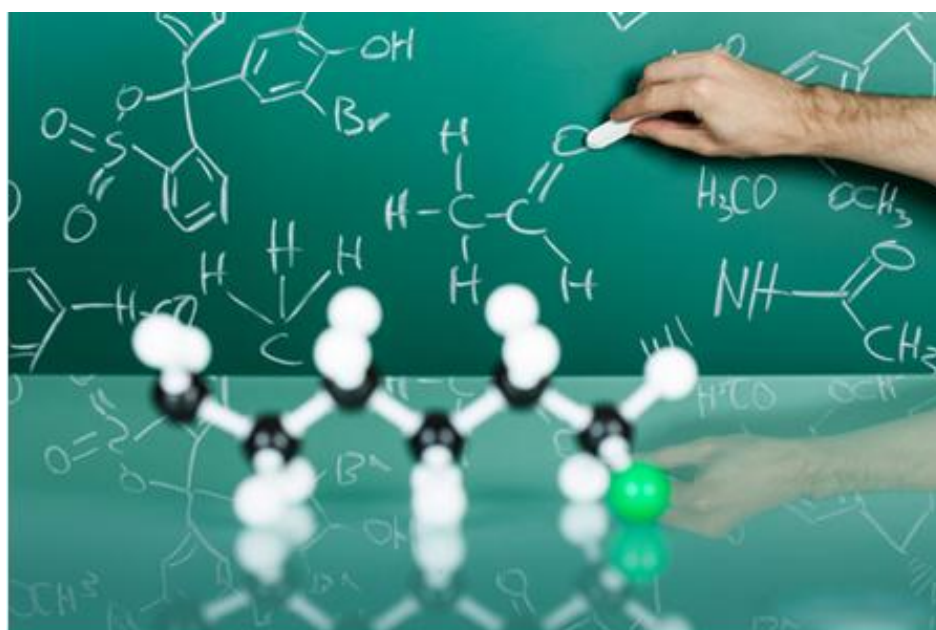




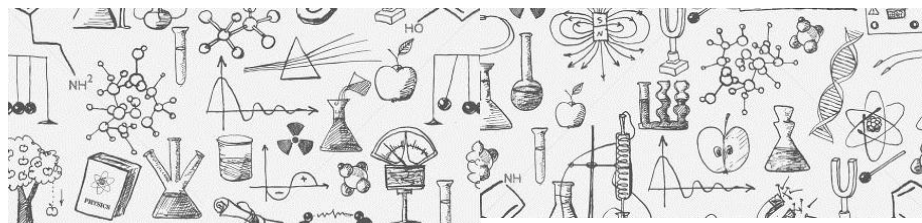
UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

Guía de Laboratorio Química Orgánica 210018 ICQ



Christian Núñez Durán

Departamento de Química
Facultad de Ciencias
Universidad del Bío-Bío



5 Años

Desde Agosto 2014
Hasta Agosto 2019

ACREDITADA

- Gestión Institucional
- Docencia de Pregrado
- Investigación
- Vinculación con el Medio


Comisión Nacional
de Acreditación
CNA-Chile



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN

Practico 1. SOLUBILIDAD DE COMPUESTOS ORGANICOS

Practico 2. ACIDEZ DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

Practico 3. EXTRACCIÓN DE PRODUCTOS NATURALES DE IMPORTANCIA INDUSTRIAL

Practico 4. SEPARACIÓN E IDENTIFICACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES

Practico 5. SÍNTESIS DE ACETATO DE ETILO

Practico 6. SÍNTESIS DE POLÍMERO NYLON 6,6



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

MANUAL

PRÁCTICAS DE LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA

RECOMENDACIONES PARA EL TRABAJO EN EL LABORATORIO

1. - Tenga los aparatos, equipos y material de trabajo siempre limpios, evite amontonar su espacio en la mesa con material innecesario.
2. - Devuelva los frascos con reactivos a su lugar tan pronto como haya hecho uso de ellos.
3. - Nunca devuelva reactivos sobrantes al frasco de donde obtuvo el reactivo, debe consultar al profesor que hacer con los residuos.
4. - No use más reactivo de lo que se indica; un exceso de estos puede ocasionar que obtenga resultados negativos.
5. - No deseche el producto obtenido hasta que esté seguro de que no lo necesita. Cuando estos sean líquidos ácidos deje correr bastante agua en el lavadero con el fin de diluirlos y de esta manera evitar las corrosiones en las tuberías
6. - Lea la etiqueta del reactivo antes de sacar algo del frasco. El uso equivocado de un reactivo puede causar algún accidente o echar a perder la experiencia. Use siempre materiales LIMPIOS Y SECOS.
7. - Cuando caliente una sustancia en un tubo de ensayo, tenga mucho cuidado de no dirigir la boca del tubo a su vecino, ni así mismo.
8. - Sea cuidadoso al trabajar con material caliente, ácidos y álcalis fuertes, así como también material inflamable. No debe colocar frascos de reactivos a lado de mecheros, mantas calefactoras o estufas eléctricas.
9. - No dude en preguntar al Profesor sobre algo que no haya entendido antes de realizar la práctica.
10. - Recuerde que el Laboratorio es de Química y por lo tanto los productos a utilizar pueden ser compuestos tóxicos, de ahí que deba tomar sus precauciones.
- 11.- Los equipos electrónicos deben permanecer en silencio y no manipule estos en el laboratorio por peligros de caídas y pérdida de atención en el trabajo de laboratorio. Recuerde que está manipulando material delicado y productos peligrosos.

SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

1. - Los ojos son muy susceptibles a daño permanente por productos químicos, partículas de vidrio, etc. por consiguiente tome las precauciones del caso para protegerlos al momento de trabajar, utilice siempre y en todo momento los lentes de seguridad que el profesor les entregara.
2. - Siempre que quiera introducir un tapón de goma a un tubo de vidrio o sacarlo de él, humedézcalo con un poco de agua, aceite, vaselina o glicerina. Es aconsejable que en esos casos proteja sus manos con un trapo. Evite cortes.
3. - Al momento de recibir el material de vidrio, revise cuidadosamente y cambie de inmediato cualquier material que esté roto.
4. - La mayor parte de los productos químicos son venenosos en mayor o menor grado, por lo tanto evite olerlos o degustarlos. Para oler un vapor, agite su mano para llevarlo hacia su nariz. Cuando trabaje con ácidos concentrados y/o tóxicos, trabaje siempre en la campana con el extractor de gases prendido.
5. - Algunas sustancias venenosas pueden ser absorbidas por la piel, por eso se debe tener especial cuidado al manipularlas.
6. - Se debe tener las siguientes precauciones para evitar incendios: Los solventes inflamables de punto de ebullición inferior a 100°C se deben destilar, calentar o evaporar sobre un baño de



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

agua o manta calefactora, nunca directamente en los mecheros. Los solventes inflamables se deben guardar en recipientes herméticos.

7. - Lávese las manos al final de la práctica.
8. - Antes de abandonar el laboratorio cerciórese de haber cerrado las llaves de agua y gas.
9. - Deje su mesa limpia, ordenada y entregue sus materiales lavados al final de la Práctica.

HÁBITOS DE TRABAJO

- Comprobar la ubicación del material de seguridad como extintores, duchas de seguridad, lavaojos, botiquín, etc.
- Seguir el protocolo de trabajo marcado por el responsable de las prácticas.
- Evitar mezclas que no sean las indicadas.
- No oler las sustancias sin tomar precauciones.
- No tocar ni probar los productos.
- No trabajar nunca solo en el laboratorio.
- No hacer actividades no autorizadas o no supervisadas.
- No trabajar lejos de la mesa, ni colocar objetos en el borde.
- Calentar los tubos de ensayo de lado, utilizando pinzas. **No mirar al interior del tubo** ni dirigir la boca del tubo hacia otro compañero ni hacia uno mismo.
- En la dilución de ácidos, añadir siempre el ácido sobre el agua y no al revés, podría provocar una proyección sumamente peligrosa.
- Verter la solución más concentrada en la menos concentrada para evitar reacciones violentas.
- Asegurarse de que los materiales estén fríos antes de tomarlo con las manos.
- Los recipientes de productos químicos deben cerrarse siempre después de su uso.
- Al finalizar el trabajo asegurarse de la desconexión de aparatos, agua, gases, etc.
- Desechar el material de vidrio que presente defectos y guardar las piezas defectuosas o piezas rotas en los bidones específicos.
- No forzar la separación de vasos o recipientes que estén obturados unos dentro de otros. Se deben dar al responsable del laboratorio.
- Evitar que las mangas/puños, pulseras, etc. estén cerca de las llamas.
- Mantener el suelo del laboratorio siempre limpio y seco.

VESTIMENTA

- El ingreso al laboratorio obligatoriamente se debe realizar con delantal manga larga, mantenerlos abrochados.
- Llevar el pelo recogido.
- No se deben llevar pulseras, colgantes, piercings o prendas sueltas.
- No llevar sandalias o calzado que deje el pie al descubierto.
- Las heridas se deben llevar cubiertas, aunque se utilicen guantes para trabajar.
- Proteger las manos con guantes si es necesario.
- Usar gafas de seguridad para proteger los ojos.

SÍMBOLOS DE RIESGO

Para la correcta manipulación de los productos peligrosos es imprescindible que el usuario sepa identificar los distintos riesgos intrínsecos a su naturaleza, a través de la señalización con los símbolos de peligrosidad respectivos.

Los símbolos de riesgo o peligrosidad son pictogramas o representaciones impresas en fondo anaranjado, utilizados en rótulos o informaciones de productos químicos. Éstos sirven para advertir sobre la peligrosidad o riesgo de un producto.

La etiqueta es, en general, la primera información que recibe el usuario y es la que permite identificar el producto en el momento de su utilización. Todo recipiente que contenga un producto








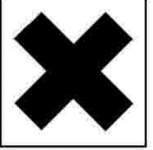
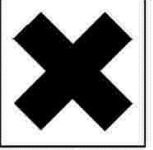
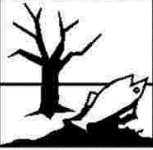


UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

químico peligroso debe llevar, obligatoriamente, una etiqueta bien visible en su envase, redactada en el idioma oficial del País, que contenga:

- Nombre de la sustancia** o del preparado. Incluido, en el caso de los preparados y en función de la peligrosidad y de la concentración de los distintos componentes, el nombre de alguno(s) de ellos
- Nombre, dirección y teléfono del fabricante o importador.** Es decir del responsable de su comercialización.

Ahora se presenta una tabla con los símbolos de peligrosidad y su respectivo significado:

| | | | | |
|--|--|--|---|--|
|  |  |  |  |  |
| E EXPLOSIVO | O COMBURENTE | F FÁCILMENTE INFLAMABLE | F+ EXTREMADAMENTE INFLAMABLE | T TÓXICO |
|  |  |  |  |  |
| T+ MUY TÓXICO | C CORROSIVO | Xn NOCIVO | Xi IRRITANTE | N PELIGROSO PARA EL MEDIO AMBIENTE |

Otras recomendaciones de seguridad

- Mantener una actitud responsable, no deben correr ni gritar en el laboratorio.
- No comer, beber o fumar en el laboratorio.
- Lavarse las manos antes y después de las prácticas de laboratorio.
- No tocar los ojos, nariz o piel con las manos con guantes.
- No abandonar el laboratorio o caminar fuera del lugar de trabajo con los guantes puestos.

DERRAMES

- Limpiar los derrames pequeños inmediatamente y abrir todas las ventanas.
- Si se produce un derrame importante de sustancias químicas, avisar inmediatamente al responsable del laboratorio.
- Si se derraman sustancias volátiles o inflamables, apagar inmediatamente los mecheros y los equipos que puedan producir chispas.

RESIDUOS

- Para la eliminación de residuos utilizar los recipientes destinados a tal fin.
- Si por cualquier causa hubiera que verter alguna disolución por el desagüe, debe neutralizarse previamente.
- Como norma general no se podrá verter ninguna sustancia peligrosa por el desagüe.
- Está prohibido desechar líquidos inflamables, tóxicos, corrosivos, peligrosos para el medio ambiente como material biológico por los sanitarios.
- Los residuos sólidos y papeles de filtro usados no deberán arrojarse a los lavaderos.



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

ACCIDENTES

En caso de accidente, avisar al responsable de las prácticas

- Salpicaduras en los ojos y sobre la piel lavarse con agua durante 10 o 15 minutos sobre todo si el producto es corrosivo o irritante, quitarse la ropa y objetos mojados por el producto. No intentar neutralizar el producto.
- Quemaduras térmicas, lavar abundantemente con agua fría para enfriar la zona quemada. No quitar la ropa que se encuentra pegada a la piel. No romper las ampollas.
- Intoxicación digestiva, tratarse en función del tóxico ingerido, para lo cual se debe disponer de información a partir de la etiqueta y de la ficha de datos de seguridad.

INSTRUCCIONES BÁSICAS PARA EL ESTUDIANTE

Es importante que usted sepa que el Laboratorio es un lugar de trabajo y que su atención y comportamiento serán observados por el o los profesores encargados del laboratorio, quienes están para guiarlo y responder a sus dudas.

Cuando usted ingrese al Laboratorio se entiende que Ud. debe saber lo que tiene que hacer en éste, para lo cual usted habrá leído con suficiente anticipación su guía de laboratorio sobre el experimento que se va a realizar. Sin embargo a manera de repaso, el profesor hará una exposición muy breve de la práctica a realizarse.

1. Es obligatorio el uso del **delantal y lentes de seguridad** durante toda la práctica de laboratorio, como medida de seguridad y protección. Es recomendable el uso de un paño de algodón para la limpieza de su lugar de trabajo y es de uso individual.
2. **La puntualidad** es muy importante en cada sesión de laboratorio.
3. El alumno que no asista a alguna práctica de Laboratorio, no podrá presentar el informe correspondiente y tendrá como nota 1 en el informe de dicha práctica, sin embargo en caso de inasistencia justificada con licencias médicas, podrá asistir a las sesiones de recuperación al final del semestre.
4. Es obligación de cada estudiante tener un **cuaderno** de apuntes para anotar todos sus datos y observaciones, para que luego pueda redactar el informe sobre la práctica de Laboratorio correspondiente.

El éxito de un experimento está en la observación acuciosa de los fenómenos que ocurran para buscarle su interpretación, de ahí que es de suma importancia la exactitud en la anotación de estos datos y medidas en el orden correcto.

Los experimentos del Laboratorio no son una repetición memorizada de la guía, estas tienen por objeto darle indicaciones importantes para cada experiencia, cuyo mayor ingrediente es el raciocinio e inteligencia del alumno para llegar al conocimiento adecuado de un principio químico. Las evaluaciones de este laboratorio son dos, un test de entrada y un informe del laboratorio, estas



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

dos notas serán promediadas al final del semestre. El test de entrada se tomara al comienzo de cada practico y el informe será entregado al comienzo del practico siguiente. Los informes pueden ser individuales o en grupos según las exigencias del profesor.

FORMATO DEL INFORME

(Cada profesor puede evaluar el laboratorio con este formato o con otro tipo de formato, esto es una sugerencia)

NOTA IMPORTANTE

- ▶ Todos los informes deben tener el siguiente formato.
- ▶ El alumno que falta a una sesión de laboratorio tendrá como calificativo en dicho informe la nota **1**, a menos que presente una justificación.
- ▶ Los informes se presentan en grupos, siendo responsabilidad de todos los participantes su elaboración.
- ▶ El informe se presenta a la siguiente semana de realizada la Práctica.

FORMATO DEL INFORME:

- 1.- Carátula (Contenido: Curso, Número de Práctica, Título, Facultad, Horario, Profesor, Fecha de Realización, Integrantes).
- 2.- Introducción
- 3.- Resumen
- 4.- Parte Teórica (no más de 2 hojas)
- 5.- Detalles experimentales.
- 6.- Cálculos y Resultados.
- 7.- Discusión de Resultados.
- 8.- Conclusiones.
- 9.- Bibliografía
 - ▶ **Texto:** autor(es) (apellidos, nombres), título del texto, editorial, edición y año, paginas.
 - ▶ **Revista:** autores (apellidos, nombres), nombre revista, volumen, número, año, páginas.
 - ▶ **Internet:** indicar página web completa.
- 10.- Apéndice (Cuestionarios, Diagramas, Cuadros, Gráficas, etc.)



PRACTICO 1

SOLUBILIDAD DE COMPUESTOS ORGANICOS

1.1. OBJETIVOS

- Ensayar la solubilidad de distintos compuestos orgánicos frente a solventes.
- Observar el estado de agregación y la densidad relativa al agua de los compuestos a ensayar.
- Identificar las fuerzas intermoleculares que presentan las sustancias ensayadas.
- Conocer los riesgos asociados al uso de dichos compuestos.

1.2. INTRODUCCION

En este práctico observaremos algunas características físicas de los compuestos orgánicos. Entre las propiedades físicas más fáciles de medir se encuentran el punto de ebullición, el punto de fusión y la solubilidad.

En este caso trabajaremos sobre la solubilidad de distintos compuestos. Cuando una sustancia se disuelve, sus partículas componentes (iones o moléculas) se dispersan entre las del solvente, dentro de las cuales deben crearse espacios para las partículas del soluto. La separación, tanto de las partículas del soluto como de las del solvente, requiere de vencer las fuerzas que las mantienen unidas en cada compuesto. La energía que se requiere para superar la atracción intermolecular existente proviene de la formación de nuevas formas de atracción entre el soluto y el disolvente. Estas fuerzas son fundamentalmente las fuerzas de Van de Waals, las interacciones dipolo - dipolo o puentes de hidrógeno, dependiendo del tipo de partículas que intervengan.

En síntesis, para que la disolución se realice, la energía liberada cuando se establecen las interacciones soluto-solvente debe ser similar a la energía requerida para vencer las fuerzas de atracción entre partículas soluto-soluto y solvente-solvente.

Es por ello que se dice que **“lo semejante disuelve a lo semejante”**.

Los compuestos polares se disuelven en disolventes polares y los compuestos no polares se disuelven en disolventes no polares. La razón por la que esto ocurre es que un disolvente polar, como el agua, tiene cargas parciales que pueden interactuar con las cargas parciales de un compuesto polar. Los polos negativos de las moléculas de disolvente rodean al polo positivo del soluto polar, y los polos positivos de las moléculas de disolvente rodean al polo negativo del soluto polar. El agrupamiento de las moléculas de disolvente en torno a las del soluto separa a las moléculas del soluto y es lo que las hace disolverse. La interacción entre las moléculas del disolvente y las del soluto se llama solvatación. Ya que los compuestos no polares carecen de carga neta, no atraen a los disolventes polares. Para que una molécula no polar se disuelva en un disolvente polar como el agua debería empujar y separar las moléculas de agua y romper sus puentes de hidrógeno.

Los puentes de hidrógeno encierran la resistencia suficiente para impedir la entrada del compuesto no polar. En cambio, los solutos no polares se disuelven en los disolventes no polares porque las interacciones de Van der Waals entre las moléculas de disolvente y de soluto son más o menos iguales que entre las moléculas de disolvente-disolvente y entre las moléculas de soluto-soluto.

Los alcanos son no polares, por lo que son solubles en disolventes no polares e insolubles en disolventes polares como el agua. Las densidades de los alcanos aumentan al incrementarse el peso molecular, sin embargo, hasta un alcano con 30 carbonos es menos denso que el agua. Eso



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

implica que una mezcla de alcano y agua se separará con formación de dos fases, y que la de alcano, al ser menos densa, flotará sobre el agua. Los haluros de alquilo tiene cierto carácter polar, pero sólo los fluoruros de alquilo cuentan con un átomo que puede formar puente hidrógeno con el agua.

Ello quiere decir que los fluoruros de alquilo son los más solubles en agua. Los demás haluros son menos solubles en agua que los éteres o los alcoholes con la misma cantidad de carbonos. Son solubles en los disolventes orgánicos típicos, de baja polaridad, como benceno, éter, cloroformo o ligroína. El yodo, el bromo y los policlorocompuestos son más densos que el agua. Se observa entonces que los alcanos y halogenuros de alquilo tienen las propiedades físicas que podemos esperar para compuestos de baja polaridad, cuyas moléculas se mantienen unidas por fuerzas de Van der Waals o por atracciones dipolares débiles. Tienen puntos de fusión y de ebullición relativamente bajos, y son solubles en disolventes no polares e insolubles en agua. Hay otra consecuencia que resulta de su baja polaridad: mientras los alcanos y halogenuros de alquilo son buenos disolventes para otras sustancias de baja polaridad, son incapaces de solvatar apreciablemente iones simples, de modo que no pueden disolver sales inorgánicas.

Un alcohol tiene al mismo tiempo un grupo alquilo no polar y un grupo OH- muy polar y, lo que es más importante, es capaz de establecer puentes de hidrógeno tanto con sus moléculas compañeras como con otras moléculas. El comportamiento de los alcoholes como solutos refleja la tendencia a formar puentes de hidrógeno. Puesto que las moléculas de los alcoholes se mantienen unidas por el mismo tipo de fuerzas intermoleculares que las de agua, puede haber mezclas de las dos clases de moléculas. La energía necesaria para romper un puente de hidrógeno entre dos moléculas de agua o dos de alcohol, es proporcionada por la formación de un puente de hidrógeno entre una molécula de agua y otra de alcohol.

Entonces, un alcohol ¿Es una molécula polar o no polar? ¿Es soluble en un solvente no polar o es soluble en agua? La respuesta depende del tamaño del grupo alquilo. Al aumentar ese tamaño y ser una fracción más importante de la molécula del alcohol, el compuesto se vuelve cada vez menos soluble en agua. En otras palabras, la molécula se parece cada vez más a la de un alcano. Los grupos formados por cuatro carbonos tienden a estar en la línea divisoria, a temperatura ambiente: los alcoholes con menos de cuatro carbonos son solubles en agua, pero los que tienen más de cuatro carbonos son insolubles en ella. Es decir un grupo OH puede hacer que unos tres o cuatro carbonos se disuelvan en agua.

La estimación de los cuatro carbonos sólo es una guía aproximada porque la solubilidad de un alcohol también depende de la estructura del grupo alquilo. Los alcoholes con grupos alquilo ramificados son más solubles en agua que los que tienen alquilos no ramificados, con la misma cantidad de carbonos, ello se debe a que la ramificación minimiza la superficie de contacto de la parte no polar de la molécula. Entonces, el alcohol ter- butílico es más soluble en agua que el alcohol n-butílico.

Los éteres presentan una solubilidad en agua comparable a la de los alcoholes: tanto el dietiléter como el alcohol n-butílico, por ejemplo, tienen una solubilidad de unos 8 g por 100 g de agua. La solubilidad de los alcoholes inferiores se debe a los puentes de hidrógeno entre moléculas de agua y de alcohol; es probable que la solubilidad de los éteres en agua se deba a la misma causa.

Los fenoles más sencillos son líquidos o sólidos. El fenol tiene cierta solubilidad en agua (9 g por 100 g de agua) probablemente debido a la formación de puentes hidrógeno con ella; la mayoría de los otros fenoles son esencialmente insolubles.

El grupo carbonílico polarizado convierte a aldehídos y cetonas en sustancias polares. Los aldehídos y las cetonas inferiores son solubles en agua, probablemente por los puentes de hidrógeno que pueden establecerse entre las moléculas de disolvente y las de soluto. La solubilidad límite se alcanza alrededor de unos cinco carbonos. Los aldehídos y cetonas son solubles en los disolventes orgánicos usuales. Los ácidos carboxílicos son moléculas polares, y al igual que los alcoholes pueden formar puentes de hidrógeno entre sí y con otros tipos de moléculas. Por consiguiente, los primeros son miscibles con agua, el ácido de cinco carbonos es parcialmente



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

soluble y los superiores son virtualmente insolubles. No cabe duda de que la solubilidad en agua se debe a los puentes de hidrógeno entre el ácido carboxílico y el agua.

El ácido aromático más simple, el benzoico, contiene demasiados átomos de carbono como para tener una solubilidad apreciable en agua. Los ácidos carboxílicos son solubles en disolventes orgánicos menos polares, como éter, alcohol, benceno, etc. Los derivados de ácidos carboxílicos son solubles en disolventes como éteres, cloroalcanos e hidrocarburos aromáticos. Al igual que los alcoholes y los éteres, los compuestos carbonílicos con menos de cuatro carbonos son solubles en agua.

Los ésteres, las amidas N,N-disustituídas y los nitrilos se usan con frecuencia como disolventes porque son polares. Las aminas de bajo peso molecular son solubles en agua porque pueden formar puentes de hidrógeno con el agua. Al comparar las aminas con las mismas cantidades de átomos de carbono se podrá advertir que las aminas primarias son más solubles que las secundarias porque las primarias tienen dos hidrógenos que pueden formar puentes. Las aminas terciarias, tienen un par de electrones no enlazado que puede aceptar puentes de hidrógeno pero, a diferencia de las otras carecen de hidrógenos que ceder como puentes de hidrógeno. La solubilidad límite se da al tomar unos seis átomos de carbono. Son solubles en disolventes menos polares, como éter, alcohol, benceno, etc.

1.3. PARTE EXPERIMENTAL.

Al considerar la solubilidad en agua, se dice, arbitrariamente, que una sustancia es soluble si se disuelve cuando menos en la relación de 3 g por 100 ml de disolvente. Ya que los pesos moleculares de muchos compuestos orgánicos comunes se encuentran entre 50 y 300, una concentración de 3 g por 100 ml corresponde a 0.1 a 0.6M.

MATERIALES

- 1 Espátula
- 1 Gradilla
- 2 Pipeta 10 ml
- 1 Propipeta
- 20 Tubos de ensayo

Sustancias a ensayar:

1. Ácido acético
2. Diclorometano
3. Glicerina
4. Ácido cítrico
5. Etanol

Solventes:

- Agua destilada
- Hexano



1.4. Procedimiento experimental

1) Tomar 2 tubos de ensayo, y agregar 2 ml de Hexano al primero, 2 ml de Agua al segundo, medidos con pipeta graduada de 10 ml.

2) Agregar con pipeta 0.5 ml del compuesto orgánico a estudiar si es líquido, o en el caso de ser sólido, una o dos puntas de espátula (agitar).

Observar si se produce formación de dos fases o cambios que indiquen insolubilidad de un compuesto en otro. Anotar en la tabla como “soluble” o “no soluble”. En caso de ser insoluble indicar si el compuesto es más o menos denso que el agua.

3) Observe en la tabla adjunta la fórmula de cada compuesto y, de acuerdo a la estructura del compuesto indique si la molécula es de característica polar o no polar. Luego interprete el resultado de cada experiencia de solubilidad, indicando porqué cree que los compuestos son solubles o no.

4) Repetir desde el paso 1) con cada compuesto orgánico a ensayar.

1.5. Interpretación de resultados

| | Sustancia a ensayar | Hexano | Agua destilada |
|---|---------------------|--------|----------------|
| 1 | Ácido acético | | |
| 2 | Diclorometano | | |
| 3 | Glicerina | | |
| 4 | Ácido cítrico | | |
| 5 | Etanol | | |

Disposición final de los residuos generados en la práctica.

| Residuo generado | Recipiente rotulado |
|---|---------------------|
| Ensayo con ácidos | Residuos acuosos |
| Disolventes HALOGENADOS | Tóxico |
| Disolventes NO HALOGENADOS (pruebas de solubilidad) | Inflamables |

Consultar antes de la práctica (Importante)

¿Dibuje las estructuras de Lewis de todas las sustancias a ensayar?

¿Dibuje las estructuras de Lewis de los disolventes a ensayar?

Buscar las propiedades químicas y físicas de las sustancias a ensayar y de los solventes utilizados

Referencias bibliográficas

- 1.- Shriner, R. L.; Fuson, R. C.; Curtin, D. Y. Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. LIMUSA, México, 2008.
- 2.- Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry, todas las ediciones.
- 3.- Manuales y Prácticas de Laboratorio de Química Orgánica, Identificación Sistemática de compuestos orgánicos. Autor: Ralph Shriner.



Indicaciones de peligro:



Practico 2 Acidez de compuestos orgánicos

2.1. OBJETIVOS

a) Identificar las características ácido-base de los siguientes compuestos orgánicos:

- I. Alcoholes
- II. Fenoles
- III. Ácidos carboxílicos
- IV. Aminas

b) Determinar el pKa de las cuatro sustancias

2.2 Conceptos relacionados

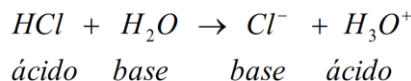
Sustancias orgánicas, acides, basicidad, reacciones ácido-base

2.3 Fundamento teórico

Los primeros químicos llamaban ácido a todo compuesto con sabor agrio. Entre los ácidos más conocidos están el ácido cítrico (presente en los limones y otras frutas cítricas), el ácido acético (que se encuentra en el vinagre), y el ácido clorhídrico (que se encuentra en los jugos gástricos del estómago, el sabor agrio asociado con el vómito). Los compuestos que neutralizan a los ácidos se denominan bases o compuestos alcalinos. Los líquidos para limpiar vidrios y para destapar cañerías son soluciones alcalinas comunes.

Reacción ácido-base.

Según Bronsted-Lowry, un ácido es una especie que dona un protón, y una base es una especie que acepta un protón. En la siguiente reacción, el cloruro de hidrógeno es un ácido porque dona un protón al agua y el agua es una base porque acepta un protón del cloruro de hidrógeno. A estas reacciones de un ácido con una base se las denomina reacción ácido-base.



En base a esto podemos decir que las especies que tienen un hidrógeno están en posibilidad de actuar como un ácido, y todo compuesto con pares de electrones no compartido está en posibilidad de actuar como una base.

Cuando un compuesto pierde un protón la especie resultante se llama base conjugada. Cuando un compuesto acepta un protón la especie resultante se llama ácido conjugado.

Se observa que el agua puede comportarse como un ácido porque tiene un protón para donar, pero también se puede comportar como una base porque tiene pares de electrones no compartidos que pueden aceptarlo.

La acidez es la medida de la tendencia de un compuesto a donar un protón. La basicidad es la medida de la afinidad de un compuesto por un protón.



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

Un ácido fuerte es el que tiene una fuerte tendencia a donar su protón y su base conjugada debe ser débil porque tiene poca afinidad por el protón. Del mismo modo, un ácido débil tiene poca tendencia a donar su protón, lo que señala que su base conjugada es fuerte pues tiene mucha afinidad por el protón. Cuanto más fuerte es un ácido, más débil es su base conjugada.

2.4 ÁCIDOS Y BASES ORGÁNICOS: pKa

Cuando se disuelve en agua un ácido fuerte (cloruro de hidrógeno), casi todas sus moléculas se disocian y en el equilibrio de la reacción se ven favorecidos los productos. Por el contrario, cuando se disuelve en agua un ácido muy débil (ácido acético) se separan pocas moléculas y en el equilibrio se ven favorecidos los reactivos. El grado en que se separa un ácido (HA) se señala mediante la constante de disociación K_a .

$$K_a = \frac{[H_3O^+][A^-]}{[HA]}$$

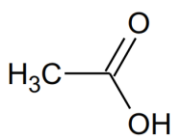
Cuanto mayor es la constante de disociación del ácido, más fuerte es el ácido y mayor es su tendencia a donar un protón. Por conveniencia, la fuerza de un ácido suele indicarse por medio de su valor pKa donde:

$$pK_a = -\log K_a$$

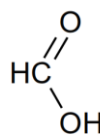
| CLASIFICACIÓN | VALOR DE pKa |
|-------------------------------|--------------|
| Ácidos muy fuertes | pKa < 1 |
| Ácidos moderadamente fuertes | pKa = 1-3 |
| Ácidos débiles | pKa = 3-5 |
| Ácidos muy débiles | pKa = 5-15 |
| Ácidos extremadamente débiles | pKa > 15 |

Se observa que mientras más pequeño es el pKa más fuerte es el ácido.

Los ácidos orgánicos más comunes son los ácidos carboxílicos (acético, fórmico), los cuales tienen valores de pKa entre 3 y 5 aproximadamente, siendo así ácidos débiles.

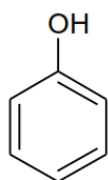


$$pK_a = 4,76$$

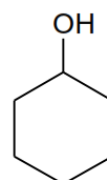


$$pK_a = 3,75$$

El fenol, compuesto en el que un grupo OH está unido a un anillo del benceno, es un ácido más fuerte que un alcohol como el ciclohexanol.

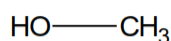


$$pK_a = 10$$

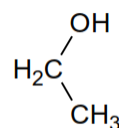


$$pK_a = 16$$

Los alcoholes son ácidos muchos más débiles que los ácidos carboxílicos, con valores de pKa cercanos a 16. El metanol y el etanol son ejemplos de los mismos.

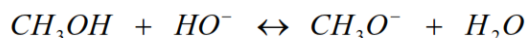


$$pK_a = 15,5$$

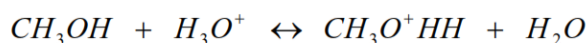


$$pK_a = 15,9$$

Un alcohol se puede comportar como ácido y donar un protón, o como base y aceptarlo.



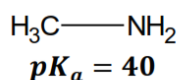
ácido



base

Lo mismo sucede con los ácidos carboxílicos, los cuales se pueden comportar como ácidos y donar un protón, o como bases y aceptarlo. Un compuesto protonado es el que ha ganado un protón adicional; los ácidos y alcoholes protonados son fuertemente ácidos.

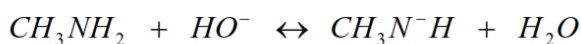
Las aminas, compuestos con grupos NH_2 , se pueden comportar como ácidos y donar un protón o como base y aceptarlo. Sin embargo, suelen tener valores de pK_a tan altos que rara vez actúan como ácidos y es mucho más probable que las aminas se comporten como bases (son las bases orgánicas más comunes).



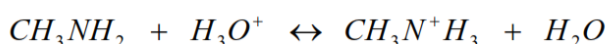
$$pK_a = 40$$



$$pK_a = 36$$

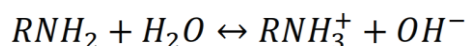


ácido



base

Las aminas también son más básicas que los alcoholes, éteres, ésteres, etc, porque el nitrógeno es menos electronegativo que el oxígeno y además de ser mejor dador de electrones, puede acomodar mejor la carga positiva del catión. Cuando una amina se disuelve en agua, se establece un equilibrio en el que el agua actúa como un ácido y transfiere un protón a la amina. Podemos decir que la fuerza básica de una amina puede medirse al definir una constante de basicidad k_b . Para la reacción:



$$pK_b = \frac{[\text{RNH}_3^+][\text{OH}^-]}{[\text{RNH}_2][\text{H}_2\text{O}]}$$

En lugar de hablar de la fuerza de una base en términos de su valor de pK_b resulta más sencillo considerar la fuerza de su ácido conjugado indicada por su valor de pK_a , teniendo en mente que cuanto más fuerte es el ácido, más débil es su base conjugada.



Comportamiento del agua

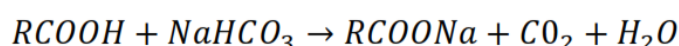
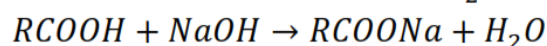
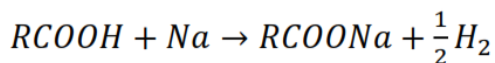
Ahora vemos como se reconoce que el agua actúa como una base en ciertas ocasiones y como un ácido en otras. Para determinar cuál de los activos será el ácido, es necesario comparar sus valores de pKa; por ejemplo, el pKa del cloruro de hidrógeno es -7 y el del agua 15,7. Puesto que el cloruro de hidrogeno es el ácido fuerte, donará un protón al agua y en esta reacción la misma es una base. En otro caso se observa que el pKa del amoníaco es 36 por lo que ahora el agua es el ácido fuerte, de manera que dona un protón al amoníaco actuando así como ácido.

Para determinar la posición de equilibrio de una reacción ácido-base es necesario comparar el valor pKa del ácido que se encuentra a la izquierda con el valor pKa del ácido que se encuentra a la derecha. En el equilibrio se favorece la reacción del ácido fuerte y la formación del ácido débil. Es decir, el fuerte reacciona para formar uno débil. Es así que el punto de equilibrio se aleja del ácido fuerte y se acerca al ácido débil (recordar que el ácido más fuerte tiene la base conjugada más débil).

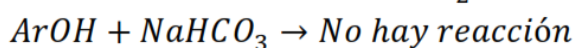
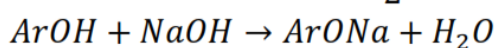
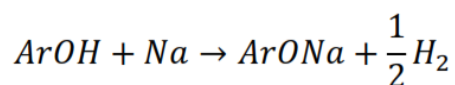
ANÁLISIS DE EQUILIBRIO ÁCIDO-BASE

Para determinar la acidez relativa de un compuesto (ej. A-H) con respecto a otro (ej.: B-H) se tiene que demostrar que el ácido más fuerte tiene capacidad para desplazar de sus sales al segundo. Experimentalmente, se llevarán a cabo la reacción de uno de ellos con la sal del otro y se determinará hacia donde está desplazado el equilibrio, lo que permite deducir cómo es la acidez de uno con respecto al otro. A continuación se muestran reacciones en las que están involucrados compuestos orgánicos que se comportan como ácidos de Bronsted-Lowry.

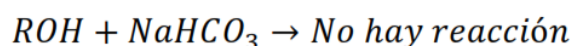
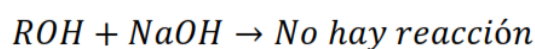
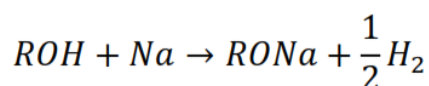
Ácidos carboxílicos: reaccionan con sodio metálico, con soluciones de hidróxido de sodio y de bicarbonato de sodio. En este último caso se observa el desprendimiento de dióxido de carbono en forma gaseosa.



Fenoles: reaccionan con sodio metálico y con solución de hidróxido de sodio pero no reaccionan con bicarbonato de sodio.

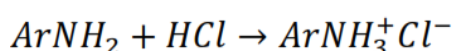
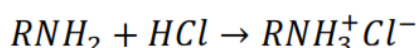


Alcoholes: sólo reaccionan con sodio metálico, tanto el agua como el ácido carbónico son ácidos más fuertes por lo cual no puede desplazarlos de sus sales.





Aminas: Por poseer un par de electrones libres sobre nitrógeno tienen un comportamiento químico semejante al del amoníaco. La tendencia del nitrógeno a compartir este par de electrones le confiere sus características especiales: la basicidad, la acción nucleofílica y en el caso de las aminas aromáticas también la alta reactividad del anillo. La basicidad de un compuesto se demuestra por su reacción frente a ácidos, de los que toman el protón para formar un catión.



pH DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

La concentración de iones hidrógeno con carga positiva en solución se indica por medio del pH y puede designarse como $[H^+]$ o $[H_3O^+]$. Cuanto menor sea el pH, más ácida es la solución.

$$pH = -\log [H^+]$$

| CLASIFICACIÓN | VALOR pH | EJEMPLOS |
|------------------------|--------------|---|
| Muy ácido | pH 4 o menos | jugos gástricos (2,0) limón (2,3) vinagre (2,9) refrescos (3,0) vino (3,5) naranja (3,5) tomate (4,2) |
| Moderadamente ácido | pH 5 | lluvia ácida (5,5) |
| Ligeramente ácido | pH 6 | leche de vaca (6,4) |
| Neutro | pH 7 | saliva en reposo (6,6) agua pura (7,0) saliva al comer (7,2) sangre humana (7,4) |
| Ligeramente alcalino | pH 8 | huevos frescos (7,8) agua de mar (8,0) solución bicarbonato sódico (8,4) |
| Moderadamente alcalino | pH 9 | Dentífrico (9,5) |
| Muy alcalino | pH 10 o más | leche de magnesia (10,5) amoníaco casero (11,5) |

Para comprobar el carácter ácido o básico de una sustancia se pueden utilizar varios métodos:

MEDICIÓN DE PH MEDIANTE UN ELECTRODO

El pH-metro realiza la medida del pH por un método potenciométrico. El aparato consta de un electrodo con una membrana de vidrio que permite el flujo de iones H^+ a través de la misma, lo cual genera un potencial eléctrico que resulta variable de acuerdo a la concentración de $[H^+]$. En el interior del electrodo se encuentra un electrodo de referencia, con un potencial eléctrico constante. El aparato detecta la diferencia de potencial eléctrico entre los dos electrodos, la cual dependerá de



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

la $[H^+]$ de la solución que desea medir. El aparato ha sido calibrado con soluciones patrones o buffer de concentración $[H^+]$ conocida, de modo que registra el valor ya convertido a unidades de pH.

TIRAS INDICADORAS DE pH

Las tiras indicadoras son tiras de papel impregnadas de una mezcla de sustancias que dan un color preciso para ciertos valores de pH. De esta manera se puede medir en una disolución el pH sin más que comparar el color obtenido al añadir una gota de disolución a la tira, con el de referencia que viene en la caja, como la que se observa en la figura.



INDICADORES EN SOLUCIÓN

Estos, son compuestos cuyo color, en disolución, cambia con la concentración de iones hidrógeno. El intervalo de pH en el que tiene lugar el cambio de color varía sensiblemente de un indicador a otro. Generalmente se trata de compuestos que son ácidos o bases orgánicas débiles, cuyo equilibrio se ve desplazado al introducirse en soluciones ácidas o básicas, cambiando así su color.

PARTE EXPERIMENTAL.

2.6 Procedimiento

Se ensayarán cuatro compuestos: fenol, dimetilamina, etanol, ácido acético, los que se encuentran rotulados con un número del 1 al 4. Cada compuesto debe ser identificado por el alumno por medio de dos pruebas:

- 1) Tiras de papel pH
- 2) pH-Metro

Materiales

- Tiras de papel pH
- Soluciones 0.01 M de las cuatro sustancias a estudiar
- Cuatro vasos para las soluciones
- Pizeta

Tabla de resultados de las lecturas de pH

| Sustancia | Temperatura | pH | $[H^+]$ | Ka | pKa |
|-----------|-------------|----|---------|----|-----|
| Etanol | | | | | |



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

| | | | | | |
|---------------|--|--|--|--|--|
| Fenol | | | | | |
| Ácido acético | | | | | |
| Dimetilamina | | | | | |

2.7 Disposición final de los residuos generados en la práctica

Tabla 8. Disposición final de los residuos generados en la práctica.

| Sustancia o mezcla | Recipiente rotulado |
|--------------------|---------------------|
| Etanol | Residuos orgánicos |
| Fenol | Corrosivos |
| Ácido acético | Corrosivos |
| Dimetilamina | Residuos orgánicos |

2.8 Consultar antes de la práctica

¿Por qué es importante de terminar la temperatura en las medidas de pH?

¿Qué cuidados hay que tener en la manipulación de fenol y ácido acético?

Buscar en literatura las estructuras químicas de las sustancias a estudiar y sus respectivos PKa

2.9 Referencias bibliográficas

Brewster, R. Q.; Mc. Ewen, W. E.; van der Werf, C. A. Curso Práctico de Química Orgánica, 2da ed. Editorial Alhambra, Madrid, 1970. Cheronis, N. D. Macro y semimicro métodos en la Química Organica. N. Marín, Barcelona, 1947. Pág.168-182.

Durst, H. D.; Gokel, G. W. Química Orgánica Experimental. Editorial Reverté, Barcelona, 1985. Reimpresión, 2004.

Gomez, M. J.; Moreno, P. N. Manual de prácticas de Análisis Orgánico. Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 1988.

Lozano, L. A. Laboratorio de Química Orgánica I. Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2004.



Indicaciones de peligro:



Practico 3

Extracción de productos naturales de importancia industrial

3.1 Objetivos

- Extracción de un aceite esencial a partir de una fuente vegetal, utilizando la técnica de arrastre por vapor de agua.
- Utilizar una técnica cromatográfica para la identificación del producto aislado.

3.2 Conceptos relacionados

Extracción, aceites esenciales, equilibrio acido-base, terpenos.

3.3 Fundamento teórico

Extracción de aceites esenciales

Actualmente se conocen más de doscientos aceites esenciales de apreciado valor comercial en los cuales se han identificado alrededor de cuatrocientos componentes químicos. Junto con los terpenos, se encuentran compuestos oxigenados como alcoholes libres (borneol, geraniol, linalol, nerol, mentol, terpineol, etc.) o en forma de ésteres, aldehídos (cinámico, benzaldehído, neral citral, geranial, citronelal, salicílico, etc.), cetonas (alcanfor, carvona, fenchona, mentona, tuyona, etc.), fenoles (carvacrol, eugenol, isoeugenol, timol, etc.), ácidos libres (acético, benzoico, cianhídrico, cinámico, propiónico, valerianico, etc.) en pequeñas cantidades o en forma de ésteres o éteres.

Actualmente se han analizado más de tres mil aceites esenciales de un gran número de especies botánicas. Más de doscientos aceites tienen un alto valor comercial y se utilizan ampliamente en diferentes ramas de la industria (alimentos, jabones, ambientadores, perfumes, cosméticos, licores, insecticidas, fármacos, etc.).

Las esencias naturales son empleadas como aromatizantes (anís, cardamomo, clavo, menta, tomillo, naranja, etc.) y/o saborizantes (anís eneldo, hinojo, limón, naranja, etc.), como ingredientes de algunos preparados farmacéuticos (caléndula, eucalipto, manzana, menta, salvia, etc.) o son base de perfumes y productos cosméticos (albahaca, geranio, jazmín, salvia, rosa, etc.), desodorantes, lociones, jabones líquidos (orégano, salvia, yerbabuena, etc.), pastas dentífricas (anís, eucalipto, menta, orégano, tomillo, etc.).

El valor comercial y el valor del aceite esencial dependen básicamente de su composición química.

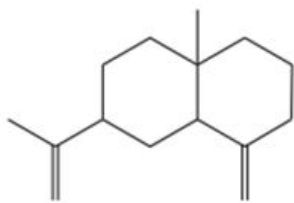
Terpenos

Los terpenos son una familia diversa de compuestos con esqueletos de carbono compuestos de cinco unidades de isopentilo (isopreno). Por lo regular, los terpenos se aíslan de los aceites esenciales de las plantas: aceites aromáticos que se concentran a partir del material de la planta por medio de una destilación por arrastre con vapor.



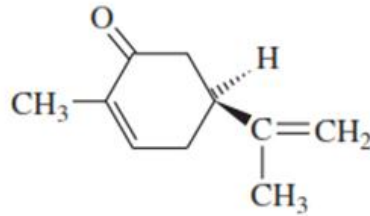
UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

El término aceites esenciales significa literalmente “aceites derivados de la esencia” de las plantas. Con frecuencia tienen sabores y aromas agradables, y se usan en gran medida como saborizantes, desodorantes y medicamentos. La figura siguiente se muestra la estructura de cuatro terpenos que se aíslan de los aceites esenciales.



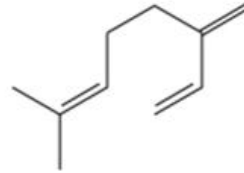
β -selineno

Fuente: apio



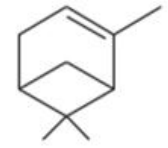
(+)-carvona

carvi (semilla de comino)



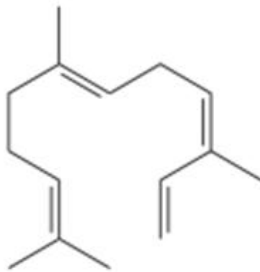
mirreno

hojas de laurel



α -pineno

hojas de “cedro blanco”



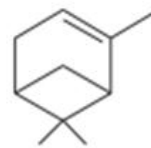
α -farneseno

(del aceite de citronela)



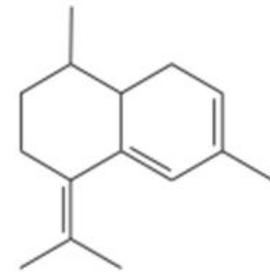
limoneno

(de aceite del limón)



α -pineno

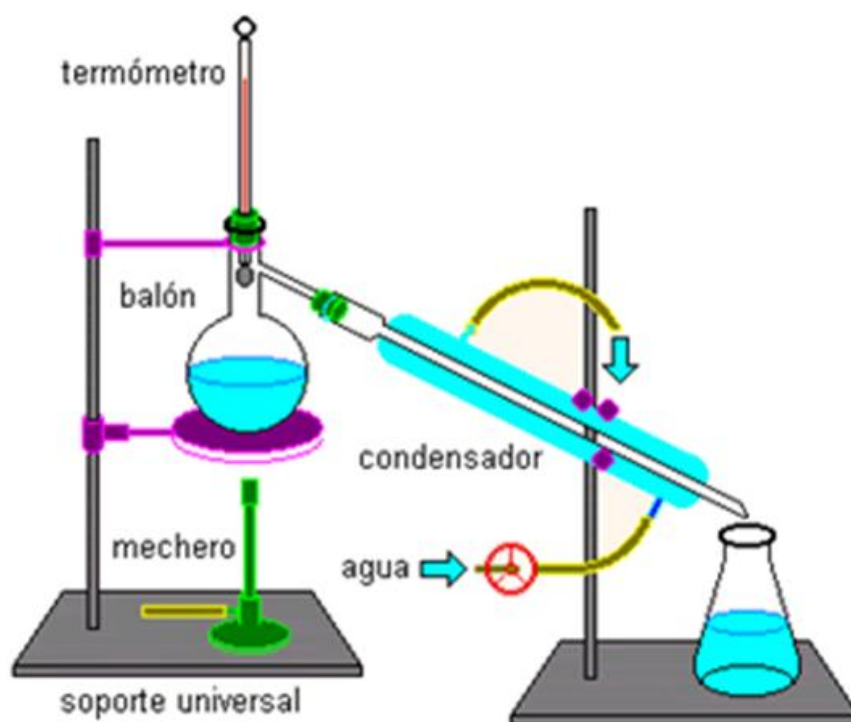
(del aguarrás)



zingibereno

(del aceite de jengibre)

En este trabajo de laboratorio se extraerá esencia de Naranja y Clavo de olor, para esto cada grupo debe seleccionar uno de los aceites esenciales para la extracción en el laboratorio. Las dos técnicas de extracción utilizan el mismo sistema por arrastre de vapor de agua, la diferencia fundamental se encuentra en el proceso de purificación del aceite esencial.





3.4 Aislación de limoneno

Tomar la cascara de una naranja con todo y la pulpa blanca que lleva adherida, con ella se prepara un puré en la batidora, la muestra se pone en el interior de un balón de 250 mL y se agrega agua (150 mL), se monta un sistema de destilación simple y se calienta procurando que la ebullición no sea violenta, el destilado se colecta en un vaso de precipitado, aproximadamente (50 a 100 mL).

La muestra se transfiere a un embudo de separación y se adicionan 5 a 10 mL de ciclohexano, se agita y se deja reposar para que las fases se separen. La disolución de ciclohexano se coloca en un matraz Erlenmeyer y se seca con sulfato de sodio anhidro, la disolución se filtra o decanta en un balón y el ciclohexano se evapora en un baño de agua.

El limoneno se colecta en un frasco y se envía a espectroscopía de Infrarrojo (FTIR) para su caracterización.

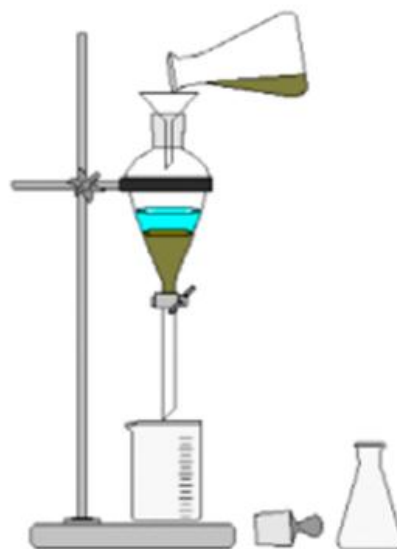
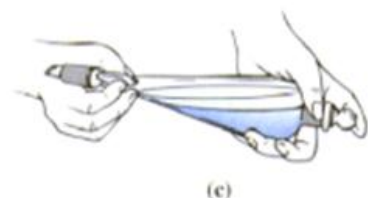
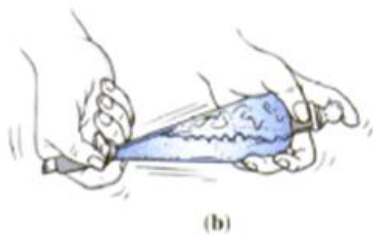
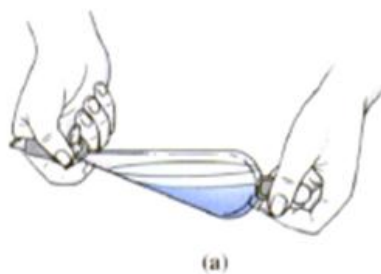
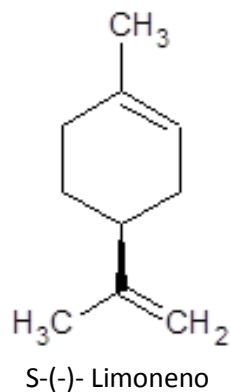
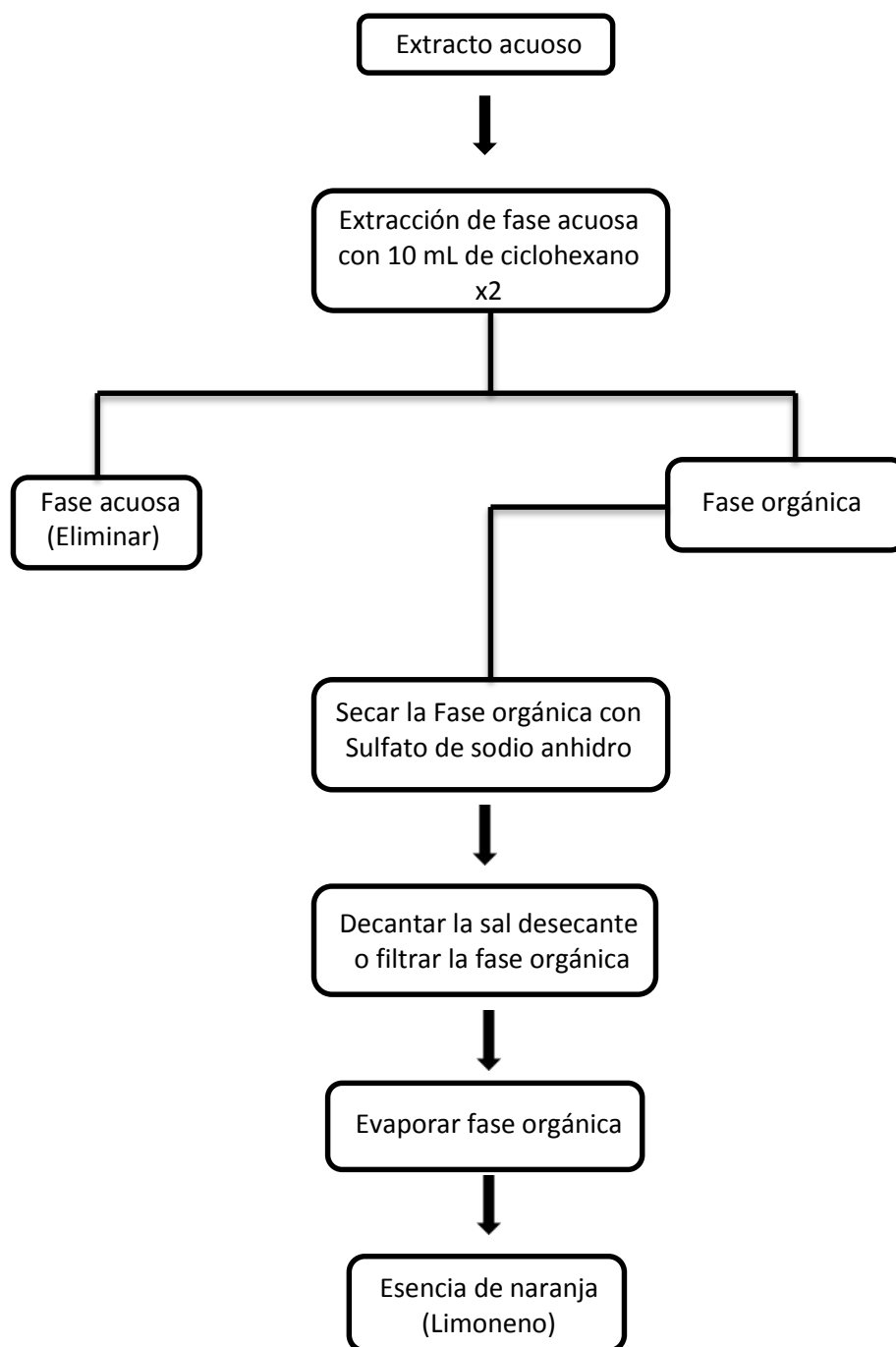




Diagrama de extracción y purificación de Limoneno





3.5 Extracción de Eugenol

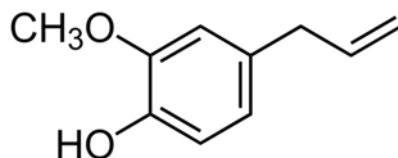
Tomar los clavos de olor entregados y picarlos en la batidora con 50 mL de agua, la muestra se pone en el interior de un balón de 250 mL y se agregan 100 mL de agua. Se monta un sistema de destilación simple y se calienta procurando que la ebullición no sea violenta, el destilado se colecta en un vaso de precipitado, aproximadamente (50 a 100 mL).

La muestra se transfiere a un embudo de separación y se adicionan 5 a 10 mL de ciclohexano, se agita y se deja reposar para que las fases se separen. (Este procedimiento se repite dos veces). Se recolectan las fases orgánicas (ciclohexano) y se desecha la acuosa.

Extraiga la fase orgánica con 2 porciones de KOH al 5%. Pase la disolución acuosa alcalina a un vaso de 100 mL y acidifique lentamente con HCl al 5%, hasta que la disolución acuosa se enturbie.

Extraiga la disolución ácido con 2 porciones de ciclohexano y elimine la fase acuosa. Seque la fase orgánica sobre sulfato de sodio anhidro. La fase orgánica se filtra o decanta en un balón y el ciclohexano se evapora en un baño de agua.

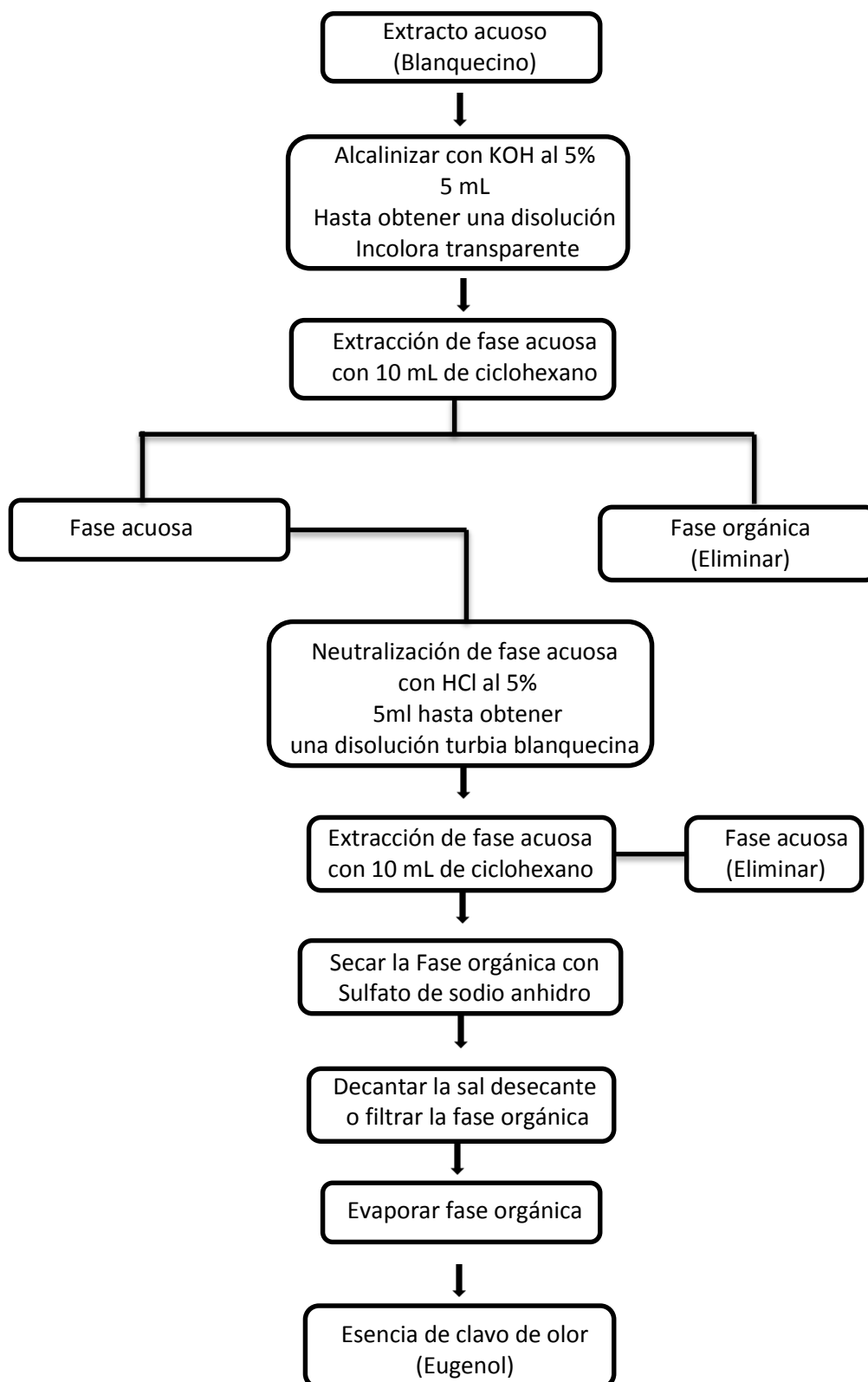
El Eugenol se colecta en un frasco y se envía a espectroscopía de Infrarrojo (FTIR) para su caracterización.



Eugenol



Diagrama de extracción y purificación de Eugenol





UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

Material general para el laboratorio

2 Espátula para sal desecante
1 Caja de Papel filtro
Papel pH
500 mL KOH al 5%
500 mL HCl al 5%
1 Litro de ciclohexano
Frasco de 1 L vacío para ciclohexano
4 Cámaras para cromatografía
Lámpara UV
Sulfato de sodio anhidro

Preparar en el laboratorio como eluyente cromatográfico una mezcla de ciclohexano/isopropanol 20:1 para las cámaras cromatográficas.

3.6 Disposición final de los residuos generados en la práctica.

| Sustancia o mezcla | Recipiente rotulado |
|---------------------------------------|----------------------------------|
| Sustancias sólidas | Sustancias tóxicas |
| Sustancias líquidas | Sustancias inflamables o tóxicas |
| Disoluciones acuosas ácidas o básicas | Sustancias corrosivas o tóxicas |
| Disoluciones en solventes orgánicos | Sustancias inflamables o tóxicas |

3.7 Consultar antes de la práctica

¿Cuál es la estructura química del limoneno y del eugenol?
¿Cuál es el uso industrial de estos dos compuestos?

3.8 Referencias bibliográficas

Sethi, A. Systematic Laboratory Experiments In Organic Chemistry. New Age International Publishers, New Delhi, 2003.

Shriner, R. L.; Fuson, R. C.; Curtin, D. Y. Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. LIMUSA, México, 2008.



Indicaciones de peligro:



Practico 4

SEPARACIÓN E IDENTIFICACIÓN DE PRODUCTOS NATURALES

4.1 Objetivos

- Utilizar una técnica cromatografía para la identificación del producto aislado.
- Identificación de estructura y grupos funcionales utilizando la técnica de FTIR

4.2 Conceptos relacionados

Cromatografía, solventes, separación de compuestos, espectroscopia de infrarrojo

4.3 Fundamento teórico

Cromatografía de Partición: Cromatografía en papel

La cromatografía en papel se utiliza para compuestos muy polares o polifuncionales. El uso más común es para azúcares, aminoácidos y pigmentos naturales. En esta cromatografía se utiliza el fenómeno de partición en donde la fase estacionaria se halla sobre un soporte activo (el papel) que en realidad forma parte de la fase estacionaria que es el agua. Las fases móvil y estacionaria estarán en contacto en una gran interfase, lo que permite una rápida obtención de una distribución de equilibrio del soluto entre ellas. Si la muestra problema está formada por más de un soluto, éstos se separan por sus diferentes coeficientes de partición.

La realización de la cromatografía en papel implica la siembra de la muestra problema en un trozo de papel de buena calidad, en general Whatman N°1 para cromatografía analítica, que luego se introducirá en una cámara de desarrollo de modo que el solvente (fase móvil) ascienda por capilaridad (técnica ascendente). La fase estacionaria es un complejo celulosa - agua que tiene un poder diferente que el del agua pura.

ETAPAS DE LA CROMATOGRAFÍA EN PAPEL

Siembra:

Se aplican muestras en solución a no menos de 1,5 cm del borde inferior de una tira rectangular de papel, y a no menos de 1,5 cm de los bordes laterales, manteniendo a su vez, entre mancha y mancha una distancia no menor de 1 cm. Se hace un toque, se evapora el solvente, se hace otro toque, tratando de concentrar la muestra sin superar un diámetro de la mancha de 3 mm. La siembra es puntual para fines analíticos, y en banda para fines preparativos.

Desarrollo:

Ascendente: el solvente se coloca en el fondo de la cámara, el papel se sumerge en el disolvente y se tapa herméticamente la cámara. La siembra quedará en la parte inferior del papel.



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

Revelado:

Si los compuestos de la mezcla son coloreados, las manchas son visibles directamente. De lo contrario habrá que revelarlas.

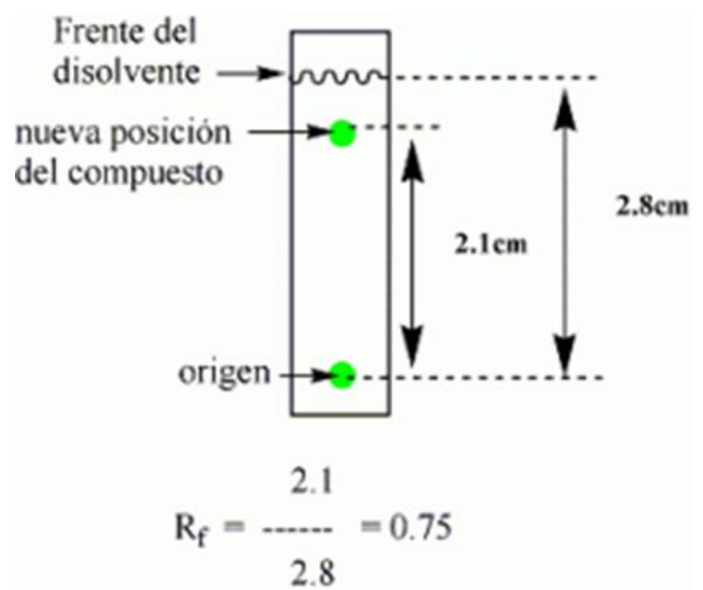
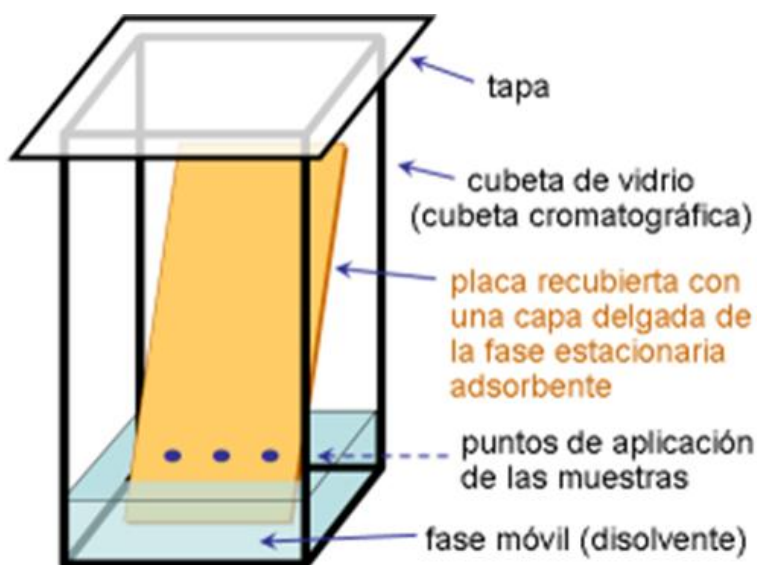
Luz UV: si los compuestos absorben esta radiación las manchas se verán con fluorescencia.
Reactivos de color: especiales para cada compuesto. Se deberá tener en cuenta que no se pueden usar reveladores que destruyan el papel como el ácido sulfúrico o el calor. Vapores de yodo sublimado: es un revelador universal.

Evaluación:

Se efectúa el cálculo del **R_f** (Razón de frente) para cada componente de la mezcla por separado, que es característico de cada compuesto en condiciones constantes: soporte, temperatura, solventes, altura de desarrollo.

$$R_f = \frac{\text{Distancia recorrida por el compuesto desde el origen o punto de siembra}}{\text{Distancia recorrida por el solvente desde el origen o punto de siembra}}$$

El R_f toma valores entre 0 y 1 y puede ser usado para la identificación de los componentes de una muestra, siempre y cuando se traten de sistemas cromatográficos idénticos.



4.4 Material por grupo de trabajo

- 2 vasos de 250 mL
- 2 vasos de 100 mL
- 2 pipetas graduadas
- Propipeta
- Probeta de 100 mL
- 1 Balón de 100 mL de boca ancha esmerilado para rota vapor



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

Material general para el laboratorio

1 Caja de Papel filtro
4 Cámaras para cromatografía
Lámpara UV

Preparar en el laboratorio como eluyente cromatográfico una mezcla de ciclohexano/isopropanol 20:1 para las cámaras cromatográficas.

4.5 Disposición final de los residuos generados en la práctica.

| Sustancia o mezcla | Recipiente rotulado |
|---------------------------------------|----------------------------------|
| Sustancias sólidas | Sustancias tóxicas |
| Sustancias líquidas | Sustancias inflamables o tóxicas |
| Disoluciones acuosas ácidas o básicas | Sustancias corrosivas o tóxicas |
| Disoluciones en solventes orgánicos | Sustancias inflamables o tóxicas |

4.6 Consultar antes de la práctica

¿Cuál es la función de la cromatografía en capa fina?
¿Cómo puedo confirmar la estructura química de los aceites extraídos?

4.7 Referencias bibliográficas

Sethi, A. Systematic Laboratory Experiments In Organic Chemistry. New Age International Publishers, New Delhi, 2003.

Shriner, R. L.; Fuson, R. C.; Curtin, D. Y. Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. LIMUSA, México, 2008.



Indicaciones de peligro:



PRACTICO 5 SÍNTESIS DE ACETATO DE ETILO

5.1 Objetivos

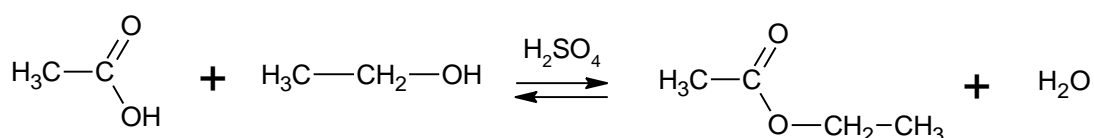
- Síntesis de un éster a partir de un ácido carboxílico y un alcohol primario.
- Purificación y caracterización del éster.

5.2 Conceptos relacionados

Reflujo, destilación simple, esterificación de Fischer, catalizador ácido, éster.

5.3 Fundamento teórico

Los ésteres son derivados de ácidos carboxílicos en los cuales el grupo hidroxilo (-OH) se sustituye por un grupo alcoxilo (-RO). Un éster es la combinación de un ácido carboxílico y un alcohol, con pérdida de una molécula de agua, en presencia un ácido prótico como el ácido sulfúrico. A menudo esta reacción es llamada esterificación de Fischer.



A diferencia de muchos compuestos orgánicos, los ésteres tienen a menudo olores muy agradables, con aroma a fruta. Muchos de los olores de frutas y de flores se deben a la presencia de ésteres en los aceites esenciales. La tabla siguiente presenta algunos ésteres con fragancias agradables, e indica los reactivos con los cuales pueden ser preparados.

Las reacciones de esterificación son procesos de equilibrio y son reversibles. La reacción inversa de esterificación se llama reacción de hidrólisis.

Tabla de ésteres comunes

| Éster | Aroma | Componentes |
|------------------------|----------|--------------------------------------|
| acetato n-propilo | peras | alcohol n-propílico/ácido acético |
| butirato metílico | manzanas | alcohol metílico/ácido butírico |
| propionato isobutílico | ron | alcohol isobutílico/ácido propiónico |
| acetato de octilo | naranjas | alcohol del n-octilo/ácido acético |
| acetato isoamílico | plátanos | alcohol isoamílico/ácido acético |
| butirato de etilo | piñas | alcohol etílico/ácido butírico |
| acetato bencílico | Duraznos | alcohol bencílico/ácido acético |

Algunos de los usos industriales del acetato de etilo son:

- Producción de tintas para la industria gráfica



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

- Solvente de pinturas
- Creación de adhesivos y colas industriales derivados de la celulosa
- Esencias artificiales de frutas
- Solvente para compuestos explosivos
- En la industria textil en la lana para la preparación de su teñido, en productos de limpieza textil
- Reactivo en manufactura de pigmentos
- Fabricación de perfumes
- Solvente de nitrocelulosa, barnices y lacas
- Limpieza textil

5.4 Procedimiento

En un matraz de fondo redondo de 500 mL colocar 60 mL de ácido acético y 75 mL de etanol. A esta disolución adicionar 10 mL de H_2SO_4 concentrado, cuidadosamente.

Armas el equipo de calentamiento a reflujo con manta calefactora, supervisado por el profesor, calentar por aproximadamente 40 minutos.

Una vez acabado el tiempo de reacción, apagar el equipo y dejar enfriar a un lado por 15 minutos. Desmontar cuidadosamente el equipo.

Armar el equipo de destilación simple y destilar a temperatura de ebullición.

Colocar el producto en un embudo de decantación con solución acuosa de Na_2CO_3 al 3 % y lavarlo tres veces para eliminar el ácido.

Colocar el producto en un Erlenmeyer y agregar Na_2SO_4 sólido anhidro para eliminar el agua, agitar reposar y filtrar con un embudo simple.

Recoger en un tiesto limpio y seco, pesar el producto y calcular su rendimiento.

5.5 Disposición final de los residuos generados en la práctica

Tabla 17. Disposición final de los residuos generados en la práctica.

| Sustancia o mezcla | Recipiente rotulado |
|-----------------------|---------------------------------|
| Acetato de etilo | Recipiente de vidrio |
| Sustancias acidas | Sustancias Tóxicas o Corrosivas |
| Muestras desconocidas | Sustancias Tóxicas o Corrosivas |

5.6 Consultar antes de la práctica

¿Cuál es la función del Ácido sulfúrico en esta reacción?

¿Cuál es la temperatura de ebullición de: Ácido acético, acetato de etilo y etanol?

¿Cuál es la función del Na_2CO_3 acuoso en el lavado del producto?

¿Cuál es la función del Na_2SO_4 sólido anhidro?

5.7 Referencias bibliográficas

-Brewster, R. Q.; Mc. Ewen, W. E.; van der Werf, C. A. Curso Práctico de Química Orgánica, 2da ed. Editorial Alhambra, Madrid, 1970.

-Durst, H. D.; Gokel, G. W. Química Orgánica Experimental. Editorial Reverté, Barcelona, 1985. Reimpresión, 2004.



Indicaciones de peligro:



Practico 6 SÍNTESIS DE POLÍMERO NYLON 6,6

6.1 Objetivos

- Preparación de un polímero sintético del grupo de las poliamidas
- Estudio de proceso de polimerización por condensación.

6.2 Conceptos relacionados

Poliamida, Nylon 6,6, fibras, Velcro, Policondensación

6.3 Fundamento teórico

Los nylons son unos de los polímeros más comunes usados como fibra. En todo momento encontramos nylon en nuestra ropa, pero también en otros lugares, en forma de termoplástico.

Los nylons también se llaman poliamidas, debido a los característicos grupos amida en la cadena principal. Las proteínas, tales como la seda a la cual el nylon reemplazó, también son poliamidas. Estos grupos amida son muy polares y pueden unirse entre sí mediante enlaces por puente de hidrógeno.

El nylon se llama nylon 6.6, porque cada unidad repetitiva de la cadena polimérica, tiene dos extensiones de átomos de carbono, cada una con una longitud de seis átomos de carbono. Otros tipos de nylon pueden tener diversos números de átomos de carbono en estas extensiones.

Los nylons se pueden sintetizar a partir de las diaminas y los cloruros de diácido. El nylon 6.6 se hace con los monómeros: cloruro del adipilo y hexametilén diamina, a menudo cristalino, y forman excelentes fibras.

6.4 Aplicaciones

Las aplicaciones más importantes de los homopolímeros se encuentran en el campo de la ingeniería mecánica. Aplicaciones bien establecidas son las siguientes: asientos de válvulas, engranajes en general, excéntricas, cojinetes, rodamientos, etc. Además de las propiedades ventajosas señaladas en líneas anteriores, las piezas de nylon pueden funcionar frecuentemente sin lubricación, son silenciosas, pudiendo en muchos casos moldearse en una sola pieza evitándose el ensamblado de las diferentes piezas metálicas o el uso de máquinas caras con la consiguiente pérdida de material.

Desde hace ya algunos años los nylons cuentan con un fuerte competidor, las resinas acetálicas, las cuales presentan superior resistencia a la fatiga, mayor resistencia a la fluencia y también mayor resistencia al agua que las poliamidas. Bajo condiciones medias de humedad, los nylons son superiores en resistencia al impacto y en resistencia a la abrasión. Cuando se considera que un nylon es apropiado para una determinada aplicación, es necesario antes de elegir el tipo de poliamida, tener en cuenta las propiedades mecánicas, la resistencia al agua y la facilidad de procesado de los mismos.



Así, el nylon 6,6 presenta las mejores propiedades mecánicas, pero, por otra parte, es el que presenta mayores dificultades de procesado y tiene un valor de absorción de agua alto. El nylon 6 es el más fácil de procesar, tiene propiedades ligeramente inferiores al nylon 6,6.

En medicina y farmacia se utilizan objetos moldeados y esterilizables fabricados con poliamidas. Debido a su durabilidad, y a pesar de su mayor costo, los peines de nylon para el cabello han encontrado una amplia aceptación.

Las películas de nylon se emplean cada vez más en aplicaciones de embalaje para productos alimenticios y farmacéuticos. El valor del nylon para estas aplicaciones estriba en la posibilidad de hervir la bolsa con los alimentos dentro y en la baja transmisión del olor.

Aunque los nylons no se consideran generalmente como aislantes, debido a su tenacidad, y en cierto grado a su resistencia a la temperatura, se han abierto camino en este sector. Las ventajas que presentan en ciertos aspectos las resinas acetálicas y los policarbonatos han mermado considerablemente la aplicabilidad del nylon en este campo del aislamiento eléctrico.

Las poliamidas se emplean en la elaboración de hilos o filamentos según tres procesos: seco húmedo y a partir de la hilatura de masa fundida. Se les emplea en el moldeo de piezas técnicas por inyección y para fabricar perfiles, láminas y películas por extrusión.

Todo NYLON que se precie de tener una mínima calidad ha de ser estabilizado, o sea, calentado en hornos de atmósfera controlada con nitrógeno a temperatura cercana a la fusión durante varios días para eliminar las tensiones internas que evita que salgan fisuras al mecanizar.

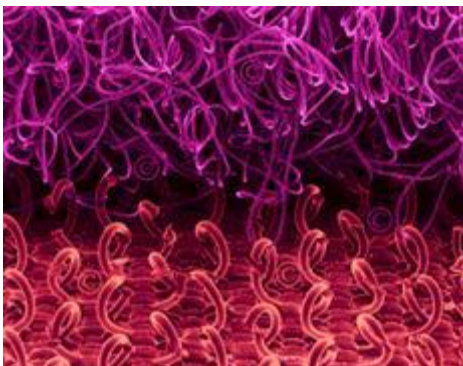
6.5 Velcro

Las cintas velcro consisten de dos tipos de cintas de poliamida (nylon 66), uno llamado garfio o gancho, cubierto por cientos de garfios delgados (aproximadamente 50 unidades por cm^2), y otro llamado lazo, formado por cientos de rizos delgados (también aproximadamente 50 unidades por cm^2). Estas cintas son unidas por contacto y pueden ser fácilmente reabiertas por separación. Cuando están cerradas, los ganchos de una cinta penetran los rizos de la otra, creando un cerrado ajustado, versátil y seguro. La aplicación de una fuerte presión, genera una buena acción de cerrado.

La cinta velcro (pegapega) puede ser lavada y secada, ya que no es una cinta metálica, no es corrosiva y tampoco se oxida. Esta cinta es resistente al calor, frío y a químicos ácidos y alcalinos. En su proceso es examinada abriéndola y cerrándola 15,000 veces. La cinta velcro puede ser hecha de nylon a través de un proceso que envuelve tejido, baños continuos de teñido, lavado, cosido especial, corte de los ganchos, corte en tiras, inspección, tejido, corte a medida y bobinado, para proporcionar una amplia variedad de productos en artículos para bebés, productos tejidos caseros, cuidado del cabello, ropa de moda, muebles del hogar, alfombrado, equipos de filtración, pelucas, guantes, artículos de cuero, calzados y bolsas, empaques de vinilo y plástico, equipos militares, productos médicos y de salud, sistemas de sonido, partes de automóviles, juguetes y juegos, productos de lona, equipos de campamento y excursión, artículos deportivos, y en la exhibición y venta de instrumentos.



Este producto es utilizado para cualquier función relacionada con botones, y cremalleras. Las cintas pegapega no son un producto barato, pero los productos producidos con esta característica de ingeniería cumplen con su uso final.



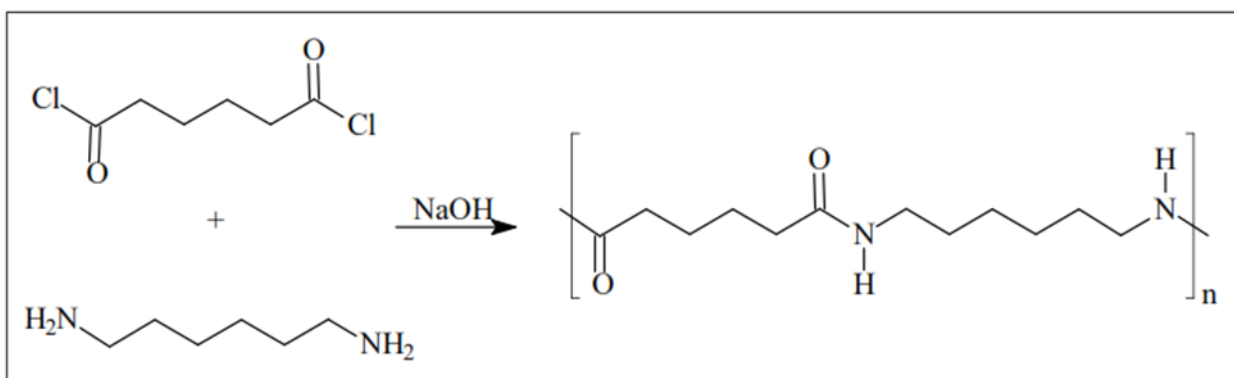
Detalle de las dos superficies que forman el velcro (Garfios y Rizos)

6.6 Materiales

- 2 Vasos precipitados de 50 mL
- 1 espátula
- Cloruro de ácido adípico 10%
- Hexametildiamina 10%
- Hidróxido de sodio al 20 %
- Alambre de cobre

6.7 Procedimiento

Preparación de Nilon 6,6



Más una molécula de HCl que es liberada por cada grupo amida formado

- En un vaso de precipitado de 50 mL, se colocan 10 mL de la disolución de hexametildiamina al 10 % y se añaden 10 gotas de hidróxido de sodio al 20 %.
- Luego se añade cuidadosamente, evitando que las fases se mezclen, 10 mL de una disolución al 10 % de cloruro de ácido adípico en ciclohexano, agregar por la pared del vaso.
- En la interface de las disoluciones se formara un sólido blanco correspondiente al Nylon 6,6.



UNIVERSIDAD DEL BÍO-BÍO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

- Con una pinza o alambre doblado en la punta tome el sólido de la interface desde el centro del vaso y levante lentamente el polímero y retírelo del vaso, esto se puede hacer enrollando la fibra en el alambre.
- La poliamida se forma continuamente en la interface, generando un hilo o una fibra de polímeros de varios centímetros.
- Esta fibra polimérica sintética de lava con agua y se seca sobre un papel de filtro, cuando ya no sea posible retirar la fibra de la interface. Agite vigorosamente con el alambre las dos fases para formar el polímero restante, lavar y secar.

6.8 Disposición final de los residuos generados en la práctica

Tabla 20. Disposición final de los residuos generados en la práctica.

| Sustancia o mezcla | Recipiente rotulado |
|--------------------|-------------------------------|
| Hexametildiamina | Residuos orgánicos |
| Cloruro de adipilo | Residuos orgánicos corrosivos |

6.9 Consultar antes de la práctica

- 1.- Reacción de policondensación de poliamida 6,6
- 2.- ¿Qué molécula pequeña se desprende de esta reacción de policondensación?
- 3.- ¿Qué cuidados debe tener en la manipulación de los reactivos utilizados?

6.10 Referencias bibliográficas

-Durst, H. D.; Gokel, G. W. Química Orgánica Experimental. Editorial Reverté, Barcelona, 1985. Reimpresión, 2004.

-Ciencia de los polímeros, Fred W. Billmeyer. Segunda Edición, Reverte, 1975.