

Informe del trabajo práctico nº1

- **Profesora:** Lic. Graciela
Lic. Mariana

- **Alumnas:**

Romina

María Luján

Graciela

Mariana

- **Curso:** Química orgánica 63.14 turno 1

OBJETIVOS:

- Determinar el **punto de fusión** de una sustancia pura desconocida por el método del capilar e identificarla mediante la determinación del **punto de fusión mezcla**.
- Purificación del ácido benzoico impuro con ácido oxálico mediante el método de **recristalización** y obtención de su punto de fusión.

PARTE EXPERIMENTAL:**A) Determinación de los puntos de fusión de sustancias puras**

Para comenzar se nos entregó la MUESTRA N° 6 y se observó que era de color blanco y de textura granulosa además de poseer un olor particular que nos hizo suponer de qué sustancia se trataba. Luego, se siguieron los siguientes pasos:

Primero, se cerró un extremo del capilar colocándolo horizontalmente en la llama y haciéndolo girar hasta que el vidrio fundido formara una pequeña bolita. Luego se llenó el mismo con la sustancia a identificar y, golpeándolo contra la mesa suavemente, se lo compactó en el fondo del capilar. En nuestro caso, fue necesario moler la muestra previamente sobre un vidrio de reloj.

Para determinar el punto de fusión se utilizó un balón de cuello largo lleno con glicerina (la cual posee un alto punto de ebullición) hasta las tres cuartas partes aproximadamente. En el mismo se colocó un termómetro con el capilar adosado mediante una goma de látex, teniendo en cuenta que el capilar quedara a la altura media del bulbo. (Ver Imagen 1)

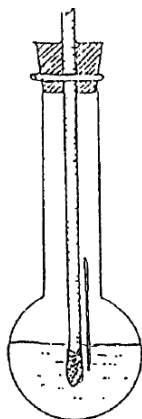


Imagen 1

El balón con glicerina se colocó en un soporte universal y se lo calentó mediante un mechero de Bunsen (ver Imagen 2). Se observó así el rango en el que fundía el compuesto.

Los datos obtenidos fueron los siguientes:

$$T_i = 74\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$T_f = 81\text{ }^{\circ}\text{C}$$

Siendo T_i la temperatura a la que el compuesto empezó a fundir y T_f la temperatura a la cual fundió totalmente.

El rango fue de $7\text{ }^{\circ}\text{C}$.

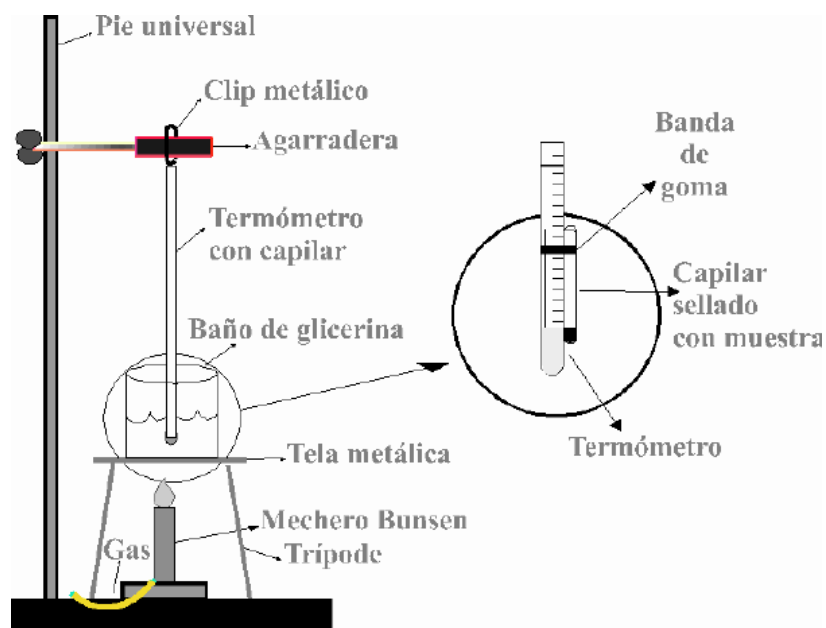


Imagen 2

Se comparó el valor obtenido experimentalmente con los valores de los puntos de fusión tabulados en las fichas de seguridad de los diferentes compuestos:

NAFTALENO	80.0 °C
ALFA NAFTOL	96.0 °C
ACIDO OXÁLICO	101.5 °C
P/ NITROFENOL	114.0 °C
ACIDO BENZOICO	121.7 °C
BETA NAFTOL	122.0 °C
ACIDO PICRICO	122/3 °C
UREA	132.7 °C

Mirando la tabla y teniendo en cuenta el valor hallado experimentalmente llegamos a la conclusión de que la muestra se trataba de **Naftaleno**. Antes de realizar el estudio del punto de fusión, supusimos que se trataba de este compuesto ya que observamos el color y la textura de la muestra, y, fundamentalmente, percibimos su olor característico.

Para asegurarnos de haber identificado la muestra correctamente se recurrió al método del PUNTO DE FUSIÓN MEZCLA. Para ello se mezcló una porción de la muestra original con naftaleno puro, en proporciones aproximadamente iguales, y se repitió la experiencia, calculando nuevamente el rango de fusión por el método del capilar. Se obtuvieron los siguientes valores:

$$T_i = 75\text{ °C}$$

$$T_f = 83\text{ °C}$$

En este caso el rango obtenido fue de 8 °C. La temperatura de fusión teórica del naftaleno está dentro del rango obtenido y el mismo coincide bastante con el rango de la muestra inicial (74 °C - 81 °C), por lo cual concluimos que se trataba de naftaleno.

B) Purificación de ácido benzoico por recristalización

Partiendo de una muestra conformada por ácido benzoico impuro con ácido oxálico y aprovechando las diferencias de solubilidad de los mismos con el agua a distintas temperaturas, obtuvimos ácido benzoico recristalizado al cual le determinamos el punto de fusión por el método del capilar para determinar su pureza.

Sustancia	Constitución Química	Punto de Fusión (°C)	Solubilidad en agua a 20 °C (g/100ml)	Solubilidad en agua a 100 °C(g/100ml)
Acido Benzoico	C ₆ H ₅ -COOH	121.7°C	0.3	5.88
Acido Oxálico	HOOC-COOH	101.5°C	8.7	120

Antes de realizar la recristalización, calculamos el rango de fusión del ácido benzoico impuro. Los datos obtenidos fueron los siguientes:

T_i = 115 °C

T_f = 126 °C

El rango fue de 11°C.

Recristalización:

Para recristalizar, en un vaso de precipitados de 250 cm³ se colocan 2g de la muestra impura junto con 20 cm³ de agua destilada. Paso siguiente, se lleva a cabo un calentamiento hasta ebullición de la solución y total disolución de la misma, siendo necesario agregar un poco más de solvente en pequeñas proporciones.

Posteriormente, se deja enfriar en baño de agua unos minutos apareciendo los primeros cristales de ácido benzoico. Esto se debe a la diferencia de solubilidad en el solvente de los ácidos benzoico y oxálico, ya que ambos son solubles en agua a temperatura de ebullición mientras que a temperatura ambiente sólo es soluble el ácido oxálico. Es conveniente que los cristales obtenidos sean de tamaño mediano para que la superficie de adsorción sea menor y por lo tanto queden fijadas una menor cantidad de impurezas. Una vez producida la cristalización en frío se separan los cristales mediante filtración al vacío.

Para realizar el filtrado al vacío se utiliza un embudo de Buchner (Ver Imagen 3). La superficie del papel de filtro limpia y lisa se adhiere con agua a la placa perforada. Luego se hace vacío suavemente para evitar la ruptura del papel. Se vuelca a continuación la suspensión de cristales sobre el centro del papel con ayuda de una varilla de vidrio mientras se aplica succión, arrastrando con pequeñas porciones del solvente frío los cristales remanentes en el recipiente.

Los cristales se lavan sobre el filtro con solvente frío, con la llave de vacío cerrada, para eliminar las aguas madres que los impregnan y que contienen impurezas disueltas. Luego del lavado se aplica nuevamente succión.

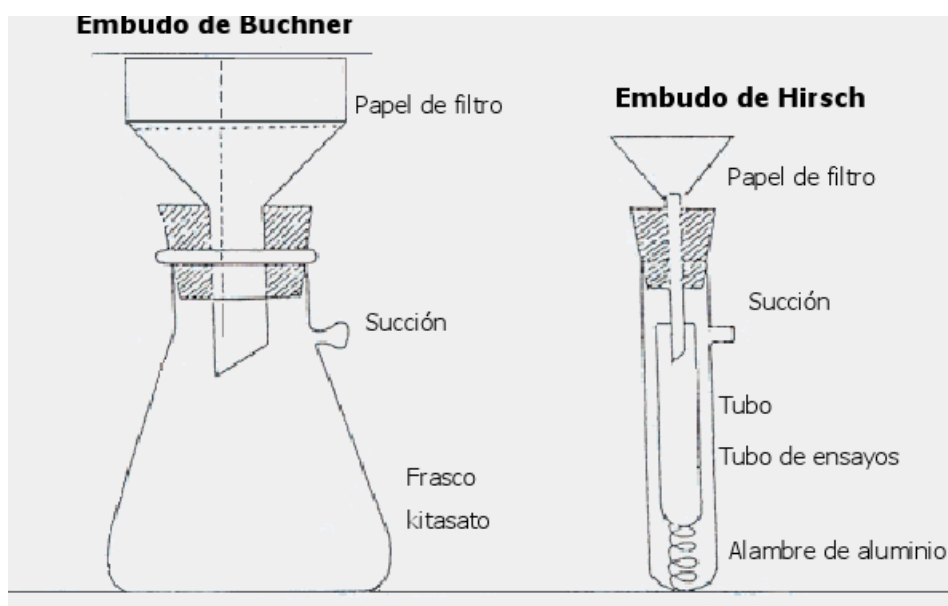


Imagen 3

Con los cristales de ácido benzoico obtenidos en el filtro se hace un secado por radiación utilizando el mechero de Bunsen.

Por último, pusimos los cristales obtenidos en un vidrio de reloj, se llevo a cabo la molienda y finalmente se determinó el punto de fusión por el método del capilar.

Los valores obtenidos para el acido benzoico recristalizado fueron:

$T_f = 118^{\circ}\text{C}$

$T_f = 121^{\circ}\text{C}$

CONCLUSIONES

Durante la experiencia en el laboratorio pudimos comprobar que utilizar el punto de fusión de una sustancia para poder identificarla es un método muy práctico y sencillo.

En la primera experiencia, el rango del punto de fusión de la muestra resultó de 7 °C, es decir, superior al 0.5 - 1°C aceptable teóricamente. Creemos que esto no quiere decir necesariamente que la muestra inicial contenía una gran proporción de impurezas sino que pudieron haber sucedido una cantidad de errores en el proceso que hayan afectado las futuras mediciones. Por ejemplo, se puede deber a una mala lectura de la temperatura (la muestra pudo haber terminado de fundirse antes de que tomáramos los valores) o a que hayamos contaminado la misma al colocarla en el capilar. De igual modo, cuando calculamos el punto de fusión mezcla, el rango obtenido fue de 8 °C, superior al aceptable teóricamente para sustancias puras. Esto pudo deberse a que si la muestra original estaba impura o fue contaminada entonces al realizar la experiencia también se iba a ver afectado el valor obtenido. Sin embargo, ambos rangos coincidieron bastante en sus T_i y T_f , por lo cual creemos que la hipótesis de que la sustancia era naftaleno quedó confirmada.

En la segunda parte de la práctica de laboratorio se buscó los puntos de fusión de una sustancia impura y de la misma luego de ser purificada. En el primer caso, el rango de temperaturas obtenido fue de 11 °C, notablemente mayor a 0,5 – 1 °C, lo cual demuestra que la muestra de ácido benzoico estaba impurificada (en nuestro caso, con ácido oxálico). En el segundo caso, el ácido benzoico purificado terminó de fundir a una temperatura mucho menor que la temperatura de fusión teórica. Esto nos hace creer que el ácido benzoico obtenido no se purificó completamente o que hubo errores de medición por parte del observador. También creemos que un factor que pudo haber afectado notablemente nuestro resultado fue que colocamos muy poca cantidad de muestra dentro del capilar, porque los cristales estaban un poco húmedos y quedaban pegados en las paredes internas del capilar. Pensamos que por esto la sustancia fundió muy rápido y no pudimos ver con claridad la T_i y la T_f del rango. Consideramos que debemos realizar nuevamente la determinación del punto de fusión del ácido recrystalizado obtenido, o que es necesaria una nueva purificación para eliminar los restos de ácido adsorbidos y volver a determinar el punto de fusión.

Realizamos nuevamente el cálculo del rango del punto de fusión del ácido benzoico recrystalizado y obtuvimos un rango de 3°C, el cual se aproxima bastante al modelo teórico para sustancias puras. De este modo, concluimos que el ácido obtenido era lo suficientemente puro y que el procedimiento realizado la clase anterior no había resultado efectivo por las razones mencionadas anteriormente.