



Universidad
del País Vasco

Euskal Herriko
Unibertsitatea



EXPERIMENTACIÓN EN QUÍMICA FÍSICA

Práctica laboratorio: “Diagrama sólido-líquido”



[Doryana02](#)
[Creative Commons Attribution-Share Alike 3.0 Unported](#) license.
Wikimediacommons
<http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Frozen!.jpg>

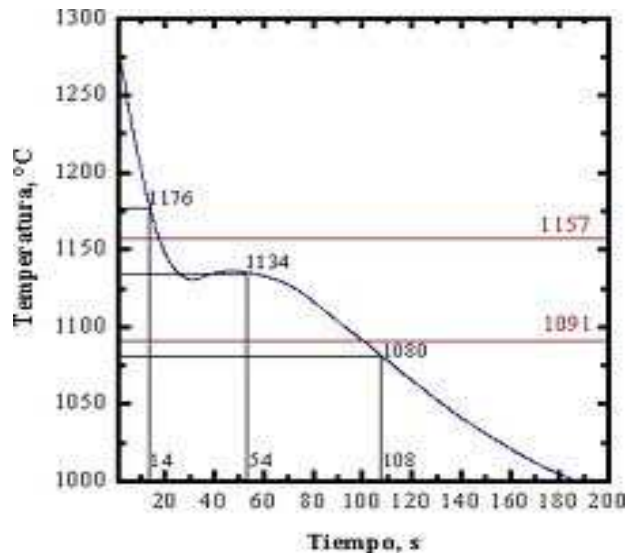
Jorge Bañuelos, Luis Lain, Leyre Pérez, Maria Nieves
Sánchez Rayo, Alicia Torre, Miren Itziar Urrecha

Dpto Química Física

PRÁCTICA LABORATORIO: “Diagrama sólido-líquido”

OBJETIVO:

Estudiar el **equilibrio sólido-líquido** de un sistema de dos líquidos totalmente miscibles con **eutéctico simple**. Construir el **diagrama de fases Temperatura-Composición**.

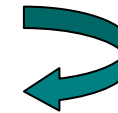


MEDIDA EXPERIMENTAL:

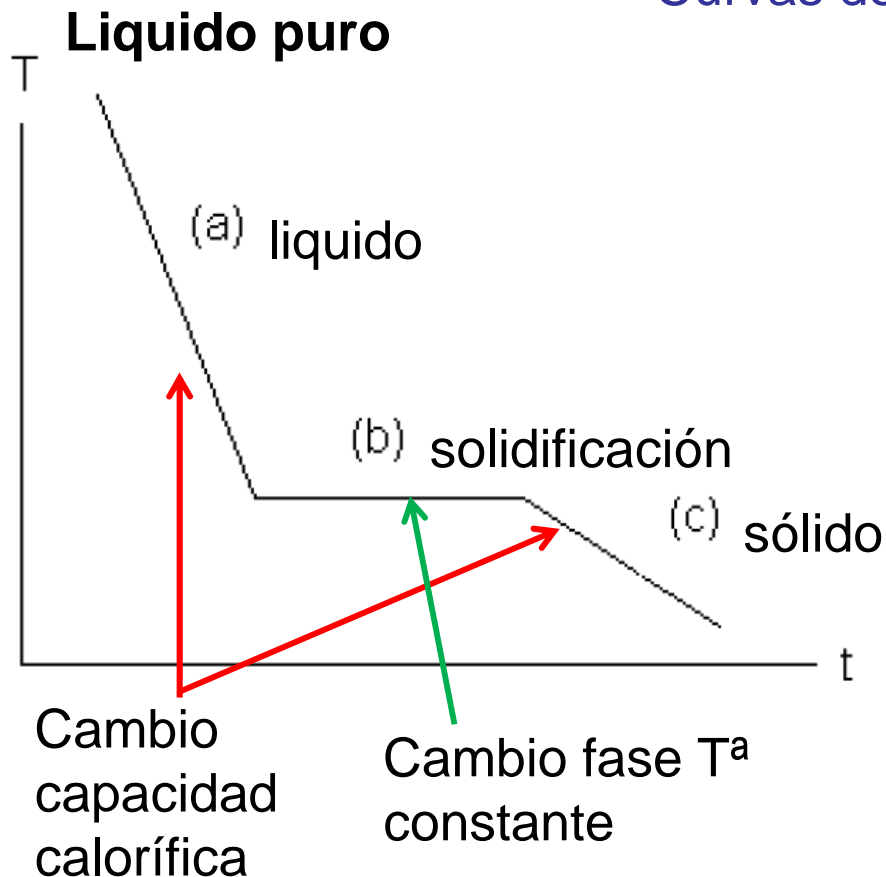
Análisis térmico mediante curvas de enfriamiento (termopar)

METODOS EXPERIMENTALES

Análisis térmico: se enfría una disolución líquida de 2 compuestos y se mide T en función del tiempo, para varias composiciones.

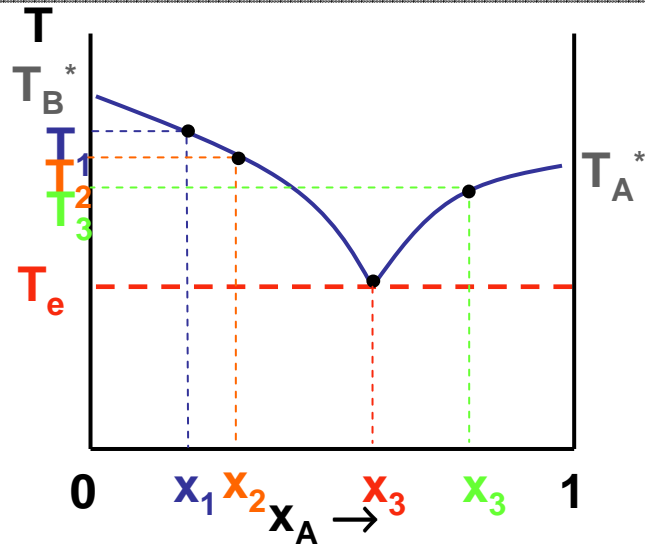


Curvas de enfriamiento (T vs. t)



(dT/dt) será proporcional a la capacidad calorífica del sistema ($c_p = dq/dT$) \propto pendiente

Diagrama sólido-líquido

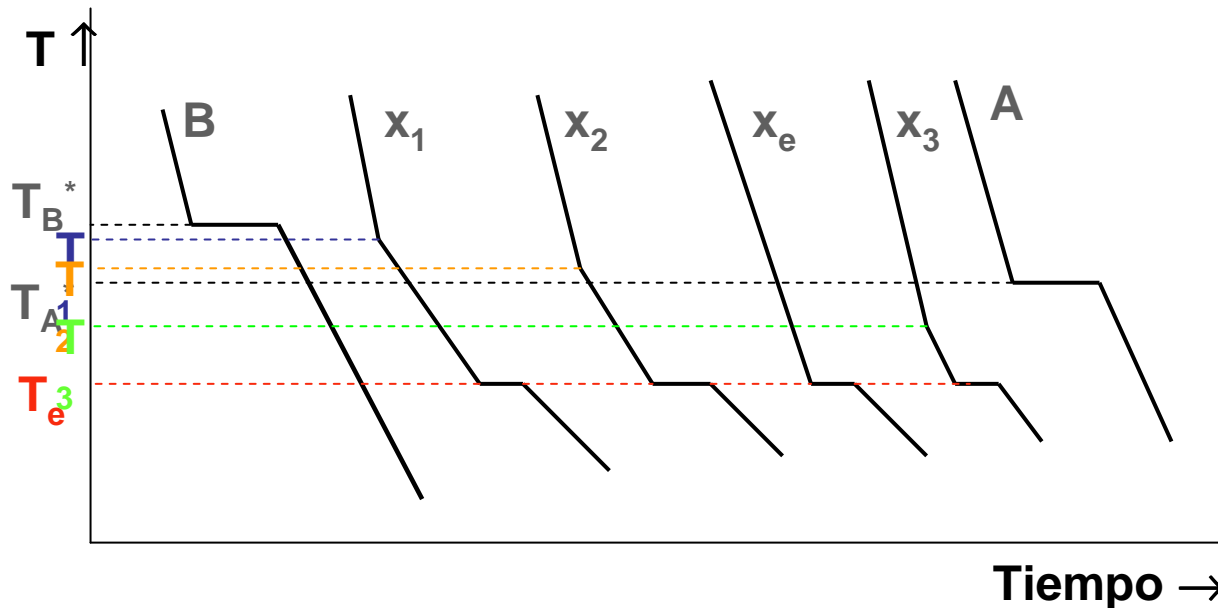


Enfriamiento dón. líquida

Enfriamiento dón. líquida + sólido B

Congelación eutéctico

Enfriamiento sól. B + sól. A



A medida que solidifica el sólido B el líquido se enriquece de A y disminuye T_f

FUNDAMENTO PRÁCTICO

MATERIAL

Vaso de precipitados de 1 800 cm³
1 tubo grande
1 termopar
1 manta calefactora
1 ordenador

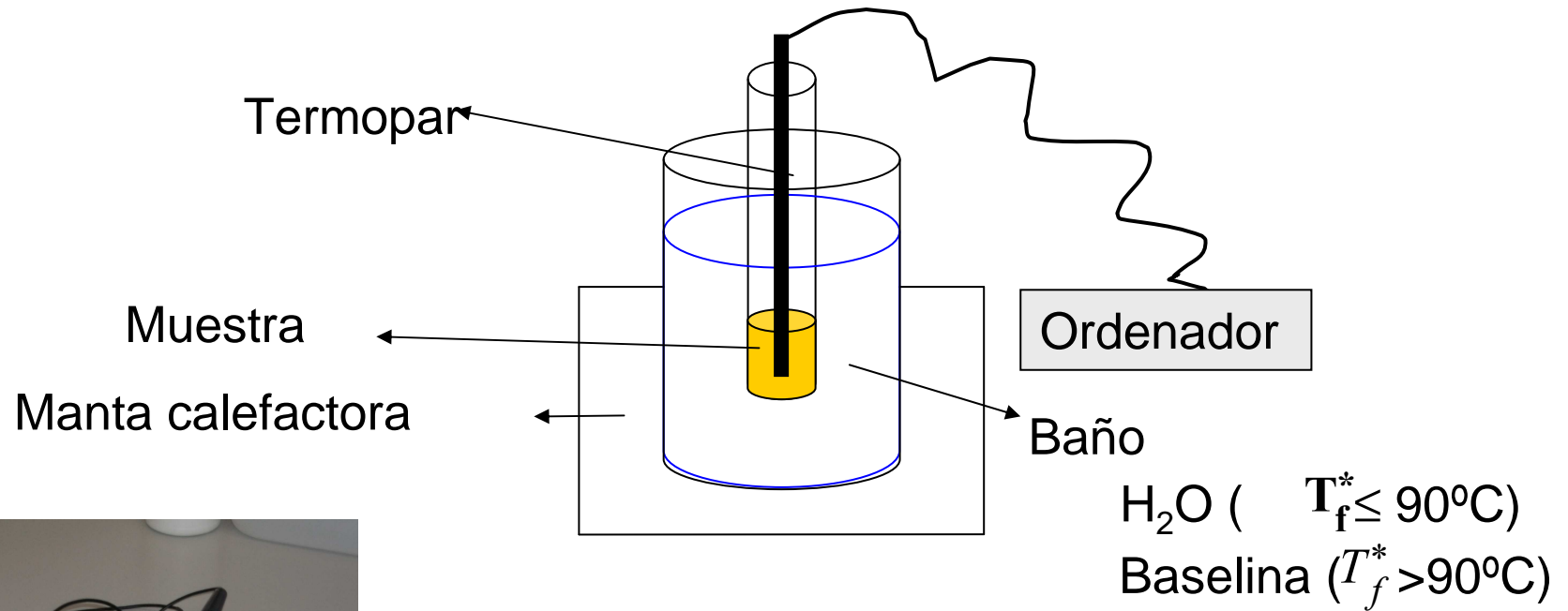
SUSTANCIAS

A sólido
B sólido
Acetona
Etanol
Baselina
Agua

A – Naftaleno

B - Difenilamina
Ortonitrofenol
Difenilo
p-Dibromobenceno

Montaje Experimental



PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se procederá a obtener curvas de enfriamiento (temperatura vs tiempo) para el sistema naftaleno-B.

Para ello realiza el montaje experimental representado en la Fig.

En el tubo 5 g. de naftaleno y se agrega sólido B de tal forma que la fracción molar de B en la muestra sea $X_B(1)$ la que se muestra en la tabla

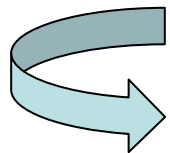
Se repetirá el procedimiento para las composiciones $X_B(2)$, $X_B(3)$, $X_B(4)$

Opción	$X_B(1)$	$X_B(2)$	$X_B(3)$	$X_B(4)$
A	0,95	0,70	0,60	0,50
B	1,00	0,90	0,80	0,75
C	0,05	0,20	0,40	0,55
D	0,00	0,10	0,30	0,45

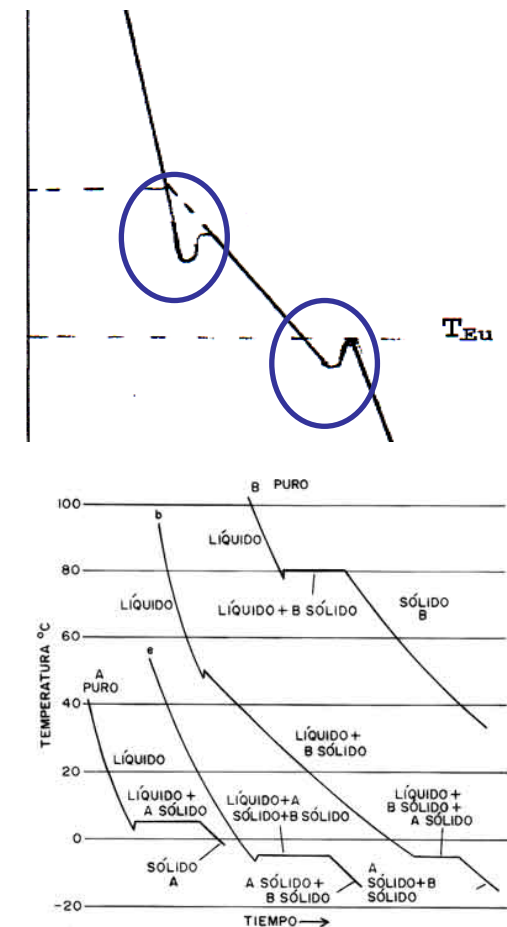
Las muestras de se **calientan en el baño hasta obtener un líquido homogéneo** y luego se enfrían al aire hasta la **aparición del sólido**.

Es importante que la agitación sea uniforme y continua durante el enfriamiento, para **evitar sobreenfriamientos**.

El termopar **registrará automáticamente las lecturas de temperatura a lo largo del tiempo** que se recogen el ordenador.



Curvas de
temperatura en
función del tiempo



TRATAMIENTO RESIDUOS: las sustancias se calientan hasta fusión y el residuo se deposita en el frasco de desechos

ANÁLISIS DE RESULTADOS

Naftaleno-Difenilamina

1. Cálculo de X_B experimental

X_B necesaria	N_B necesario $\times 10^3$	Gramos B (teór)	Gramos B (añad.)	X_B exper.
0,1	4,337	0,734	0,733	0,100
0,2	9,758	1,651	1,650	0,200
0,3	16,728	2,831	2,829	0,300
0,4	26,022	4,403	4,400	0,400
0,5	39,033	6,605	6,610	0,500

2. A partir de las curvas de enfriamiento determinar las temperaturas de fusión, T_f , y de eutéctico T_e .

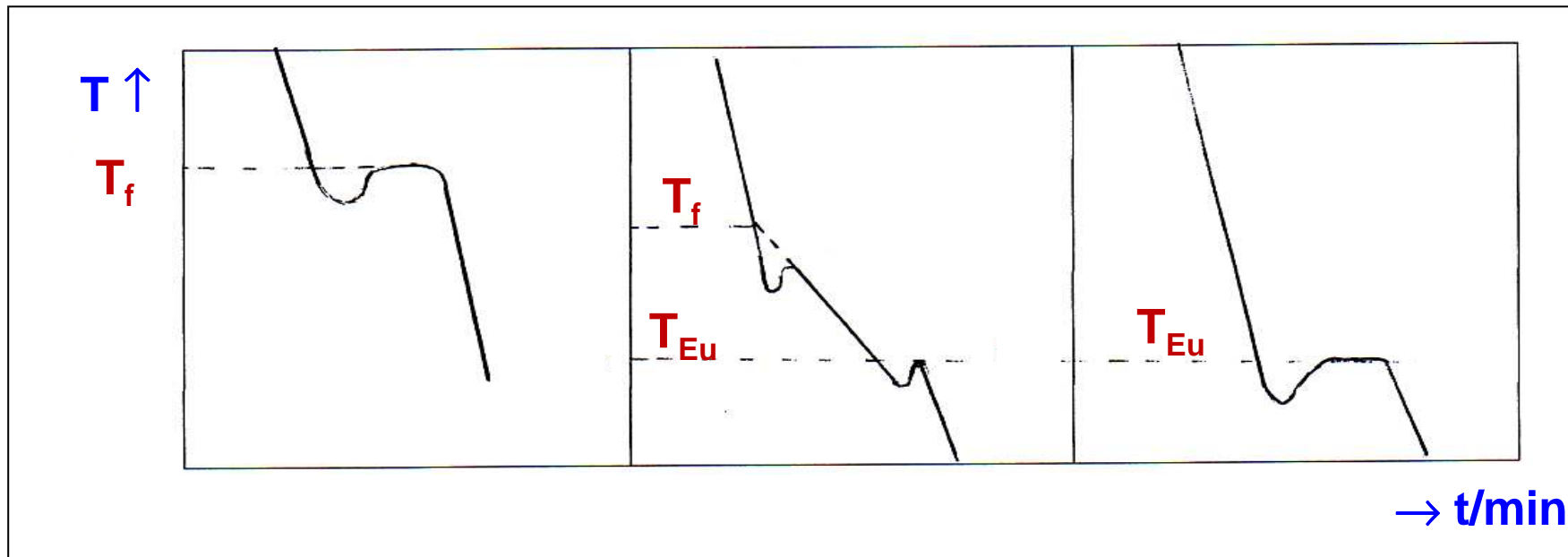


Diagrama sólido-líquido

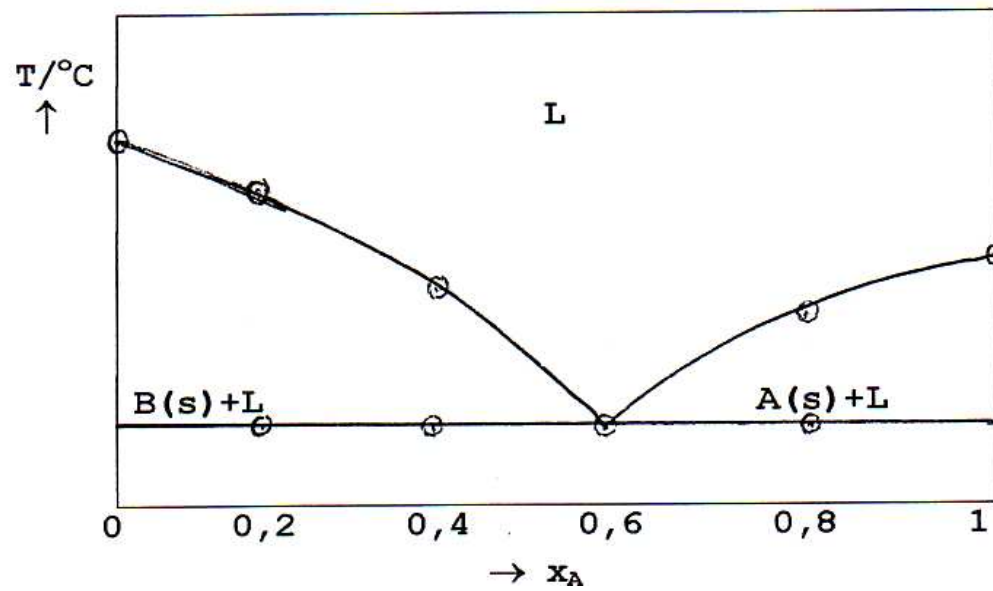
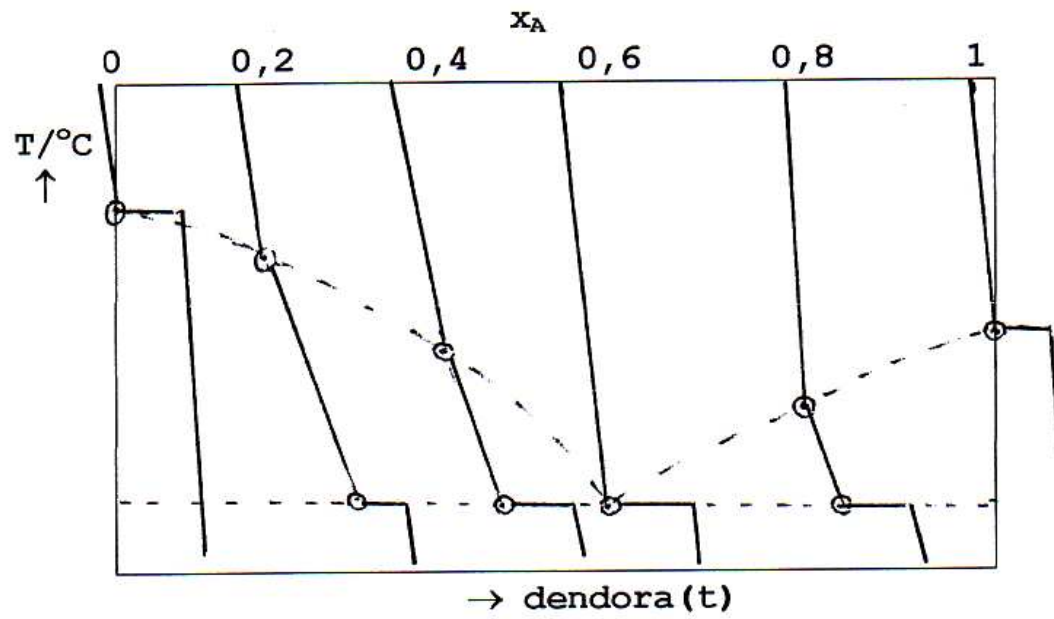
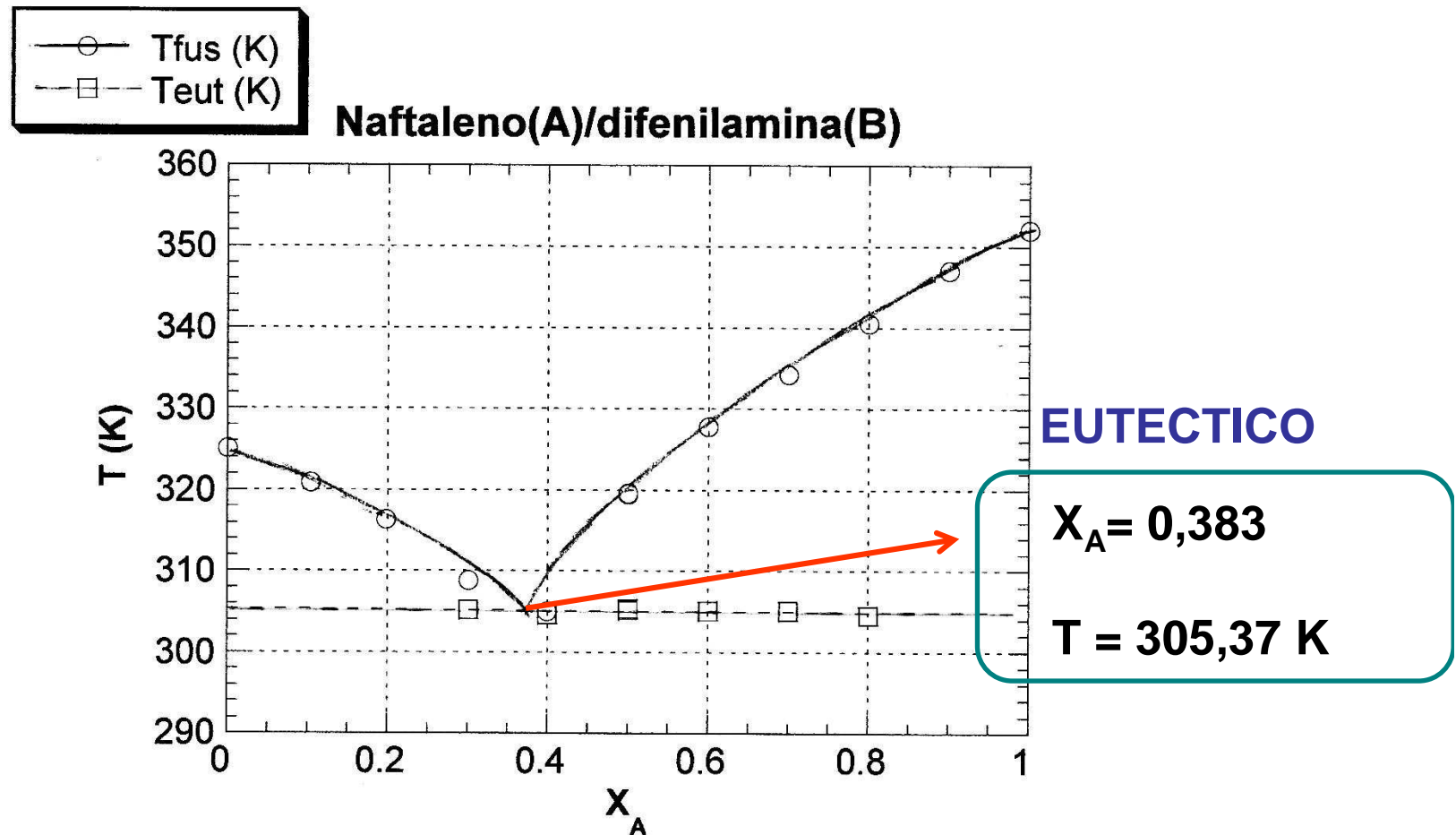


Diagrama sólido-líquido

X_A	X_B	$T_{fus.}(^{\circ}C)$	$T_{fus.}(K)$	$T_{eut.}(^{\circ}C)$	$T_{eut.}(K)$
1.0000	0.0000	78.990	352.15		
0.90000	0.10000	73.860	347.02		
0.79980	0.20020	67.430	340.59	31.400	304.56
0.69980	0.30020	61.070	334.23	31.950	305.11
0.60010	0.39990	54.640	327.80	31.890	305.05
0.50000	0.50000	46.430	319.59	32.180	305.34
0.50000	0.50000	46.320	319.48	32.040	305.20
0.39900	0.60100	31.870	305.03	31.500	304.66
0.30100	0.69900	35.650	308.81	32.010	305.17
0.19800	0.80200	43.160	316.32		
0.10400	0.89600	47.720	320.88		
0.0000	1.0000	51.930	325.09		

3. Con los datos de T_f , y T_e representar el diagrama de fases sólido-líquido



4. Con los datos de x_i , y T_{fus} calcular el ΔH_{fus}

1.- A disolvente :

$$\ln x_{A,l} = \frac{\Delta_{fus} H_A}{RT_{f,A}^*} - \frac{\Delta_{fus} H_A}{R} \cdot \frac{1}{T_f}$$

(disol. Ideal)

$\ln x_{A,l}$ vs $1/T_f$ \rightarrow pendiente = $-\frac{\Delta_{fus} H_A}{R}$

2.- B disolvente:

(disol. Ideal)

$$\ln x_{B,l} = \frac{\Delta_{fus} H_B}{RT_{f,B}^*} - \frac{\Delta_{fus} H_B}{R} \cdot \frac{1}{T_f}$$

$\ln x_{B,l}$ vs $1/T_f$ \rightarrow pendiente = $-\frac{\Delta_{fus} H_B}{R}$

Elegir en qué parte del diagrama se cumple

Diagrama sólido-líquido

X_A	X_B	$T_{fus.}(^{\circ}C)$	$T_{fus.}(K)$	$1/T_{fus.}(K)$	$R \ln X_A$	$R \ln X_B$
1.0000	0.0000	78.990	352.15	0.0028397	0.0000	
0.90000	0.10000	73.860	347.02	0.0028817	-0.87602	-19.145
0.79980	0.20020	67.430	340.59	0.0029361	-1.8574	-13.373
0.69980	0.30020	61.070	334.23	0.0029920	-2.9679	-10.005
0.60010	0.39990	54.640	327.80	0.0030506	-4.2459	-7.6206
0.50000	0.50000	46.430	319.59	0.0031290	-5.7632	-5.7632
0.50000	0.50000	46.320	319.48	0.0031301	-5.7632	-5.7632
0.39900	0.60100	31.870	305.03	0.0032784	-7.6393	-4.2334
0.30100	0.69900	35.650	308.81	0.0032382	-9.9827	-2.9775
0.19800	0.80200	43.160	316.32	0.0031614	-13.465	-1.8346
0.10400	0.89600	47.720	320.88	0.0031164	-18.819	-0.91305
0.0000	1.0000	51.930	325.09	0.0030761		0.0000

Naftaleno

$$\Delta H_{fus}(\text{naftaleno}) = 18,1 \text{ Kj/mol}$$

$$\Delta H_{fus \text{ experimental}} = 19,6 \text{ Kj/mol}$$

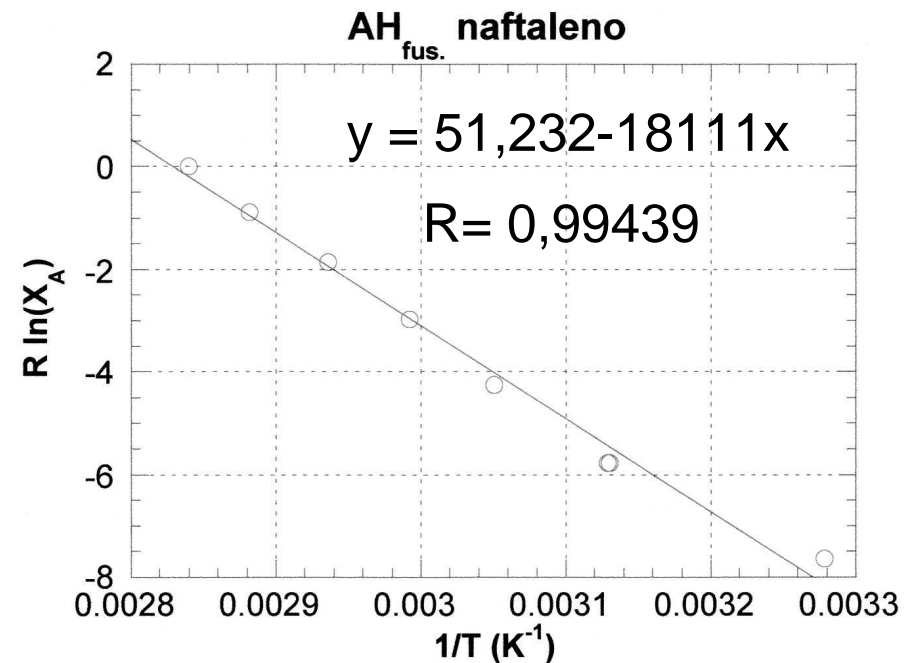


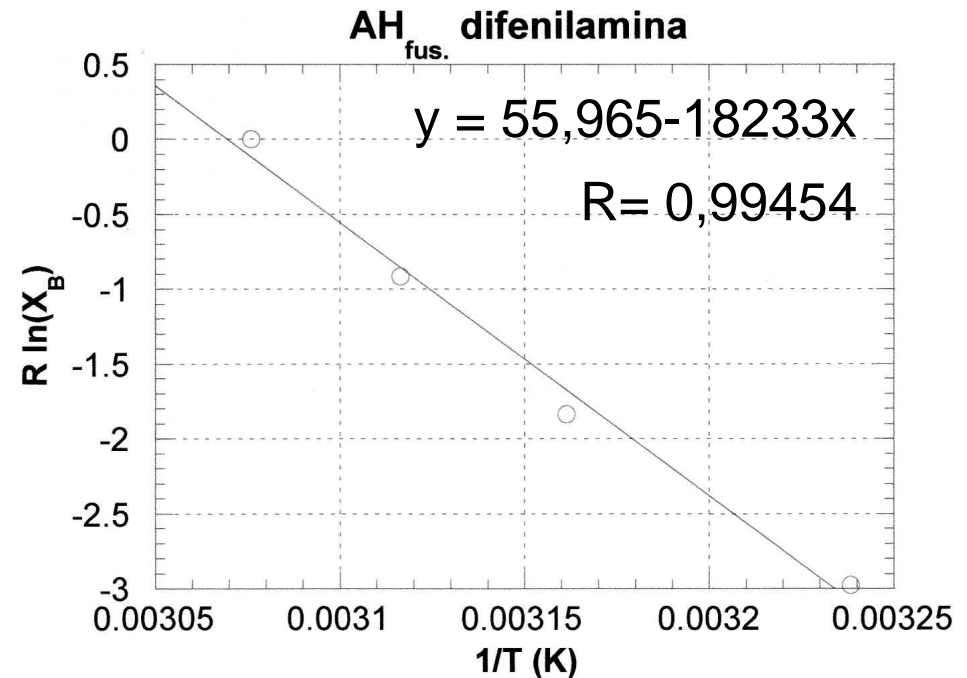
Diagrama sólido-líquido

X_A	X_B	$T_{fus.}(^{\circ}C)$	$T_{fus.}(K)$	$1/T_{fus.}(K)$	$R \ln X_A$	$R \ln X_B$
1.0000	0.0000	78.990	352.15	0.0028397	0.0000	
0.90000	0.10000	73.860	347.02	0.0028817	-0.87602	-19.145
0.79980	0.20020	67.430	340.59	0.0029361	-1.8574	-13.373
0.69980	0.30020	61.070	334.23	0.0029920	-2.9679	-10.005
0.60010	0.39990	54.640	327.80	0.0030506	-4.2459	-7.6206
0.50000	0.50000	46.430	319.59	0.0031290	-5.7632	-5.7632
0.50000	0.50000	46.320	319.48	0.0031301	-5.7632	-5.7632
0.39900	0.60100	31.870	305.03	0.0032784	-7.6393	-4.2334
0.30100	0.69900	35.650	308.81	0.0032382	-9.9827	-2.9775
0.19800	0.80200	43.160	316.32	0.0031614	-13.465	-1.8346
0.10400	0.89600	47.720	320.88	0.0031164	-18.819	-0.91305
0.0000	1.0000	51.930	325.09	0.0030761		0.0000

Difenilamina

$$\Delta H_{fus} (\text{difenilamina}) = 18,2 \text{ Kj/mol}$$

$$\Delta H_{fus \text{ experimental}} = 17,9 \text{ Kj/mol}$$



5. Diagrama de la mezcla ideal

A partir de los datos teóricos de T_{fus} y ΔH_{fus} de ambos compuestos, se determina y representa el diagrama de la mezcla ideal

$$\ln x_{A,l} = \frac{\Delta_{fus} H_A}{RT_{f,A}^*} - \frac{\Delta_{fus} H_A}{R} \cdot \frac{1}{T_f}$$

$$\ln x_{B,l} = \frac{\Delta_{fus} H_B}{RT_{f,B}^*} - \frac{\Delta_{fus} H_B}{R} \cdot \frac{1}{T_f}$$

X_A	X_B	$R \ln X_A$	$R \ln X_B$	$T_{A \text{ fus.}}(K)$	$T_{B \text{ fus.}}(K)$
1.0000	0.0000	0.0000		353.36	
0.90000	0.10000	-0.87602	-19.145	347.71	241.66
0.80000	0.20000	-1.8553	-13.382	341.61	262.09
0.70000	0.30000	-2.9656	-10.010	334.94	275.74
0.60000	0.40000	-4.2472	-7.6185	327.57	286.31
0.50000	0.50000	-5.7632	-5.7632	319.25	295.09
0.40000	0.60000	-7.6185	-4.2472	309.63	302.67
0.30000	0.70000	-10.010	-2.9656	298.05	309.39
0.20000	0.80000	-13.382	-1.8553	283.12	315.45
0.10000	0.90000	-19.145	-0.87602	260.80	321.00

