**REGLAMENTO PARA LOS LABORATORIOS DE LA ESCUELA DE INGENIERÍA QUIMICA.**

**DE LA HORA DE INICIO DE LA PRÁCTICA Y DE LA LLEGADA AL LABORATORIO**

1. El técnico deberá tener abierto el laboratorio 5 min, antes de la hora de inicio.
2. Los alumnos deben llegar puntualmente a la hora según el laboratorio.
3. Los alumnos deben esperar al profesor dentro del laboratorio con la bata puesta y en los sitios de trabajo.
4. La llegada del estudiante una hora posterior a la culminación del Quiz, ocasiona la pérdida del mismo.
5. La llegada del estudiante a una hora posterior al inicio del montaje experimental o al inicio del trabajo práctico, ocasionara la **pérdida de la práctica**.

**DE LAS NORMAS DE SEGURIDAD, INDUMENTARIA Y EQUIPO**

1. Para el trabajo en el laboratorio los alumnos deben llevar tapaboca, guantes. Lentes de seguridad y bata de laboratorio.
2. La primera práctica estará dedicada a la presentación de las normas de seguridad, la programación, el plan de evaluación y el reglamento del laboratorio. Se realizara durante la primera semana de clase.
3. Los alumnos deben llevar una carpeta con las fichas de seguridad de los reactivos utilizados en la práctica.

**DE LA EVALUACION Y REGISTRO DE LA PRÁCTICA**

1. Cada práctica se evaluara con **UN** **QUIZ, NO DEFIRIBLE**, a la entrada o durante la práctica.
2. El Quiz tendrá una duración máxima de 30 minutos.
3. El Quiz debe evaluar aspectos teóricos de la práctica, del procedimiento experimental, de los cálculos a realizar y de las normas de seguridad de los reactivos a manejar.
4. Se debe realizar por cada práctica, **un informe técnico** cuya entrega y formato se rigen por el reglamento de informes vigentes, o en su defecto, según criterio del profesor.
5. Se harán evaluaciones parciales o finales durante todo el semestre.

**DE LA PÉRDIDA DE LAS PRÁCTICAS, RECUPERACION**

1. Solamente una (1) práctica perdida podrá ser recuperada previa justificación de acuerdo al reglamento de los aprendizajes de la carrera de la facultad de ingeniería, al final del semestre el día que sea fijado para ello de mutuo acuerdo con el profesor y el técnico del laboratorio.

**DE LA INSCRIPCIÓN Y RETIRO DE LOS LABORATORIOS**

1. Los laboratorios cursados en paralelo con la materia correspondiente, deben ser inscritos y cursados al mismo tiempo con la materia o en su defecto haberla ya aprobado. Y está previsto en el nuevo pensum.
2. El costo del laboratorio debe ser cancelado en caja. El recibo de pago debe ser presentado al técnico del laboratorio antes de la segunda semana y llevado a la dirección de la escuela y/o departamento, para ser sellado.
3. En caso de segunda inscripción o sucesivas al mismo laboratorio, el estudiante deberá pagar un monto equivalente de tres cuartos (3/4) de unidad tributaria para la segunda inscripción y un monto equivalente de una y media (1 ½) unidad tributaria para inscripciones sucesivas.

**DEL MATERIAL DEL LABORATORIO**

1. Al iniciarse la practica cada equipo debe revisar su material de laboratorio (gaveta) para verificar que este completo y en buen estado. En caso contrario, notifique al técnico.
2. Al final de la práctica, todo el material debe ser lavado, el mesón limpiado y el técnico debe verificar que el material este completo y en buen estado en presencia de los alumnos antes de que los mismos se retiren del laboratorio.
3. En caso de que algún **material se dañe o rompa** durante la práctica, los alumnos deberán reponerlo a la brevedad posible.
4. La aplicación de dicho reglamento tomara la discrecionalidad del profesor.
5. Lo no previsto en este reglamento será discutido en consejo de escuela.

Aprobado en reunión de Consejo de Escuela de fecha 14-09-2009. ACTA N° 025

**PRÁCTICA Nº 1**

**PROPIEDADES DE LOS COMPUESTOS ORGANICOS. INFLAMABILIDAD Y SOLUBILIDAD.**

Bajo la acción del calor, los compuestos orgánicos pueden presentar distintos comportamientos. Esto dependerá, entre otras cosas, de la estructura del compuesto en cuestión, de la intensidad de la fuente calórica, de la forma en que esta se aplica, etc. En general, ocurre un cambio de fase (evaporación, sublimación o fusión) o una descomposición (carbonización, combustión). En ocasiones, puede presentarse ambos fenómenos combinados. Cuando un compuesto orgánico sufre combustión, lo cual pude ocurrir con la mayoría de ellos, la misma puede presentarse en varias formas, dependiendo principalmente de la naturaleza y condiciones de compuesto.

La inflamabilidad es una medida de la mayor o menor facilidad con que un compuesto dado se combina con el oxigeno.

La solubilidad de los compuestos orgánicos esta directamente relacionada con la estructura química del mismo y con las interacciones entre las moléculas de soluto y solvente. En general, un compuesto polar será soluble en un solvente polar y viceversa; sin embargo, esto viene determinado por la longitud de la cadena carbonada, lo cual aumenta o disminuye, según el caso de polaridad del compuesto. En general, un incremento en el número de átomos de carbono disminuye la solubilidad de los compuestos de esta familia en agua. Asimismo, un aumento en la superficie de la molécula disminuye la solubilidad en agua; por lo tanto, los compuestos ramificados son en general los solubles que sus análogos lineales. También la presencia de halógenos o sustituyentes arílicos en la molécula disminuye altamente la solubilidad de la misma e agua.

Por último, los compuestos con tendencia a formar puentes de hidrogeno son en general mas solubles en agua que aquellos que no presentan esta particularidad.

La solubilidad puede ser determinada también por la reactividad del soluto y el solvente. Particularmente, solventes como ácidos y bases bien sean fuertes o débiles. Los compuestos orgánicos muy básicos, como amina, son solubles en acido clorhídrico diluido. Los compuestos que presenta instauraciones en su estructura, o átomos de oxigeno, son solubles en acido sulfúrico frió concentrad.

Respecto a las bases, una base fuerte como el hidróxido de sodio, es capaz de disolver compuestos ácidos: como ácidos carboxílicos y sulfónicos, fenoles, tioles y otros. Los compuestos ácidos, mas fuetes pueden reaccionar con una base débil, como el bicarbonato de sodio, para formar una sal.

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.**

**PARTE A: INFLAMABILIDAD.**

**A.1. Efecto del calor sobre algunos compuestos orgánicos.**

Lleve a cabo las siguientes experiencias anotando sus observaciones en cada caso:

A.1.1. Coloque 10 gotas de etanol en un tubo de ensayo y caliente en un baño de María por algunos minutos. Precaución: no acerque la boca del tubo a la llama del mechero o a otra fuente de calor directo.

A.1.2. Coloque unos 0.05 g de sacarosa en un vidrio de reloj. No es imprescindible que la cantidad sea exacta; basta con que sea posible observar a simple vista los cambios que ocurran. Caliente el mechero con llama baja.

A.1.3. Coloque unos 0.05 g de acido benzoico en un tubo de ensayo (son validos los mismos comentario del punto anterior) y caliente con llama baja, manteniendo la misma a unos 3 cm por debajo del fondo de tubo. Precaución: los gases desprendidos pueden irritar a mucosa nasal.

**A.2. Inflamabilidad de algunos compuestos orgánicos**.

Siga el procedimiento indicado para cada uno de los siguientes compuestos: etanol, acetato de etilo, éter de petróleo, tetracloruro de carbono. Anote sus observaciones de la llama producida en cada caso: dimensiones, duración, calor, etc.

A.2.1 Coloque 3 g del compuesto, o su equivalente en ml, en un tubo de ensayo de 7.5 cm de altura.

A.2.2. Caliente 50 ml de agua en un vaso precipitado de 100 ml.

A.2.3. Al ebullir el agua, retire el mechero y ponga el tubo de ensayo en el vaso de precipitado.

A.2.4. Al observar que los vapores del compuesto llegan a la boca del tubo, acerque el mechero a los mismos. Si es necesario, caliente el vaso de precipitado con el mechero.

**PARTE B: SOLUBILIDAD.**

Para la realización de estos ensayos, tenga en cuenta las siguientes recomendaciones:

* Si el compuesto es insoluble en agua no ensaye su solubilidad en éter, tal como se muestra en el esquema.
* Use la solución de NaHCO3 solo si el compuesto es soluble en NaOH, tal como se muestra en el esquema.
* Los tubos de ensayo para las pruebas con éter etílico y con acido sulfúrico concentrado deben estar completamente secos.
* Durante la identificación de los compuestos desconocidos, si el compuesto es insoluble en le acido clorhídrico a 5%, consulte al profesor o al técnico sobre la presencia de hidrogeno o azufre en le compuesto en cuestión, a fin de procede a la correcta identificación del mismo.

B.1. Solubilidad en agua: el criterio empleado para deducir si un compuesto es soluble en un determinado disolventes es que el compuesto que tenga una solubilidad de 3% p**/**v. trabaje con 0.1 g del compuesto a identificar, empleando el agua necesaria de agua necesaria de acuerdo con el criterio señalado. Es conveniente agregar el agua en tres porciones iguales, agitando después de cada adición. ¿Qué puede deducirse si algo del compuesto queda sin disolver? Explique

B.2. Solubilidad en éter etílico: se emplea el mismo criterio de solubilidad, usando como solvente éter etílico.

B.3. Solubilidad en NaOH 5%: al utilizar la solución de hidróxido de sodio como solvente, observe si ocurre desprendimiento de CO2 aunque sea muy lento.

B.4. Solubilidad en HCl al 5%: proceda en forma semejante a los otros pasos; si el compuesto es aparentemente insoluble, tome unas gotas del solvente y alcalinice con NaOH al 5%. La aparición de un precipitado o turbidez indica que el compuesto es efectivamente soluble en HCl 5%. ¿Por qué?

B.5. Solubilidad H2SO4 concentrado frió: siga el mismo procedimiento que en los otros pasos; si el compuesto no se disuelve en forma inmediata, agite durante cinco minutos, aproximadamente. Si no se observa la disolución, pero si algún cambio físico, como cambio de apariencia, desprendimiento de gases, calentamiento, etc., el compuesto es soluble en acido sulfúrico.

B.6. Solubilidad en H3PO4 85%: Se sigue un procedimiento análogo a los anteriores.

Siguiendo esta metodología en el orden indicado en el esquema, determine la solubilidad en 4 compuestos, tres conocidos y tres desconocidos. Y ubíquelo en alguno de los grupos indicados en la tabla. Comience con los conocidos, siga el procedimiento paso a paso; no aplique directamente los ensayos correspondientes al grupo en que se ubica el compuesto. Esto le permitirá trabajar más eficientemente con los compuestos desconocidos

**BIBLIOGRAFIA**

* A.1. Vogel, “A textbook of practical organic chemistry”, 3era Ed.
* Shriner, Fuson & Curtin, “Identificación sistemática de compuestos orgánicos”, 5ta Ed.

**DIAGRAMA PARA LA CLASIFICACION DE LA SOLUBILIDAD DE COMPUESTOS ORGANICOS**

**Soluble**

**Grupo IIIA**

**Insoluble Grupo II**

**H3PO4 85%**

**Éter**

**NaOH 5%**

**COMPUESTO**

**Agua**

**Insoluble**

**Soluble**

**NaHCO3 5% 5%**

**HCL 5%**

**Soluble**

**Insoluble**

**Insoluble**

**Grupo IIIB**

**Insoluble**

**Grupo IV**

**Insoluble**

**Soluble Grupo I**

**N ó S presente Grupo VII**

**N ó S ausente**

**H2SO4 conc**

**Soluble**

**Insoluble**

**Grupo VI**

**Soluble**

**Grupo V-A**

**Insoluble**

**Grupo V-B**

**PRACTICA Nº 2:**

**IDENTIFICACION DE GRUPOS FUNCIONALES.**

En química orgánica es sumamente importante conocer y predecir el comportamiento químico y físico de una sustancia en base a su composición y estructura. Los compuestos orgánicos pueden, de hecho, ser clasificados en familias o grupos funcionales de acuerdo al átomo o al grupo de átomos que le dan un comportamiento característico a la molécula. Estos distintos comportamientos pueden emplearse a su vez para determinar el grupo funcional en que se ubica la muestra dada.

Las pruebas de solubilidad permiten estrechar el campo de búsqueda, de manera que una aplicación conjunta de ambos métodos debería proporcionarnos una estimación bastante acertada sobre la identidad de un compuesto desconocido.

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.**

**PARTE A: IDENTIFICACION DE ALQUENOS.**

ENSAYO DEL BROMO EN TETRACLORURO DE CARBONO.

* Coloque en un tubo de ensayo 0.5 ml de ciclohexeno. Añada 2 o 3 gotas de solución de bromo en tetracloruro de carbono 0.05 M.
* Observe la aparición de una decoloración de la solución. Sople sobre la boca de tubo, fin de determinar la presencia de bromuro de hidrogeno. Anote sus observaciones.

ENSAYO DEL PERMANGANATO DE POTASIO.

* Coloque cinco gotas de ciclohexeno en el tubo de ensayo. Añada unas gotas de solución de permanganato de potasio, agitando hasta que persista el color púrpura. Observe el cambio de color de la solución, al cabo de aproximadamente un minuto.

**PARTE B: IDENTIFICACION DE ALDEHIDOS Y CETONAS.**

ENSAYO DE LA 2,4 DINITROFENILHIDRACINA.

* Agregue 1 o 2 gotas de acetona a 1 ml de etanol 95% y añada luego 0.5 a 1 ml de 2,4 dinitrofenilhidracina. Agite la mezcla.
* Deje reposar observe la formación de un precipitado.

PRUEBA DEL IODOFORMO.

* Disuelva 3 o 4 gotas de acetona en 2 ml de agua. Añada 2 ml de una solución de hidróxido de sodio al 10%, y muy lentamente, 1 ml de disolución de iodo.
* Observe los cambios en la solución.

PRUEBA DE TOLLENS.

* Prepare el reactivo de Tollens, en un tubo de ensayo seco y limpio: a 1 ml de una solución de nitrato de plata a 5%, añada una gota de solución de hidróxido de sodio al 10%. Agregue luego una gota de hidróxido de amonio al 2%, y agite vigorosamente, hasta observar la disolución total del precipitado de oxido de plata.
* Utilice este reactivo en 2 o 3 gotas de benzaldehído, observe los cambios ocurridos. Si es necesario, caliente suavemente a baño de María (35ºC).
* Si no aparece el espejo de plata, una vez añadido el benzaldehído, calentar el tubo en el mechero a llama suave.

ENSAYO DE SCHIFF.

La fucsina es un colorante que tiene un color intenso. Cuando reacciona con bisulfito de sodio se trasforma en una forma incolora, denominada “leuco”. Solo aldehídos, y no las cetonas, reaccionan con el reactivo “leuco” para producir un nuevo compuesto, que posee color fucsia.

Reactivo de Schiff.

* Coloque 0.5 ml de reactivo de schiff en un tubo de ensayo y agregue 1 gota de benzaldehído. Agite suavemente y observe la aparición de una coloración, al cabo de 3 o 4 minutos.

**PARTE C: IDENTIFICACION DE ALCOHOLES.**

ENSAYO CON ACIDO CROMICO.

* A 1 ml de acetona añada 1 gota de etanol. Agregue luego 1 gota del reactivo (acido crómico/acido sulfúrico). Observe el resultado.

**PARTE D: IDENTIFICACIÓN DE FENOLES.**

ENSAYO EN SOLUCION DE CLARURO FERRICO.

* A una solución acuosa del compuesto (emplee fenol al 0.1%), agregue una gota de solución de cloruro férrico al 1%. Inmediatamente, observe el cambio de coloración. Si es necesario, utilice agua pura como patrón de comparación.
* En caso de no observar cambio de coloración, efectúe la siguiente prueba: tome 30 mg de solido o 1 gota de líquido, en 1 ml de cloroformo. Añada 2 gotas de solución de 1 gr de cloruro férrico en 100 ml de cloroformo. Añada 1 gota de piridina y observe.

**PARTE E: IDENTIFICACION DE AMINAS.**

ENSAYO DE LIGNIN.

* Disuelva unos 10 mg del compuesto (anilina) en algunas gotas de etanol y humedezca un área pequeña de papel periódico con esta solución.
* Coloque dos gotas de acido clorhídrico 6N sobre el área humedecida.
* La aparición de un color amarillo-anaranjado indica la presencia de aminas primarias o secundarias.

**PARTE F: DETERMINACION DEL GRUPO DE SOLUBILIDAD Y DEL GRUPO FUNCIONAL DE UNA MUESTAR PROBLEMA.**

* Efectué la marcha de solubilidad para una muestra problema dada.
* Una vez identificadas las posibles sustancias, realice los ensayos físicos pertinentes que permitirán identificar la muestra.

**BIBLIOGRAFIA.**

* Morrison & boyd: Química Orgânica, 5ta Edición. Addison-Wesley Iberoamericana.
* Wade L.G. Química Orgânica, 5ta edición. Prentice Hall.

**PRACTICA Nº 3**

**PURIFICACION DE COMPUESTOS ORGANICOS POR RECRISTALIZACIÓN. DETERMINACIÓN DE CONSTANTES FISICAS: PUNTO DE FUSION Y PUNTO DE EBULLICION.**

Uno de los procesos más importantes en el Laboratorio de Química Orgánica es la purificación de sólidos, siendo el método más empleado la recristalización. Este método consiste en la disolución del solidó a purificar en un solvente apropiado a cierta temperatura, enfriando luego la solución. De esta manera, las impurezas permanecen disueltas y el solidó se recupera en forma de cristales. Obviamente, la selección de un solvente adecuado es crítica para el éxito de esta operación.

La recristalización se basa en dos principios: a) un solidó es mas soluble en un solvente caliente que en le mismo solvente frió y b) diferentes materiales son solubles en diferentes proporciones en un solvente determinado, variando dichas proporciones con el solvente en cuestión.

Una de las constantes físicas mas empleadas a fines de identificación de una sustancia y como criterio de pureza es el punto de fusión. Esto se debe a que, para una sustancia pura, el cambio de estado sólido-liquido es rápido y ocurre a una temperatura característica, prácticamente independiente de la presión.

De la misma forma, para sustancias liquidas puede emplearse el punto de ebullición como base para su identificación; sin embargo, debe tenerse en cuenta la variación del mismo con la presión, la cual puede a veces ser considerable.

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.**

**PARTE A: RECRISTALIZACION DE ACETANILIDA Y NAFTALENO.**

A.1. RECRISTALIZACION DE ACETANILIDA EN AGUA.

* Prepare un papel de filtro en pliegues, siguiendo las instrucciones del técnico o el profesor. Colóquelo en un embudo sin tallo y luego sosténgalo sobre un vaso de precipitado que contenga aguas en ebullición. De esta manera el vapor de agua humedecerá y calentara al mismo tiempo el papel de filtro y el embudo. Una vez logrado esto, agregue parte del agua caliente al embudo, para humedece completamente el papel.
* Coloque un (1) gramo de acetanilida en un vaso de precipitado de 125 ml. Agregue 25 ml de agua y algunas perlas de ebullición. Caliente hasta ebullición, agitando frecuentemente. Si no se obtiene disolución completa, agregue unos 2 ml de agua adicionales y lleve nuevamente a ebullición. Repita hasta que la disolución sea satisfactoria. En caso de que la solución obtenida presente algún color, consulte al técnico o al profesor.
* Filtre la solución de acetanilida en un vaso de precipitado limpio. Tape el vaso de precipitado y permita que alcance la temperatura ambiente. Luego introduzca en un baño de agua**/**hielo hasta lograr la cristalización completa.
* Prepare el embudo Buchner. Filtre los cristales de acetanilida, lavando con dos o tres porciones de 6 ml de agua fría. Mantenga el vació por unos 10 min. Retire los cristales y deje sacar el aire. Pese los cristales y reporte e rendimiento.

A.2. RECRISTALIZACION DE NAFTALENO EN ETANOL/AGUA.

* Prepare el papel filtro en pliegues, como se indica en la parte A.1.
* Coloque 1 g de naftaleno en un erlenmeyer, agregando 20 ml de etanol. Caliente en un baño de vapor hasta lograr la disolución total, agregando más solvente si es necesario.
* Filtre la solución en caliente, recogiendo el filtrado en un vaso de precipitado. Caliente hasta ebullición y añada agua gota a gota, hasta observar la aparición de turbidez. Tape el vaso de precipitado y deje reposar hasta temperatura ambiente. Lleve a un baño de agua/hielo y permita que alcance cristalización completa.
* Filtre por succión los cristales, lavando con porciones de 5 m de una mezcla etanol/agua 1:1. séquelos y péselos, reportando el rendimiento.

**PARTE B: DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DEL PUNTO DE FUSIÓN.**

El método más sencillo para determinar el punto de fusión consiste en introducir una muestra del compuesto en un tubo capilar, el cual se lleva a calentamiento hasta lograr la fusión de la muestra. La temperatura a la que se observa este fenómeno es el punto de fusión de la sustancia. Normalmente, es aceptable un rango hasta 1ºC en esta lectura. Variaciones mayores indican la presencia de impurezas en la muestra.

Es conveniente que la muestra este finamente dividida (pulverizad o molida) y emplear una cantidad apropiada. Usualmente, se llena el tubo capilar hasta una altura igual a la del bulbo del termómetro. El tubo capilar se une al termómetro, con el lado cerrado hacia abajo, y se sumerge en un baño de calentamiento.

Para preparar el tubo capilar, se debe fundir con la llama del mechero uno de sus extremos, hasta asegurar que el mismo este completamente cerrado. Para unir el mismo al termómetro, emplear una liga de goma, asegurando que la misma permanezca fuera del baño de calentamiento. El proceso de llenando de los tubos será indicado por el técnico o el profesor.

Existen varios tipos de baños de calentamiento. Principalmente, el líquido de calentamiento debe ser estable, de alto punto de ebullición, no toxico, transparente y poco giroscópico. Asimismo, debe garantizarse una continua agitación del liquido. En esta práctica se empleara el tubo Thiele y un baño de aceite.

Se recomienda calentar el baño en forma rápida hasta unos 10ºC por debajo del punto de fusión de la muestra y luego calentar más lentamente, unos 2ºC por minuto. De esta manera, la temperatura del baño se mantiene uniforme.

Determine los puntos de fusión de la acetanilida (impura y recristalizada), naftaleno (impuro y recristalizado) y una muestra problema.

**PARTE C: DETERMINACION DEL PUNTO DE EBULLICIÓN SEGÚN EL METODO SIWOLOBOFF.**

* Se requiere de un capilar semejante al empleado en la determinación del punto de fusión, y de un microtubo de ensayo (5 cm longitud; 0.4-0.5 cm diámetro.), ambos cerrados por un extremo.
* Coloque de 0.25 a 0.5 ml de alcohol secbutilico en le microtubo de ensayo. Introduzca luego el tubo capilar, con el extremo cerrado hacia arriba.
* Fije el microtubo de ensayo al extremo de de un termómetro, de manera que le liquido quede la altura del bulbo.
* Introduzca el termómetro en el tubo Thiele, caliente lentamente.
* Observe que comienza a desprenderse burbujas de la parte inferior capilar; cuando las mismas aparezcan en forma rápida continua, retire la fuente de calor.
* La velocidad de aparición de las burbujas disminuirá. Cuando la ultima burbuja aparezca y tenga tendencia de volver al capilar, lea la temperatura en el termómetro. Este es el punto de ebullición de la muestra. Compare con el valor reportado en las tablas.
* Determine le punto de ebullición de un liquido problema.
* Cuando el ambiente de trabajo no registra 1 atm de presión, es necesario conocer o determinar la presión atmosférica del laboratorio para calcular la temperatura de ebullición teórica de las sustancias.

**BIBLIOGRAFIA.**

* A.1. Vogel, “A Textbook of Practical Organic Chemistry”, 3era Ed.
* Brewster, Vanderwerf y Mcewen, “Curso Practico e Química Organica”, Ed. Alhambra.
* Zubrick J. The organic. Chem. Lab. Survival manual. 3ra edición. Jhon Wiley & Sons, Inc 1992

**PRACTICA Nº 4**

**PURIFICACION DE COMPUESTOS ORGANICOS POR DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR. SEPARACION DE UN PRODUCTO NATURAL.**

Uno de las operaciones unitarias más importantes de la Ingeniería Química es la destilación, la cual posee numerosas variantes, dependiendo de la naturaleza de las sustancias a separar. La destilación por arrastre con vapor se emplea cuando se desea separar sustancias volátiles, poco miscibles en agua, de otras no volátiles o muy poco volátiles. En general se emplea cuando el compuesto que se desea recuperar es un sólido o un líquido inmiscible en agua y que posee una presión de vapor de al menos 5 mmHg a 100ºC (o a la temperatura equivalente al punto de ebullición de agua a las condiciones de trabajo).

La presión de vapor de las mezclas liquidas viene dado por las leyes de Raoult (mezclas de líquidos miscibles) y la ley de Dalton (mezclas líquidos inmiscibles). De acuerdo a esta última, la presión de vapor de la mezcla de dos líquidos inmiscibles viene dada por la suma de presiones parciales de cada componente, PT = PA + PB. Pero como las presiones parciales de cada componente son iguales a la presión de vapor del componente puro, tenemos que PT = PAº + PBº, deduciéndose entonces que el punto de ebullición de la mezcla será menor que el de los componentes puros, por lo cual esta técnica es especialmente útil para separar sustancias que descomponen la alcanzar su punto de ebullición normal.

Si escribimos las ecuaciones para determinar la composición de la fase de vapor, tenemos que:

PA = PT \* XA y PB = PT \* XB

Combinando, nos queda:

Y finalmente,

Es decir, las masas de los líquidos recogidos en el colector serán proporcionales al producto del peso molecular y la presión de vapor de cada sustancia.

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

**SEPARACION DE UN PRODUCTO NATURAL**

* Prepare el equipo de destilación, en la forma indicada en la figura. En el balón generador de vapor, coloque agua destilada. En el balón de destilación, coloque 100 ml de agua.
* Caliente con llama fuerte el balón generador de vapor y cuando comience a entrar vapor al balón de destilación, caliente el mismo con llama suave.
* Tome 40 g del producto a emplear y tritúrelo, muélalo o píquelo, según el caso. Algunos productos que pueden emplearse son semillas de anís o comino, canela, clavos de olor, nuez moscada, granos de café, concha de frutas cítricas u otros. La única condición es que posean algún agente aromático en forma de aceite o esencia.
* Coloque el compuesto en el balón de destilación de tres bocas (B).
* Controle el calentamiento para que la velocidad de destilado sea de unas 5 gotas por segundo. midiendo la temperatura cada 5 ml de destilado.
* Colecte alrededor de 100 ml de destilado. Añada 35 gr de NaCl al cilindro.
* Mida los volúmenes obtenidos y calcule la masa de agua arrastrada por gramo de esencia recuperada.



**Clavos de olor**

**BIBLIOGRAFIA.**

* A.1. Vogel, “A Textbook of Practical Organic Chemistry”, 3era Ed.
* Brewster, Vanderwerf y McEwen, “Curso Practico de Quimica Organica”, Ed. Alhambra.

**PRACTICA Nº 5**

**EXTRACION CON SOLVENTES.**

Una de las desventajas que presenta la destilación es que no es recomendable su empleo en la separación de mezclas cuyos componentes poseen puntos de ebullición muy semejantes, o cuando uno o más de los componentes se descomponen, antes de alcanzar su punto de ebullición. En estos casos, se emplea la operación unitaria conocida como extracción. Este proceso se basa en la diferencia de solubilidad de los componentes de la mezcla de un solvente dado. Obviamente, para lograr una separación eficiente, se requiere que el solvente empleado disuelva alguno o alguno de los componentes y no a los demás. El solvente más utilizado debe tener un punto de ebullición bajo, que permitirá su evaporación para recuperar así los componentes disueltos.

La operación de extracción requiere de un contacto íntimo entre los dos líquidos: la mezcla será sometida a extracción, y el solvente. De esta manera, se facilita el proceso de transferencia de uno de los componentes de la mezcla al seno del solvente. A medida que uno de los componentes pasa de la solución inicial hacia el solvente, la velocidad de transferencia disminuye, hasta que finalmente, el proceso se detiene al alcanzarse el equilibrio dinámico. La reacción entre la concentración de un componente en la solución inicial y en el liquido de extracción en le equilibrio define el coeficiente de distribución o reparto, K.

Evidentemente, la extracción de un componente dado será mayor mientas más alto sea el valor del coeficiente de reparto, K.

Si el soluto no es completamente miscible con ninguno de los dos solventes (el que se emplea para la extracción y el que contienen al soluto originalmente), el coeficiente de reparto puede calcularse a partir de los datos de solubilidad; es decir,

Mediante estas ecuaciones, puede calcularse la cantidad de soluto que pasara al solvente. Asimismo, puede demostrarse que, para una cantidad dada de solvente, es más eficiente efectuar varias extracciones con pequeñas porciones de solventes, que una sola con todo el solvente disponible.

Existen varios tipos de operaciones de extracción, dependiendo de la mezcla que se quiere separara, el solvente a emplear, etc. En esta práctica, se separan sustancias acidas y neutras.

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

**SEPARACION DE UNA MEZCLA DE SUSTANCIAS ACIDAS Y NEUTRAS.**

* Se trabajara con una mezcla de acido benzoico, naftol y naftaleno. En base a sus valores de Pka, se clasifican como acido fuerte, acido débil y compuesto neutro respectivamente. El primero es soluble en solución acuosa de bicarbonato de sodio, el segundo en la solución acuosa de hidróxido de sodio y el tercero es insoluble en la solución acuosa alcalina de cualquier especie.
* El disolvente a emplear debe ser insoluble en agua. El profesor o el técnico indicaran el solvente a emplear. Algunos de los más empleados son el benceno, éter etílico y diclorometano.
* Coloque tres gramos de la mezcla en un vaso de precipitado de 10 ml. Agregue una porción de 25 ml de disolvente, agite y deje en reposo. Decante a un embudo de separación limpio.
* Se repite el procedimiento con el resto de la mezcla y de disolvente, decantando cada vez al embudo de separación. Si la concluir este paso no se ha disuelto toda la mezcla, agregue 10 ml más de disolvente y repita la operación.
* Agregue 10 ml de agua destilada al embudo, tape y agite. En este caso deben seguirse los pasos descritos a continuación :
  1. Maneje el embudo de decantación con ambas manos. Con un de ellas se sujeta el tapón y con la otra se manipula la llave. El embudo debe tomarse de forma que este inclinado, con el extremo que tiene la llave hacia arriba.
  2. Abra la llave para eliminar la presión que exista en le interior del embudo. Cierre la llave, agite con suavidad unos segundos y repita. Esta operación debe efectuarse varias veces; por lo general, hasta que le aumento de presión después de cada agitación deje de ser considerable.
  3. Fije el embudo en posición vertical a un soporte, quite el tapón y deje reposar hasta que se distingan claramente las dos capas.
* Separe la fase solución acuosa y pruebe su acidez son papel litmus. Si es acida devuélvala ala embudo. Si es neutra, descártela.
* Añada al embudo 20 ml de NaCO2 al 10%. Agite con mucho cuidado y nivele la presión con frecuencia. Repita hasta que no se forme más gas en el embudo.
* Deje reposar hasta que se formen dos capas. Separe la fase acuosa en un vaso de precipitado (A) de 125 ml.
* Agregue a la solución orgánica 10 ml de agua destilada, agite y permita que se separen las fases. Pruebe la acidez de la fase acosa. Si es acida, retórnela al embudo. Si es neutra, agréguela al vaso A.
* A la solución orgánica contenida en el embudo, agregue 20 ml de solución de hidróxido de sodio al 10%. Repita el proceso de agitación, deje reposar y separe la fase acuosa en un vaso de precipitado (B).
* Agregue a la solución orgánica 10 ml de agua destilada. Recoja la fase acuosa en el vaso B.
* Agregar a la fase orgánica 5 ml de solución de NaOH al 10%, agitar y agregar luego 10 ml de agua destilada. Recoja las capas acuosas de ambos lavados en el vaso de precipitado B.
* A la solución orgánica que queda en el embudo, agregue cloruro de calcio anhidro. Deje secar durante media hora, aproximadamente. Filtre la solución a un vaso de precipitado C.
* Someta a ebullición las soluciones de os vasos A y B, durante unos 5 minutos. Filtre en caliente y a cada filtrado agregue HCL concentrado hasta alcanzar un pH de 1 o 2. deje enfriar y filtre cada solución por succión. Lave los cristales obtenidos con agua fría y deje secar.
* La solución del vaso C se evapora en baño María hasta sequedad.
* Determine el punto de fusión de los tres sólidos obtenidos, y calcule el rendimiento del proceso.

**BIBLIOGRAFIA**

* Breaste, Vanderwerf y Mcewen, “Curso Practico de Química Orgánica”, Ed. Alambra.
* Badger, Walter et al: Introducción a la Ingeniería Química, Ed. McGraw-Hill.
* Perry: Manual del Ingeniero Químico.

**PRACTICA Nº 6**

**CROMATOGRAFIA SOBRE PAPEL.**

La cromatografía es un método de análisis físico que permite separar o identificar los componentes de una mezcla cuando sus propiedades físicas y/o químicas son muy semejantes entre sí. Una de las técnicas de la cromatografía es la cromatografía sobre papel, que se basa en distintas velocidades con que se mueven los componentes de la mezcla sobre determinado sustrato, cuando son arrastrados por un solvente apropiado. Este movimiento relativo de las sustancias es constante y característico, para un mismo solvente y sustrato.

En la cromatografía sobre papel, se aplica una muestra de la mezcla a separar sobre un trozo de papel, y luego se coloca este en posición vertical, con su extremo inferior sumergido en le solvente seleccionado. Este comienza a subir por el papel bajo la acción capilar, arrastrando a su paso los distintos componentes de la mezcla. Esto, dependiendo de su afinidad por el solvente (frente del solvente) se conoce como Rf: razón de flujo. Cuando no es posible identificar el frente del solvente, se emplea el cociente entre la distancia recorrida por un componente entre la distancia recorrida por un componente de referencia. Esta razón se conoce como Rx.

La cromatografía sobre papel tiene numerosas aplicaciones, tanto para la identificación o reconocimiento de componentes, como para la separaron de mezclas complejas.

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.**

**PARTE A: CROMATOGRAFIA ASCENDENTE DE TINTA DE MARCADOR.**

* Para esta parte, se requiere de una tira de papel filtro, de 23 x 2. cm. Si no dispone de ellas, deben cortarse la de la última lámina de papel. Trate de no manipular el papel directamente con los dedos. A 1 cm de uno de los extremos más angostos, trace una línea paralela a dicho extremo, usando lápiz de grafito.
* La muestra a aplicar será tinta de marcador negro. Para ello, cada grupo llevara a la práctica un marcador negro de punta fina (preferiblemente marcador Flair, Paper-mate. NO es imprescindible). Trace una línea de 1 cm de largo sobre la línea de referencia trazada con grafico. Trate de que quede cerrada respecto a los bordes del papel. Deje secar.
* La cámara de desarrollo será un cilindro graduado de 250 ml, con un tapón monohoradado que ajuste bien.
* El disolvente será la fase orgánica de una mezcla 4: 1: 5 de n-butanol, acido acético y agua destilada, recién preparada. Para ello, agregue en un embudo de separación 10 ml de 1-butanol, 2.5 ml de acido acético y 12.5 ml de agua. Agite vigorosamente por 10 minutos y deje reposar. Deseche la fase acuosa.
* Usando 2 clips, suspenda la tira de papel del tapón. Ajuste el tapón al cilindro SECO. Haga los ajustes necesarias para que la tira de papel quede suspendida a aproximadamente 1 cm del fondo del cilindro. Retire el tapón y la tira.
* Con una pipeta y teniendo mucho cuidado en no mojar las paredes del cilindro, agregue unos 15 ml de disolvente, este debe apenas mojar los extremos de papel y de ningún modo tocara directamente a la muestra.
* Introdúzcala tira de papel y ajuste bien el tapón. Verifique el disolvente no este en contacto directo con la muestra. Asegúrese de que la tira este centrada y no toque las paredes.
* Espere 2 ½ horas, al cabo de las cuales retire el cromatograma, marque inmediatamente el frente del disolvente y seque.
* Una vez seco, marque con grafito el borde de cada mancha. Ilumine el cromatograma con luz ultravioleta para detectar manchas no visibles a simple vista. Márquelas y anote el color que presentan.
* **En paralelo con esta experiencia, realice la misma cromatografía, usando como solvente una mezcla 2: 1: 1 de 1-butanol, etanol y amoniaco 2 N.**
* Analice ambos cromatogramas y decida cuál de los solventes es más adecuado.

**PARTE B: CROMATOGRAFIA ASCENDENTE DE AMINOACIDOS.**

* Para esta parte se requiere una tira de 22 x 12 cm. Córtela de forma que el lado más angosto sea paralelo a la fibra de papel. Trace a 1 cm de los bordes más largos una línea paralela al borde, usando lápiz de grafito. Sobre una de ellas, marque 10 puntos, con 1.5 cm de separación entre ellos. El primero y el último deben estar a 2 cm del borde.
* Se emplea soluciones de 4 aminoácidos (3mg/ml) en etanol-agua 1:1 y extractos preparados de jugo de limón, naranja y tomate.
* Usando capilares finos y micropipetas (uno para cada solución), aplique las siguientes muestras :

Punto 1: dos gotas de solución de lisina (LYS).

Punto 2: dos gotas de solución de acido aspartico (ASP).

Punto 3: dos gotas de solución de metionona (MET).

Punto 4: dos gotas de solución de leucina (LEU).

Punto 5: dos gotas de solución de cada una de las soluciones de los 4 aminoácidos.

Punto 6: dos gotas de extracto de jugo de limón

Punto 7: dos gotas de extracto de jugo de naranja.

Punto 8: dos gotas de extracto de jugo de tomate.

Punto 9: tres gotas de solución de cada uno de los 3 aminoácidos.

Punto 10: tres gotas de solución de acido aspartico.

Las manchas aplicadas no deben tener un diámetro mayor de 2 cm. Deje secar cada gota antes de aplicar la siguiente. Asegúrese de que antes de introducir el papel en la cámara de desarrollo las manchas estén secas.

Para preparar los extractos de aminoácidos, exprima la mitad de la fruta y filtre el jugo obtenido. A 1 ml de filtrado, agregue 2 ml de etanol absoluto. Agite y centrifugue. El precipitado contiene proteínas y sales; el sobrenadante contiene aminoácidos en solución.

* La cámara de desarrollo será un vaso de precipitado de 800 – 1000 ml, cubierto con un trozo de papel aluminio.
* El disolvente será el mismo empleado en la primera cromatografía: 1-butanol, acido acético y agua, 4: 1: 5. Mas una solución reveladora de ninhidrina al 0.5%.
* Coloque 10 ml de disolvente en el vaso de precipitado y tápelo herméticamente.
* Doble la tira de papel hasta obtener un cilindro, una de los extremos, sin que se toquen, usando aguja e hilo, o grapas. Introduzca el cilindro de papel obtenido en la cámara de desarrollo.
* Al cabo de unas dos horas, el frente del disolvente debe haber alcanzado una altura de 11 cm, aproximadamente. Saque el cromatograma y marque el frente del disolvente con lápiz grafito.
* Seque el cromatograma; llevandolo a la estufa, a unos 120ºC, durante 10 min. Marque con un lápiz el borde de cada mancha.
* Calcule el Rf de cada mancha. Determine cuales aminoácidos están presentes en las frutas e identifíquelos, si es posible.

**PARTE C: CROMATOGRAFIA ASCENDENTE DE VARIAS TINTAS DE MARCADOR.**

* Repita el procedimiento de la parte B; las muestras a aplicar en ese caso, son tintas de diferentes colores y marcas.

**BIBLIOGRAFIA.**

* D. Abbot, “Introducción a la Cromatografía”, Ed. Alambra.
* E. Lederer, “Chromatography: a review of principles and applications”, Elsevier Publishing.

**PRACTICA Nº 7**

**CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA**

La cromatografía en capa fina es una técnica semejante en su fundamento a la cromatografía sobre papel. El sistema cromatográfico costa de dos fases, la móvil (el solvente, en ambas técnicas) y la estacionaria (que corresponde al papel, o en este caso, silica gel o alúmina), y la fase móvil desplaza sobre la estacionaria, arrastrando la muestra y creando el cromatograma. La separación de las sustancias viene dada por una competencia entre la fase móvil y la estacionaria dependerá de la distinta afinidad que presenten los componentes de la muestra por el sustrato o fase estacionaria y por el solvente o fase móvil. En ambas técnicas, el fenómeno que controla la separación es la absorción**.**

El concepto de razón que flujo o Rf se maneja en forma semejante que en la cromatografía sobre papel. Comparando los Rf de componentes desconocidos con muestras patrón, es posible determinar la composición de una mezcla desconocida o determinar en ella la presencia de ciertas sustancias.

Después de efectuada la cromatografía, es posible recuperar el sustrato y emplearlo en posteriores análisis. Por ello, es recomendable hacer un dibujo o diagrama de cada placa una vez observan las manchas.

La naturaleza del sustrato o fase estacionaria es importante en este tipo de análisis. Con frecuencia, se emplean placas con una capa de silica gel o alúmina cuando se analizan los compuestos polares. Si se esta trabajando con compuestos no polares o poco polares, se emplean placas activadas: placas semejantes a las activadas, que han sido sometidas a un proceso de secado para eliminar parte del agua.

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

**PARTE A: CROMATOGRAFIA DE ANALGESICOS**

* Las muestras a analizar son soluciones de analgésicos en cloroformo. Los patrones a emplear son cafeína, fenacetina y acido acetilsalicílico, tres ingredientes comunes de este tipo de productos.
* En esta parte se emplean seis (6) placas activadas.
* Para aplicar las muestras, aplique la cantidad indicada de la solución a unos 6 mm del extremo de la placa. Procure que la mancha de la muestra no exceda los 2 mm de diámetro. Una vez aplicadas las muestras, trace una raya a unos 5 mm del borde de la placa, en el extremo opuesto al que tiene la muestra. Este será el frente de la cromatograma.
* Placa 1: aplique, a intervalos de mm, una gota de cada solución de analgésico (se emplearan o soluciones). El solvente a emplear será acetato de etilo.
* Placa 2: aplique las mismas muestras que en la placa 1, usando cloroformo como disolvente.
* Placa 3: aplique las mismas muestras que en las placas 1 y 2, empleando butanona como disolvente.
* Placa 4: aplique las mismas muestras que en las placas anteriores, esta vez empleando una mezcla 2: 9: 9 de 1-butanol, butanona y acetato de etilo.
* Placa 5: esta será la placa patrón. Aplique una gota de solución de acido acetilsalicílico, una gota de solución de cafeína y una gota de solución de fenacetina. El solvente a emplear será aquel que a su juicio allá realizado mejor cromatograma de las placas 1 a 5, una vez reveladas.
* Placa 6: utilice la placa sin activar. Aplique las mismas muestras en las placas 1 a 5, empleando el mismo solvente que en la parte 5.
* Para preparar las cámaras de desarrollo, lave y seque los recientes que se suministran. Coloque en su interior una banda de papel filtro, para cubrir aproximadamente 2/3 partes de las paredes del envase.
* Agregue en cada frasco suficiente volumen de solvente a emplear, de manera que la altura sea de unos 3 mm sobre el fondo del envase.
* Tape el envase y déjelo en reposo para permitir que el papel filtro se impregne completamente con el disolvente. Agregue más disolvente, para reponer el nivel inicial.
* Para revelar las placas, prepare una cámara de revelado con yodo. Para ello, lave y seque un envase; coloque tres o cuatro cristales de yodo; tape el envase y déjelo en reposo para que la atmósfera se sature con los vapores de yodo.
* Una vez desarrollado cada cromatograma, saque la placa de la cámara e desarrollo, localice las manchas usando luz ultravioleta y delinéelas con lápiz. Luego introduzca la placa en la cámara de revelado y observe si aparecen nuevas manchas.
* Copie cada placa, especificando las muestras, solvente y activación de la placa. Analice los solventes según su polaridad, e identifique la presencia de patrones en las muestras analizadas, de acuerdo al mejor cromatograma obtenido.

**PARTE B. SEPARACION DE PIGMENTOS VEGETALES.**

* Coloque unos cuantos mililitros de una mezcla de éter de petróleo y etanol, 2: 1. agregue algunas hojas verdes picadas y tritúrelas.
* Con una pipeta, transfiera el extracto líquido a un embudo de separación y agítelo con una cantidad igual de agua. Separe y deseche la capa acuosa.
* Repita el lavado dos veces más, desechando en cada caso la capa acuosa.
* Seque la solución obtenida, ya sea usando un agente desecante o por evaporación.
* Repita el procedimiento con otros cuatro tipos de hoja.
* Coloque una gota de cada una de las soluciones preparadas en una placa activada, con una separación de unos 5 mm. Deje secar.
* Desarrolle la placa empleando una mezcla del mejor solvente.
* Marque las manchas observadas a simple vista. Emplee la luz ultravioleta y la cámara de yodo para observar la presencia de otras manchas.

**BIBLIOGRAFIA**

* D. Abbot, “Introducción a la Cromatografía”, Ed Alambra.
* E. Lederer, “Cromatography: a review of principles and applications”, Elsevier Pub.
* Stahl Egon, “Thin Layer Cromatography, laboratory handbook”, Spring-Verlag.
* J. Bobbitt, “Thin Layer Cromatography”, Reinhold Publishing.

**PRACTICA Nº 8**

**SINTESIS DE CLICLOHEXENO**

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

* Preparar el equipo necesario para preparar la destilación simple. El destilado se recogerá en un cilindro graduado de 25 ml, sumergido en un baño de hielo. ¿PARA QUE SE REQUIERE EL BAÑO DE HIELO?
* Coloque en un balón de destilación de fondo redondo de 100 ml, 15 ml de ciclohexanol, 5 ml de acido fosforito (85% p/p) y cinco perlas de ebullición. ¿CUANTAS FASES HAY PRESENTES EN LE BALON? ¿PARA QUE SE REQUIEREN LAS PERLAS DE EBULLICION?
* Destilar la mezcla con una llama **muy pequeña** ¿POR QUE? hasta que le residuo del balón se reduzca a un volumen de aproximadamente 5 ml (¿QUE INDICA ESTO?) y la destilación se haga muy lenta. Importante: anote el intervalo de la temperatura de destilación.
* Anote sus observaciones sobre lo que ocurre en el balón durante la destilación.
* Traslade el destilado ¿CUAL ES SU COMPOSICION? a un embudo de separación pequeño. De las fases presentes, separe la que desea recuperar ¿CUAL? y lávela dos veces con 5 ml de agua destilada y luego una vez con una solución saturada de cloruro de sodio. ¿CUAL ES EL PROPOSITO DE ESTOS LAVADOS?.
* Transfiera el cliclohexeno a un matraz limpio y séquelo con un poco de sulfato de sodio por 20 min. , agitando.
* Filtre el ciclohexeno y mida el volumen del producto obtenido.
* Calcule el rendimiento teórico y práctico a partir de los volúmenes de cliclohexanol y ciclohexeno.
* Entregue el producto obtenido en un tubo de ensayo.

**Investigación sugerida:**

* ¿Cuál es la reacción estudiada en esta práctica?
* ¿Cuál es la función del acido fosforico? ¿si no se cuenta con acido fosforico, que puede emplearse en esta situación?
* ¿Cuál es la temperatura optima para esta reacción?
* ¿La reacción es exotérmica o endotérmica? ¿por qué? ¿un aumento de temperatura la favorece o no?
* ¿Cuál de los reactantes esta en exceso? ¿Por qué?
* ¿Cuáles son las propiedades físicas de los compuestos involucrados? ¿Cómo pueden emplearse para verificar si la practica ha sido exitosa o no?
* ¿Cuál es la utilidad industrial del ciclohexeno? ¿Cómo se obtiene a gran escala?
* ¿Qué otras reacciones alternas de síntesis permiten obtener el ciclohexeno?

**BIBLIOGRAFIA.**

* A.I. Vogel, “practical Organic Chemistry”, 3rd edition, Longman. 1974.
* R.T. Morrison & RN. Boyd. “Organic Chemistry”, 3rd Edition, Allyn & Bacon. 1973.
* A McKenzie. “Experimental Organic Chemistry”. 4th Edition. Prentice Hall. 1971.

**PRACTICA Nº 9**

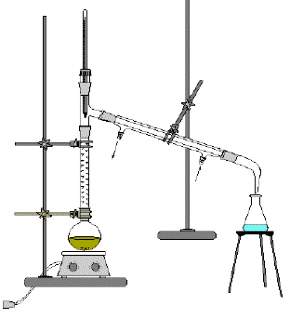
**SINTESIS DE BUTANONA.**

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

* Prepare el equipo necesario para hacer una destilación fraccionada (balón, columna de fraccionamiento, condensador y matraz). Asegúrese que tanto el matraz como el condensador estén secos. ¿POR QUE?
* Coloque el balón de destilación 2.5 ml de 2-butanol, 2 ml de agua y 5 perlas de ebullición.
* En un vaso de precipitado disuelva 25 g de bicarbonato de sodio y dihidratado en 32 ml de agua destilada. Si no se dispone de este reactivo, emplee diclorato de potasio, usando 70 ml de solución saturada del mismo.
* Agitando constantemente. ¿Por qué?, añada 20 ml de sulfúrico frio. ¿QUE SUCEDE CON LA TEMPERATURA DE LA MEZCLA? ¿POR QUE?
* Enfríe la mezcla y transfiera la solución a un embudo de separación.
* Caliente el balón hasta que la mezcla comience a ebullir. Retire la lama y añada la solución de dicromato gota a gota, de tal manera que la temperatura en el tope de la columna no sobrepase los 85-88ºC. agite el balón de vez en cuando.
* Cuando haya añadido toda la solución de dicromato, caliente el balón suavemente y colecte todo el líquido que destile por debajo de 92ºC.
* Desconecte el balón, deseche su contenido, lávelo y séquelo. Transfiera el destilado obtenido al balón y vuelva a destilar, recolectando en un cilindro limpio y seco la fracción que destile entre 66 y 73ºC. Luego péselo.
* Determine si el producto obtenido es una cetona mediante las pruebas adecuadas.

**Investigación Sugerida:**

* ¿Cuál es la reacción en esta práctica?
* ¿Cuál es la función del dicromato de sodio?
* ¿Cuál es la temperatura optima para esta reacción?
* ¿La reacción es exotérmica o endotérmica? ¿por qué? ¿una aumento de temperatura la favorece o no?
* ¿Cuál de los reactantes esta en exceso? ¿Por qué?
* ¿Cuáles son las propiedades físicas de los compuestos involucrados? ¿Cómo pueden emplearse para verificar si la practica ha sido exitosa o no?
* ¿Cuál es la utilidad industrial de la butanona? ¿Cómo se obtiene a gran escala?
* ¿Qué otras reacciones alternas de síntesis permiten obtener butanona?
* ¿Qué otro nombre identifica a la butanona?
* ¿Cómo se obtiene el sec-butanol?



Destilación fraccionada

SISTESIS DE LA BUTANONA

**BIBLIOGRAFIA**

* A.I. Vogel, “practical Organic Chemistry”, 3rd edition, Longman. 1974.
* R.T. Morrison & RN. Boyd. “Organic Chemistry”, 3rd Edition, Allyn & Bacon. 1973.
* “Ullman`s encyclopaedia of industrial chemistry”

**PRACTICA Nº 10**

**SINTESIS DEL ACIDO FORMICO.**

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

* Deshidrate 12.5 g de glicerol (glicerina) por calentamiento en un balón de 100 ml, situar el balón a 5 mm de la rejilla de amianto, hasta que su temperatura alcance aproximadamente 100ºC por algunos minutos. ¿POR QUE ES NECESARIO REALIZAR ESTE PASO?
* Después que el glicerol se haya enfriado a temperatura ambiente, agregarlo a un balón de destilación de 100 ml, al cual se habrá añadido previamente 11.25 g de acido oxálico dihidratado (o acido oxálico anhidrico). ¿Cuál ES LA DIFERENCIA?
* Conectar el balón a un equipo para la destilación simple, cuidando que le termómetro este sumergido en le liquido.
* Calentar hasta que la temperatura suba a 115ºC, y luego con llama más suave hasta alcanzar los 130-135ºC. Recoja en un matraz el destilado que se produzca.
* Enfriar a 80ºC aproximadamente. Agregue 11.25 g de acido oxálico y repetir la destilación. Recolectar el destilado y unirlo al obtenido anteriormente.
* Repetir el procedimiento una vez más, destilado esta vez hasta que la destilación del acido prácticamente cesa (140 a 150ºC, como máximo). Unir a los destilados obtenidos anteriormente y medir el volumen total obtenido.
* Calcule el porcentaje de acido formiato en el destilado. Para ello, se efectuara una titulación con base (hidróxido de sodio), empleando fenolftaleína como indicador. Utilice 5 ml de destilado.
* Determine el porcentaje de acido fórmico obtenido en base al glicerol empleado.
* Efectué un ensayo químico para reconocer el acido fórmico: neutralice 1 ml de destilado con hidróxido de sodio y adicione gota a gota una solución de permanganato de potasio. ¿Qué indica el cambio de color?

**Investigación Sugerida:**

* ¿Cuál es la reacción en esta práctica?
* ¿Cuál es la función de la glicerina?
* ¿Cuál es la temperatura optima para esta reacción?
* ¿La reacción es exotérmica o endotérmica? ¿por qué? ¿una aumento de temperatura la favorece o no?
* ¿Cuál de los reactantes esta en exceso? ¿Por qué?
* ¿Cuáles son las propiedades físicas de los compuestos involucrados? ¿Cómo pueden emplearse para verificar si la practica ha sido exitosa o no?
* ¿Cuál es la utilidad industrial del acido fórmico? ¿Cómo se obtiene a gran escala?
* ¿Qué otras reacciones alternas de síntesis permiten obtener el acido fórmico?
* ¿Qué otro nombre identifica al acido fórmico?

**BIBLIOGRAFIA.**

* A.I. Vogel, “practical Organic Chemistry”, 3rd edition, Longman. 1974.
* R.T. Morrison & RN. Boyd. “Organic Chemistry”, 3rd Edition, Allyn & Bacon. 1973.
* “Ullman`s encyclopaedia of industrial chemistry”

**PRACTICA Nº 11**

**SINTESIS DE INDICADORES ACIDO-BASE : FENOLFTALEINA Y ANARANJADO DE METILO.**

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

**1.- Fenolftaleína.**

* + Coloque en un tubo de ensayo 0.5 g de fenol, 0.5 g de anhídrido ftálico y 3 gotas de acido sulfúrico concentrado.
  + Caliente a la llama del mechero por 2 o 3 min. Enfrié y agregue 5 ml de agua. Caliente suavemente hasta que observe la desaparición de la coloración roja.
  + Compruebe los cambios de color que sufre la fenolftaleína en presencia de medio acido y en presencia de medio básico.

**2.- Anaranjado de metilo.**

* En un vaso de precipitado de 150 ml, cloque 0.5 g de carbonato de sodio, 1.25 g de acido sulfanilico y 25 ml de agua. Agite hasta obtener la solubilización completa de la mezcla.
* Agregue 10 g de hielo, 0.5 g de nitrito de sodio en 1 ml de acido clorhídrico concentrado en 5 l de agua. La temperatura de la mezcla no debe pasar de los 5ºC.
* Prepare una solución de 0.5 ml de dimetilanilina en 4 ml de acido sulfúrico al 25% v/v. añada a la solución antes obtenida, agitando en forma constante.
* Adicione poco a poco 30 ml de una solución de hidróxido de sodio al 10%. Observe el cambio de color. En este punto, la solución de hidróxido de sodio debe agregarse muy lentamente. Agite de 5 a 10 min.
* Deje reposar durante 5 min. y filtre el sodio formado. Reporte el rendimiento obtenido.
* Disuelva una pequeña cantidad de sodio en 1 ml de etanol. Coloque unas gotas de esta solución en un tubo de ensayo y añada 10 ml de agua.
* Constantemente los cambios de color que sufre el anaranjado de metilo en medio acido y medio básico.

**Investigación Sugerida:**

* ¿Cuáles son las reacciones estudiadas en esta práctica?
* ¿Cuál es la aplicación industrial de estos colorantes?
* ¿en que difieren ambos colorantes, de acuerdo a su aplicación?
* ¿Cuáles son las propiedades de los compuestos involucrados? ¿cómo pueden emplearse para verificar si l practica ha sido exitosa o no?
* ¿Qué otro nombre identifica al anaranjado de metilo?
* ¿Cuál es el mecanismo o reacción que explica el cambio de color de estos indicadores?

**PRACTICA Nº 12**

**IDENTIFICACION DE CAFEINA**

**PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL**

**1.- Extracción.**

* Coloque 20 ml de la bebida a emplear en un vaso de precipitado. Agite para eliminar el gas, en caso necesario.
* Agregue unas 2 o 3 gotas de solución de hidróxido de sodio al 10%, hasta alcalinizar la solución.
* Efectúe dos extracciones sucesivas, usando porciones de cloroformo de unos 15 ml.

**2.- Destilación**

* Prepare el equipo de destilación para una destilación simple.
* Coloque el producto de la extracción en un balón de destilación y destile con cuidado hasta sequedad.

**3.- Cromatografía**

* Prepare dos placas de silica gel sobre vidrio, una activada y la otra desactivada.
* El solvente a emplear será una solución de cloroformo-etanol 9:1.
* Prepare la cámara de desarrollo y una cámara de revelado con Iodo.
* Concentre por evaporación la solución de cafeína en etanol, hasta reducir el volumen a un 30% del volumen original.
* Coloque en cada placa 2 gotas de solución patrón de cafeína y cuatro gotas de la solución obtenida, separadas por unos 2 cm.
* Desarrolle y revele las placas.

Las bebidas a emplear serán refrescos (Coca cola, Pepsi Cola), café, chocolate o té.

**Investigación sugerida:**

* ¿Qué tipo de compuesto orgánico es la cafeína?
* ¿Cómo podría identificarla mediante un ensayo químico?
* ¿En qué concentración esperaría encontrarla en cada una de las bebidas sugeridas para esta práctica?