

PRACTICA I

DETERMINACION DE PUNTO DE FUSION Y DENSIDAD

I. OBJETIVOS

- a) Determinar el punto de fusión, y la densidad como constantes físicas de cada compuesto, útiles en su caracterización.
- b) Utilizar diferentes tipos de instrumentos en la determinación de las constantes antes mencionadas.
- c) Relacionar la variación de la densidad con la temperatura.

II. MATERIAL

Probeta de 100 ml graduada	
Termómetro de -10 a 400°C	1
Vaso de pp de 100 ml	3
Espátula	1
Recipiente eléctrico B.M.	1

MATERIAL ADICIONAL

Aparato Fisher-Johns	Cubreobjetos
Alcoholímetro	Capilares
Densímetro	Pizeta

III SUSTANCIAS

Agua destilada
Metanol
Etanol
Muestras comerciales (proporcionadas por los alumnos)

IV. INFORMACION

- a) La densidad de una sustancia disminuye sensiblemente cuando aumenta la temperatura. La densidad absoluta se define como la masa por unidad de volumen de una sustancia (m/v).
- b) El punto de fusión de una sustancia sólida, es la temperatura a la cual la fase sólida y la fase líquida se encuentran en equilibrio .
- c) La determinación de punto de fusión, índice de refracción y densidad son sensibles a la presencia de impurezas.

V. PROCEDIMIENTO

- a) PUNTO DE FUSION

Pulverice la muestra y ponga unos cristales de la misma entre dos cubreobjetos (nota 1). Colóquelos en la platina de calentamiento del aparato Fisher-John. Encienda la lámpara y enfoque el lente de aumento. Active la palanca de calentamiento y regule la velocidad del mismo mediante el reóstato. Si no conoce el punto de fusión de la muestra, haga una determinación rápida poniendo el reóstato en 70. Haga una segunda determinación (nota 2), regulando la velocidad de calentamiento según la siguiente fórmula:

$$\text{Velocidad de calentamiento} = (\text{P. de fusión} * 0.8)/3$$

Anote la temperatura a la que inicia la fusión y a la que termina

Muestra	1ª Determinación	2ª Determinación
	p. f.	p. f.

b) DENSIDAD

Mida 50 ml de muestra en una probeta de 100 ml, limpia y seca, Introduzca en la probeta el densímetro, sujetándolo por el vástago hasta que flote sin que toque las paredes de la probeta. Cuando el densímetro este equilibrado, proceda a la lectura de la escala, observando para ello la parte inferior del menisco. Realizar la determinación variando la temperatura de la muestra (nota 3).

NOTAS

- 1) La cantidad de cristales que se pone en el cubreobjetos deberá ser sólo la necesaria para que se vea. Poner un exceso conduce a un error en la determinación.
- 2) cada vez que determine el punto de fusión deberá utilizar muestra nueva.
- 3) Para el caso del uso del alcoholímetro se sigue el mismo procedimiento.

VI ANTECEDENTES

- a) Densidad y peso específico.
- b) Tipos y usos de hidrómetros y densímetros.
- c) Punto de fusión como constante física y como criterio de pureza.
- d) Calibración del aparato Fisher-John y la importancia de la misma.

VII CUESTIONARIO

- 1.- ¿Cuál es la diferencia entre densidad y peso específico?
- 2.- ¿Para una solución de H_2SO_4 20°Be ¿cuál es su densidad y su concentración.?

- 3.- Suponga que a una sustancia se le ha determinado su punto de fusión y ha vuelto a solidificar. ¿Qué sucedería si a esta misma muestra le vuelve a determinar punto de fusión? Explique si hay variación de la lectura con respecto a la primera vez ¿y porqué?.
- 4.- ¿Qué importancia tiene el punto de fusión y densidad como criterio de pureza de una sustancia?.

VIII BIBLIOGRAFIA

- a) Willard, H. Métodos Instrumentales de Análisis.
Ed. CECSA, México 1977, Pág. 453-468
- b) Vogel A. I. A Textbook Of Practical Organic Chemistry.
3rd. Ed. Longmans, London 1962.
- c) Shriner R. L. Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos Ed. Limusa, México 1977.
- d) Kirk-Othmer. Enciclopedia Tecnológica Química.
Ed. Wiley-Interscience Publication, USA 1981.
- e) Perry Chemical Engineer's Handbook.
Ed. McGraw-Hill, USA.
- f) Lange N.A. Handbook of Chemistry.
Ed. McGraw-Hill, USA 1962.

PRACTICA II

DESTILACION SIMPLE Y FRACCIONADA (DESTILACION DEL PETROLEO)

I. OBJETIVOS

- a) Conocer las técnicas de destilación simple y fraccionada, así como sus principales características y factores.
- b) Aplicar estas técnicas a la separación de mezclas de productos.
- c) Conocer las limitaciones de las mismas.

II. MATERIAL

Matraz pera de una boca	1
Portatermómetro	1
Refrigerante para agua con manguera	1
Termómetro de -10 a 400°C	1
Matraz Erlenmeyer de 50 ml	3
Embudo de vidrio	1
Tela de alambre con asbesto	1
Recipiente eléctrico B.M.	1
Pinzas de 3 dedos con nuez	2
T de destilación	1
Columna vigreux	1
Colector	1
Probeta graduada de 25 ml	1
Vaso precipitado de 250 ml	1
Anillo metálico	1
Mechero con manguera	1
Recipiente de peltre	1

II SUSTANCIAS

Se le proporcionará al alumno una mezcla a separar.

IV INFORMACION

- a) La refinación del petróleo crudo consiste en la separación por destilación fraccionada de diferentes porciones con puntos de ebullición dentro de ciertos márgenes.
- b) La destilación fraccionada consiste en una serie completa de evaporaciones y condensaciones sucesivas.
- c) La columna de destilación fraccionada proporciona una gran superficie de intercambio de calor en las condiciones de equilibrio entre el vapor ascendente y el condensado descendente.

V PROCEDIMIENTO

Utilice 25 ml de muestra y monte un aparato de destilación como se muestra en la figura (nota 1 y 2).
 Empiece el calentamiento mediante un baño de aire (nota 3).
 Cuando la temperatura sea constante se estará obteniendo el cuerpo de la destilación del líquido I, cuyo punto de ebullición será el menor. Reciba éste en un matraz limpio y seco, sobre un baño de hielo. En el momento en que la temperatura sufra un cambio brusco (nota 4), coloque otro matraz limpio y seco para recibir el segundo líquido, del cual cuando la temperatura sea constante se obtendrá el cuerpo del destilado II.
 Anote las temperaturas de ebullición para cada fracción colectada en el momento en que el segundo líquido termine de destilar y sólo quede un residuo, suspenda la destilación. Medir la temperatura cada 2.5 ml y grafique.

	Cuerpo 1	Cuerpo 2
Temperatura ebullición		

NOTAS

- 1) Ligeramente engrasar las juntas esmeriladas.
- 2) Agregar cuerpos porosos al matraz antes de iniciar el calentamiento.
- 3) El profesor le indicará la forma más adecuada de calentamiento dependiendo de la naturaleza de las sustancias de que se trate.
- 4) Este cambio debe ser de más de 5°C.

VI ANTECEDENTES

- a) punto de ebullición, presión de vapor.
- b) Destilación simple y fraccionada.
- c) Concepto de plato teórico y número de platos teóricos en una destilación fraccionada.
- d) Eficiencia de una columna de destilación fraccionada. Factores que intervienen en esta destilación.
- e) Refinación del petróleo (proceso).

VII CUESTIONARIO

- 1.- ¿Qué criterio siguió para separar las fracciones.? Explique.
- 2.- Para el caso de la mezcla aceite lubricante-hexano-tolueno. ¿Es recomendable usar la destilación simple ó fraccionada, para realizar la separación?. Explique.
- 3.- Escriba las reacciones químicas que sufre la gasolina cuando un motor de automóvil esta en marcha.
- 4.- En la destilación del petróleo crudo ¿qué fracciones son obtenidas?.
- 5.- Las fracciones obtenidas de la destilación del petróleo crudo ¿qué tratamiento sufre?.
- 6.- En la refinación del petróleo ¿qué tipos de desechos se obtienen, que tratamiento y uso posterior se les da?. Al

finalizar este proceso ¿se obtienen residuos tóxicos, cuales son estos?. ¿Cómo los desecharía de tal manera que no contaminen el medio ambiente?.

7.- Si la destilación se hubiera realizado a nivel del mar ¿cree que los resultados serían los mismos?. Explique.

VIII BIBLIOGRAFIA

- a) Brewster R. Q. Curso Práctico de Química Orgánica.
Ed. Alhambra, Madrid 1970. Pág. 16-18.
- b) Vogel A.I. A Textbook of Practical Organic Chemistry.
Ed. Longmans, London, 1962
- c) Perry, Chemical Engineer's Handbook.
Ed. McGraw-Hill, USA
- d) Kirk-Othmer. Enciclopedia Tecnológica Química.
Ed. Eiley-Intersciencie Publication, USA. 1981.
- e) Sax, N.I., Dangerous Properties of Industrial Materials.
2^a Ed., Reinhold, USA.
- f) Ludwig M. Métodos de la Industria Química en Esquema de Flujo en colores. Ed. Revertá S.A. México 1966.

PRACTICA III

DESTILACION A PRESION REDUCIDA

I. OBJETIVO

- a) Efectuar una destilación a presión reducida para conocer sus características y los factores que intervienen en ella.
- b) Aplicar la técnica de destilación a presión reducida en la purificación y separación de líquidos de baja presión de vapor.
- c) Conocer y utilizar los nomogramas para estimar presiones con base en las temperaturas en una destilación a presión reducida.

II MATERIAL POR EQUIPO DE DOS PERSONAS

Matraz pera de dos bocas	1
Portatermómetro	1
Refrigerante para agua c/manguera	1
Termómetro de -10 a 400°C	1
Matraz Erlenmeyer de 50 ml	2
Embudo de vidrio	1
Tela de alambre c/asbesto	1
Pinzas de 3 dedos c/nuez	2
T de destilación	2
Probeta graduada de 25 ml	1
Vaso precipitado de 250 ml	1
Anillo metálico	1
Mechero con manguera	1
Recipiente de peltre	1
Matraz bola de 25 ml	2
T de vacío	1
Capilar (pipeta Pasteur)	2
Manguera para vacío	2
Pinzas de Mohr	1
Tubo de vidrio 20 cm	1
Tapón de hule monohoradado p/pera	1
Tapón de hule monohoradado p/kitasato	1

III SUSTANCIAS

Propilenglicol, Anaranjado de metilo

IV INFORMACION

- a) El punto de ebullición de las sustancias varía en relación directa con la presión.
- b) La relación entre la presión aplicada y la temperatura de ebullición de un líquido está determinada por su comportamiento presión de vapor-temperatura.
- c) Algunas sustancias de punto de ebullición alto se descomponen al ser sometidas a calentamiento excesivo.
- d) Todas las sustancias líquidas o mezclas de ellas, se purifican o separan mejor por algún método de destilación.

V. PROCEDIMIENTO

Destile 25 ml de la muestra problema que se le proporcione, utilizando un equipo de destilación a presión reducida como el que se muestra en las figuras (nota 1).

Antes de iniciar el calentamiento, regule el vacío y el burbujeo del capilar (nota 2). Comience el calentamiento con llama moderada para evitar sobre calentamiento y proyecciones. Conforme a las variaciones de temperatura separe las diferentes fracciones.

Al terminar de destilar la última fracción, suspenda el calentamiento, baje el baño de aceite en caso de haberlo utilizado, deje enfriar unos minutos. Cierre la llave del vacío abra las pinzas de Mohr para igualar presiones y desmonte el resto del equipo. Anote los volúmenes y temperaturas de destilación de cada fracción. Entregue al profesor las fracciones separadas.

Finalmente localice en el nomograma las presiones a las que destilaron las fracciones separadas.

Anote sus resultados en la siguiente tabla:

Fracción	Temperatura de destilación °C	Volumen ml	Presión mm Hg
1			
2			

NOTAS

- 1) Utilizar el equipo de destilación y el tipo de calentamiento dependiendo de la naturaleza de la muestra. El profesor le indicará lo conveniente.
- 2) El capilar adecuado es aquel que no burbujea en agua y en éter lo hace en forma de rosario de cuentas finas.

VI ANTECEDENTES

- a) Destilación a presión reducida. Relación entre la presión y el punto de ebullición.

Grupos de los compuestos representados en los nomogramas

Grupo 1

Antraceno
Antraquinona
Butiletileno
Fenantreno
Monocloruro de Azufre
Sulfuro de carbono
Tricloroetileno

Grupo 2

Alcanfor
Anhídrido ftálico

Benzaldehído
Benzofenona
Benzonitrilo
Dibencilcetona
Dimetilsilano
Eteres
Fluoruro de hidrógeno
Fosgeno
Hidrocarburos
Hidrocarburos halógenados
Metiletilcetona
Monóxido de carbono
Nitrotoluidinas
Nitrotoluenos
Quinoleína
Salicilato de metilo
Sulfocianuro de carbono
Sulfuros

Grupo 3

Acetaldehído
Acetona
Acido fórmico
Aminas
Benzoato de metilo
Cianuro de hidrógeno
Cloroanilinas
Cloruro de cianógeno
Cloruro mercúrico
Esteres
Eter metílico
Metiletiléter
Naftoles
Nitrobenceno
Nitrometano
Oxido de etileno
Tetranitrometano

Grupo 4

Acetofenona
Acido acético
Cianógeno
Cloruro de nitrosilo
Cresoles
Diacetato de glicol
Dimetilamina
Dióxido de azufre
Etilamina
Formiato de metilo
Oxalato de dimetilo

Grupo 5

Acido propiónico

Alcohol bencílico
Amoníaco
Fenol
Metilamina

Grupo 6

Acido isobutírico
Agua
Anhídrido acético

Grupo 7

Acido benzoico
Acido butírico
Acido heptanoico
Acido isocaproico
Acido valérico
Alcohol metílico
Etilenglicol

Grupo 8

Alcohol p-amílico
Alcohol etílico
Alcohol isoámilico
Alcohol isobutílico
Alcohol n-propílico
Cloruro mercurioso

- b)** Aplicaciones de la destilación a presión reducida. Características de las sustancias susceptibles de purificarse por destilación a presión reducida.
- c)** Nomogramas y su interpretación. Manómetros.

VII CUESTIONARIO

- 1.- ¿Cuál es la relación que existe entre la presión aplicada y la temperatura de ebullición de un líquido?.
- 2.- Explique la función del capilar en la destilación a presión reducida.
- 3.- Cite tres formas de conocer la presión a la que destila una sustancia.
- 4.- Con base en los resultados experimentales, explique si este método de destilación es adecuado para purificar y separar líquidos.
- 5.- ¿En qué casos considera que la destilación a presión reducida es el método adecuado para purificar líquidos?.
- 6.- De las siguientes mezclas diga ¿Cuál es el método de destilación adecuado para la separación y purificación de éstas.
 - a) ciclohexano-benceno
 - b) glicerol-etilenglicol
 - c) n-hexano-ciclopentano
- 7.- Utilizando el nomograma determine las temperaturas de ebullición a las diferentes presiones.

P mmHg	Benzaldehído	Antraceno
760		
100		
50		
30		
25		

VIII BIBLIOGRAFIA

- a) Vogel A. I. A textbook of Practical Organic Chemistry
Ed. Longmans, London 1979 pág. 99-118
- b) Moore J.A. Experimental Methods in Organic Chemistry
Ed. W. B. Saunders Co., USA 1976
- c) Roberts R. M. Modern Experimental Organic Chemistry
Ed. Holt, Rinehart Winston, N.Y. 1976
- d) Perry, Chemical Engineer's Handbook.

PRACTICA IV

DESTILACION POR ARRASTRE DE VAPOR

I. OBJETIVOS

- a) Conocer la técnica de arrastre de vapor así como sus principales características.
- b) Aplicar esta técnica a la separación de mezclas de productos.

II MATERIAL

Matraz Erlenmeyer 250 ml	2	Tela de alambre	2
Matraz Erlenmeyer 50 ml	2	Colectos	1
Probeta graduada 25 ml	1	Mechero c/manguera	1
Tubo de vidrio 80 cm largo	1	Espátula	1
Tubo de vidrio doblado 30 cm	1	Anillo metálico	2
Pinzas de 3 dedos c/nuez	3	Recipiente de peltre	1
Refrigerante p/agua c/manguera	1	Tapón de hule monohoradado para matraz pera	1
Tapón de hule p/matraz 250 ml (bihoradado)	2		

III SUSTANCIAS

o-Nitrofenol	p-Diclorobenceno
p-Nitrofenol	Ac. Salicílico

IV INFORMACION

- a) La destilación en corriente de vapor es una ingeniosa técnica para la separación de sustancias insolubles en agua y volátiles.
- b) Al destilar una mezcla de dos líquidos inmiscibles su punto de ebullición será la temperatura a la cual la suma de las presiones parciales es igual a la atmosférica. Esta temperatura será inferior al punto de ebullición del componente más volátil.
- c) Los aceites esenciales pueden aislarse de sus fuentes naturales por medio de la destilación por arrastre de vapor.
- d) Las sustancias poco solubles en agua, generalmente destilan por arrastre de vapor.

V PROCEDIMIENTO

Monte el equipo que se muestra en la figura:
Colocar aproximadamente 150 ml de agua en el matraz No. 1 (generador de vapor) y agregue cuerpos porosos.
En el matraz No. 2 coloque 1 g. de la muestra a separar.

Caliente con el mechero el matraz No. 1 hasta ebullición con el fin de generar el vapor que pasará al matraz No. 2 separándose de

esta manera el compuesto que es inmediatamente arrastrado por el vapor de agua en un proceso de codestilación.

Reciba el destilado en una matraz Erlenmeyer de 50 ml sumergido en baño de hielo. Recoja los primeros cristales del compuesto separado evitando que éstos se diluyan en el agua condensada. Enfríe el destilado en hielo y separe por filtración al vacío los cristales obtenidos. Determine punto de fusión y analice los resultados.

VI ANTECEDENTES

- a) Destilación en corriente de vapor. Ley de Dalton.
- b) Características, factores y aplicaciones de este tipo de destilación.
- c) Relación entre la temperatura de destilación y la composición del líquido destilado.
- d) Aplicación en la Industria de la destilación en corriente de vapor.

VII CUESTIONARIO

- 1.- Que características en una sustancia la hacen susceptible a ser aislada por el método de destilación en corriente de vapor?
- 2.- Cuales son las ventajas y desventajas de la destilación en corriente de vapor como método de purificación.
- 3.- ¿Como puedo comprobar que en el destilado obtuve el isómero esperado?
- 4.- En la separación de los isómeros o- y p-nitrofenol que compuesto es más susceptible a ser arrastrado por el vapor de agua y porque. Explique
- 5.- Mencione 5 procesos industriales en los que en algunos de los pasos de éste se aplique una destilación en corriente de vapor.
- 6.- Mencione dos métodos mediante los cuales puede identificar los isómeros obtenidos.

VIII BIBLIOGRAFIA

- a) Moore J.A., Experimental Methods in Organic Chemistry. 2nd. Ed. W.B. Saunders Co. Philadelphia 1976 p. 65-67 179-180
- b) Brewster R. Q. Curso Práctico de Química Orgánica. 2^a. Ed. Alhambra S.A. Madrid 1979
- c) Roberts R. M. Modern Experimental Organic Chemistry. 3rd. Ed. Holt Rinehart and Winston, N. Y. 1978
- d) Pavia D. L. Introduction to Organic Laboratory Techniques. 3rd. Ed. W. B. Saunders Co. Philadelphia 1976.

PRACTICA V

SOLUBILIDAD DE COMPUESTOS ORGANICOS

Clasificación de los Compuestos Orgánicos por su Solubilidad en Disolventes Orgánicos y Disolventes Activos.

I. OBJETIVO

- a) Determinar el comportamiento de solubilidad de compuestos en disolventes orgánicos y en disolventes activos.
- b) Utilizar las pruebas de solubilidad en disolventes orgánicos para la selección del disolvente ideal en la recristalización de un sólido.
- c) Clasificar los compuestos orgánicos según su grupo funcional por pruebas de solubilidad en disolventes activos.

II MATERIAL

Tubos de ensayó	5	Baño María eléctrico	1
Pipeta graduada de 50 ml	1	Pinzas p/tubo ensayo	1
Vaso de pp de 150 ml	1	Tela de alambre c/asbesto	1
Espátula de cromoniquel	1	Lentes de protección	1
Agitador de vidrio	1	Anillo metálico	1

III SUSTANCIAS

Sustancia problema (nota 1)	1.5 g	Etanol	3 ml
Hexano	3.0 ml	Hidróxido sodio 5%	3 ml
Cloroformo	3.0 ml	Bicarbonato sodio 5%	3 ml
Acetato de etilo	3.0 ml	Ac. clorhídrico 5%	3 ml
Acetona	3.0 ml	Ac. sulfúrico conc.	3 ml

IV INFORMACION

- a) Un sólido es soluble en un disolvente cuando al mezclarlos forman una fase homogénea (generalmente en una relación de 0.1 g de soluto en máximo 3 ml de disolvente).
- b) La solubilidad de un sólido en un disolvente está relacionada con la estructura química de ambos y por tanto con sus polaridades. En general podemos decir que lo semejante disuelve a lo semejante.
- c) El disolvente ideal para recristalizar una sustancia es aquel en el que el soluto es poco soluble en frío y muy soluble en caliente.
- d) La solubilidad de un sólido en los disolventes activos, se lleva a cabo mediante reacciones ácido-base, a temperatura ambiente.

V PROCEDIMIENTO

1) Solubilidad en disolventes orgánicos.

Coloque en un tubo de ensayo 0.1 g de muestra problema. Agregue 1 ml de disolvente a probar; agite y observe. (prueba de solubilidad en frío). Si los cristales no se han disuelto, repita el procedimiento agregando de mililitro en mililitro hasta completar 3.

Si el sólido no se ha disuelto, es insoluble en frío; si se ha disuelto es soluble en frío.

Si la sustancia fue insoluble en frío, caliente la muestra (nota 2) hasta ebullición y con agitación constante (nota 3). Observe si hay solubilización o no. Si la hay el sólido es soluble en caliente y es insoluble en caso contrario.

Si el sólido fue soluble en caliente, enfríe a temperatura ambiente y luego en baño de hielo. Observe si hay formación de cristales.

Anote sus resultados en la siguiente tabla:

Disolventes	Hexano	Cloruro Metileno	Acetato Etilo	Acetona	Etanol	Metanol	Agua
Solub.Frío							
Solub.Caliente							
Formac.Cristales							

- a) De acuerdo con las pruebas de solubilidad, ¿cuál es el grado de polaridad de su compuesto? ¿polar? ¿no polar?. Fundamente su respuesta.
- b) ¿Cuándo un disolvente es el ideal para efectuar la recristalización de un sólido? Explique. ¿En base a ésta, que disolvente selecciona para recristalizar su muestra?
- c) Un sólido que es soluble en frío en un determinado disolvente, ¿puede ser recristalizado en dicho disolvente?, ¿sí? ¿no?, ¿por qué?.
- d) Un sólido que es insoluble en un disolvente caliente ¿puede recristalizarse de él?, ¿sí? ¿no?, ¿por qué?.

2) Solubilidad en disolventes activos. Realice estas pruebas a temperatura ambiente.

Coloque en un tubo de ensayo 0.1 g de sustancia problema y agregue 3 ml del disolvente activo (nota 4 y 5). Agite y observe.

¿Qué le sucede a la sustancia problema al entrar en contacto con el disolvente empleado?. Anote sus observaciones .

Siga el diagrama que se encuentra a continuación para realizar las pruebas de solubilidad con disolventes activos.

Con los datos obtenidos de las pruebas de solubilidad en disolventes activos, llene el siguiente cuadro (nota 4):

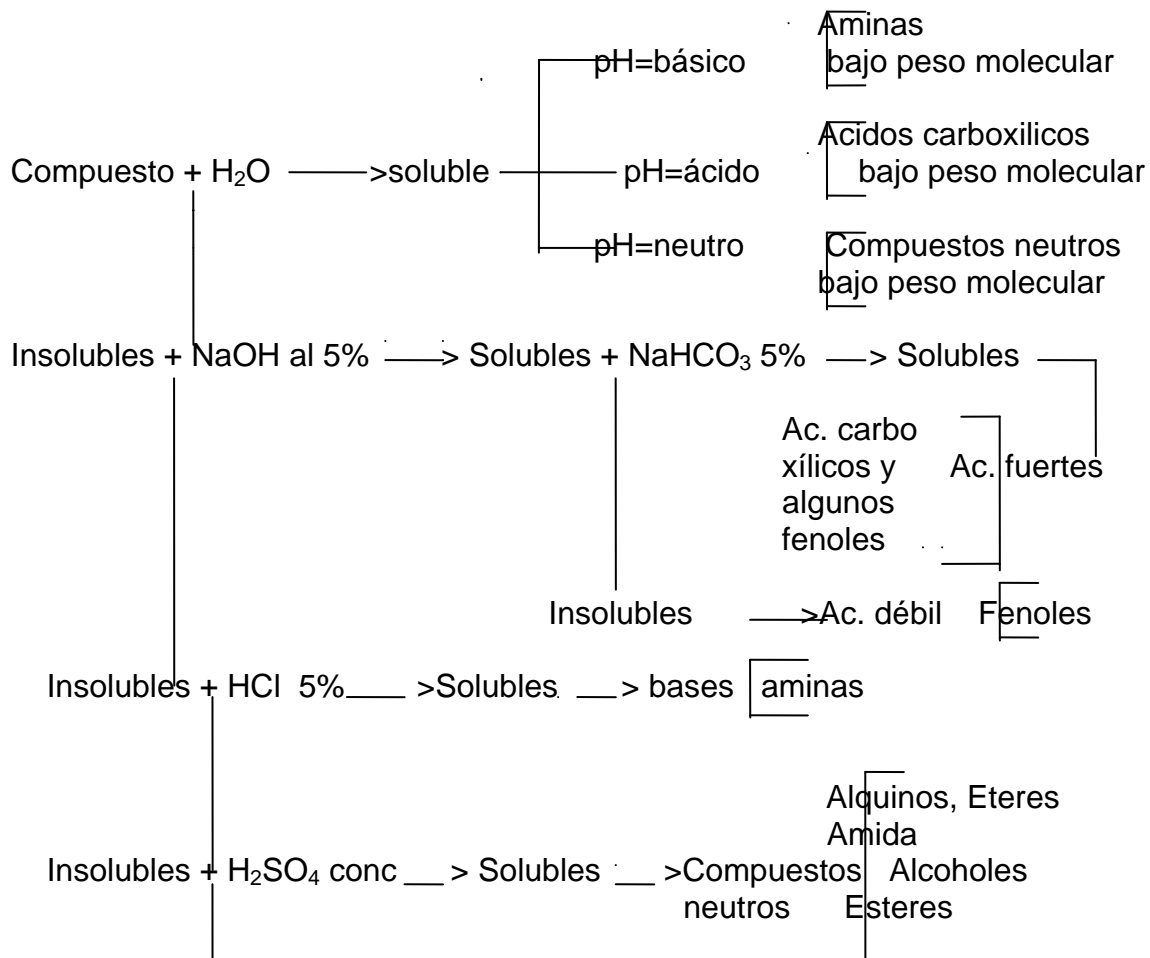
Disolvente	H ₂ O	NaOH 5%	NaHCO ₃ 5%	HCl	H ₂ SO ₄	Gpo Solub
------------	------------------	---------	-----------------------	-----	--------------------------------	-----------

- a) ¿Cómo identificó que una sustancia fue soluble en un disolvente activo o cómo supo que no lo era?
- b) Diga a qué grupo de solubilidad pertenece su sustancia y/o clasifíquela como ácida, básica o neutra.
- c) Explique la razón por la cual no se debe calentar al realizar las pruebas de solubilidad en disolventes activos
- d) Dibuje el diagrama correspondiente a la resolución de su problema.
- e) La información obtenida de la solubilidad en disolventes orgánicos es la misma que la obtenida de la solubilidad en disolventes activos, ¿sí? ¿no?. Explique de acuerdo a sus resultados.

NOTAS

- 1) La sustancia problema será la misma que se utilizará para la práctica siguiente.
- 2) Recuerde que los disolventes orgánicos deben calentarse a baño María
- 3) Mantenga constante el volumen de solución durante el calentamiento.
- 4) Utilice el disolvente según indica el diagrama de solubilidad.
- 5) Para cada una de las pruebas de solubilidad con disolventes activos, utilice una muestra nueva.

DIAGRAMA DE SOLUBILIDAD EN DISOLVENTES ACTIVOS



Insoluble — >Compuestos inertes

Alcanos
Halogenuros de arilo
Compuestos aromáticos

VI ANTECEDENTES

- 1) Solubilidad
 - a) Explicación de solubilidad como fenómeno físico.
 - b) Relación entre solubilidad y estructura molecular.
 - c) Polaridad y solubilidad.
 - d) Efecto de las fuerzas intermoleculares en la solubilidad.
 - e) Solvatación e hidratación.
 - f) Disolventes próticos y apróticos.

- 2) Pruebas de solubilidad.
 - a) En disolventes orgánicos.
 - b) Importancia de las pruebas de solubilidad en cristalización
 - c) Interpretación de las pruebas de solubilidad relacionadas con la estructura del compuesto.
 - d) Orden de polaridad de los disolventes.
 - e) Propiedades físicas de los disolventes orgánicos.
 - f) Precauciones indispensables para el manejo de los disolventes.

- 3) Pruebas de solubilidad en disolventes activos.
 - a) Disolventes activos más comunes.
 - b) Clasificación de compuestos según su solubilidad en disolventes activos.
 - c) Solubilidad de compuestos orgánicos en disolventes activos.
Reacciones que pueden llevarse a cabo.

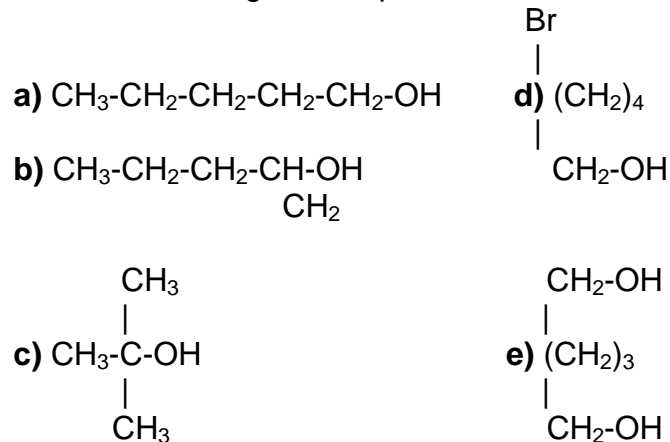
VII CUESTIONARIO

- 1) El yoduro de etilo ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-I}$) es polar, pero contrariamente de lo que ocurre con el alcohol etílico ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$), es inmiscible en agua. Explique la diferencia.

- 2) Prediga cuales de los siguientes compuestos son mas solubles en benceno: Justifique su respuesta.
 - a) ácido oxálico
 - b) etilendiamina
 - c) malonato de etilo

- 3) Coloque los compuestos siguientes en orden aproximado de basicidad: Justifique su respuesta indicando la constante de acidez
 - a) p-toluidina
 - b) difenilamina
 - c) metilamina
 - d) bencilamina
 - e) o-bromoanilina

4) Ordene los siguientes compuestos en orden creciente de solubilidad en agua. Indique las razones de la distribución.



5) Agrupe los siguientes compuestos en orden aproximado de su acidez decreciente. Justifique su respuesta indicando la constante de acidez.

- | | |
|-----------------|--------------------|
| a) o-bromofenol | b) β -naftol |
| c) o-cresol | d) p-clorobenzoico |

6) Consulte la toxicidad de las sustancias utilizadas en esta práctica y de que manera debería ser desechadas.

VIII BIBLIOGRAFIA

- a) Brewster R.Q. y Vander Werf C.A., Curso Práctico Química Org. 2^a. Edición, Editorial Alhambra, España (1970) Pag. 27.
- b) Vogel A.I. Text Book Practical Organic Chemistry, 3^a edición. Ed. Longmans, Londres (1962), Pag. 123-124, 1045-1056.
- c) Shriner R.L., Fuson R.C. Curtin D.Y. The Systematic Identification of Organic Compounds, 4^a ed. Editorial John Wiley and Sons Inc. USA (1962) pag: 63-85.
- d) Pasto D.J. y Johson C.R., Determination de Estructuras Orgánicas. Editorial Recerte S.A., España (1974) pag: 345-349.
- e) Moore J.A. y Dalrymple D.L., Experimental Methods in Organic Chemistry. 2^a ed. Editorial W.B. Saunders Co. Pag: 302-303.
- f) Morrison R.T. y Boyd R. N., Química Orgánica, 3^a ed., Fondo Educativo Interamericano, S.A., México (1976), pag: 32.

PRACTICA VI

CRISTALIZACION SIMPLE Y CON CARBON ACTIVADO

I. OBJETIVO

- a) Utilizar la técnica de cristalización, como una de las más importantes técnicas usadas para la purificación de compuestos sólidos.
- b) Comprobar la utilidad de un adsorbente para eliminar impurezas coloridas.
- c) Aplicar el producto de solubilidad en la purificación de compuestos orgánicos.

II MATERIAL

Matraz Erlenmeyer 250 ml	1	Probeta 25 ml graduada	1
Matraz Erlenmeyer 125 ml	2	Mechero c/manguera	1
Matraz Erlenmeyer 50 ml	2	Espátula	1
Vaso Precipitado 100 ml	2	Pinzas p/tubos ensayo	1
Embudo de vidrio	1	Pinzas 3 dedos c/nuez	1
Tubos de ensaye	6	B. M. eléctrico c/conec.	1
Matraz kitasato 250 ml c/manguera	1	Recipiente de peltre	1
Agitador de vidrio	1	Tela de alambre	1
Pipeta 10 ml graduada	1	Anillo metálico	1
		Embudo Buchner c/alargadera	1

III SUSTANCIAS

Muestra problema (nota 1)
Carbón activado.

INFORMACION

- a) Un disolvente ideal es aquel que disuelve grandes cantidades de muestra a la temperatura de ebullición y muy pequeñas cantidades a temperatura ambiente, no deberá disolver ninguna impureza y preferentemente ser volátil para mayor facilidad de su eliminación.
- b) La cristalización consiste en la disolución de un compuesto sólido en un disolvente ideal, separación de las impurezas insolubles por filtración en caliente, formación de cristales al bajar la temperatura, separación de los cristales de las aguas madres por filtración y lavado de los mismos con el disolvente frío.
- c) Algunas sustancias son solubles en algunos disolventes y muy insolubles en otros, en estos casos se escoga un par de disol-

ventes (miscibles entre sí) para hacer la cristalización. Un disolvente en que la muestra sea muy soluble y otro en que la muestra sea totalmente insoluble.

- d) Frecuentemente los productos orgánicos se colorean con impurezas que acompañan al producto crudo, estas impurezas se eliminan mediante un adsorbente (carbón activado), en un proceso de recristalización.

V PROCEDIMIENTO

- a) Cristalización simple:

Pese 0.5 g de la muestra pulverizada y colóquela en un matraz Erlenmeyer de 125 ml, agregue un poco de disolvente previamente calentado (nota 3), hasta ebullición (nota 2). Si permanecen impurezas insolubles filtre por gravedad, deje enfriar el filtrado a temperatura ambiente y posteriormente en baño de hielo hasta que se formen los cristales.

Si la cristalización no ocurre, indúzcala (nota 5). Separe los cristales por filtración al vacío. Determine rendimiento y punto de fusión de la sustancia antes y después de recristalizar.

- b) Recristalización con Carbón Activado:

Pese 0.5 g de la muestra pulverizada y colóquela en un matraz Erlenmeyer de 125 ml, agregue poco a poco el disolvente ideal previamente calentado, hasta disolución total de la muestra (nota 2). Agregue cuidadosamente de 1 a 2% de carbón activado en relación al peso de la muestra (nota 6). Caliente a ebullición 5 min. (nota 4). Filtre el carbón, deje enfriar el filtrado a temperatura ambiente y posteriormente en baño de hielo hasta la formación de cristales (nota 5). Separe los cristales por filtración al vacío. Determine rendimiento y punto de fusión de la sustancia antes y después de recristalizar.

Cristalización	P. Fusión Impuro	P. Fusión Recristalizado
SIMPLE		
CARBON ACTIVADO		

NOTAS

- 1) El profesor proporcionará la muestra problema e indicará los disolventes para realizar pruebas de solubilidad.
- 2) Agitar y calentar para la mejor disolución de la muestra. Si la muestra no se disuelve agregar otro poco de disolvente ideal y llevar a ebullición. Si la cantidad de material insoluble permanece constante, las impurezas son insolubles.
- 3) Agregue cuerpos porosos al iniciar el calentamiento para regular la ebullición, si se trata de un disolvente orgánico el calentamiento deberá ser a baño María.
- 4) Precaliente el embudo de vidrio y humedezca el papel filtro con un poco de disolvente para que se adhiera al embudo. Al terminar de vaciar la solución enjuague el recipiente que lo

contenía con un poco de disolvente caliente.

- 5) La cristalización se induce:
Friccionando dos varillas de vidrio dentro del matraz que contiene la solución.
- Enfriando en baño de hielo.
 - Sembrando en la solución fría algunos cristales de la sustancia pura.
 - Evaporando parte del disolvente y volviendo a enfriar.
- 6) Antes de agregar el carbón activado, deberá quitar la fuente de calentamiento y esperar a que la solución no se encuentre en ebullición.

VI ANTECEDENTES

- Fundamento y principales tipos de cristalización y/o recristalización.
- Disolventes empleados y secuencia para realizar una cristalización y/o recristalización.
- Selección del disolvente ideal.
- Métodos para inducir la cristalización.
- Tipos de adsorbentes y fenómeno de adsorción.
- Secuencia para realizar una recristalización con carbón activado.
- Producto de solubilidad.

VII CUESTIONARIO

- Mencione las características que deben reunir los disolventes para poder ser utilizados en una recristalización.
- En la purificación de un sólido por recristalización con un disolvente ¿qué es aconsejable? enfriar la solución rápida ó lentamente. Explique.
- Si tiene 10 g de una mezcla AB (85-15) y se quiere purificar por recristalización. Con base en el siguiente cuadro de solubilidades elija el disolvente ideal para purificar la mezcla y explique el porque de su elección (considere costos, riesgos, etc.).

SOLUBILIDAD g/100 ml								
Muestra	Acetona		Agua		Cloroformo		Eter	
T°C	O°C	P.eb	O°C	P.eb	O°C	P.eb	O°C	P.eb
A	1	5	10	20	0	10	0.5	7
B	0	0	4	10	2	5	8	15

- Para un compuesto X que tipo de recristalización se emplearía para su purificación de acuerdo a los siguientes datos y elija disolvente (s) apropiado (s).

Disolventes	Solubilidad 20°C	Solubilidad 80°C
Hexano	0.2 g	0.4 g
Benceno	0.1 g	0.8 g

Acetona	20.0 g	35.0 g
Etanol	30.0 g	55.0 g
Agua	0.0 g	0.2 g

- 5.- ¿Qué propiedades del carbón activado lo hacen un buen agente de adsorción?
- 6.- ¿Cuál será la forma más correcta de desechar los disolventes que se utilizan en esta sesión?
- 7.- Consulte la toxicidad de las siguientes sustancias: hexano, cloruro de metileno, acetona, acetato de etilo, etanol, y metanol.

VIII BIBLIOGRAFIA

- a) Vogel A. I.
A Textbook Of Practical Organic Chemistry.
Third Edition
- b) Brewster R.Q., Vander Werf C.A. y Mc. Ewen W.E.
Curso Práctico de Química Orgánica
2^a. Edición, Alhambra, S.A.
Madrid, 1979.
- c) Moore J.A. and Dalrymple D. L.
Experimental Methods in Organic Chemistry
2nd Edition, W.B. Saunders Co.
Philadelphia, 1976.
- d) Pavia D.L., Introduction to Organic Laboratory Techniques
Ed.. W. B. Saunders Co. Philadelphia, 1976
- e) Svanoe H. "Crystallization of Organic Compounds for Solution"
J. Chem. Educ. 27, 549 (1950).
- f) The Merck Index, 7^a. Ed. Merck & Co. Inc.
Rahway, N. J. USA.
- g) Sax, N. I., Dangerous Properties of Industrial Materials.
2^a. Ed., Reinhold, USA.

PRACTICA VII

CRISTALIZACION POR PAR DE DISOLVENTES

I. OBJETIVOS

- a) Purificar por recristalización un sólido que tenga impurezas insolubles.
- b) Purificar un sólido utilizando la recristalización por par de disolventes.

II MATERIAL POR ALUMNO

Matraz Erlenmeyer 250 ml	1	Probeta 25 ml graduada	1
Matraz Erlenmeyer 125 ml	2	Cubreobjetos	2
Matraz Erlenmeyer 50 ml	2	Espátula	1
Vaso precipitado 100 ml	2	Pinzas p/tubos ensayo	1
Embudo de vidrio	1	Pinzas 3 dedos c/nuez	1
Tubos de ensayo	6	B.M. eléctrico c/conec.	1
Matraz kitasato 250 ml c/manguera	1	Recipiente de peltre.	1
Agitador de vidrio	1	Parrilla eléctrica de resistencia cerrada	1
Pipeta 10 ml graduada	1	Embudo Buchner c/alargadera de hule	1

MATERIAL ADICIONAL

Aparato de Fisher-Johns.

III SUSTANCIAS

Sólidos.- Se utiliza diversos productos sintetizados por alumnos de otros cursos de laboratorio de Química Orgánica, ya que son productos generalmente impuros. Además carbón activado.

Disolventes.- Hexano, acetato de etilo, acetona, etanol, metanol y agua.

IV INFORMACION

- a) Al recristalizar un sólido que contiene impurezas insolubles, éstas se eliminan por filtración en caliente.
- b) Si un sólido es soluble en frío en un disolvente e insoluble en caliente en otro disolvente, el sólido se puede recristalizar utilizando la técnica de par de disolvente.
- c) La velocidad de cristalización influye en el tamaño de los cristales que se forman y en la pureza de los mismos.

V PROCEDIMIENTO

Con la sustancia efectúe pruebas de solubilidad en los disolventes señalados en la tabla, tanto en frío como en caliente, para encontrar el par de disolventes apropiados para la recrystalización. Anote sus resultados en la tabla siguiente:

Solubilidad	Hexano	Acetato etilo	Acetona	Etanol	Metanol	Agua
En frío						
En caliente						
Cristalización						

sustancia sólida proceda a recrystalizarla.

Una vez que ha encontrado el par de disolventes para purificar la

Pese 0.5 g de la sustancia "B" y colóquela en un matraz Erlenmeyer de capacidad adecuada, agregue poco a poco el disolvente que la solubiliza agitando y calentando hasta disolución total (nota 1), deje enfriar la solución, añada carbón activado en proporción adecuada agregue nuevamente cuerpos porosos y lleve a ebullición durante 5 minutos, filtre la solución caliente en el embudo de filtración rápida precalentando en la estufa y colecte el filtrado en otro matraz Erlenmeyer (nota 2). A esta solución caliente, añadale gota a gota el disolvente en el que es insoluble el sólido hasta que aparezca turbidez, agite y si la turbidez desaparece agregue más gotas del mismo disolvente y vuelva a agitar el matraz. Siga este procedimiento hasta que la turbidez permanezca (nota 4).

En seguida elimine la turbidez calentando el matraz en baño María y agitando. Luego déjelo enfriar un poco a temperatura ambiente y después en baño de hielo hasta que cristalice el soluto (nota 3,5). Separe los cristales filtrando al vacío, lávelos con un poco de disolvente frío (nota 6), déjelos secar, péselos y calcule el rendimiento de la cristalización.

Anote los resultados en la siguiente tabla:

Par de Disolventes	Rendimiento	p.f. antes de recrystalizar	p.f. después de recrystalizar

NOTAS

- 1) Durante la ebullición evite la evaporación del disolvente, agregue un poco más del mismo si es necesario.
- 2) Para eliminar carbón activado por filtración emplee papel filtro de poro cerrado.
- 3) Si después de un tiempo razonable no se forman cristales, induzca la cristalización.
- 4) Debe ser turbidez no precipitado abundante.
- 5) Si es necesario induzca la cristalización.
- 6) Para lavar los cristales use el disolvente en que son insolubles.

VI ANTECEDENTES

a) Fenómeno de adsorción y adsorbentes más comunes, utilizados

en recristalización, para la eliminación de impurezas coloridas.

- b)** Técnica de cristalización por par de disolventes.
- c)** Pares de disolventes más comunes. Sus características y propiedades. Miscibilidad de disolventes.
- d)** Influencia de la velocidad de cristalización en el tamaño y pureza de los cristales.

VII CUESTIONARIO

- a)** ¿Cuáles son las principales etapas a seguir en la recristalización de un sólido que tiene impurezas insolubles?.
- b)** ¿Cuáles son las etapas a seguir en la recristalización de un sólido que tiene impurezas insolubles e impurezas coloridas?.
- c)** Un sólido que no tiene disolvente ideal ¿podría purificarse por recristalización?. Explique.
- d)** ¿Qué características deben tener los disolventes empleados para una recristalización por par de disolventes?.
- e)** Factores que deben considerarse para obtener un buen rendimiento en una recristalización.
- f)** ¿Qué daños ecológicos pueden causar el arrojar los desechos de esta práctica al drenaje?

VIII BIBLIOGRAFIA

- a)** Roberts R. M., Gilbert J. C., Rodewald L.B. and Wingrove A.S.
Modern Experimental Organic Chemistry
Third Edition
Holt Rinehart and Winston
N. Y. 1978.
- b)** Vogel A. I.
A Textbook of Practical organic Chemistry.
Third Edition
Longmans, London 1962
- c)** Brewster R. Q., Vander Werf C. A. y Mc. Ewen W. E.
Curso Práctico de Química Orgánica
2ª. Edición, Alhambra, S.A.
Madrid, 1979
- d)** Moore J. A. and Dalrymple D. L.
Experimental Methods in Organic Chemistry
2nd Edition, W. B. Saunders Co.
Philadelphia, 1976.

PRACTICA VIII

CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA

I. OBJETIVOS

- a) Conocer la técnica de cromatografía en capa fina, c.c.f., sus características y los factores que en ella intervienen.
- b) Calcular valores de r.f. de varias sustancias.
- c) Deducir, a través del r.f., la relación que existe entre la polaridad de las sustancias que se analizan y la de los eluyentes utilizados.
- d) Aplicar la técnica de c.c.f. como criterio de pureza de las sustancias.
- e) Aplicar la técnica de c.c.f. como criterio parcial de identificación de sustancias.

II MATERIAL POR ALUMNO

Placas para cromatografía (portaobjetos)	6
Matraces Erlenmeyer de 10 ml o viales	5
Pipeta graduada de 10 ml	2
Probeta de 25 ml	1
Frasco cámara	5
Agitador de vidrio	1
Capilares	3
Espátula	1

Material adicional:

Parrilla de resistencia cerrada
Lámpara de luz ultravioleta
Aspersor

III SUSTANCIAS

p-Hidroxiacetanilida	Acetona
m-Nitroclorobenceno	Acetato de etilo
Benzoína	Yodo
Hexano	Sulfato de sodio anhidro
Metanol	Nipagín
Etanol	Nipasol

IV INFORMACION

- a) En cromatografía en capa fina, c.c.f., el grado de elución de las sustancias depende de su polaridad, así como de la polaridad del eluyente utilizado.

b) En c.c.f. después de eluir y revelar una sustancia pura, ésta se observa como una mancha bien definida.

c) En cambio, sustancias impuras y mezclas dejan varias manchas o una estela en su recorrido por la placa.

d) Sustancias iguales tienen el mismo comportamiento en c.c.f. bajo las mismas condiciones experimentales.

V. PROCEDIMIENTO

Experimento 1.- Polaridad de las sustancias.

Es un experimento comparativo en el que se desea saber cuál sustancia es más polar y cuál menos polar. Para ello se le proporcionará a usted las soluciones 1 y 2. Prepare 3 cromatoplasmas (nota 1) y aplique estas soluciones en cada una de ellas (nota 2), de tal manera que pueden como se indica en la siguiente figura:

Eluya la primera cromatoplasma con hexano, la segunda con AcOET y la tercera con MeOH.

En cada caso, deje evaporar el eluyente y revele con luz ultravioleta, observe y anote sus resultados (nota 3), luego revele con yodo, observe nuevamente (nota 4).

Con base en los resultados obtenidos, conteste:

a) ¿Cuál es el eluyente adecuado?, ¿porqué?

b) ¿Cuál es la sustancia más polar? ¿porqué?

c) ¿Cuál es la sustancia menos polar? ¿porqué?

Experimento 2.- Pureza de las sustancias.

Se desea saber cuál sustancia es pura y cuál es impura. Para ello se le proporcionará a usted las soluciones 3 y 4. Prepare una cromatoplasma y aplique en ella ambas soluciones por separado, como en el experimento anterior. Eluya entonces con AcOEt. Revele con luz U. V. y luego con yodo. Anote sus observaciones. Conteste:

¿Cuál es la sustancia pura? y ¿Cuál es la impura?

Experimento 3.- Influencia de la concentración.

Se desea saber cuál es el efecto de la concentración de una sustancia en c.c.f. Para ello se le proporcionará a usted la solución 5.

Prepare una cromatoplaque y en ella haga 3 aplicaciones de esta solución en orden creciente de concentración como se indica en la siguiente figura:

Eluya entonces con AcOEt. Revele con luz U. V. y luego con yodo. En cada caso observe la intensidad de la coloración de las manchas.

Con base en los anterior, deduzca la relación que existe entre la intensidad de la coloración de las manchas y la concentración de la sustancia en cada caso.

Experimento 4. La c.c.f. como criterio parcial de identificación.

Se desea identificar los componentes de una mezcla, por medio de su comportamiento en c.c.f. y comparándolo con el de sustancias estándar bajo las mismas condiciones experimentales.

Para estó, se le proporcionará a usted las soluciones 6 A y 6 B, (nota 5).

Prepare dos cromatoplacas y en ambas haga las siguientes aplicaciones:

Luego, eluya una de las cromatoplacas con AcOEt revelado con luz U.V. y después con yodo. Anote sus observaciones

La otra cromatoplaque elúyala varias veces (4 por lo menos) con un eluyente menos polar, por ejemplo una mezcla de hexano-AcOEt (4:1), dejando secar la placa entre una elución y otra. Observe la placa a la luz U. V. después de cada elución. Si después de la cuarta elución la mezcla no se separa, siga eluyendo hasta lograr la separación.

Finalmente revele con yodo. Anote sus observaciones.

NOTA

- 1) Para separar las cromatoplacas se introducen dos portaobjetos juntos, limpios y secos, en una suspensión de gel de sílice al 35% en CHCl_3 -MeOH (3:1) o en una suspensión de gel de sílice al 35% en AcOEt.
- 2) Para aplicar las soluciones a las cromatoplacas utilice los capilares los que previamente deben ser estirados en la flama del mechero con el fin de que tengan el diámetro adecuado.
- 3) Con un lápiz, marque ligeramente el contorno de las manchas para mejor ubicación de las mismas.
- 4) Para mayor claridad de los resultados, incluya en su informe los dibujos de las cromatoplacas de todos los experimentos de esta

práctica. Hágalos del mismo tamaño de las placas.

5) En este caso son soluciones de nipagin y nipasol respectivamente.

VI ANTECEDENTES.

- a) Concepto de cromatografía. Clasificación de la cromatografía. Cromatografía de adsorción y cromatografía de participación. Ejemplos.
- b) Fenómeno de reparto o partición. Coeficiente de reparto. La propiedad de retención. Concepto de r.f.
- c) La cromatografía en capa fina. Sus características y aplicaciones.
- d) Eluyentes, soportes y reveladores más comunes para cromatografía en capa fina.
- e) Factores que influyen en una separación por cromatografía de capa fina.

VII CUESTIONARIO

- 1.- En el experimento 1, ¿cuál de las dos sustancias, la más polar o la menos polar, recorre mayor distancia en la placa a partir del punto de aplicación? ¿porqué?.
- 2.- En ese mismo experimento, calcular los vapores de r.f. y contestar ¿cuál de las dos sustancias tiene r.f. mayor y cuál menor?
- 3.- En el experimento 3, ¿cuál es la relación que existe entre la concentración y la intensidad de coloración de la mancha de una sustancia en una c.c.f.?
- 4.- ¿Qué significa que una sustancia tenga:
 - a) $rf < 0.5$?
 - b) $rf = 0.5$?
 - c) $rf > 0.5$?
- 5.- En el experimento 4, ¿cuál de las dos formas de elución permitió mayor separación de la mezcla?, ¿a qué se debe esto?
- 6.- ¿Porqué la c.c.f. es un criterio parcial y no total de identificación?.
- 7.- ¿Cuál será el resultado de los siguientes errores en cromatografía en capa fina?
 - a) Aplicación de solución muy concentrada
 - b) Utilizar eluyentes de alta polaridad
 - c) Emplear gran cantidad de eluyente en la cámara de

cromatografía.

- 8.- Una serie de colorantes es separada por cromatografía en capa fina. Calcular los valores de Rf de cada colorante de acuerdo a la siguiente tabla.

Colorantes	Distancia Recorrida (mm)
Eluyente	66.0
Rojo de metilo	56.0
Rodamina B	38.0
Rojo Congo	0.5

- 9.- ¿Qué tratamiento es necesario darle a la sílica gel para reutilizarla?.

VIII BIBLIOGRAFIA

- a) Moore J.A. and Dalrymple D.L.
Experimental Methods in Organic Chemistry
Second Edition,
W. B. Saunders Company
Philadelphia, 1976.
- b) Brewster R. Q., Vander, Werf C. A. y Mc Ewen W. E.
Curso Práctico de Química orgánica
2ª. Edición
Alhambra, S. A.
Madrid, 1979.
- c) Roberts R. M., Gilbert J. C. and Rodewald L. B.
Modern Experimental Organic Chemistry
Third Edition
Holt, Rinehart and Winston
New York, 1979.
- d) Abbott D. y Andrews R.S.
Introducción a la Cromatografía
3ª. Edición
Alhambra S.A.
Madrid, 1970.

PRACTICA IX

CROMATOGRAFIA EN COLUMNA

I. OBJETIVOS

- a) Utilizar las técnicas de la cromatografía en capa fina y columna e identificar los factores que intervienen en ellas.
- b) Utilizar la cromatografía en columna para la separación de isómeros estructurales.
- c) Comprobar la separación de los isómeros estructurales por cromatografía en capa fina.
- d) Utilizar las diferencias de adsorción para la separación de productos orgánicos.

II MATERIAL POR EQUIPO DE 2 ALUMNOS

Frascos viales de 15 ml	10
Vaso precipitado de 150 ml	2
Espátula	1
Frasco p/cromatografía c/tapa	3
Capilares	5
Piseta de 125 ml	1
Agitador de vidrio	1
Placas para cromatografía	8
Pinzas 3 dedos c/nuez	1
Columna para cromatografía	1
Varilla de vidrio de 50 cm	1
Embudo de vidrio	1
Probeta graduada de 25 ml	1

III SUSTANCIAS

Sílica gel para columna.
Sílica gel para cromatografía en capa fina.
Acido benzoico
Acetato de etilo
Hexano.
Acido benzoico.
Azul de metileno.

IV INFORMACION

- a) En cromatografía en capa fina, el grado de elución de las sustancias depende de su polaridad, así como de la polaridad del eluyente utilizado.
- b) La cromatografía en capa fina es una herramienta para determinar el número de componentes de una mezcla y como una prueba preliminar para realizar una cromatografía en columna,

entre otros.

- c) El proceso de cromatografía en columna se controla por cromatografía en capa fina, de tal manera que se puede separar cada componente de la mezcla.
- d) El proceso de cromatografía consta de una fase móvil (eluyente) y una fase estacionaria (adsorbente), los cuales dependen de las sustancias.

V PROCEDIMIENTO

Se le proporcionará 0.5 g de una mezcla sólida de dos compuestos los cuales se separan por cromatografía en columna. Para empacar la columna sujétela en el soporte con las pinzas. Engrase ligeramente la llave y mantenga la posición de cerrado. Introduzca hasta el fondo un pequeño pedazo de algodón ayudándose con la varilla de vidrio, agregue 10 ml de eluyente (nota 1) y presione suavemente el algodón para que quede bien colocado y sin burbujas (nota 2).

Prepare una suspensión de 15 g de sílica gel para columna en 50 ml de eluyente y agite hasta eliminar las burbujas de aire. A través del embudo de vidrio vierta la suspensión en la columna golpeando ligeramente con los dedos para que el empacado sea uniforme.

Abra la llave para eliminar el exceso de disolvente teniendo cuidado de no dejar la sílica gel sin disolvente (nota 3). En un vaso de 150 ml disuelva la mezcla problema con la mínima cantidad de eluyente ayudándose con el agitador, viértala con cuidado para que quede colocada uniformemente por encima de la sílica gel. Abra la llave para que salga el disolvente y se adsorba la muestra aplicada (cuidando que no se seque la columna), eluya la muestra.

Colecte fracciones de 10 ml en los frascos viales y controle la separación haciendo cromatografías en capa fina (nota 4 y 5) de cada una de las fracciones usando muestras testigo como se indica en la figura.

Eluya las cromatoplasmas en mezclas de hexano-acetato de etilo (2:1) y observe en cuales de las fracciones separadas hay presencia del compuesto separado. En cada cromatoplasma observe el cambio de la coloración de la mancha del producto principal (a menor concentración menor intensidad de color).

la elución y separación termina en el momento en el que no se observa en la cromatoplasma coloración de la mancha del producto separado.

En un matraz reuna las fracciones que contienen la misma sustancia (nota 6).

Destile el eluyente mediante una destilación simple y calcule el rendimiento de la sustancia recuperada.

NOTAS:

- 1) Para la separación de ácido benzoico con azul de metileno el eluyente adecuado es acetato de etilo.
Para la separación de la mezcla de isómeros el eluyente ade-

- cuado es hexano-acetato de etilo (2:1).
- 2) La columna se puede preparar agregando 10 ml de eluyente indicado y después colocar en el fondo de la columna un pedazo de algodón o fibra de vidrio ayudándose con la varilla de vidrio presionando suavemente sin apretar el algodón.
 - 3) Mantenga siempre el nivel del eluyente 0.5 cm por arriba del nivel del adsorbente.
 - 4) Para preparar las cromatoplasmas se introducen 2 portaobjetos juntos, limpios y secos en una suspensión de sílica gel al 35% en acetato de etilo.
 - 5) para aplicar las muestras a la cromatoplasma utilice los capilares, los que previamente deben ser estirados con la flama del mechero con el fin de que tenga el diámetro adecuado.
 - 6) Deposite las fracciones que contengan cada isómero donde le indique el maestro así como también la sílica gel.

VI ANTECEDENTES

- a) Cromatografía en columna y capa fina. características y aplicaciones. Cromatografía de adsorción y de partición o reparto.
- b) Selección de eluyentes para la separación de compuestos por cromatografía en columna.
- c) Técnicas de separación cromatográfica por elución, por adsorción y por desplazamiento.
- d) Eluyentes y adsorbentes para cromatografía en columna y capa fina. Factores que influyen en la separación por cromatografía.

VII CUESTIONARIO

- 1.- ¿Si una mezcla de antraceno y naftaleno se cromatografía sobre alúmina, ¿cuál de los dos hidrocarburos se eluirá primero y cuál al último? ¿cuál sería el más polar?
- 2.- Un colorante desconocido se piensa que puede ser azul de metileno, ¿cómo se podría comprobar esta suposición utilizando un procedimiento basado en una técnica cromatográfica?
- 3.- ¿Qué debe hacerse para encontrar el eluyente adecuado para una sustancia en una cromatografía en columna?
- 4.- La recuperación cuantitativa del producto principal de la práctica, sería más completa si se recogieran fracciones mayores ó menores de 10 ml ¿porqué?
- 5.- Indique algunas de las aplicaciones de la cromatografía de adsorción en columna y capa fina.

- 6.- Escriba la ficha bibliográfica completa de 5 libros de

cromatografía en capa fina y columna (técnica y teoría) especializada.

- 7.- Escriba una lista de eluyentes utilizados en cromatografía en columna en orden de polaridad decreciente (anote su bibliografía).
- 8.- Cuál es la diferencia entre la cromatografía en capa fina y la cromatografía en papel.
- 9.- Indique la toxicidad de las sustancias que utilizó y como se podrían desechar.

VIII BIBLIOGRAFIA

- a) Moore J. A. Experimental Methods in Organic Chemistry. 2^a. Ed. W. B. Saunders Co. Philadelphia 1976. pag. 58-64
- b) Brewster R.Q. Curso Práctico de Química Orgánica. 2^a. Ed. Alhambra. Madrid 1979.
- c) Roberts R. M. Modern Experimental Organic Chemistry. 3rd. Ed. Holt. Rinehart Winston, N. Y., 1979
- d) Abbot D. y Andrews R. S. Introducción a la Cromatografía. 3^a. Ed. Alhambra, Madrid, 1970.

PRACTICA X

EXTRACCION SIMPLE Y MULTIPLE Y DEL PRINCIPIO ACTIVO DEL CLORASEPTIC

I. OBJETIVOS

- a) Conocer la técnica de extracción como método de separación y purificación de las sustancias integrantes en una mezcla.
- b) Elegir los disolventes adecuados para un proceso de extracción
- c) Realizar diferentes tipos de extracción: simple y múltiple; aplicándolos a problemas específicos.
- d) El alumno efectuará la separación de un principio activo a partir de un antiséptico de uso común.

II MATERIAL

Embudo de separación c/tapón	1	Agitador de vidrio	1
Probetas de 25 ml	1	Matraz pera de 50 ml	1
T de destilación	1	Espátula	1
Matraz Erlenmeyer 125 ml	1	Embudo de vidrio	1
Pinzas de 3 dedos c/nuez	2	Pipeta de 5 ml	2
Recipiente eléctrico B. M.	1	Tubos de ensayo	3
Vaso de pp 250 ml	1	Colector	1
Refrigerante p/agua c/m	1	Vaso de pp de 150 ml	1

III SUSTANCIAS

Solución yodoyodurada	Cloraseptic
Cloroformo	Cloruro férrico (sol. 1%)
Eter etílico	Agua de bromo (sol. 10%)
Acetona	Acetato de etilo
Sílica gel p/cromatografía	Sulfato de sodio anh.
Etanol	

IV INFORMACION

- a) Los disolventes orgánicos utilizados en extracción deben tener baja solubilidad en agua, alta capacidad de solvatación hacia la sustancia que se va a extraer y bajo punto de ebullición para facilitar su eliminación posterior.
- b) El coeficiente de reparto o distribución de un soluto, ante su líquido de disolución y su líquido extraente es constante y depende de la naturaleza de dicho soluto, así como de la naturaleza de ambos disolventes y de la temperatura de trabajo.
- c) Los compuestos iónicos son más solubles en agua que los compuestos covalentes y éstos, son más solubles en disolventes orgánicos que aquellos.

V PROCEDIMIENTO

1) Extracción Simple y Múltiple:

a) Extracción Simple

Colocar 10 ml de la solución yodoyodurada en un embudo de separación y realice una extracción con 15 ml de éter, observe

b) Extracción Múltiple

Colocar 10 ml de la solución yodoyodurada en un embudo de separación y realice tres extracciones de 5 ml de éter cada una, colecte cada extracto de 5 ml por separado y compárelos entre sí,

Con base en la información de la tabla siguiente elija el disolvente adecuado para extraer el yodo.

Disolventes	Densidad g/ml	Punto Ebullición (°C)	Solubilidad en g/100ml H ₂ O
Eter dietílico	0.7135	34.60	7.5 ²⁰ (nota 1)
Cloroformo	1.498	61.20	1.0 ¹⁵
Acetona	0.792	56.50	
Diclorometano	1.3255	40.00	2.0 ²⁰

¿Cuáles de estos disolventes al mezclarse formarán dos fases inmiscibles?

Sujete el embudo de separación a un soporte, por medio de las pinzas de tres dedos. Cerciórese de que la llave esté cerrada, agregue la solución yodoyodurada y luego el disolvente extraente. Coloque el tapón al embudo y agite moderadamente. Disminuya la presión interna del mismo después de cada agitación. Coloque el embudo en su posición normal, quite el tapón y deje reposar hasta que haya separación de las fases.

Reciba las fases orgánicas y acuosas por separado en matraces Erlenmeyer de 25 ml. Después de realizar los dos tipos de extracción, compare la intensidad de la coloración de las fases orgánica y acuosa obtenidas en cada caso. Recuerde que a mayor intensidad del color, mayor concentración del soluto disuelto y viceversa.

Anote sus resultados indicando cuál de los dos procedimientos permite extraer mayor cantidad de yodo.

2) Extracción y Caracterización del Principio Activo de un Medicamento de Uso común:

Extracción del fenol. Coloque 15 ml de solución de cloraseptic (producto comercial), en un embudo de separación y efectúe cuatro extracciones con éter (de 5 ml c/u, nota 3). Junte las cuatro porciones etéreas en un vaso de pp de 50 ml y séquelas con sulfato de sodio anhidro. Decante la mezcla etérea a un matraz pera de 50 ml y agregue cuerpos porosos. Destile a baño María el éter hasta que quede un residuo aproximadamente de 5 ml. Vierta el residuo a un vaso de pp de 50 ml y termine de evaporar el éter a baño María. Disuelva el sólido obtenido en 3 ml de etanol y efectúe las siguientes pruebas de caracterización del fenol obtenido.

a) Haga una placa cromatográfica comparativa del producto extraído y del fenol reactivo. Eluya con hexano-AcOEt (2:1) y revele con

- yodo. Determine rf.
- b) Tome 1 ml de la solución etanólica del producto extraído y agregue 1 ml de solución acuosa al 1% de cloruro férrico y observe.
 - c) Al resto de la solución extraída, pásela a un Erlenmeyer de 125 ml y agréguele gota a gota y con agitación agua de bromo (observe la decoloración de la solución de bromo).

NOTAS:

- 1) El valor 7.5²⁰ significa que 7.5g de éter son solubles en 100 ml de agua a una temperatura de 20°C.
- 2) La manipulación correcta del embudo para las extracciones deberá ser indicada por el profesor. Revise que la llave esté bien lubricada.
- 3) El alumno deberá recordar las precauciones necesarias para trabajar con disolventes inflamables.
El fenol es una sustancia corrosiva, por tanto, se deberá tener cuidado de no tocarla con las manos y en caso de que se tuviera contacto con ella, deberá lavarse inmediatamente con agua en abundancia.

VI ANTECEDENTES

- a) Fenómeno de reparto o de distribución. Coeficiente de reparto o de distribución.
- b) Métodos de extracción: simple y múltiple.
- c) Disolventes orgánicos y activos empleados para extracción. Sus características físicas y químicas.

VII CUESTIONARIO

- 1.- Con base en los resultados experimentales, ¿cuál es la mejor técnica de extracción: la simple o la múltiple?
- 2.- ¿En qué caso debe utilizarse la extracción selectiva?
- 3.- ¿En qué caso debe utilizarse la extracción múltiple?

VIII BIBLIOGRAFIA

- a) Moore J. A. and Dalrymple D. L.
Experimental Methods in Organic Chemistry
Second Edition
W. B. Saunders Co.
Philadelphia, 1976
- b) Pavia D. L., Lampman G. M. and Kriz G. S.
Introduction to Organic Laboratory Techniques
W. B. Saunders Co.
Philadelphia, 1976
- c) Brewster R.Q., Vander Werf C.A. and Mc. Ewen W. E.
Curso Práctico de Química Orgánica
Editorial Alhambra, S.A.
Madrid, 1970.

PRACTICA XI

EXTRACCION ACIDO-BASE

I. OBJETIVOS

- a) Elegir los disolventes activos adecuados para un proceso de extracción aplicado a problemas específicos.
- b) Identificar la técnica de extracción como método de extracción y purificación de sustancias integrantes de una mezcla.
- c) Observar las modificaciones del coeficiente de partición al hacer activa la fase acuosa.

II MATERIAL

Embudo de separación c/tapón	1
Kitasato de 250 ml c/manguera	1
Embudo buchner c/alargadera	1
Pipeta graduada de 5 ml	2
Tubos de ensayo	6
Recipiente eléctrico B.M.	1
Probeta de 25 ml graduada	1
Agitador de vidrio	2
Matraz Erlenmyer de 50 ml	4
Espátula	1
Pinzas de 3 dedos c/nuez	1
Embudo de vidrio	1

III SUSTANCIAS

Eter Etílico	
Acido Benzoico	(Ac)
Naftaleno	(N)
p-Toluidina	(Ba)
Sol. de Hidróxido de Sodio	10%
Sol. de Acido Clorhídrico	10%
Sol. de Acido Clorhídrico	40%
Sol. de Hidróxido de sodio	40%

IV INFORMACION

- a) Los disolventes orgánicos utilizados para extracción, deben tener de preferencia baja miscibilidad con el agua, alta capacidad de solvatación hacia la sustancia que va a extraer y bajo punto de ebullición para facilitar su eliminación posterior.
- b) El coeficiente de reparto de un soluto ante su líquido de disolución y su líquido de extracción es constante y depende de la naturaleza del soluto, de los disolventes y de la temperatura de trabajo.

- c) La extracción selectiva se emplea para separar mezclas de compuestos orgánicos en función de la acidez, de la basicidad o de la neutralidad de éstos.

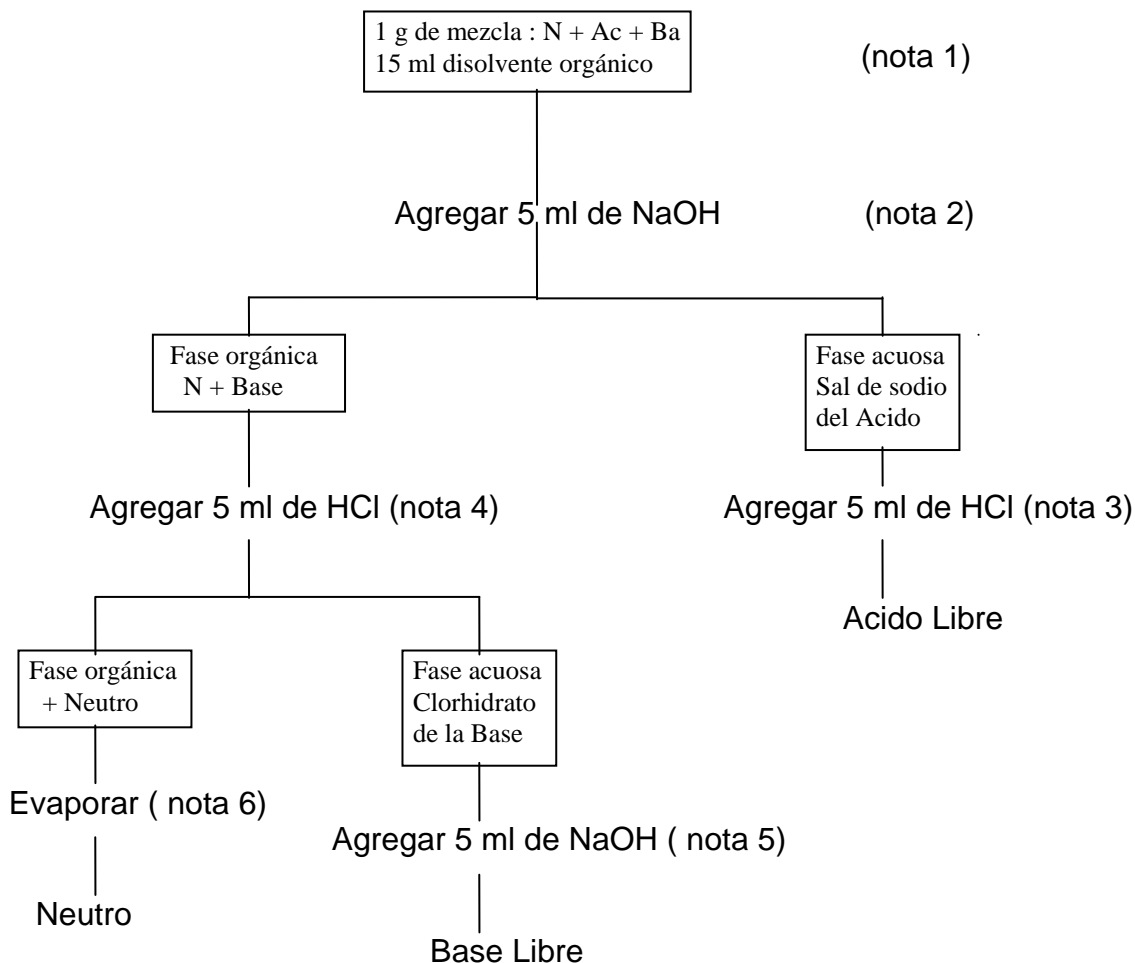
V PROCEDIMIENTO

Se le proporcionará 3 compuestos orgánicos diferentes, un ácido, un básico y un neutro.

En tres tubos de ensayo coloque una pequeña cantidad (0.1 g) de cada uno de los compuestos y haga pruebas de solubilidad con disolventes activos (NaOH 10% y HCl 10%) y con un disolvente orgánico no activo (Eter etílico), 2 ml de cada uno aproximadamente y anote los resultados.

Compuesto	Eter Etílico	NaOH 10%	HCl 10%
Acido			
Base			
Neutro			

Una vez realizadas estas pruebas se le proporcionará una mezcla de sustancias para realizar la separación de acuerdo al diagrama siguiente:



NOTAS

- 1) Disolver la mezcla en un vaso de precipitado y adicionarla en un embudo de separación.

- 2) Al agregar la solución de NaOH 10% tape el embudo, agite cuidadosamente y asegúrese de liberar los vapores, deje reposar hasta la separación de las fases.
- 3) Separe la fase acuosa en un matraz sumergido en hielo acidule con HCl 40% hasta obtener pH ácido (3-4), filtre al vacío y separe los cristales.
- 4) A la fase orgánica agregar la solución de HCl 10%, tape el embudo, agite y libere los vapores, deje reposar para separar las fases.
- 5) Separe la fase acuosa en un matraz y sumerja en hielo, adicione NaOH 40% gota a gota y con agitación hasta obtener un pH alcalino (12-14), filtre al vacío y separe los cristales, en caso de que no cristalice el producto será necesario inducir la cristalización (friccionando 2 agitadores.)
- 6) Seque la fase orgánica con sulfato de sodio anhidro y destile el exceso de disolvente, si es un volumen pequeño (+/- 5 ml se podrá evaporar en la campana.

VI ANTECEDENTES

- a) Métodos de Extracción.
- b) Disolventes orgánicos y activos empleados para extracción, sus características físicas, químicas y toxicológicas.
- c) Coeficiente de partición. Fenómenos de reparto.
- d) Diseño de diagramas de separación de mezclas: ácido-base-neutro.

VII CUESTIONARIO

- 1.- ¿Qué desventaja presentaría un disolvente cuya densidad fuera muy semejante a la del agua? Explique.
- 2.- ¿Qué es un disolvente activo? De 5 ejemplos.
- 3.- Indique las reacciones completas que se efectúan en esta práctica de acuerdo al diagrama.
- 4.- Diga cual de los siguientes sistemas de disolventes son factibles para la extracción y cual es la capa superior y cual la capa inferior.
 - a) Hexano-agua
 - b) Tolueno-agua
 - b) Ac. acético-agua
 - c) Ac. clorhídrico-agua
- 5.- Indique un diagrama de separación para una mezcla de m-nitro anilina, B-naftol y p-diclorobenceno.
- 6.- De acuerdo con un criterio de calidad, especificidad y costo ¿qué tipo de hidróxido de sodio recomendaría para un proceso de extracción fase acuosa fase orgánica?.

- a) Sosa en escamas.
- b) Sosa al 50% (sol. acuosa).
- c) Hidróxido de sodio grado R.A.
- d) Sosa cáustica grado Rayón.

7.- Mencione la forma correcta de desechar los reactivos utilizados en esta sesión, considerando la toxicidad y estado físico de cada uno de ellos.

VIII BIBLIOGRAFIA

- a) Moore J. A., Experimental Methods in Organic Chemistry 2nd. Ed., W. B. Saunders Co., Philadelphia, 1976. Pag. 21-34.
- b) Pavia D.L., Introduction to Organic Laboratory techniques. Ed. W.B. Saunders Co. Philadelphia, 1976.
- c) Brewster R.Q., Curso Práctico de Química Orgánica. 3^a. Ed. Alhambra S.A., Madrid 1979.
- d) The Merck Index, 7^a ed., Merck & Co. Inc. Rahway, N.J., USA.
- e) Sax, N.I., Dangerous Properties of Industrial Materials. 2^a. Ed., Reinhold, USA.

