1.10
d	1	0.15	0.40	1.15	1.50	1.50
e	1	0.20	0.60	1.60	1.60	1.80
f	1	0.40	1.00	2.00	2.20	2.30
g	1	1.00	2.00	3.10	3.20	3.30
h	1	2.00	4.00	4.70	4.70	4.80
i	1	2.00	6.00	6.30	6.10	6.20
j	1	2.00	8.00	7.30	7.40	7.30

Tabla A6.1: Volúmenes agregados de ácido acético a el agua y cloroformo en los tres ensayos para obtener la curva de saturación.

2) Rectas de reparto

Las Tablas A6.2 a la A6.6, presentan los resultados obtenidos en el laboratorio para las rectas de reparto los tres ensayos realizados.

Muestra	Fase acuosa			Fase orgánica		
	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
	Peso (g)	Peso (g)	Peso (g)	Peso (g)	Peso (g)	Peso (g)
k	12.0123	11.3900	11.8785	14.4711	14.2930	14.0280
l	13.6140	13.2943	13.4877	14.6051	14.5636	14.2291

Tabla A6.2: Fase acuosa y fase orgánica (peso de las fases)

Muestra	Fase acuosa			Fase orgánica		
	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
	(g/mL)	(g/mL)	(g/mL)	((g/mL)	(g/mL)	(g/mL)
k	1.0166	1.0219	1.0156	1.4460	1.4611	1.4482
l	1.0397	1.0390	1.0524	1.4335	1.4383	1.4324

Tabla A6.2: Fase acuosa y fase orgánica (densidad de las fases en el micropicnómetro)

Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
[M]	[M]	[M]
0.5053	0.5769	0.5234

Tabla A6.4: Concentración del NaOH

Muestra	Ensayo 1 Volumen de vire (mL)	Ensayo 2 Volumen de vire (mL)	Ensayo 3 Volumen de vire (mL)
CH ₃ CO ₂ OH			
1 mL	34.6	30.3	33.4

Tabla A6.5: Valoración del ácido acético

Muestra	Ensayo 1 Volumen de vire (mL)	Ensayo 2 Volumen de vire (mL)	Ensayo 3 Volumen de vire (mL)
k	4.9	4.2	4.7
l	8.6	7.6	7.9

Tabla A6.6: Fase acuosa (valoración con NaOH)

Para llevar a cabo el análisis de resultados, empleamos la hoja de cálculo titulada "Equilibrio líquido-líquido ternario" [14]. Esta hoja emplea el método del triángulo equilátero sugerido por Stokes y Rozeboom [12], y la regla de la palanca en las rectas de reparto [25].

3) Fracciones molares del sistema agua/cloroformo/ácido acético para graficar la curva de saturación. El análisis de resultados se muestran en las Tablas A6.7 a la A6.9 para los tres ensayos.

Ensayo 1	X (CHCL ₃)	X (H ₂ O)	X (CH ₃ CO ₂ H)
a	0.4379	0.1938	0.3682
b	0.3502	0.2325	0.4172
c	0.2851	0.3154	0.3995
d	0.2282	0.4040	0.3678
e	0.1695	0.4503	0.3802
f	0.1215	0.5379	0.3406
g	0.0704	0.6235	0.3060
h	0.0395	0.7000	0.2604
i	0.0275	0.7299	0.2427
j	0.0230	0.7421	0.2350

Tabla A6.7: Fracciones mol de los tres componentes del sistema

Ensayo 2	X (CHCL3)	X (H2O)	X (CH3CO2H)
a	0.4379	0.1938	0.3682
b	0.3418	0.2270	0.4312
c	0.2741	0.3033	0.4226
d	0.2052	0.3633	0.4314
e	0.1695	0.4503	0.3802
f	0.1175	0.5202	0.3623
g	0.0697	0.6174	0.3128
h	0.3950	0.7000	0.2604
i	0.0277	0.7355	0.2368
j	0.0277	0.7423	0.2350

Tabla A6.8: Fracciones mol de los tres componentes del sistema

Ensayo 3	X (CHCL3)	X (H2O)	X (CH3CO2H)
a	0.4126	0.1826	0.4048
b	0.3262	0.2166	0.4572
c	0.2741	0.3033	0.4226
d	0.2052	0.3633	0.4314
e	0.1618	0.4298	0.4083
f	0.1156	0.5117	0.3727
g	0.0691	0.6115	0.3195
h	0.0393	0.6962	0.2645
i	0.0276	0.7327	0.2397
j	0.0230	0.7421	0.2350

Tabla A6.9: Fracciones mol de los tres componentes del sistema

4) Análisis de resultados para la obtención de las rectas de reparto. Los resultados los para los tres ensayos los observamos en las tablas A6.10 a la A6.12 usando la regla de la palanca y el balance de materia.

	Regla de la palanca			Balance de materia		
	X (CHCL3)	X (H2O)	X (CH3CO2H)	X (CHCL3)	X (H2O)	X (CH3CO2H)
Mezcla						
k	0.1752	0.7756	0.0491	0.1752	0.7756	0.0491
l	0.1670	0.7393	0.0936	0.1670	0.7393	0.0936
Fase acuosa						
k	0.0000	0.9496	0.0504	0.0058	0.9436	0.0506
l	0.0000	0.9065	0.0935	0.0168	0.8830	0.1003
Fase orgánica						
k	0.9565	0.0000	0.0435	0.7495	0.2128	0.0377
l	0.9059	0.0000	0.0941	0.7373	0.1768	0.0860

Tabla AM6.10: Fracciones mol del Ensayo 1

	Regla de la palanca			Balance de materia		
	X (CHCL3)	X (H2O)	X (CH3CO2H)	X (CHCL3)	X (H2O)	X (CH3CO2H)
Mezcla						
k	0.1752	0.7756	0.0491	0.1752	0.7756	0.0491
l	0.1670	0.7393	0.0936	0.1670	0.7393	0.0936
Fase acuosa						
k	0.0000	0.9534	0.0466	0.0086	0.9414	0.0499
l	0.0000	0.9078	0.0922	0.0164	0.8824	0.1012
Fase orgánica						
k	0.9401	0.0000	0.0599	0.8759	0.0632	0.0609
l	0.9002	0.0000	0.0998	0.7753	0.1291	0.0955

Tabla AM6.11: Fracciones mol del Ensayo 2

	Regla de la palanca			Balance de materia		
	X (CHCL3)	X (H2O)	X (CH3CO2H)	X (CHCL3)	X (H2O)	X (CH3CO2H)
	Mezcla					
k	0.1752	0.7756	0.0491	0.1752	0.7756	0.0491
l	0.1670	0.7393	0.0936	0.1670	0.7393	0.0936
	Fase acuosa					
k	0.0000	0.9524	0.0476	0.0052	0.9446	0.0502
l	0.0000	0.9136	0.0864	0.0250	0.8780	0.0970
	Fase orgánica					
k	0.9442	0.0000	0.0558	0.7688	0.1880	0.0431
l	0.8758	0.0000	0.1242	0.7699	0.1098	0.1203

Tabla AM6.12: Fracciones mol del Ensayo 3

En esta práctica no tenemos datos reportados con los que podamos comparar los que obtuvimos en el laboratorio para esta práctica. En seguida la Figura A6.1 muestra los resultados de los tres ensayos en la grafica del equilibrio líquido-líquido ternario empleando el regla de la palanca para las rectas de reparto[25]. Empleando el de balance de materia para las rectas de reparto, nos da el grafico que se muestra en la Figura A6.2.

Como observamos ambos métodos tienen errores, la regla de la palanca por solo es valida para calcular dos fases pero para sistemas de dos componentes, y el balance de materia por que aunque se pueden calcular las cantidades presentes en los tres componentes, es necesario sacar la regresión lineal de los tres puntos para calcular el punto que toca la curva de solubilidad, por lo que ponemos a consideración del lector el método que desee emplear.

Consideramos que en ambos métodos la práctica es reproducible, por que al colocarlas juntos los resultados de los tres ensayos en la mismas graficas, los resultados en la mayor parte de las ocasiones se sobreponen en los mismos puntos.

Regla de la palanca

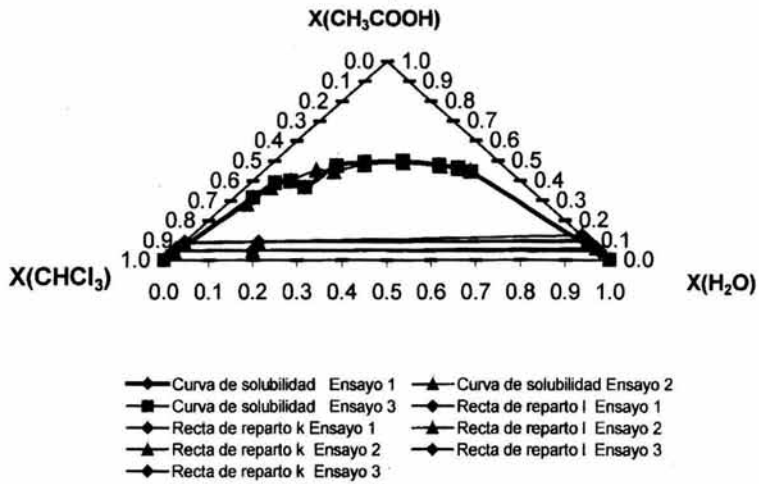


Figura A6.1

Balace de materia

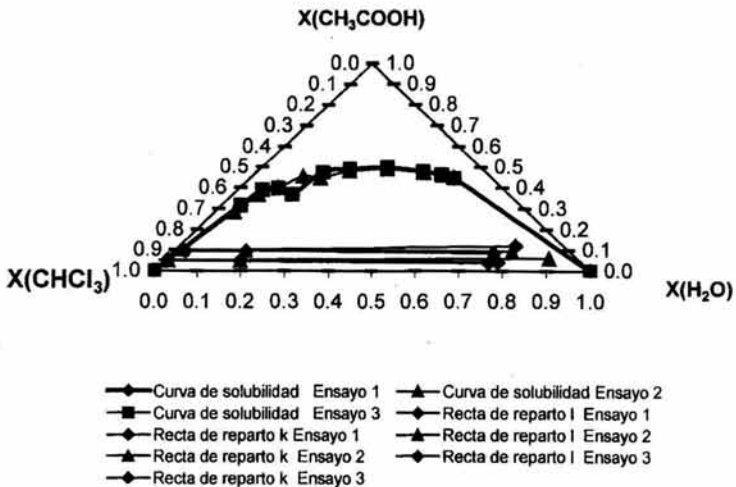


Figura A6.2

Representaciones gráficas del sistema agua/cloroformo/ácido acético, para los tres ensayos. Cada vértice del los triángulos se toma como un punto de referencia, este punto de referencia emplea al numero uno para representar el 100% del componente que se designa; los lados del triangulo representan diferentes fracciones molares de los tres constituyentes (agua/cloroformo/ácido acético).

Las curvas de solubilidad en ambos casos indica el cambio de solubilidad de las fases ricas en cloroformo y agua al agregar ácido acético. Mientras que las rectas de reparto entre más alejadas estén de la curva de saturación, son más ricas en cloroformo y agua y ocurre lo opuesto cuando están más cerca. Por regla general en este tipo de gráficos el ácido acético no se distribuye en igual forma, es decir las líneas de unión no son paralelas entre si.

Promedio de los tres ensayos

Regla de la palanca

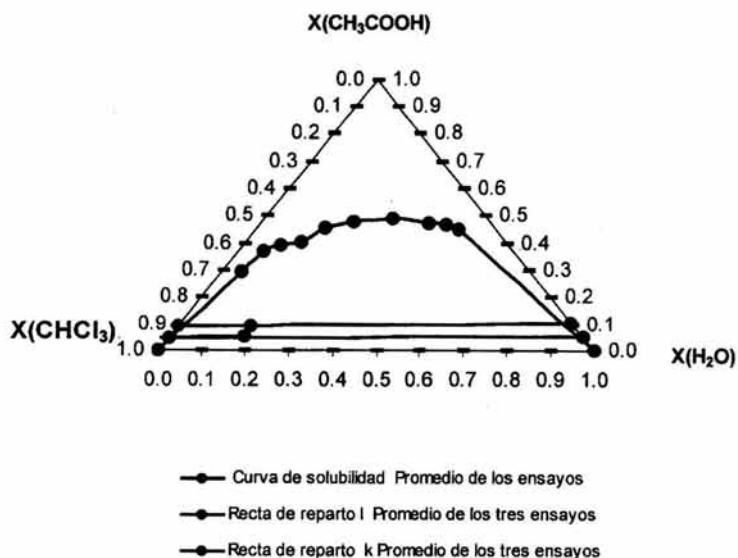


Figura A6.3

Balance de materia

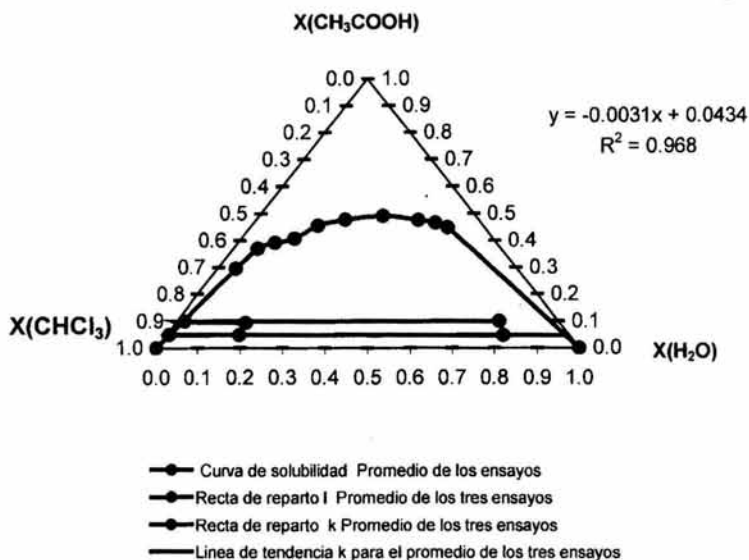


Figura A6.4

Representación gráfica del sistema agua/cloroformo/ácido acético, para el promedio los tres ensayos. En el promedio de los tres ensayos al igual que en la anterior grafica de los tres ensayos podemos ver los cambios de miscibilidad producidos por adicciones progresivas de ácido acético a las mezclas de cloroformo y agua que pueden seguirse en ambos gráficos.

Hoja de Cálculo

La utilización de la hoja de cálculo permite la identificación de posibles errores mientras se realiza la experimentación [14]. Sin embargo, puede ser confusa en cuanto a que no menciona si emplea la regla de la palanca o balance de materia.

En el apéndice se encuentra un ejemplo de la hoja de cálculo para esta práctica. Al igual que las otras hojas maneja dos colores, azul para los datos que ingresa el alumno y rojo para los datos que proporciona el programa y los resultados que se obtienen.

Costo

El costo estimado de esta práctica considerado un equipo y para grupos de cuatro equipos se presenta en la Tabla AM6.13. Los precios [15] son reales al tiempo de realizar este estudio y se estimaron el día 29 de octubre del 2003.

Solvente	Cantidad	Costos Pesos
Ácido acético	38 mL	\$ 26.74
Cloroformo	23 mL	\$ 7.75
Hidróxido de sodio	2.1 g	\$ 1.59
Biftalato de potasio	2 g	\$ 2.15
<i>Costo total de la práctica por equipo</i>		\$ 38.24
<i>Costo total de la práctica por grupo</i>		\$ 152.9517

Tabla A.6.13: Costos para la práctica equilibrio líquido-líquido ternario.

Formato final de la Práctica

El formato final de la práctica actualizada se presenta al final de este capítulo empleando el método de la palanca.

Conclusiones

Como se puede observar a lo largo de este capítulo presentamos un nuevo formato para realizar la práctica del sistema ternario (agua/cloroformo/ácido acético) y al dividimos dos partes que son la curva de saturación y rectas de reparto. En esta propuesta empleamos pequeños volúmenes que consideramos a microescala. Por el tiempo que requiere esta práctica recomendamos que los equipos se dividan el trabajo con el propósito de agilizarlo.

En la práctica encontramos que nuestros resultados son reproducibles entre cada uno de los tres ensayos, aunque no fue posible contrastarlos que resultados reportados, consideramos que los resultados pueden ayudar a comprender el comportamiento de este tipo de sistemas; además no podemos comparar los costos con el anterior formato por trabajar un sistema agua/benceno/ácido acético que es diferente al que ahora recomendamos, además de que la práctica que empleamos es diferente en su procedimiento experimental a la que anteriormente se empleaba.

EQUILIBRIO LÍQUIDO – LÍQUIDO TERNARIO

Introducción

El agua y el ácido acético son especies miscibles entre sí. Forman disoluciones homogéneas independientemente de las proporciones mezcladas. De igual forma ocurre con el sistema ácido acético y triclorometano (cloroformo). Para que dos especies sean miscibles, es indispensable que sus moléculas sean semejante. En el sistema formado por agua y triclorometano (cloroformo) las especies son inmiscibles, lo que quiere decir que cuando se mezclan no se disuelven el uno en el otro. La naturaleza de las moléculas, es distinta y se repelen. El resultado es que los dos líquidos se mantienen separados por dos fases diferentes.

Objetivos

1. Determinar experimentalmente el equilibrio líquido-líquido para un sistema de tres componentes.
2. Construir el diagrama de composición triangular para el sistema Agua/Ácido Acético/Cloroformo.

Investigación Previa

1. Utilizando la regla de las fases, explicar el número de grados de libertad para sistemas líquidos de dos y tres componentes.
2. Investigar los diferentes tipos de equilibrio líquido-líquido que pueden resultar de la inmiscibilidad de sistemas binarios y terciarios. Describir sus principales características y anotar algunos ejemplos.
3. Explicar el método para graficar en coordenadas triangulares.
4. Describir la regla de la palanca aplicada a sistemas ternarios.
5. Investigar en que se aplican los diagramas de equilibrio líquido-líquido.
6. Incluir como parte de la Investigación Previa las medidas de seguridad para el manejo de los reactivos usados en esta práctica.

Material, Equipo y Sustancias

Material	Equipo	Sustancias
1 soporte universal	1 Parrilla con agitador	56 mL de ácido acético
1 pinzas para bureta	magnético	22 mL cloroformo
2 bureta de 25 mL.		Agua destilada
2 embudos de separación		50 mL de NaOH 1M
3 vasos de precipitados de 100 mL		2 g de biftalato potásico
6 matraces Erlenmeyer de 25 mL con tapón de hule		Solución indicadora de Fenolftaleína
3 Microburetas graduadas de 1 mL 1/100		
1 pipeta graduada de 1 mL		
1 pipetas graduadas de 2 mL		
2 micropicnómetros		
<u>1 microagitador magnético</u>		
1 termómetro		

Procedimiento Experimental

1. Lave y seque perfectamente el material de vidrio.
2. Registrar el valor de la temperatura de trabajo.
3. Determinación de la curva de solubilidad.

Vierta en el matraz seco 1 mL de CHCl_3 con una microbureta, añada 0.1 mL de agua como le indica la siguiente tabla; agregue gota a gota ácido acético desde una microbureta agitando durante todo el proceso hasta que la solución homogénea se vuelva turbia. Anote el volumen de ácido acético añadido, mezcla a.

4. A este mismo matraz adicione 0.05 mL de agua con una microbureta, para obtener la mezcla b y repita la valoración con ácido acético hasta que la solución homogénea se vuelva turbia.
5. Agregar 0.10 mL de volumen de agua al mismo matraz para obtener la mezcla c y valórela con ácido acético como indica la tabla y repita el mismo proceso que en los pasos anteriores, con las mezclas que indicadas en la tabla.

Mezcla		a	b	c	d	e	f	g	h	i	j
CHCl ₃ (mL)		1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
H ₂ O (mL)	agregados	0.10	0.05	0.10	0.15	0.20	0.40	1.00	2.00	2.00	2.00
	acumulados	0.10	0.15	0.25	0.40	0.60	1.00	2.00	4.00	6.00	8.00

Los volúmenes aquí mostrados pueden ser cambiados por los que considere más apropiados.

6. Rectas de reparto

Preparar las siguientes mezclas en los embudos de separación rotulados (agregué el cloroformo y el agua desde las buretas de 25 mL), tapar y agitar los embudos liberando presión, por un periodo de 15 minutos y déjelos reposar.

MEZCLA	CHCl ₃ (mL)	H ₂ O (mL)	CH ₃ COOH (mL)
k	10	10	2
l	10	10	4

- Pesar los 4 matraces previamente rotulados con tapón y en estos depositar las fases orgánicas y acuosas desde el embudo de separación; y pesar ambas fases tapadas; si emplea la regla de la palanca no pese la fase orgánica, pregunte a su profesor de laboratorio, que método empleara para obtener las rectas de reparto en su reporte (regla de la palanca o balance de materia).
- Determinar la densidad de la fase acuosa y la fase orgánica, utilizando el micropicnómetro para ello emplear el mismo procedimiento que en la práctica de densidad, si emplea la regla de la palanca no determiné la densidad de la fase orgánica.
- Valorar al NaOH contenido en la bureta, para conocer su concentración.
Pesar 2 g de biftalato potásico, agregar 50 mL de agua destilada y 2 gotas de fenolftaleína. Valore al biftalato potásico con el NaOH.
- Tomar 1 mL de fase acuosa mezcla k y valórelo con NaOH.
- Repetir el procedimiento para la fase acuosa de la mezcla l. El volumen de fase acuosa y la concentración de NaOH pueden ser cambiados si así lo considera.

Resultados

Mezcla		a	b	c	d	e	f	g	h	i	j
CHCl ₃ (mL)											
H ₂ O (mL)	agregados										
	acumulados										

Picnómetro seco (g)	Picnómetro con agua (g)	Picnómetro con fase acuosa (g)	Picnómetro con fase acuosa (g)

Matraz	(g)
seco	
fase acuosa	
fase orgánica	

Biftalato potásico	(mL)
Alícuota	
volumen de vire	

Mezcla	VOL[NAOH] gastado(mL)
K	
I	

Análisis de Resultados

1. Buscar en la literatura las densidades del CHCl₃, H₂O y CH₃COOH a la temperatura de trabajo.
2. Con los datos anteriores calcular la fracción mol de cada componente de las mezclas ("a" a la "j").
3. Con estos datos construir la curva de solubilidad de este sistema ternario en un diagrama triangular.
4. Existen dos métodos para determinar las rectas de reparto que son: la regla de la palanca (considerar que las muestras que valoró con NaOH no contienen cloroformo, entonces

determinar la composición de cada fase de las mezclas "k" y "l") y balance de materia (considerar que en la fase acuosa y en la fase orgánica están presentes los tres componentes). El profesor de laboratorio le indicara cual usar y le explicar en que consiste el método que el elija.

5. Con las composiciones anteriores, trazar las líneas de equilibrio sobre el diagrama anteriormente hecho.
6. Estimar el punto crítico del sistema.
7. ¿Qué tan válida es la aproximación hecha en el punto 4 ya sea por la regla de la palanca o por el balance de materia?
8. Indicar la importancia y uso de este tipo de diagramas.

Bibliografía

1. Treybal R. E. Liquid Extraction. Mc.Graw Hill. 1963
2. Treybal R. E. Mass-Transfer Operation. Mc.Graw Hill. 1955.
3. King J. C. Separation Processes. Mc.Graw Hill.
4. Urquiza M. Experimentos de Fisicoquímica. Limusa. 1974.
5. Mischenko K. P. Prácticas de Química Física. MIR. 1985.
6. Maron, H. Samuel y PRUTTON F. Carl. Fundamentos de Fisicoquímica. Limusa. 1975.
7. Levine N. Levine. Fisicoquímica Vol. 1. 4° Ed. Mc Graw Hill. 1996.
8. Castellan, Gilbert W. Fisicoquímica. 2ª Ed. Addison Wesley Iberoamericana. 1987

Capítulo 8

Evaluación metodológica de la práctica 7

Introducción

Esta es la séptima práctica y en esta estudiaremos las soluciones iónicas para obtener la constante de equilibrio termodinámico.

Presentación al estudiante

En la evaluación de la presentación al estudiante se encontró conveniente redactar nuevamente los objetivos para hacerlos mas claros y que contenga la información que se le pide al estudiante. Además se incrementaron las preguntas en la investigación previa para que el estudiante tenga una idea más clara de lo que esta haciendo en el laboratorio. Por supuesto se cambio la redacción de la investigación previa como la del procedimiento experimental, para hacerla más sencilla de entender por el alumno.

Tiempo de realización de la práctica

En esta práctica se manejaba 14 muestras con el formato anterior. Cada una de estas muestras requiere de cierto tiempo para ser preparadas y valoradas, lo que puede implicar que no se ponga la debida atención en cada una de ellas. Por cuestiones de tiempo sugerimos que esta práctica maneje solo la mitad de sus muestras.

El tiempo promedio de realización de la practica con 7 muestras fue de: 3 horas y 30 minutos. Esta es una de las practicas que requiere un mayor tiempo, por lo que se prefiere que el laboratorista se encargue de preparar las soluciones. Además de que es conveniente el dividir el trabajo en el equipo para reducir el tiempo que se requiere en la práctica, pero se debe recordar que existen factores que incrementan o disminuyen el tiempo de trabajo en el laboratorio como la habilidad y capacidad de organización al trabajar con varias muestras.

Material

El material que se recomienda como más adecuado, para esta práctica se presenta en el Formato Final de esta práctica (Apéndice). Estimamos que el laboratorio cuenta el

material indicado para preparar estas mezclas. Hacemos notar que el laboratorio cuenta con pocas parrillas en buena condiciones, y no es posible que los equipos compartan las parrillas ya que cada equipo tiene que agitar un x cantidad de tiempo cada muestra.

Para que los resultados sean los adecuados recomendamos que los alumnos sequen perfectamente su material antes usarlo.

Reactivos

Respecto a los reactivos que se utilizan son 4.25g de KI para preparar 250 mL de solución 0.1 M, 4 g de PbSO₄, 1.3 g de KNO₃ para preparar 25 mL de solución 0.5 M y 0.4 g de AgNO₃ para preparar 100 mL de solución 0.02 M. Al igual que en las prácticas anteriores ya hemos comentado la razón por la que el agua no se cotiza.

Confiabilidad y Reproducibilidad de los resultados

Con el formato actual se trabajaron tres ensayos en tres días. Los resultados de la valoración del KI 0.1 M con AgNO₃ para conocer la concentración promedio de AgNO₃ con se muestran en la Tabla A7.1

Solución	Alicuota en mL	Ensayo 1		Ensayo 2		Ensayo 3	
		Vol. mL de [AgNO ₃] gastados	[AgNO ₃] M	Vol. mL de [AgNO ₃] gastados	[AgNO ₃] M	Vol. mL de [AgNO ₃] gastados	[AgNO ₃] M
1	1	5.0	0.0200	4.9	0.0204	5.1	0.0196
2	1	5.0	0.0200	4.9	0.0204	4.9	0.0204
3	1	4.9	0.0204	4.9	0.0204	5.0	0.0200
Promedio			0.0201		0.0204		0.0200

Tabla A7.1: Valoración de la solución de KI 0.1 M con AgNO₃, para conocer la concentración promedio de la AgNO₃ en los tres ensayos.

En la Tabla A7.2 mostramos los resultados de cada una de las siete muestras que valoramos con AgNO₃ en los tres ensayos que se hicieron para esta práctica.

Muestra	Alícuota en mL	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
		Vol. mL de [AgNO ₃]	Vol. mL de [AgNO ₃]	Vol. mL de [AgNO ₃]
a	3	9.4	9.3	9.3
b	3	8.8	8.7	8.6
c	3	7.2	7.3	7.3
d	3	5.8	5.7	5.9
e	3	3.8	3.7	3.8
f	3	5.6	5.5	5.6
g	3	5.2	5.2	5.2

Tabla A7.2: Volúmenes agregados de AgNO₃ a diferentes muestras en los tres ensayos.
Para conocer la composición de las mezclas consultar el formato de la práctica.

En el análisis de resultados para esta práctica empleamos la hoja de calculo titulada “Determinación de la constante de equilibrio de una reacción iónica heterogénea” [14]. Los resultados para elaborar el grafico cada una de las muestras en los tres ensayos se muestran en la Tabla A7.3.

Muestra	Ensayo 1		Ensayo 2		Ensayo 3	
	Log Kc	$\log \gamma^2 \Gamma^{-1} / \gamma \text{SO}_4^{-2}$	Log Kc	$\log \gamma^2 \Gamma^{-1} / \gamma \text{SO}_4^{-2}$	Log Kc	$\log \gamma^2 \Gamma^{-1} / \gamma \text{SO}_4^{-2}$
a	0.67699	0.2613	0.69397	0.2616	0.69397	0.2616
b	0.65819	0.2502	0.67726	0.2505	0.69626	0.2508
c	0.67891	0.226	0.65357	0.2256	0.65357	0.2256
d	0.57865	0.1947	0.61858	0.1952	0.73249	0.1966
e	0.56059	0.1555	0.64175	0.1561	0.56059	0.1555
f	0.65744	0.2416	0.69537	0.2419	0.65744	0.2416
g	0.80478	0.3434	0.80478	0.3434	0.80478	0.3434

Tabla A7.3: Resultados del Log Kc vs $\log \gamma^2 \Gamma^{-1} / \gamma \text{SO}_4^{-2}$

Los resultados de la regresión lineal que se le hacen a los datos de la Tabla A7.3 son mostrados en la Tabla A7.4, que se presenta a continuación.

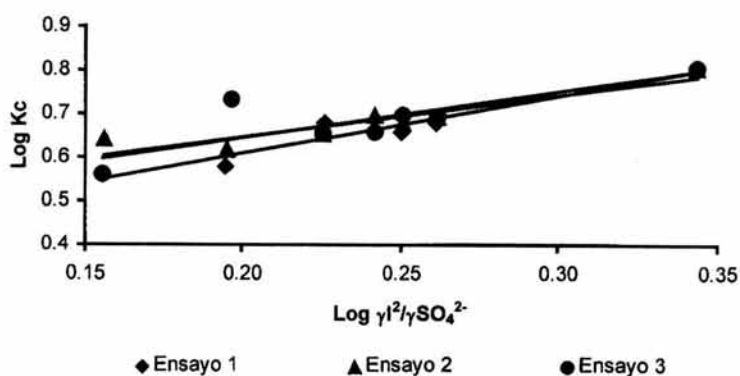
	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
log Kc	1.314102	1.314102	1.051234
log $\gamma^2\Gamma^{-1}/\gamma\text{SO}_4^{2-}$	0.345343	0.455528	0.434022
R ²	0.9355	0.85392	0.66632
Keq	2.637	2.786	2.807

Tabla A7.4: Resultados de la regresión lineal de los resultados.

Para constatar la confiabilidad de los resultados, se contrastan los resultados con datos reportados, pero para esta práctica no encontramos datos reportados para constatar la confiabilidad.

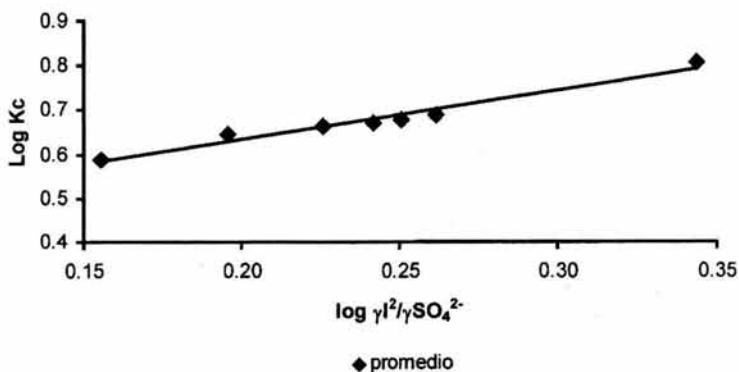
Consideramos que en los tres ensayos los resultados para cada una de las muestras, nos muestra un experimento que es reproducible, porque al comparar la constante de equilibrio en cada una de ellas esta es muy parecida, entre los tres ensayos

A continuación se muestran la grafica de Log Kc vs log $\gamma^2\Gamma^{-1}/\gamma\text{SO}_4^{2-}$ donde están los resultados de los tres ensayos.



Los puntos corresponden a los datos experimentales y la línea continua la recta que mejor se ajusta a los datos para cada uno de los tres ensayos.

La siguiente gráfica Log Kc vs $\log \gamma^2 \Gamma^{-1} / \gamma \text{SO}_4^{2-}$ nos muestra el promedio de los tres ensayos.



Los puntos corresponden a los datos experimentales y la línea continua la recta que mejor se ajusta a los datos para el promedio de los tres ensayos.

Hoja de Cálculo

Empleamos los valores promedio de los tres ensayos para evaluar el funcionamiento de la hoja de cálculo [14]. En general esta hoja de cálculo es fácil de manejar. Al igual que las otras hojas esta también emplea el código de colores que ayuda a ubicar donde se deben registrar las lecturas experimentales y donde leer los resultados de los cálculos. Lo que se encuentra en azul es llenado por el alumno, en color rojo están los datos proporcionados por el programa (calculados a partir de fórmulas) y los resultados obtenidos se presentan también en rojo.

El beneficio de trabajar en el laboratorio y ver que resultados se obtienen, es una de las ventajas que esta hoja ofrece.

En el apéndice se encuentra un ejemplo de la hoja de cálculo para esta práctica.

Costos

El costo estimado de esta práctica lo muestra se encuentra en la Tabla A7.5. El costo de nitrato plata es para 100 mL de solución, el costo para el nitrato de potasio es para 25 mL de solución y 250 para el yoduro de potasio. Esta Tabla A7.4 muestra el costo que utilizaría un solo equipo y el costo que emplearía un grupo compuesto por cuatro equipos. Los precios [15] son reales al tiempo de realizar este estudio y se estimaron el día 29 de octubre del 2003. Se incluyen solo los precios sin considerar el equipo y material de laboratorio. Estos costos son apreciaciones con base en lo nuestra experiencia y no convendrían tomarse más que como una referencia si se desean usar planear las compras del almacén del laboratorio.

Solvente	Cantidad	Costos Pesos
Nitrato de plata	0.4 g	\$ 5.33
Nitrato de Potasio	1.3 g	\$ 1.43
Sulfato de plomo	3.5 g	\$ 5.42
Yoduro de potasio	4.25 g	\$ 11.19
<i>Costo total de la práctica por equipo</i>		\$ 23.36
<i>Costo total de la práctica por grupo</i>		\$ 93.45

Tabla A7.4: Costos para la práctica de equilibrio heterogéneo de las reacciones iónicas.

MIGRACIÓN A MICROESCALA DE PRÁCTICA 7

Introducción

Esta práctica se migró a microescala empleando básicamente el mismo material que la práctica actualizada con algunas modificaciones en cuanto a la capacidad del material, que describiremos más adelante. Como lo hemos mencionado a lo largo de esta tesis, el trabajo a microescala implica el reducir el tamaño de las muestra y emplear la misma técnica para el trabajo a microescala y si esta técnica no es la adecuada, modificarla para poder obtener resultados satisfactorios que validen nueva técnica de la práctica.

Presentación al estudiante

No tenemos ninguna propuesta de presentación al estudiante por lo comentado anteriormente.

Tiempo de realización de la práctica

El tiempo total promedio de los tres ensayos a microescala fue de 4 horas, este tiempo es mayor el que se emplea en la práctica actualizada porque requiere mayor tiempo el trabajar con muestras pequeñas.

Material

El material es básicamente el mismo material que se observa en la práctica del formato actual, lo único que cambia es la capacidad de los matraces volumétricos que se emplearon para preparar los reactivos.

Reactivos

Los reactivos se redujeron un 80 % usando 0.9 g de KI para preparar 100 mL de solución 0.1 M, 0.7 g de PbSO_4 , 2.6 g de KNO_3 para preparar 50 mL de solución 0.5 M y 0.4 g de AgNO_3 para preparar 100 mL de solución 0.02 M.

Reproducibilidad de los resultados

Para demostrar la reproducibilidad de los resultados se ensayo la práctica a microescala en tres ocasiones. Los resultados de la valoración del KI 0.1 M con AgNO_3 para conocer la concentración promedio de AgNO_3 con se muestran en la Tabla M7.1

Solución	Alicuota en mL	Ensayo 1		Ensayo 2		Ensayo 3	
		Vol. mL de [AgNO ₃] gastados	[AgNO ₃] M	Vol. mL de [AgNO ₃] gastados	[AgNO ₃] M	Vol. mL de [AgNO ₃] gastados	[AgNO ₃] M
1	1	5.0	0.0200	5.0	0.0200	5.0	0.0200
2	1	5.1	0.0196	5.0	0.0200	4.9	0.0204
3	1	4.9	0.0204	5.1	0.0196	4.9	0.0204
Promedio			0.0200		0.0199		0.0203

Tabla M7.1: Valoración de la solución de KI 0.1 M con AgNO₃, para conocer la concentración promedio de la AgNO₃ en los tres ensayos.

En la Tabla M7.2 mostramos los resultados de cada una de las siete muestras que valoramos con AgNO₃ en los tres ensayos que se hicieron para esta práctica.

Muestra	Alicuota en mL	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
		Vol. mL de [AgNO ₃]	Vol. mL de [AgNO ₃]	Vol. mL de [AgNO ₃]
a	3	9.1	9.0	9.2
b	3	8.4	8.5	8.1
c	3	7.0	6.9	6.5
d	3	5.7	5.4	5.3
e	3	3.5	3.5	3.1
f	3	5.4	5.3	5.2
g	3	5.1	4.9	4.8

Tabla M7.2: Volúmenes agregados de AgNO₃ a diferentes muestras en los tres ensayos.

Para el análisis de resultados de esta práctica también empleamos la hoja de cálculo titulada “Determinación de la constante de equilibrio de una reacción iónica heterogénea” [14]. Los resultados para elaborar el gráfico cada una de las muestras en los tres ensayos se muestran en la Tabla M7.3.

Muestra	Ensayo 1		Ensayo 2		Ensayo 3	
	Log Kc	$\log \gamma^2 \Gamma^{-1} / \gamma \text{SO}_4^{2-}$	Log Kc	$\log \gamma^2 \Gamma^{-1} / \gamma \text{SO}_4^{2-}$	Log Kc	$\log \gamma^2 \Gamma^{-1} / \gamma \text{SO}_4^{2-}$
a	0.72783	0.2622	0.74473	0.2624	0.71091	0.2619
b	0.73407	0.2514	0.71519	0.2511	0.79048	0.2523
c	0.72893	0.2267	0.75367	0.2271	0.85129	0.2285
d	0.61858	0.1952	0.73249	0.1966	0.76893	0.1971
e	0.78693	0.1575	0.78693	0.1575	1.03847	0.1601
f	0.73249	0.2422	0.76893	0.2426	0.80478	0.2429
g	0.90964	0.3439	0.90964	0.3439	0.94394	0.344

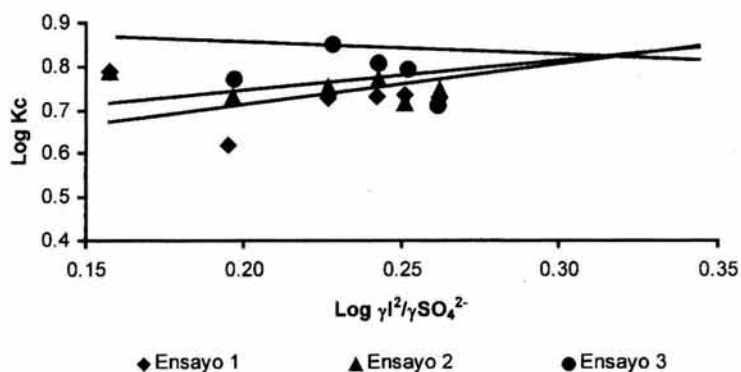
Tabla M7.3: Resultados del Log Kc vs $\log \gamma^2 \Gamma^{-1} / \gamma \text{SO}_4^{2-}$

Los resultados de la regresión lineal que se le hacen a los datos de la Tabla M7.3 son mostrados en la Tabla M7.4, que se presenta a continuación.

	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
log Kc	0.930418	0.678614	-0.286932
$\log \gamma^2 \Gamma^{-1} / \gamma \text{SO}_4^{2-}$	0.525181	0.610109	0.913255
R ²	0.38752	0.37311	0.02157
Keq	3.260	3.435	4.197

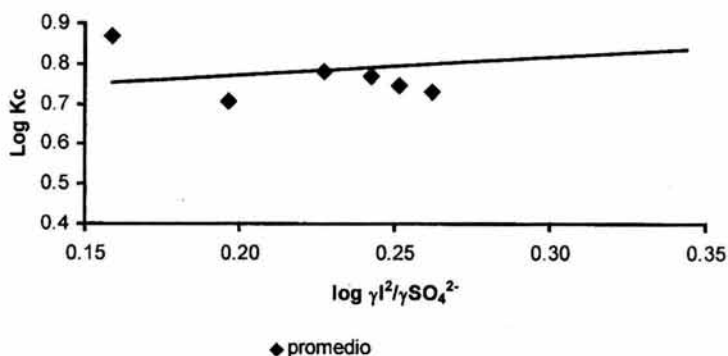
Tabla M7.4: Resultados de la regresión lineal de los resultados.

En la Tabla M7.4 encontramos que ninguno de las constantes de equilibrio es reproducible. A continuación se muestran la grafica de Log Kc vs $\log \gamma^2 \Gamma^{-1} / \gamma \text{SO}_4^{2-}$ donde están los resultados de los tres ensayos.



Los puntos corresponden a los datos experimentales y la línea continua la recta que mejor se ajusta a los datos para cada uno de los tres ensayos.

La siguiente grafica Log Kc vs $\log \gamma^2 \Gamma^1 / \gamma \text{SO}_4^{2-}$ nos muestra el promedio de los tres ensayos.



Los puntos corresponden a los datos experimentales y la línea continua la recta que mejor se ajusta a los datos para el promedio de los tres ensayos.

Hoja de Cálculo

La hoja de Excel, que se empleó para los resultados de la práctica actualizada es el mismo que se empleó para esta práctica [14]. Por lo que las características que comentamos en el formato de la práctica actualizada en este capítulo son las mismas.

Costos

Incluimos el costo de lo que se empleó, a pesar de los resultados. La Tabla M7.4 nos muestra los resultados. Los precios [15] son reales al tiempo de realizar este estudio y se estimaron el día 29 de octubre del 2003. Se lo que emplearía un equipo y un grupo de cuatro equipos.

Solvente	Cantidad	Costos Pesos
Nitrato de plata	0.4 g	\$ 5.11
Nitrato de Potasio	2.6 g	\$ 2.73
Sulfato de plomo	0.7 g	\$ 1.04
Yoduro de potasio	0.9 g	\$ 2.27
<i>Costo total de la práctica por equipo</i>		\$ 11.15
<i>Costo total de la práctica por grupo</i>		\$ 44.60

Tabla M7.4: Costos para la práctica de equilibrio heterogéneo de las reacciones iónicas.

Formato final de la Práctica

Al final de este capítulo encontramos el formato final de la práctica actualizada.

Conclusiones

Los resultados obtenidos en la práctica actualizada nos muestran que la práctica es reproducible, aunque es necesario mencionar que esta práctica requiere un mayor cuidado en el trabajo experimental que todas las que se analizan en esta tesis, ya que no solo es necesario tener cuidado al valorar las muestras, sino que es necesario que el material que se emplee este completamente seco. Igualmente que es necesario valorar lentamente para no agregar más valorante del que la muestra requiere para flocular. Respecto a la migración a

microescala, no encontramos una técnica que nos permita obtener resultados adecuados para la técnica a microescala, creemos que existen varios factores como el tipo de material, modo de preparar la muestra y tiempo de mezclado con el PbSO_4 , que creemos que están afectando resultados. No nos atrevemos a decir que esta práctica sea posible migrarse a microescala, pero tampoco el que con el estudio más profundo de esta práctica, se tenga una idea más clara de cómo migrarla a microescala.

En cuanto a manejar en el formato actualizado que emplea siete muestras en lugar de catorce como se hacía antes, estamos ahorrando la mitad en costo de lo que esta práctica requeriría si se trabajaran todas las muestras. Las muestra que se eligieron para esta práctica no se escogieron al azar, sino que se analizaron las catorce muestras y se tomaron las que reproducían los datos en todos los ensayos.

EQUILIBRIO HETEROGÉNEO DE REACCIONES IÓNICAS

Introducción

Sabemos que muchas reacciones no finalizan, sino que proceden hasta cierto punto y se detienen, dejando con frecuencia cantidades considerables de reactivos inalterados. Cuando una reacción alcanza este estado se dice que se encuentra en equilibrio. Los equilibrios químicos se clasifican en dos grupos homogéneos y heterogéneos. Los homogéneos son los que se establecen en un sistema en el cual solo existe una fase por ejemplo gaseosa, líquida o sólida, mientras que en los equilibrios homogéneos un sistema con más de una fase, como el que existe entre un sólido-gas, líquido-gas o sólido-líquido.

Objetivos

1. Observar las desviaciones de la conducta ideal de las soluciones iónicas.
2. Determinar la constante termodinámica de equilibrio
3. Determinar la constante de equilibrio aparente para un equilibrio heterogéneo.

Investigación Previa

1. Explicar que es equilibrio químico.
2. Investigar con que condiciones una solución iónica presenta conducta ideal.
3. Definir lo que es actividad, coeficiente de actividad y constante de equilibrio.
4. Definir que es la constante de equilibrio aparente.
5. ¿Qué es fuerza iónica y cómo influye en la actividad de los iones en solución?
6. ¿Cómo se determina teórica y experimentalmente el coeficiente de actividad?
7. Mencionar la importancia de conocer las actividades y las constantes de equilibrio.
8. Investigar como se sigue una valoración de yoduros con plata.
9. Incluir como parte de la Investigación Previa las medidas de seguridad para el manejo de los reactivos usados en esta práctica.

Material, Equipo y Reactivos

Material	Equipo	Sustancias
1 pipeta volumétrica de 20 mL	1 Parrilla con agitador	100 mL de $[\text{AgNO}_3] = 0.02 \text{ M}$
1 pipeta volumétrica de 10 mL	magnético	250 mL de $[\text{KI}] = 0.1 \text{ M}$
1 bureta de 50 mL		50 mL de $[\text{KNO}_3] = 0.5 \text{ M}$
5 embudos de vidrio de cola chica		4 g de PbSO_4
5 matraces Erlenmeyer de 250 mL		Agua destilada
5 matraces Erlenmeyer de 125 mL		
5 vasos de precipitados de 250 mL		
1 matraces aforados de 100 mL		
1 matraz aforado de 500 mL		
1 matraz aforado de 50 mL		
1 barra magnética		
Papel filtro		

Procedimiento Experimental

1. Prepare 50 mL de cada una de las siguientes soluciones, por dilución de las soluciones iniciales de KI y KNO_3 .

Solución	a	b	c	d	e	f	g
$[\text{KI}]$	0.10	0.09	0.07	0.05	0.03	0.05	0.05
$[\text{KNO}_3]$						0.04	0.20

2. La tabla anterior significa que la solución "a" debe tener la concentración de KI indicada, y así hasta la solución "e". Para la solución "f" la concentración de KI debe de ser 0.05 M y para la "g" la concentración de KNO_3 0.04 M, siendo el volumen total de la solución 50 mL.
3. NOTA: Al momento de preparar las soluciones iniciales de KI y KNO_3 , es poco probable que se puedan preparar con la concentración indicada, por lo que las concentraciones indicadas en la tabla anterior deberán ser recalculadas en base a las concentraciones reales de KI y KNO_3 . Lo mismo aplica para lo solución de AgNO_3 .

4. Agregue 0.5 g de PbSO_4 sólido a cada muestra y agite vigorosamente por aproximadamente 5 min.
5. Valore tres alícuotas de 1 mL de $[\text{KI}] = 0.1 \text{ M}$ con $[\text{AgNO}_3] = 0.02 \text{ M}$, si las soluciones están bien preparadas debe gastar 5 mL de la solución de plata. Estas valoraciones se hacen para observar como flocula el yoduro de plata.
6. Filtrar cada una de las muestras. Tome una alícuota de 3 mL del filtrado y valórela con la solución de AgNO_3 . No es necesario usar indicador, ya que el yoduro de plata coloidal flocula rápidamente. El volumen de la alícuota puede ser cambiado si así lo considera.

Resultados

Solución	a	b	c	d	e	f	g
Alícuota	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
Vol de $[\text{AgNO}_3]$							

Recuerde que los volúmenes de las alícuotas pueden cambiar si así lo considera.

Análisis de Resultados

1. La reacción química que se estudia es la siguiente



cuya constante de equilibrio es

$$K_{eq} = \frac{[a_{\text{SO}_4^{2-}}]}{[a_{\text{I}^-}]^2} = \frac{[\text{SO}_4^{2-}] \gamma_{\text{SO}_4^{2-}}}{[\text{I}^-]^2 \gamma_{\text{I}^-}} = K_c \frac{\gamma_{\text{SO}_4^{2-}}}{\gamma_{\text{I}^-}^2}$$

2. donde las "a" representan actividades y las "γ" coeficientes de actividad.
3. Determinar la concentración de I^- y SO_4^{2-} en el equilibrio. Considerando que la concentración molar es igual a la molal.

4. Determinar la fuerza iónica, I_m , de cada muestra.
5. Calcular el valor de K_c para cada muestra.
6. Utilizar la teoría de Debye-Huckel, para calcular el valor de los coeficientes de actividad $\gamma_{\text{SO}_4^{2-}}$ y γ^{1-1} para cada muestra.
7. Calcular la constante de equilibrio termodinámico para cada muestra.
8. Elaborar un gráfico $\log K_c$ vs. $\log (\gamma^{21-1}/\gamma_{\text{SO}_4^{2-}})$
9. A partir de este gráfico determinar la constante de equilibrio termodinámico.
10. Concluir acerca del experimento.

Bibliografía

1. Maron, H. Samuel y PRUTTON F. Carl. Fundamentos de Físicoquímica. Limusa. 1975.
2. Levine N. Levine. Físicoquímica Vol. 1. 4ª Ed. Mc Graw Hill. 1996.

Capítulo 9

Evaluación metodológica de la práctica 8

Introducción

Esta es la octava práctica donde estudiaremos la presión de vapor y la entalpía de vaporización de agua.

Presentación al estudiante

Esta es la última práctica y creímos conveniente que manejara dos objetivos para dar una idea más clara al estudiante, y no uno como estaba planteada originalmente., además redactamos nuevamente el procedimiento experimental, para hacerlo más claro y dinámico al estudiante. No incluimos ningún otro cambio al formato por no considerarlo necesario.

Tiempo de realización de la práctica

Esta es una de las prácticas que requiere poco tiempo para su realización, por lo que se considera que el tiempo de laboratorio es suficiente para que cualquier equipo termine esta práctica en el tiempo de la clase de laboratorio. El tiempo promedio de realización fue de 1 hora y 30 minutos. Por supuesto que dependiendo del equipo puede incrementar o disminuir este tiempo de acuerdo a dos factores principalmente, la habilidad al trabajar con sus material y el segundo el organizarse en el momento de pesar sus muestras.

Material

En esta propuesta a microescala, el material que se recomienda como más adecuado se presenta al final de este capítulo. Estimamos que el laboratorio cuenta el material indicado.

Reactivos

Respecto a los reactivos en esta práctica solo se utiliza agua destilada y hielo.

Confiabilidad y reproducibilidad de los resultados

Para constatar la confiabilidad de los resultados, contrastamos nuestras mediciones con los valores reportados [29]. Igualmente para confirmar la reproducibilidad de las mediciones realizamos tres ensayos de la práctica. En seguida presentamos los resultados obtenidos en el laboratorio en la Tabla A8.1.

Ensayo 1		Ensayo 2		Ensayo 3	
T ^o C	Volumen aire mL	T ^o C	Volumen aire mL	T ^o C	Volumen aire mL
5	5.0	5	4.4	5	4.6
10	5.1	10	4.5	10	4.7
15	5.2	15	4.6	15	4.8
20	5.3	20	4.7	20	4.9
30	5.4	30	4.9	30	5.1
40	5.8	40	5.2	40	5.4
50	6.2	50	5.5	50	5.6
60	6.5	60	6.4	60	6.5
70	7.4	70	6.8	70	6.9
75	8.3	75	7.7	75	7.9
80	9.6	80	8.4	80	8.5

Tabla A8.1: Volúmenes medidos de aire en la probeta a diferentes temperaturas.

Para el análisis de resultados de esta práctica también empleamos la hoja de calculo titulada “Determinación del cambio de entalpía de vaporización” [14]. Los resultados obtenidos con la hoja de Excel de cada uno de los tres ensayos, los mostramos en la Tabla A8.2, estos son los resultados para construir el grafico del $\ln P$ vs $1/T$ (K). Al mismo tiempo en la Tabla A8.3, encontramos el promedio de los tres ensayos, los datos reportados y el por ciento de error entre el promedio de los ensayos y los datos reportados.

Ensayo 1		Ensayo 2		Ensayo 3	
1/T	ln	1/T	ln	1/T	ln
K	P _{Vapor}	K	P _{Vapor}	K	P _{Vapor}
0.003532	-6.482440	0.003532	-5.63180	0.0035	-5.8639
0.003470	-5.580871	0.003470	-4.96063	0.0035	-5.1682
0.003411	-5.422290	0.003411	-4.57667	0.0034	-4.8070
0.003354	-5.153300	0.003299	-4.10752	0.0033	-4.3267
0.003193	-3.784870	0.003193	-3.30969	0.0032	-3.4514
0.003095	-3.023380	0.003095	-2.91110	0.0031	-3.3428
0.003002	-2.802550	0.003002	-1.99411	0.0030	-2.1405
0.002914	-2.053190	0.002914	-1.86081	0.0029	-1.9878
0.002872	-1.662480	0.002872	-1.51609	0.0029	-1.5649
0.002832	-1.342550	0.002832	-1.35377	0.0028	-1.4218

Tabla A8.2: logaritmo natural de la Presión de vapor vs el inverso de la temperatura en grados Kelvin de los tres ensayos.

Promedio de los tres ensayos		Reportados		% error	
1/T	ln	1/T	ln	1/T	ln
K	P _{Vapor}	K	P _{Vapor}	K	P _{Vapor}
0.0035	-5.9927	0.0035	-4.4137	100.0	35.8
0.0035	-5.2366	0.0035	-4.0852	100.0	28.2
0.0034	-4.9353	0.0034	-3.7697	100.0	30.9
0.0033	-4.5292	0.0033	-3.1734	100.6	42.7
0.0032	-3.5153	0.0032	-2.6203	100.0	34.2
0.0031	-3.0924	0.0031	-2.1059	100.0	46.8
0.0030	-2.3124	0.0030	-1.6266	100.0	42.2
0.0029	-1.9673	0.0029	-1.1792	100.0	66.8
0.0029	-1.5812	0.0029	-0.9664	100.0	63.6
0.0028	-1.3727	0.0028	-0.7605	100.0	80.5

Tabla A8.3: Promedio de los tres ensayos, los valores reportados a las temperaturas de trabajo y el % de error.

También determinamos con la hoja de calculo titulada “Determinación del cambio de entalpía de vaporización” [3]. La regresión lineal de los resultados obtenidos con esta hoja de Excel para cada uno de los tres ensayos, los mostramos en la Tabla A8.4 y en la Tabla A8.5 el promedio de estos ensayos, los datos reportados y el por ciento de error entre el promedio de los ensayos y los datos reportados.

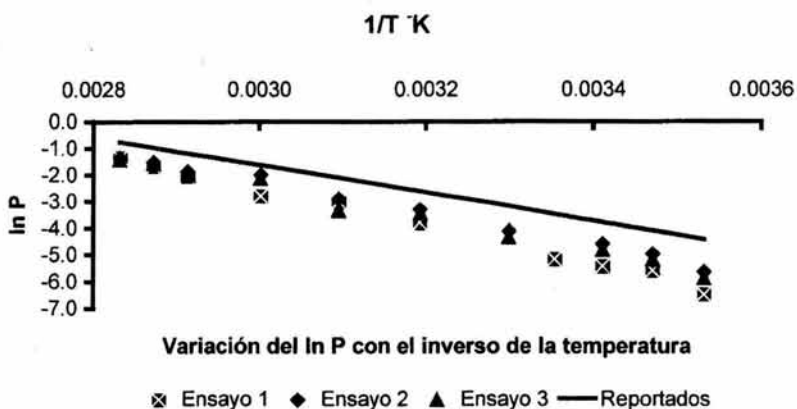
Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
$\ln P = -7065.6 (1/T) + 18.6270$	$\ln P = -5942.0 (1/T) + 15.5660$	$\ln P = -6144.2 (1/T) + 16.0200$
$R^2 = 0.9946$	$R^2 = 0.9911$	$R^2 = 0.9862$
$\Delta H_{\text{vap}} = 58747.3 \text{ J/mol}$	$\Delta H_{\text{vap}} = 49404.4 \text{ J/mol}$	$\Delta H_{\text{vap}} = 51082.9 \text{ J/mol}$

Tabla A8.4: Presión de vapor y entalpía de vaporización de agua experimental. Regresión lineal y ΔH de vaporización del análisis de resultados.

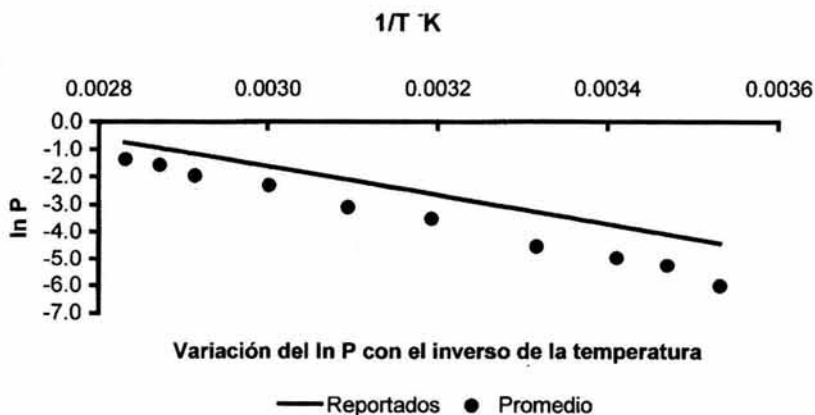
Promedio	Reportado	% error
$\ln P = -6383.9 (1/T) + 16.7377$	$\ln P = -5229.7 (1/T) + 14.068$	$\ln P = 22.1 (1/T) + 18.977$
$R^2 = 0.9906$	$R^2 = 0.9999$	$R^2 = 0.9$
$\Delta H_{\text{vap}} = 53078.2 \text{ J/mol}$	$\Delta H_{\text{vap}} = 43365.6 \text{ J/mol}$	$\Delta H_{\text{vap}} = 22.4 \text{ J/mol}$

Tabla A8.5: Promedio de los tres ensayos , los valores reportados a las temperaturas de trabajo y el % de error.

A continuación mostramos las gráficas del logaritmo natural de la Presión vs el inverso de la temperatura. Si observamos los resultados obtenidos en el laboratorio es por debajo de los reportados, esto se debe a que el baño no se alcanza a homogenizar a cierta temperatura cuando esta continua incrementando, esto hace que solo los primeros datos tengan un menor error del que tenemos en los últimos datos.



Logaritmo natural de la presión en función del inverso de la temperatura.
Práctica actualizada. Ensayo 1 2, y 3. Asimismo los datos reportados.



Logaritmo natural de la presión en función del inverso de la temperatura.
Práctica actualizada. Promedio de los tres ensayos. Del mismo modo los datos reportados.

Hoja de Cálculo

La hoja de cálculo [14] desarrollada para la práctica actualizada tradicional, al igual que todas las hojas de Excel empleadas en esta tesis son fáciles de emplear. Tiene dos colores para manejar los datos experimentales, se usa el azul para los datos que proporciona la máquina y los que se llena el alumno, y los resultados se muestran en color rojo.

Por supuesto cumple con la función de agilizar los informes experimentales dando la posibilidad de concentrarse en los conceptos involucrados. Pero tiene el inconveniente de que no muestra los datos reportados en el rango de temperatura que sugiere la práctica se trabaje.

Un ejemplo de esta hoja lo encontramos en el Apéndice .

Costos

En esta práctica no se estima ningún costo, porque el agua y el hielo son proveídas por la escuela.

Formato final de la Práctica

El formato final de la práctica se presenta después de las conclusiones de este capítulo.

Conclusiones

Los resultados obtenidos en esta práctica nos indican que los datos son reproducibles en los tres ensayos aunque no son confiables al compáralos con los datos reportados, claro que debemos decir que este es también un nuevo formato de práctica que nos arroja datos que pueden ajustarse a una línea recta, ya que anteriormente el procedimiento experimental no arrojaba datos que sirvieran para representar una línea recta y mucho menos que esta se pudiera comparar con los datos reportados, por supuesto creemos que quizás en un futuro este procedimiento experimental se modifique para disminuir al máximo el error, por el momento es el mejor procedimiento que tenemos.

No tenemos ninguna propuesta a microescala, por que solo empleamos agua y hielo y ambos no se cotiza por ser proveídos por la escuela, así es que no consideramos que sea necesario buscar una técnica a microescala para esta práctica.

PRESIÓN DE VAPOR Y ENTALPÍA DE VAPORIZACIÓN DE AGUA

Introducción

La presión de vapor de un líquido es constante a una temperatura dada, pero aumenta si lo hace la temperatura hasta el punto crítico del líquido.

Es fácil comprender el aumento de la presión de vapor teniendo en cuenta la teoría cinética. Al aumentar la temperatura es mayor la proporción de moléculas que adquieren la energía suficiente para escapar de la fase líquida y en consecuencia se precisa mayor presión para establecer un equilibrio entre vapor y el líquido. Por encima de la temperatura crítica la tendencia de escape de las moléculas es tan elevada que ninguna presión aplicada es suficiente para mantenerlas unidas en el estado líquido y toda la masa persiste como gas.

Objetivo

1. Determinar la presión de vapor y la entalpía de vaporización del agua.
2. aplicando las leyes de los gases ideales y la ecuación de Clapeyron.

Investigación Previa

1. Explicar que es la presión de vapor.
2. Deducir la ecuación de Clausius-Clapeyron.
3. Asumiendo que el volumen del gas es mucho mayor que el del líquido y que el gas obedece la ecuación del gas ideal, integrar la ecuación de Clausius-Clapeyron.
4. Incluir como parte de la Investigación Previa las medidas de seguridad para el manejo de los reactivos usados en esta práctica.

Material, Equipo y Reactivos

Material	Equipo	Sustancias
1 vaso de precipitados de 2 L		Hielo
1 probeta graduada de 10 mL.		
1 Tela de asbesto		
1 tripié		
1 mechero de Bunsen		
1 agitador de vidrio		
1 termómetro de 0 a 100 °C		

Procedimiento Experimental

1. Llenar la probeta hasta la marca de 6 ml con agua destilada.
2. Introducirla invertida al vaso que se ha llenado con agua a una temperatura menor o igual a 5°C, utilizar el hielo para este fin. Una muestra de 4 a 5 ml de aire quedara atrapados dentro de la probeta.
3. Calentar hasta aproximadamente 10°C, con un mechero Bunsen. Medir el volumen de aire atrapado. Registrar la temperatura y el volumen.
4. Tomar medidas adicionales como lo indica la tabla.

Resultados:

Presión atmosférica: _____ atm

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
T (°C)	5	10	15	20	30	40	50	60	70	75	80
Vaire (ml)											

Análisis de Resultados

1. Asumiendo que la presión de vapor del agua es despreciable con relación a la presión atmosférica a bajas temperaturas. Calcular el número de moles de aire atrapados a la temperatura más baja.
2. Calcular la presión parcial de aire y de vapor para cada lectura.
3. Elaborar un gráfico $\ln P_{\text{vapor}}$ vs $1/T$ y a partir de este determinar el ΔH_{vap}

Bibliografía

1. Atkins W. P. Físicoquímica, Interamericana, México 1986
2. Keith J. Laidler [y cols]. Físicoquímica, Continental, México 1997.
3. Castellan Gilbert W. Físicoquímica, 2a ed. Addison Wesley Iberoamericana 1987.

APÉNDICE

Prof. Ricardo Baltazar Ayala
Rodolfo Gómez Balderas

Alumnos

- 1.- Juana Lule Cornejo
- 2.-
- 3.-
- 4.-

Componentes	Masa Molar	Densidad
	g/mol	g/mL
Agua	18,01	0,9982
Acetona	58,08	0,7920

T= 20 °C

Agua es el componente 1
Acetona es el componente 2

R_S (mL/mol)		R_D (mL/mol)		Polarización	
Agua	Acetona	Agua	Acetona	Agua	Acetona
0,2038	0,2757	3,6706	16,0107	4,5708E-24	1,9937E-23

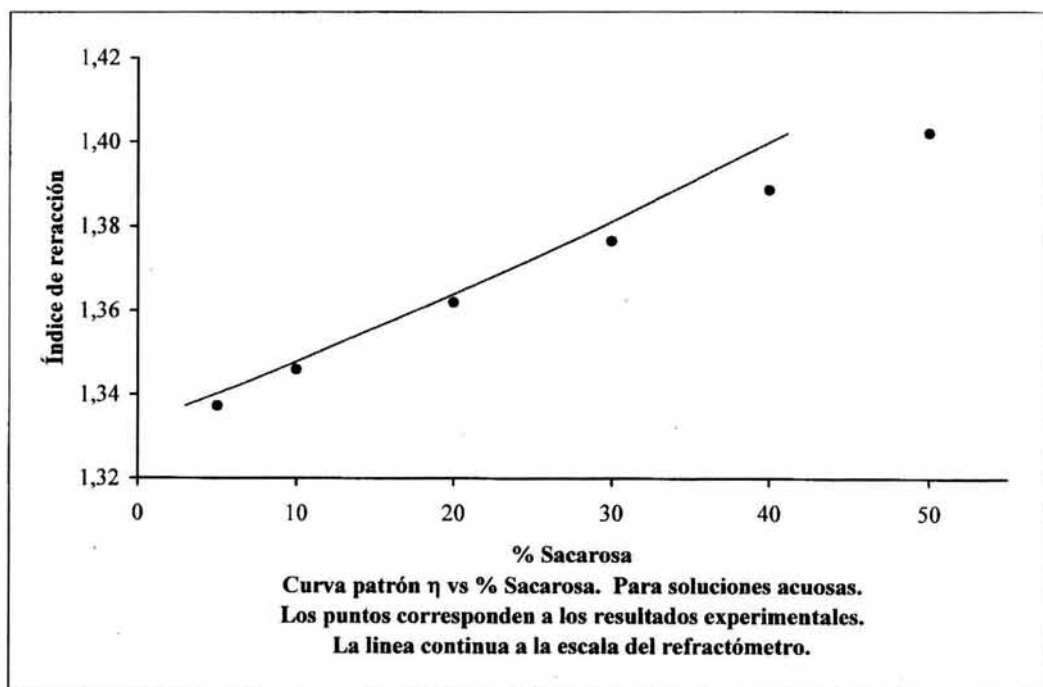
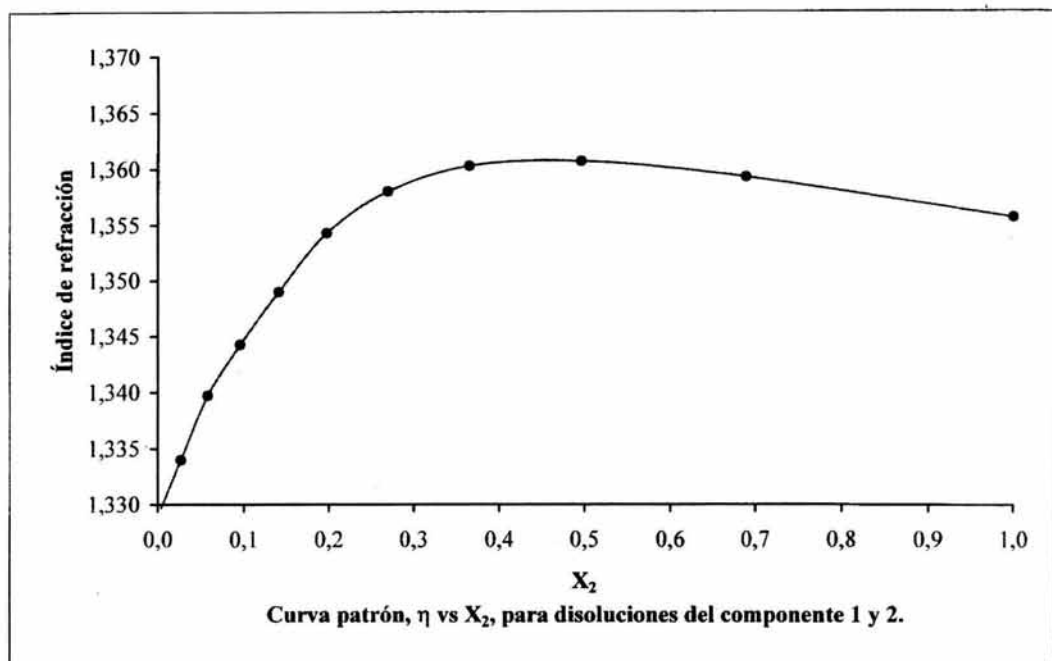
Vol (Agua) mL	Vol (Acetona) mL	n(agua) mol	n(Acetona) mol	X(Agua)	X(Acetona)	η
0,0	1,0	0,0000	0,0136	0,0000	1,0000	1,3557
0,5	4,5	0,0277	0,0614	0,3111	0,6889	1,3593
0,5	2,0	0,0277	0,0273	0,5040	0,4960	1,3607
1,5	3,5	0,0831	0,0477	0,6353	0,3647	1,3603
1,0	1,5	0,0554	0,0205	0,7304	0,2696	1,3580
1,0	1,0	0,0554	0,0136	0,8026	0,1974	1,3543
1,5	1,0	0,0831	0,0136	0,8591	0,1409	1,3490
3,5	1,5	0,1940	0,0205	0,9046	0,0954	1,3443
2,0	0,5	0,1109	0,0068	0,9421	0,0579	1,3397
4,5	0,5	0,2494	0,0068	0,9734	0,0266	1,3340
1,0	0,0	0,0554	0,0000	1,0000	0,0000	1,3290

% Sacarosa ⁽¹⁾ peso/volumen	η	% Sacarosa ⁽²⁾ peso/volumen
50,00	1,4020	41,17
40,00	1,3885	34,00
30,00	1,3765	27,50
20,00	1,3620	18,83
10,00	1,3460	8,83
5,00	1,3373	3,00

Muestra problema	η	% Sacarosa ⁽²⁾ peso/volumen
(Mx)	1,0000	-----
(My)	2,0000	-----
(S ₁)	3,0000	4,00
(S ₂)	4,0000	5,00

% Sacarosa (1) son las concentraciones que se prepararon

% Sacarosa (2) son las concentraciones que se midieron en el refractómetro



DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD

Prof. Ricardo Baltazar Ayala
Rodolfo Gómez Balderas

Alumnos
Juana Lule Cornejo

Temperatura °C
19

- 1.-
- 2.-
- 3.-
- 4.-

Sustancias
Etanol
*

Densidades del agua a 15.5 °C y a 21°C

T °C	ρ (H ₂ O) g/mL
15,5	0,9990
19	0,9982

	Masa g	Masa g	Masa g	Promedio g
picnómetro	0,8587	0,8592	0,8600	0,8593
pic + agua	1,6099	1,6112	1,6102	1,6104

Vol picnómetro	0,7525	mL
----------------	--------	----

	Masa g	Masa g	Masa g	Promedio g
pic + etanol	1,4600	1,4599	1,4596	1,4598
pic + *	-	-	-	-

	ρ g/mL	ρ (relativa)	Pesp(21°C)	Pesp(15.5°C)	°A.P.I.	°Baume
Etanol	0,7981	0,7981	0,7995	0,7989	45,63	45,25 Escala Ligera
*	-	-	-	-	NO APLICA	- Escala pesada

*Compuesto	ρ ^(20°C)
Ác. Acético	1,0498
Ác. Fórmico	1,2212
Ác. Sulfúrico	1,8305
Acetona	0,792
Benceno	0,879
Cloroformo	1,485
Etanol	0,7893
Propanol	0,8077
Tolueno	0,866

Prof. Ricardo Baltazar Ayala
Rodolfo Gómez Balderas

Alumnos

- 1.- Juana Lule Cornejo
- 2.-
- 3.-
- 4.-

Temperatura °C	$\eta / \text{H}_2\text{O}$ g/cm s	$\rho / \text{H}_2\text{O}$ g/mL	$\rho / \text{metanol}$ g/mL	ρ / etanol g/mL
25	0,009	0,9971	0,7917	0,7851

Sustancia	Tiempo 1 s	Tiempo 2 s	Tiempo 3 s	Promedio s	η Poises	v cinemática Stokes
H ₂ O	75,91	75,72	75,88	75,84	0,009	0,009
metanol	62,55	65,19	65,25	64,33	0,006	0,008
etanol	127,93	127,78	127,99	127,90	0,012	0,015

Temperatura °C	$\eta / \text{H}_2\text{O}$ g/cm s	$\rho / \text{H}_2\text{O}$ g/mL	$\rho / \text{metanol}$ g/mL	ρ / etanol g/mL
35	0,008	0,9941	0,7780	0,7764

Sustancia	Tiempo 1 s	Tiempo 2 s	Tiempo 3 s	Promedio s	η Poises	v cinemática Stokes
H ₂ O	62,66	61,84	62,90	62,47	0,008	0,008
metanol	57,81	57,61	57,81	57,74	0,006	0,007
etanol	105,59	105,94	105,51	105,68	0,010	0,013

Temperatura °C	$\eta / \text{H}_2\text{O}$ g/cm s	$\rho / \text{H}_2\text{O}$ g/mL	$\rho / \text{metanol}$ g/mL	ρ / etanol g/mL
45	0,006	0,9902	0,7689	0,7677

Sustancia	Tiempo 1 s	Tiempo 2 s	Tiempo 3 s	Promedio s	η Poises	v cinemática Stokes
H ₂ O	52,81	52,86	51,95	52,54	0,006	0,006
metanol	51,47	52,53	51,55	51,85	0,005	0,006
etanol	91,66	91,10	91,86	91,54	0,009	0,011

Sustancia	Temperatura °C	Tiempo 1 s	Tiempo 2 s	Tiempo 3 s	Promedio s	v Saybolt Stokes
Aceite de Auto	38,00	410,00	410,00	410,00	410,00	0,90

Sustancia	Temperatura °C	Tiempo 1 s	Tiempo 2 s	Tiempo 3 s	Promedio s	v Saybolt Stokes
Aceite de Auto	99,00	62,50	62,50	62,50	62,50	0,11

Prof. Ricardo Baltazar Ayala
Rodolfo Gómez Balderas

Alumnos

- 1.- Juana Lule Cornejo
- 2.-
- 3.-
- 4.-

DETERMINACIÓN DE LA CONSTANTE DEL CALORÍMETRO

Componente	Masa Molar g / mol	Cp J / mol °K	$\rho(T_{\text{ambiente}})$ g / ml	Vol (T_{amb}) mL	Vol (T_{alta}) mL
H ₂ O	18,01	75,291	0,9980	100	100
T_{amb} °C	T_{alta} °C	$T_{\text{equilibrio}}$ °C	$n(T_{\text{amb}})$ mol	$n(T_{\text{alta}})$ mol	
20,5	51	34,4	5,5415	5,5415	
K=		0,081	kJ/°K		

DETERMINACIÓN DEL CALOR DE DISOLUCIÓN

Componente	Masa Molar g / mol	M (NH ₄ NO ₃) g		
NH ₄ NO ₃	80,04	1,0530		
Vol (H ₂ O) mL	T_{amb} °C	$T_{\text{equilibrio}}$ °C	$n(\text{H}_2\text{O})$ mol	$n(\text{NH}_4\text{NO}_3)$ mol
100	20,5	17	5,5415	0,0132
$\Delta H_{\text{dis}} =$	11,10	kJ/mol	Resultado experimental	
$\Delta H_{\text{dis}} =$		kJ/mol	Valor reportado en la literatura	

DETERMINACIÓN DEL CALOR DE NEUTRALIZACIÓN

Componente	Masa Molar g / mol	Concentración mol / L	Vol mL		
NaOH	40,01	0,5172	100		
HCl	36,47	0,5023	100		
T_{amb} °C	$T_{\text{equilibrio}}$ °C	$n(\text{NaOH})$ mol	$n(\text{HCl})$ mol	$n(\text{H}_2\text{O})$ mol	
20,8	23,8	0,0517	0,0502	11,0830	
$\Delta H_{\text{neu}} =$	-49,84	kJ/mol	Resultado experimental		
$\Delta H_{\text{neu}} =$	-56,07	kJ/mol	Valor reportado en la literatura		

DETERMINACIÓN DEL CALOR DE FUSIÓN

Componente	Cp J / mol °K	Masa (Hielo) g			
Hielo	37,62	2,0307			
Vol (H ₂ O) mL	$T_{\text{inicial}}(\text{H}_2\text{O})$ °C	$T_{\text{inicial}}(\text{Hielo})$ °C	$T_{\text{equilibrio}}$ °C	$n(\text{H}_2\text{O})$ mol	$n(\text{Hielo})$ mol
100	52,5	-10	38,5	5,5415	0,1128
$\Delta H_{\text{fus}} =$	4,85	kJ/mol	Resultado experimental		
$\Delta H_{\text{fus}} =$	6,01	kJ/mol	Valor reportado en la literatura		

Prof. Ricardo Baltazar Ayala
Rodolfo Gómez Balderas

Alumnos

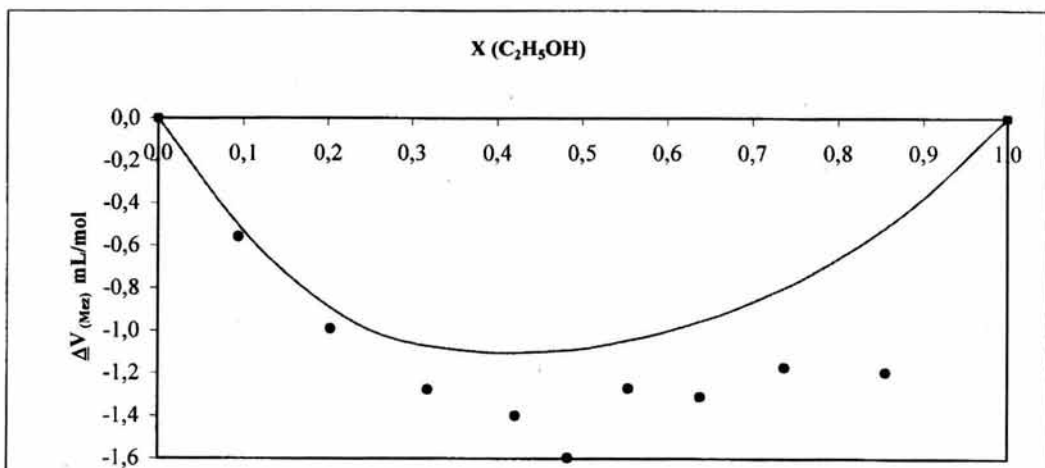
- 1.- Juana Lule Cornejo
- 2.-
- 3.-
- 4.-

Componente	Masa Molar g / mol	Densidad g / mL
Agua	18,01	0,9982
Etanol	46,00	0,7952

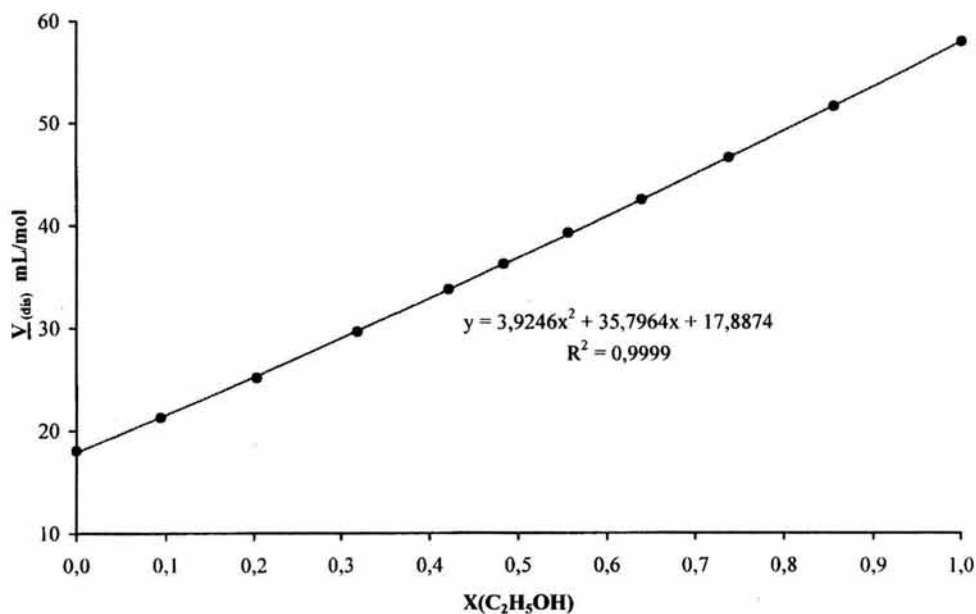
Temperatura=	20	°C
M(pic)=	0,9846	g
M(pic+H ₂ O)=	1,8296	g
M(pic+C ₂ H ₅ OH)=	1,6577	g
Vol (pic)=	0,84650	mL

n (H ₂ O)	n(etanol)	nT
0,0469	0,0000	0,0469
0,2078	0,0216	0,2295
0,1524	0,0389	0,1913
0,1109	0,0519	0,1627
0,0831	0,0605	0,1436
0,0693	0,0648	0,1341
0,0554	0,0691	0,1246
0,0416	0,0735	0,1150
0,0277	0,0778	0,1055
0,0139	0,0821	0,0960
0,0000	0,0146	0,0146

Vol (H ₂ O) mL	Vol (C ₂ H ₅ OH) mL	M(pic+dis) g	X (H ₂ O)	X(C ₂ H ₅ OH)	ρ _{dis} g / mL	$\bar{V}_{(dis)}$ mL / mol	$\Delta\bar{V}_{(Mez)}$ mL / mol
0,85	0,00	1,8296	1,0000	0,0000	0,9982	18,0419	0,0000
3,75	1,25	1,8077	0,9058	0,0942	0,9724	21,2327	-0,5579
2,75	2,25	1,7825	0,7967	0,2033	0,9426	25,1437	-0,9910
2,00	3,00	1,7586	0,6813	0,3187	0,9144	29,4533	-1,2760
1,50	3,50	1,7396	0,5788	0,4212	0,8919	33,4107	-1,3984
1,25	3,75	1,7327	0,5166	0,4834	0,8838	35,6879	-1,5961
1,00	4,00	1,7152	0,4449	0,5551	0,8631	38,8677	-1,2702
0,75	4,25	1,7052	0,3614	0,6386	0,8513	42,1550	-1,3098
0,50	4,50	1,6924	0,2627	0,7373	0,8362	46,2207	-1,1724
0,25	4,75	1,6823	0,1444	0,8556	0,8242	50,9069	-1,1952
0,00	0,85	1,6577	0,0000	1,0000	0,7952	57,8501	0,0000



Curva $\Delta\bar{V}_{(Mez)}$ vs X (C₂H₅OH), para disoluciones agua-etanol.
Los puntos corresponden a los resultados experimentales.
La línea continua corresponde a los datos reportados en la ref [1].

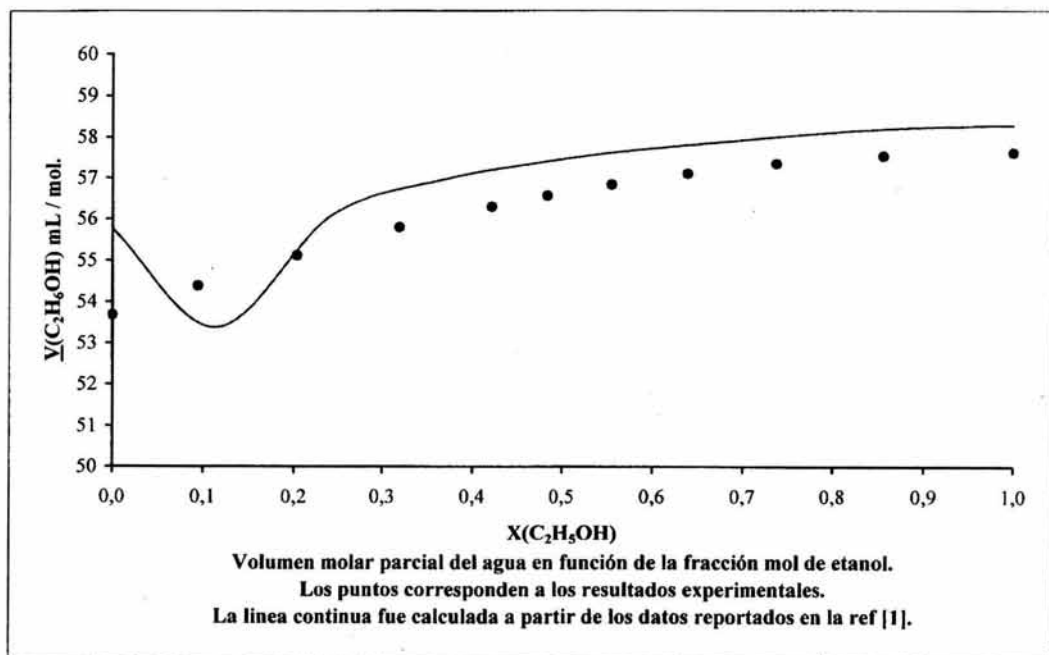
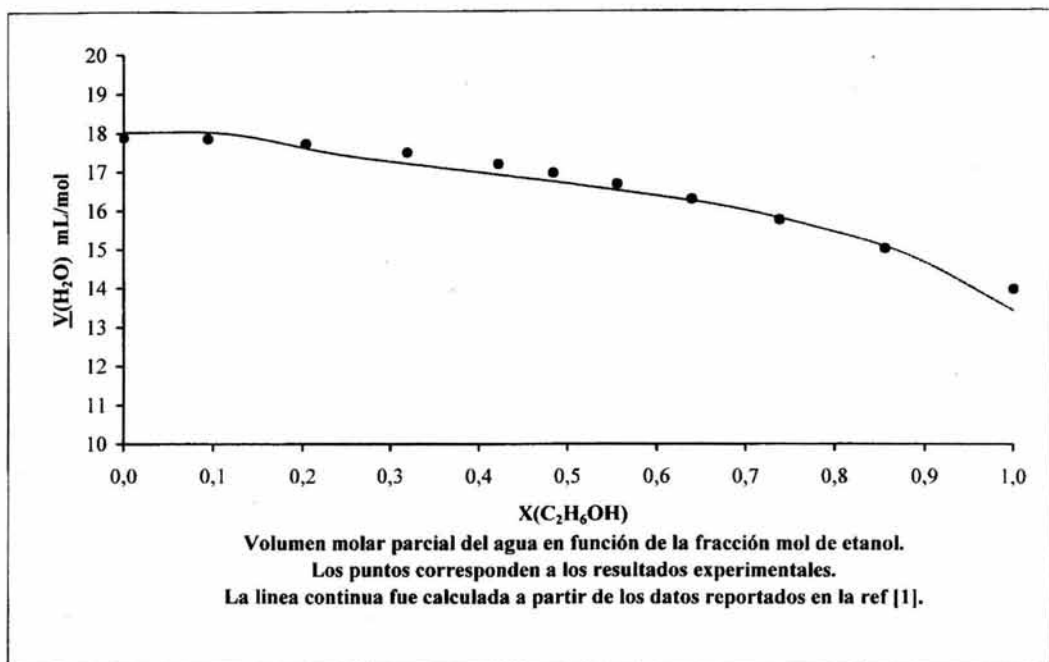


Curva $\underline{V}_{(dis)}$ vs $X(C_2H_5OH)$, para disoluciones agua-etanol.
 Los puntos corresponden a los resultados experimentales.
 La línea continua corresponde a la curva que mejor ajusta a los datos.

Ecuación de la curva que mejor se ajusta a los datos

$$\underline{V}_{(dis)} = 3,9246 X(\text{etanol})^2 + 35,7964 X(\text{etanol}) + 17,8874$$

$X(H_2O)$	$X(C_2H_5OH)$	\underline{V}_{dis} mL/mol	$\delta\underline{V}_{dis}/\delta X(C_2H_5OH)$ mL / mol	$\underline{V}(H_2O)$ mL / mol	$\underline{V}(C_2H_5OH)$ mL / mol
1,0000	0,0000	17,8874	35,80	17,89	53,68
0,9058	0,0942	21,2931	36,54	17,85	54,39
0,7967	0,2033	25,3268	37,39	17,73	55,12
0,6813	0,3187	29,6948	38,30	17,49	55,79
0,5788	0,4212	33,6610	39,10	17,19	56,29
0,5166	0,4834	36,1073	39,59	16,97	56,56
0,4449	0,5551	38,9657	40,15	16,68	56,83
0,3614	0,6386	42,3489	40,81	16,29	57,10
0,2627	0,7373	46,4142	41,58	15,75	57,34
0,1444	0,8556	51,3882	42,51	15,01	57,53
0,0000	1,0000	57,6084	43,65	13,96	57,61



[1]. LANGES. Handbook of Chemistry. John A. Dean. 11Ed. 1975

EQUILIBRIO HETEROGENEO EN UN SISTEMA DE TRES COMPONENTES

Prof. Ricardo Baltazar Ayala
Rodolfo Gómez Balderas

DR. UNAM-FESC
RICARDO BALTAZAR

Alumnos

- 1.- Juana Lule Cornejo
- 2.-
- 3.-
- 4.-

Temp =	20	°C
--------	----	----

Componente	Formula	Masa Molar g/mol	Densidad a g/ml
Ac. Acético	CH ₃ CO ₂ H	60,05	1,0498
Cloroformo	CHCl ₃	119,38	1,4890
Agua	H ₂ O	18,08	0,9982

Curva de saturación

MEZCLA		VALORANTE			
Vol (CHCl ₃) mL	Vol (H ₂ O) mL	Vol (CH ₃ CO ₂ H) mL	n (CHCl ₃) mol	n (H ₂ O) mol	n (CH ₃ CO ₂ H) mol
1,00	0,10	0,63	0,0125	0,0055	0,0110
1,00	0,15	0,92	0,0125	0,0083	0,0161
1,00	0,25	1,07	0,0125	0,0138	0,0187
1,00	0,40	1,38	0,0125	0,0221	0,0241
1,00	0,60	1,67	0,0125	0,0331	0,0292
1,00	1,00	2,17	0,0125	0,0552	0,0379
1,00	2,00	3,20	0,0125	0,1104	0,0559
1,00	4,00	4,73	0,0125	0,2208	0,0827
1,00	6,00	6,20	0,0125	0,3313	0,1084
1,00	8,00	7,33	0,0125	0,4417	0,1281

X (CHCl ₃)	X (H ₂ O)	X (CH ₃ CO ₂ H)
0,4300	0,1903	0,3797
0,3386	0,2248	0,4366
0,2773	0,3069	0,4158
0,2126	0,3763	0,4111
0,1668	0,4429	0,3903
0,1181	0,5227	0,3592
0,0697	0,6174	0,3128
0,0395	0,6989	0,2617
0,0276	0,7327	0,2397
0,0214	0,7585	0,2201

pic seco (g)	pic + agua (g)	pic + f. acuosa (g)
16,8845	26,8673	27,1273
*	*	27,2768

Matraz seco (g)	Matraz + f. acuosa (g)	Peso de f. acuosa (g)
23,1472	34,9614	11,8142
22,6689	36,2968	13,6279

Alicuota (CH ₃ CO ₂ H) ml	vol de vire (CH ₃ CO ₂ H) ml	[NaOH] M
1	30,3	0,5769

MEZCLA

Vol (CHCl ₃) mL	Vol (H ₂ O) mL	Vol (CH ₃ CO ₂ H) mL	n (CHCl ₃) mol	n (H ₂ O) mol	n (CH ₃ CO ₂ H) mol
10	10	2	0,1247	0,5521	0,0350
10	10	4	0,1247	0,5521	0,0699

X (CHCl ₃)	X (H ₂ O)	X (CH ₃ CO ₂ H)
0,1752	0,7756	0,0491
0,1670	0,7393	0,0936

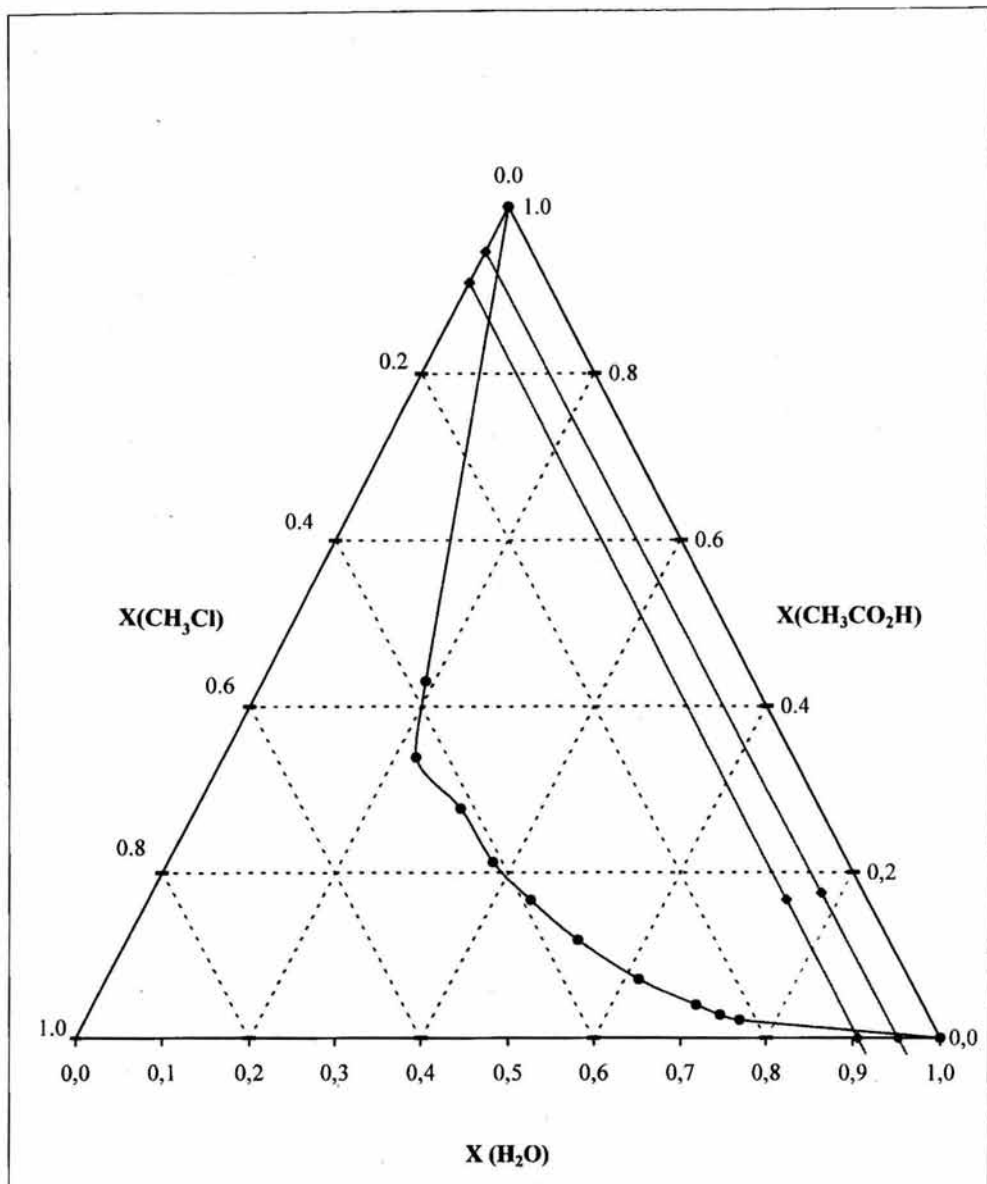
Vol Pic ml	ρ (acuosa) g/mL	Vol[NaOH] gastado mL	Vol _(acuosa) valorado mL
10,0005	1,0242	4,2	1
	1,0392	7,6	1

FASE ACUOSA

n (CHCl ₃) mol	n (H ₂ O) mol	n (CH ₃ CO ₂ H) mol	X (CHCl ₃)	X (H ₂ O)	X (CH ₃ CO ₂ H)
0,0000	0,5521	0,0280	0,0000	0,9518	0,0482
0,0000	0,5521	0,0575	0,0000	0,9057	0,0943

FASE ORGANICA

n (CHCl ₃) mol	n (H ₂ O) mol	n (CH ₃ CO ₂ H) mol	X (CHCl ₃)	X (H ₂ O)	X (CH ₃ CO ₂ H)
0,1247	0,0000	0,0070	0,9468	0,0000	0,0532
0,1247	0,0000	0,0124	0,9094	0,0000	0,0906



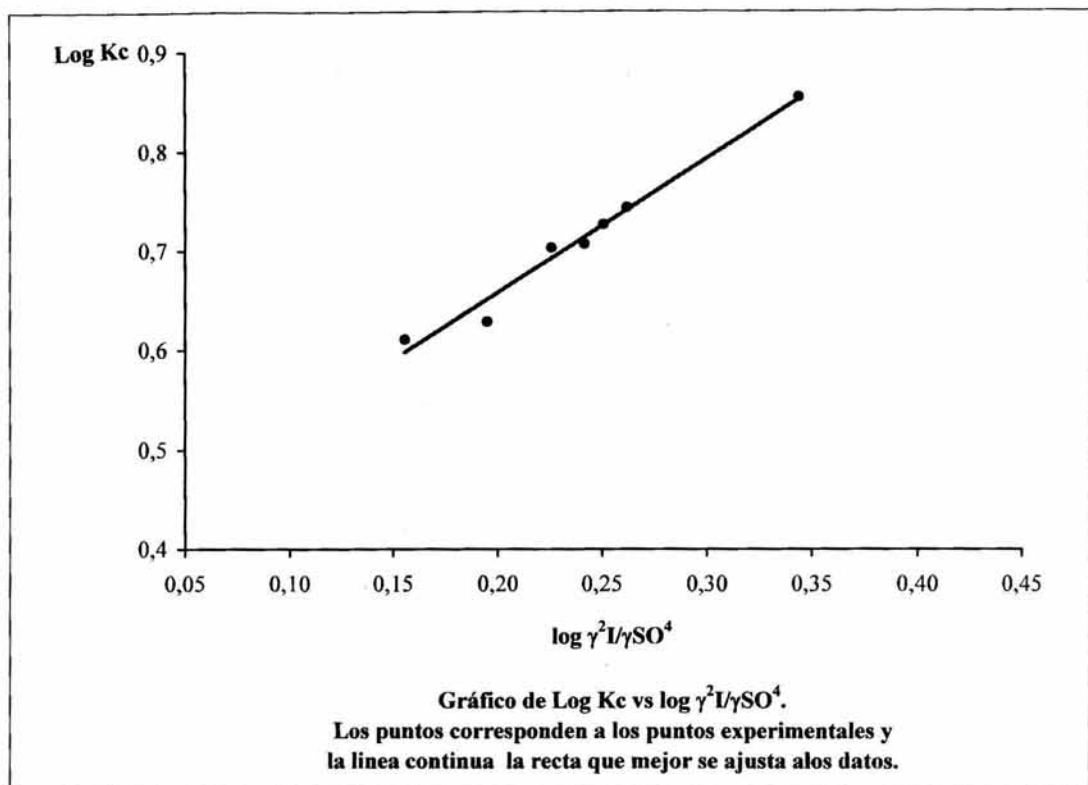
Prof. Ricardo Baltazar Ayala
Rodolfo Gómez Balderas

Alumnos
1.- Juana Lule Cornejo
2.-
3.-
4.-

$[AgNO_3] = 0,02 \text{ M}$

$[KI]_{\text{inicio}}$ Mol / kg	$[KNO_3]_{\text{inicio}}$ Mol / kg	Vol. Alicuota mL	Vol $[AgNO_3]$ mL	$[I]_{\text{eq}}$ mol / kg	$[SO_4^{2-}]_{\text{eq}}$ mol / kg	Kc Kg / mol
0,10		3	9,3	0,0620	0,0190	4,9428
0,09		3	8,7	0,0580	0,0160	4,7562
0,07		3	7,3	0,0487	0,0107	4,5037
0,05		3	5,8	0,0387	0,0057	3,7901
0,03		3	3,8	0,0253	0,0023	3,6357
0,05	0,04	3	5,6	0,0373	0,0063	4,5440
0,05	0,20	3	5,2	0,0347	0,0077	6,3794

I_m mol / kg	log Kc	$\gamma_{SO_4^{2-}}$	γ_I	$\log \gamma_{I^2} \gamma_{SO_4}$	Keq
0,1190	0,69397	0,29976	0,73993	0,2616	2,7062
0,1060	0,67726	0,31547	0,74944	0,2505	2,6714
0,0807	0,65357	0,35380	0,77124	0,2256	2,6788
0,0557	0,57865	0,40791	0,79918	0,1947	2,4207
0,0323	0,56059	0,48875	0,83613	0,1555	2,5418
0,0963	0,65744	0,32870	0,75718	0,2416	2,6052
0,2577	0,80478	0,20565	0,67342	0,3434	2,8930



Resultados de la regresión lineal del gráfico anterior

$$\log Kc = 1,357758 \log \gamma^2 I / \gamma SO_4 + 0,336399$$

$$R^2 = 0,97849$$

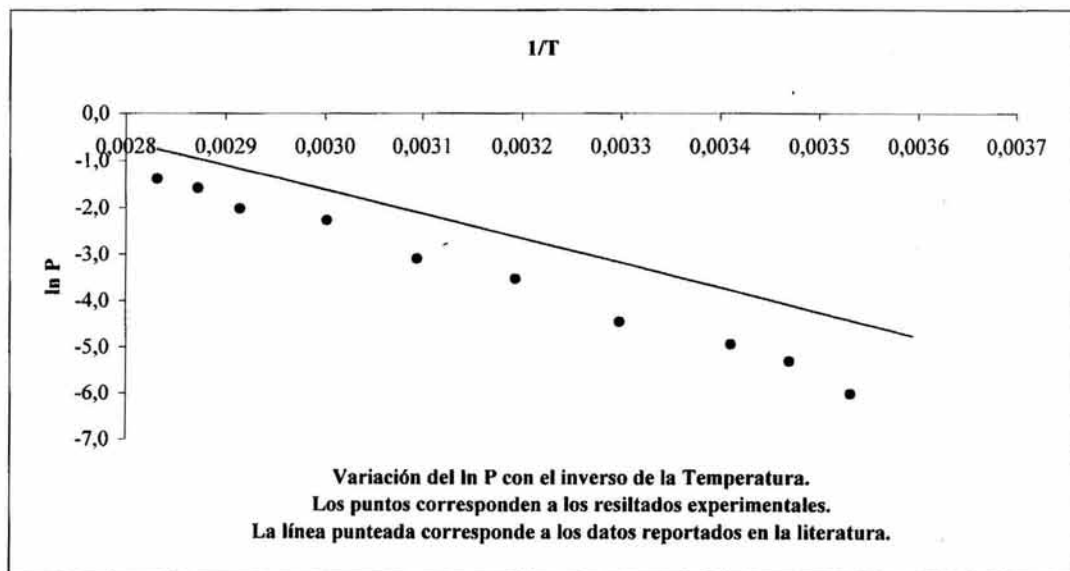
$$Kc_{eq} = 2,645$$

Prof. Ricardo Baltazar Ayala
Rodolfo Gómez Balderas

Alumnos

- 1.- Juana Lule Cornejo
- 2.-
- 3.-
- 4.-

P =	0,7711	atm			
n aire =	0,0001589	mol			
Temperatura °C	Volumen mL	P aire atm	P vapor agua atm	ln P vapor atm	1/T 1/°K
5	4,7	0,7711	0,0000	-	-
10	4,8	0,7686	0,0025	-5,9946	0,0035
15	4,9	0,7661	0,0050	-5,2952	0,0035
20	5,0	0,7639	0,0072	-4,9368	0,0034
30	5,2	0,7595	0,0116	-4,4544	0,0033
40	5,5	0,7417	0,0294	-3,5280	0,0032
50	5,8	0,7258	0,0453	-3,0952	0,0031
60	6,5	0,6677	0,1034	-2,2693	0,0030
70	7,0	0,6386	0,1325	-2,0214	0,0029
75	8,0	0,5670	0,2041	-1,5893	0,0029
80	8,8	0,5229	0,2482	-1,3935	0,0028



Resultados de la regresión lineal del gráfico anterior

$$\ln P = -6361,060 \quad (1/T) + \quad 16,6557$$

AH_{vap} = 52885,9 J / mol Resultado Experimental

AH_{vap} = 43365,6 J / mol Valor reportado en la literatura a 0.7711 atm

CONCLUSIONES

Cumplimos los objetivos que nos habíamos propuesto al inicio de este trabajo, primero validando la metodología de trabajo experimental en el laboratorio de Físicoquímica IV lo que nos permitió detectar los errores que sistemáticamente se estaban cometiendo cuando se realizaban las prácticas que el manual proponía y al mismo tiempo propusimos un cambio en cuanto al procedimiento experimental, cuando lo creímos conveniente.

Nuestro siguiente objetivo fue el validar el mismo manual pero ahora proponiendo prácticas a microescala, lo cual fue posible solo para cuatro. Pero también nos permitió entender que el trabajo a microescala, no es solo una disminución en el tamaño de la muestra, sino que implica el encontrar un procedimiento experimental adecuado a el tamaño de la muestra con el material adecuado y tomando en cuenta todos los factores que pudieran producirnos un resultado adverso.

Finalmente logramos nuestro último objetivo al proponer un manual para el laboratorio de termodinámica que incluye prácticas a microescala, pero no solo eso sino que también abrimos la posibilidad de seguir trabajando para encontrar nuevas técnicas para el trabajo a microescala.

Además de ejecutar los objetivos logramos reducir los costos, en prácticas a microescala y de igual forma la contaminación y riesgos a la salud al empuñecer las cantidades empleadas. Conjuntamente creemos que este trabajo ayudara a formar conciencia ecológica en los futuros profesionistas.

BIBLIOGRAFÍA

1. División de Ciencias Químico-Biológicas, Programa de la asignatura Físicoquímica IV (0263) para la carrera de Químico, FES-C (UNAM).
2. Sección de Físicoquímica, Manual de practicas del Laboratorio de Físicoquímica IV a VII, División de Ciencias Químicas, FESC UNAM, Mayo del 2001.
3. Baltazar Ayala Ricardo, Manual de experimentos de Físicoquímica IV, FESC UNAM, División de Ciencias Químicas, Septiembre de 2002.
4. Baltazar Ayala Ricardo, Gómez Balderas Rodolfo, Manual de experimentos de Físicoquímica IV, Sección de Físicoquímica FESC UNAM, Diciembre de 2000.
5. Gómez Balderas Rodolfo, Enseñanza de la Físicoquímica Asistida por Computadora, Proyecto clave Q010, Cátedras para el Mejoramiento de la Enseñanza, FES-C (UNAM), 2000-2001.
6. Díaz Fernando S., Fuentes Fabiola, Pinacho S. Enrique, Gómez Rodolfo, Apoyo a la enseñanza de la fisicoquímica empleando Internet, Memorias del XVII Congreso Nacional de Educación Química, Oaxaca, Oaxaca, Noviembre de 1998.
7. Fuentes Fabiola, Cortés Aida L., Díaz Fernando S., Pinacho S. Enrique, Gómez Rodolfo, "Échale la Web a tu reporte", Memorias del XVIII Congreso Nacional de Educación Química, Monterrey, Nuevo León, octubre de 1999.
8. Martínez Iván, Gómez Rodolfo. Aprendizaje de titulaciones ácido-base asistido por computadora", Memorias del XVIII Congreso Nacional de Educación Química. Monterrey, Nuevo León, octubre de 1999.
9. Lule Cornejo Juana, Reporte de Servicio Social (UNAM, 2001-0012/0041-6226), Desarrollo de Hipertextos para Apoyar la Enseñanza de la Físicoquímica, 2001.
10. Reyes Mora María Teresa, Reporte de Servicio Social (UNAM, 2001-0012/0041-6226), Desarrollo de Hipertextos para Apoyar la Enseñanza de la Físicoquímica, 2001.
11. Microsoft Excel 2000, versión (9,0,2812). Microsoft Corporation
12. Maron, H. Samuel y Prutton F. Carl. Fundamentos de Físicoquímica. Limusa. 1975.
13. Lide David R. CRC Handbook of Chemistry and Physics. 83 Rd Ed. 2002-2003.

14. Baltazar Ayala R. Hojas de Excel para Físicoquímica IV. 2002
15. ALDRICH. Manual de productos Químicos Finos y Equipo de Laboratorio. México. 2003-2004.
16. www.syntheticlubes.com/amsoil_motor_oil_sae30.htm
17. Normas ASTM D445-53, D567 y D446.
18. <http://ponce.inter.edu/acad/cursos/ciencia/q2112/ter.htm>
19. <http://www.sc.ehu.es/powgep99/dcytp/termo/practic/temoqui.pdf>
20. ch185.semo.edu/lecture/oldhome/docs/hmk7akey.doc
21. <http://www.uca.es/grup-invest/corrosion/integrado/p7.pdf>
22. [http://www.ucn.es/info/\(Geofis.\)/pácticas/pract14.pdf](http://www.ucn.es/info/(Geofis.)/pácticas/pract14.pdf)
23. Moran M.T. y Castañeda M.G.2002. Taller práctico de físicoquímica en microescala.U. I. A.
24. Langes. Handbook of Chemistry. John A Dean. 11 Ed. 1975
25. Castellan, Gilbert W. Físicoquímica. 2ª Ed. Addison Wesley Iberoamericana. 1987
26. Treybal R. E. Mass-Transfer Operation. Mc.Graw Hill. 1955.
27. <http://www.ugr.es/~qm/fisica/español/Qfciencia/Docencias/Ficheros/Practicas/Pract6.pdf>
28. Harris, Daniel C. Análisis Químico Cuantitativo. Grupo Editorial Iberoamericana 1991
29. Pérez C.S. Fundamentos de termodinámica. Limusa 1era Ed.1990.