

GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA

LABORATORIO DE QUÍMICA II (ORGÁNICA)

Curso 2016-2017

**PARA ENTRAR EN EL LABORATORIO EL ESTUDIANTE DEBE IR
PROVISTO DE:**

- **CUADERNILLO DE PRÁCTICAS**
- **CUADERNO DE LABORATORIO**
- **GAFAS DE SEGURIDAD**
- **BATA DE LABORATORIO**
- **GUANTES DE GOMA**
- **MARCADOR PERMANENTE**
- **LÁPIZ**

OBJETIVOS GENERALES:

Se pretende que el estudiante que realice las prácticas de laboratorio de Química II adquiera las siguientes competencias:

- 1.- Saber relacionar la estructura de los compuestos orgánicos sencillos con sus propiedades físicas.
- 2.- Ser capaz de buscar y encontrar conocimientos relacionados con el área, siempre aplicando la capacidad crítica y autocrítica.
- 3.- Ser capaz de interpretar, valorar y comunicar datos relevantes haciendo uso del lenguaje propio de la química orgánica.
- 4.- Conocer los riesgos asociados al uso de compuestos orgánicos y de las técnicas empleadas en su manipulación, obtención, aislamiento, purificación y análisis.
- 5.- Relacionar la química orgánica con algunas aplicaciones industriales: Adquirir conceptos básicos de la química de polímeros.

Para alcanzar los objetivos anteriores, los estudiantes realizarán tres sesiones de dos horas y media de duración:

1	FUERZAS INTERMOLECULARES Y PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS COMPUESTOS ORGÁNICOS TÉCNICAS DE LABORATORIO EN QUÍMICA ORGÁNICA I	2,5 h
2	FUERZAS INTERMOLECULARES Y PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS COMPUESTOS ORGÁNICOS TÉCNICAS DE LABORATORIO EN QUÍMICA ORGÁNICA II	2,5 h
3	SÍNTESIS DE NYLON	2,5 h

REQUISITOS:

- La asistencia a las clases es **obligatoria**. Las prácticas no se recuperan, por lo cual las faltas de asistencia o puntualidad deberán ser debidamente justificadas. Al alumno se le asignará un puesto de trabajo en el laboratorio, que mantendrá durante todas las sesiones de prácticas.
- El alumno deberá **cumplir en todo momento** las normas de funcionamiento y seguridad establecidas en el laboratorio.

- Cada alumno dispondrá de un cuaderno de laboratorio, que **siempre deberá estar puesto al día**. Este cuaderno no se debe pasar a limpio, y no puede estar constituido por hojas sueltas. Un cuaderno de gusanillo es lo ideal.
- El alumno debe acudir al laboratorio con la práctica a realizar convenientemente preparada.

NORMAS DE FUNCIONAMIENTO:

- Cada alumno debe traer **obligatoriamente** para cada sesión:
 - bata de laboratorio gafas de seguridad
 - guantes de goma
 - espátula o cucharilla
 - cuaderno de laboratorio
- Es **obligatorio** el uso de gafas y bata en previsión de posibles accidentes durante toda la estancia en el laboratorio, así como disponer de un par de guantes individualmente. No se aconseja el uso de lentillas, por el riesgo que suponen en un laboratorio de Química Orgánica.
- Durante los primeros 5 minutos de cada sesión cada pareja revisará el puesto de trabajo para comprobar que tiene todo el material correspondiente. En el caso de material excedente, se depositará en la zona señalada al efecto dentro del laboratorio. En caso de defecto se buscará en el lugar de material excedente antes de solicitarlo al profesor.
- En caso de rotura de material se solicitará inmediatamente al profesor la reposición de la pieza, debiendo entregar la pieza rota. Para solicitar la reposición, el alumno rellenará una hoja con los datos necesarios. Estas hojas están a disposición de los alumnos.
- El material de prácticas deberá guardarse en la taquilla a excepción del necesario para la realización de la práctica correspondiente y de aquel que en todo momento deba estar sobre la mesa.
- Al finalizar la sesión se entregarán los resultados (datos numéricos y productos) al profesor, y se llevará a cabo la limpieza del puesto de trabajo y recuento del material.

NORMAS DE SEGURIDAD PARA LA ESTANCIA EN EL LABORATORIO

Cuando un estudiante entre por primera vez en el laboratorio debe localizar: salida de emergencia, duchas de emergencia, lavaojos, extintores y manta ignífuga.

Las siguientes normas son de **obligado y estricto cumplimiento**:

- 1) Queda terminante **prohibido fumar o consumir alimentos** en el laboratorio.
- 2) La bata y las gafas de seguridad **deberán usarse en todo momento** durante la estancia en el laboratorio. **No se permitirá el acceso al laboratorio de alumnos que no dispongan o no hagan uso de los objetos descritos**. Los guantes deberán usarse siempre durante la manipulación de los productos.

- 3) Las lentes de contacto pueden resultar muy peligrosas en caso de salpicaduras accidentales a los ojos. En tales casos, se recomienda el uso de gafas graduadas o de gafas de seguridad especiales.
- 4) Deben utilizarse embudos de vidrio para el trasvase de líquidos. Si han de usarse pipetas, utilícense las peras de goma apropiadas. **No pipetear jamás líquidos con la boca.**
- 5) **Ciérrense los frascos de reactivos y disolventes inmediatamente después de su uso.** Evítese la inhalación de vapores tanto de sólidos como de líquidos. Si algún producto desprende vapores tóxicos, deberá manejarse en vitrina.
- 6) **No deberán manipularse jamás productos o disolventes inflamables en la proximidad de mantas y placas calefactoras. Si algún líquido o sólido se derrama en cualquier lugar del laboratorio, se deberá limpiar inmediatamente de la forma adecuada.** En caso de rotura de termómetros, avisad inmediatamente al profesor, para eliminar el mercurio.
- 7) **Los disolventes orgánicos no deben calentarse nunca directamente sino por medio de baños de agua alejados de la fuente de calor y siempre en matraces Erlenmeyers o tubos de ensayo, nunca en vasos de precipitados.**
- 8) **No deben verterse residuos en las pilas,** deberán tratarse adecuadamente o almacenarlos en los lugares adecuados. **No debe tirarse material de vidrio roto en las papeleras.** Se entregará al profesor, para reponerlo en el puesto de trabajo.
- 9) Dado que se usa material eléctrico (mantas, reguladores, etc.) es necesario **mantener perfectamente limpio y seco el puesto de trabajo y el material asignado.** La manipulación de cualquier elemento de dicho material deberá hacerse con el aparato en cuestión a temperatura ambiente y desconectado de la red.
- 10) **No tener jamás en marcha mantas o placas calefactoras en vacío,** es decir, sin un recipiente (vaso, matraz, etc.) al que calentar. No utilizar los reguladores eléctricos a más de media potencia.
- 11) **¡¡ No se debe abandonar jamás el puesto de trabajo mientras se esté llevando a cabo alguna reacción o destilación!!**

¡EL INCUMPLIMIENTO DE CUALQUIERA DE ESTAS NORMAS PODRÁ IMPLICAR DESDE UNA SERIA AMONESTACIÓN HASTA LA EXPULSIÓN DEL ALUMNO DEL LABORATORIO!

TELÉFONOS DE URGENCIA: 112

SEGURO ESCOLAR (SERVICIO PREVENCIÓN RIESGOS LABORALES) (96) 398.33.01
INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA (SERVICIO PERMANENTE) (91) 562.04.20

RECUERDA, EN EL LABORATORIO.....

FAMILIARÍZATE CON LOS ELEMENTOS DE SEGURIDAD

PROTEGE TUS OJOS CON LAS GAFAS DE SEGURIDAD

LLEVA BATA y LÁVATE LAS MANOS CON FRECUENCIA

LEE ATENTAMENTE LAS INSTRUCCIONES ANTES DE REALIZAR UN EXPERIMENTO

ASEGÚRATE DE QUE EL MATERIAL ESTÁ EN PERFECTAS CONDICIONES

ASEGÚRATE DE QUE LOS MONTAJES SON CORRECTOS

MANIPULA TODOS LOS PRODUCTOS QUÍMICOS CON MUCHA PRECAUCIÓN

UTILIZA LAS VITRINAS_EXTRACTORAS PARA MANIPULAR PRODUCTOS QUE PRODUZCAN VAPORES TÓXICOS O CORROSIVOS

CONSERVA TU ZONA DE TRABAJO LIMPIA Y ASEADA

DEJA SIEMPRE EL MATERIAL LIMPIO Y ORDENADO

SI SE VIERTE UN PRODUCTO RECÓGELO INMEDIATAMENTE

NO COMAS, NI BEBAS, NI FUMES

NO HUELAS, INHALES O PRUEBES PRODUCTOS QUÍMICOS

NUNCA CORRAS NI JUEGUES

NO TRABAJES SOLO

JAMÁS LLEVES A TÉRMINO EXPERIMENTOS NO AUTORIZADOS

SIEMPRE QUE TENGAS UNA DUDA PREGUNTA AL PROFESOR.

EVALUACIÓN:

La calificación obtenida en las prácticas de laboratorio supondrá el 20% de la calificación global de la asignatura y será la media aritmética entre la nota obtenida en prácticas de Química Orgánica y prácticas de Química Inorgánica. Para aprobar la asignatura es necesaria la asistencia a las seis sesiones (tres de orgánica y tres de inorgánica) y obtener al menos 4 puntos sobre 10 en la media de las dos.

Para la nota correspondiente a las prácticas de química orgánica se considerarán los siguientes aspectos:

- Demostrar conocimiento de las técnicas experimentales, mantener una actitud participativa y de respeto a las normas de seguridad, preparación de la práctica y cuaderno de laboratorio.
- Al final del periodo de prácticas el alumno responderá por escrito a un examen sobre las prácticas realizadas. Las cuestiones versarán sobre la parte experimental, técnicas y observaciones relacionadas con el desarrollo de las prácticas.

CUADERNO DE LABORATORIO

El cuaderno debe estar en posesión del alumno durante la estancia en el laboratorio, puesto al día. En cualquier momento podrá ser revisado por el profesor. La escritura debe ser legible y la presentación clara.

La redacción de la memoria de la práctica debe presentar de una forma ordenada y completa los puntos indicados a continuación incluyendo: introducción, objetivos, esquema de la práctica, material y reactivos, hojas de seguridad, resultados y conclusiones.

1.- Fuerzas intermoleculares y propiedades físicas de los compuestos orgánicos:

- Cuestiones previas.
- Resultados experimentales y observaciones.
- Conclusiones y cuestiones posteriores.

2.- Práctica de técnicas de laboratorio

- Cuestiones previas.
- Observaciones.
- Conclusiones y cuestiones posteriores.

3.- Práctica de síntesis de nylon

- Cuestiones previas.
- Observaciones.
- Conclusiones y cuestiones posteriores.

IMPORTANTE: EL CUADERNO CON LA MEMORIA DEBE SER PREPARADO INEXCUSABLEMENTE ANTES DE ENTRAR AL LABORATORIO

BIBLIOGRAFÍA:

- "Técnicas experimentales en síntesis orgánica" M^a A. Martínez Grau y A. G. Csáky. Ed. Síntesis.
- "Curso Práctico de Química Orgánica" R.Q. Brewster, C.A. Vanderwerr y W.E. McEwen. Editorial Alhambra.
- "Química Orgánica Experimental" H.D. Durst y G. Gokel. Ed. Reverté.
- "Experimental organic chemistry" L.M. Harwood and C.J. Moody, Ed. Blackwell Sci. Publ.
- "Experimental Methods in Organic Chemistry" J. A. Moore, D. L. Dalrymple, 2^a Edición, W. B. Saunders Co., 1976.
- "Handbook of Chemistry and Physics"
- "The Merck Index"

PRÁCTICA 1 (2.5 horas)
FUERZAS INTERMOLECULARES Y PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS
COMPUESTOS ORGÁNICOS

1. Objetivo

- a) Demostrar que la comprensión de los distintos tipos de fuerzas intermoleculares puede ayudar a predecir las propiedades físicas de los compuestos.
- b) Observar la variación de los puntos de fusión en función de la polaridad.
- c) Observar la variación de la solubilidad en función de la distinta polaridad de las sustancias a combinar.

2. Introducción

Denominamos interacciones intermoleculares a las fuerzas de atracción que existen entre moléculas de igual o distinta naturaleza. Las interacciones intermoleculares son muy importantes en los sólidos y los líquidos. En estas fases condensadas las moléculas están en contacto mediante fuerzas de cohesión y la naturaleza de estas fuerzas influye en las propiedades físicas de los compuestos, como el punto de ebullición, el punto de fusión o la solubilidad.

El análisis de la polaridad y distribución de los enlaces de las moléculas nos permite predecir que tipos de interacciones intermoleculares se podrían establecer entre ellas y estudiar como la distinta naturaleza de dichas fuerzas de cohesión intermolecular influye en las propiedades físicas de los compuestos.

La electronegatividad (χ) es una propiedad atómica que representa la capacidad de un átomo en una molécula para atraer los electrones hacia sí. A continuación se dan algunos valores de electronegatividad, según la escala de Pauling, necesarios para la comprensión de la práctica.

<u>H</u> 2.20																			<u>He</u>
<u>Li</u> 0.9 8	<u>Be</u> 1.5 7											<u>B</u> 2.0 4	<u>C</u> 2.5 5	<u>N</u> 3.0 4	<u>O</u> 3.4 4	<u>F</u> 3.9 8			<u>Ne</u>
<u>Na</u> 0.9 3	<u>Mg</u> 1.3 1											<u>Al</u> 1.6 1	<u>Si</u> 1.9 0	<u>P</u> 2.1 9	<u>S</u> 2.5 8	<u>Cl</u> 3.1 6			<u>Ar</u>
<u>K</u> 0.82	<u>Ca</u> 1.00	<u>Sc</u> 1.3 6	<u>Ti</u> 1.5 4	<u>V</u> 1.6 3	<u>Cr</u> 1.6 6	<u>Mn</u> 1.5 5	<u>Fe</u> 1.8 3	<u>Co</u> 1.8 8	<u>Ni</u> 1.9 1	<u>Cu</u> 1.9 0	<u>Zn</u> 1.6 5	<u>Ga</u> 1.8 1	<u>Ge</u> 2.0 1	<u>As</u> 2.1 8	<u>Se</u> 2.5 5	<u>Br</u> 2.9 6	<u>Kr</u> 3.0 0		

El porcentaje de carácter iónico de un enlace viene determinado por la diferencia de electronegatividad de los dos átomos que forman el mismo según la ecuación:

$$\% \text{ carácter iónico} = [1 - e^{-0.25(\chi_A - \chi_B)^2}] * 100$$

Diferencia de electronegatividad	% carácter iónico	Diferencia de electronegatividad	% carácter iónico
$\chi_A - \chi_B$	$100(1 - e^{-0.25(\chi_A - \chi_B)^2})$	$\chi_A - \chi_B$	$100(1 - e^{-0.25(\chi_A - \chi_B)^2})$
0.2	1	1.8	56
0.4	4	2.0	63
0.6	9	2.2	70
0.8	15	2.4	76
1.0	22	2.6	82
1.2	30	2.8	86
1.4	39	3.0	89
1.6	47	3.2	92

La polaridad de un enlace depende del carácter iónico del mismo y la de una molécula de la distribución de los enlaces polares y del peso relativo enlaces polares/enlaces apolares. Según la polaridad de sus enlaces los compuestos pueden considerarse iónicos ($\Delta\chi > 1.7$), polares ($0.5 > \Delta\chi > 1.7$) ó apolares ($0 > \Delta\chi > 0.5$).

Hay tres tipos principales de fuerzas de atracción que provocan que las moléculas se asocien en sólidos y líquidos:

- Fuerzas de dispersión de London: afectan a todas las moléculas.
- Fuerzas dipolo-dipolo: entre moléculas polares.
- Interacciones por puente de hidrógeno: entre moléculas con hidrógenos relativamente ácidos.

Un **cambio de estado** implica un cambio en las fuerzas de cohesión intermoleculares. El estado sólido implica una red 3D de interacciones intermoleculares más fuertes que en el estado líquido. La temperatura a la que se produce el cambio de estado depende de las atracciones intermoleculares o fuerzas de cohesión entre las moléculas.

Una **disolución** es una *mezcla homogénea de dos sustancias, soluto y disolvente, que no reaccionan entre sí*. Aunque existen muchos tipos de disoluciones, un caso particular, muy frecuente en el trabajo de laboratorio lo constituyen aquellas en que el disolvente es líquido. Además de agua como disolvente, se conocen un gran número de compuestos, orgánicos o inorgánicos, que pueden actuar como disolventes líquidos.

Como regla general “*Un compuesto será más fácilmente soluble en un disolvente de naturaleza química similar*”, o lo que es lo mismo “*semejante disuelve a semejante*”. De acuerdo con esto un compuesto polar se disolverá preferentemente en un disolvente polar y un compuesto no polar lo hará en un disolvente no polar.

El agua es un buen disolvente de compuestos iónicos y, si bien no es el único, es el más frecuentemente utilizado. También disuelve bien compuestos orgánicos polares como pueden ser el etanol, el ácido acético (vinagre), sacarosa (azúcar) etc.

Muchos **compuestos iónicos** son **solubles en agua**, como

- Las sales de los metales alcalinos (grupo 1), así como las de iones amonio.

- Los nitratos, cloratos y percloratos.
- La mayoría de los cloruros, bromuros y yoduros, con excepción de los formados con los cationes plata, mercurio (I) y plomo.
- La mayoría de los sulfatos (El sulfato de calcio y el sulfato de plata son ligeramente solubles, mientras que los de bario, mercurio (II) y plomo son insolubles).

Son **insolubles**:

- La mayoría de los hidróxidos con excepción de los hidróxidos de alcalinos y el hidróxido de bario. El hidróxido de calcio es ligeramente insoluble.
- Los carbonatos, fosfatos y sulfuros, con excepción de los alcalinos y los de amonio.

Muchos compuestos orgánicos tienen una polaridad moderada o baja y son poco o nada solubles en agua, pero se disuelven fácilmente en disolventes orgánicos. Hay una gran variedad de disolventes orgánicos de distinta polaridad, la tabla resume algunos de los más utilizados ordenados de menor a mayor polaridad.

Disolventes comunes ordenados según polaridad			
Disolvente	Fórmula	Clase de compuesto	Tipo de disolvente
Hexano	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₃	Alcano	Apolar aprótico
Diclorometano	CH ₂ Cl ₂	Haluro de alquilo	Polar aprótico
Acetato de etilo	CH ₃ COOCH ₂ CH ₃	Éster	Polar aprótico
Éter etílico	CH ₃ CH ₂ OCH ₂ CH ₃	Éter	Polar aprótico
Acetona	CH ₃ COCH ₃	Cetona	Polar aprótico
Etanol	CH ₃ CH ₂ OH	Alcohol	Polar prótico
Metanol	CH ₃ OH	Alcohol	Polar prótico
Agua	H ₂ O	---	Polar prótico

3. Experimental

Material	Reactivos	Equipos
Varilla de vidrio	Ácido benzoico	Equipo para determinar puntos de fusión
8 tubos de ensayo	β-Naftol	
5 viales secos con tapón	Ácido tartárico	
Pipeta Pasteur	Cloruro de calcio	
Vidrio de reloj	Hexano (dosificado)	
Espátula mini	Agua (dosificada)	
Vaso de precipitados de 50mL	NaOH 6M	
Rotulador permanente	NaHCO ₃ aq satd.	
Baño de hielo	HCl 6M	
Papel pH		
Trípode+rejilla+cazo		

Preparación de los tubos: Etiquete claramente cada tubo de ensayo (*limpio y seco*) con rotulador de vidrio utilizando los códigos indicados en la tabla correspondiente.

Ensayo 1. Punto de fusión y fuerzas de cohesión. En este ensayo vamos a confirmar que a temperatura a la que se produce un cambio de estado está relacionada con la naturaleza de las fuerzas de cohesión.

Procedimiento: Introduzca en cada capilar una pequeña cantidad (1 mm) de compuesto, determine si el punto de fusión de cada producto es menor que 150°C, entre

150-200°C, o mayor que 200°C y anote el resultado en la sección 'resultados experimentales' de la tabla 2. Para llenar el capilar, se sujeta por la parte cerrada y se introduce la parte abierta en el reactivo; se gira el capilar y se golpea suavemente para que la muestra baje hasta el fondo. En cada ciclo del aparato utilice 3 capilares: uno en el centro vacío y a los lados, dos capilares, en el primer ciclo con ác. benzoico y naftol, y en el segundo ciclo con ác. tartárico y CaCl₂.

Ensayo 2. Solubilidad y fuerzas de cohesión. En este ensayo vamos a confirmar que un compuesto polar se disolverá preferentemente en un disolvente polar y un compuesto no polar lo hará en un disolvente no polar ("**semejante disuelve a semejante**").


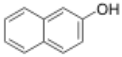


Procedimiento: Etiquete los tubos con números del 1 al 4 y los viales con números del 5 al 9 utilizando marcadores permanentes. A los tubos añada 2 mL de agua desionizada y a los viales añada la misma cantidad de hexano y tape. Añada el soluto (*una cucharada aprox. rasa medida con la espátula pequeña*) a cada tubo/vial según se indica en la tabla 1 (limpie la espátula entre reactivo y reactivo. Consejo: cuando añada un reactivo al agua, añada el mismo reactivo al hexano). Tape y agite anotando la correspondiente observación en la sección 'resultados experimentales', de la tabla 2.

Tabla 1. Contenido tubos/viales.

Tubo	1	2	3	4	5	6	7	8	9
disolvente	agua	agua	agua	agua	hexano	hexano	hexano	hexano	hexano
soluto	ácido benzoico	β-naftol	Ácido tartárico	CaCl ₂	agua	ácido benzoico	β-naftol	ácido tartárico	CaCl ₂
Residuos	1	2	3	4	5	6	7	8	9

Al finalizar cada ensayo se recogerá el contenido de cada tubo/vial en el recipiente de residuos marcado con su número.

Tabla 2. Tabla de resultados.

Compuesto	Ácido benzoico	β-naftol	Ácido tartárico	CaCl ₂	Hexano	Agua
Estructura				[Ca] ²⁺ [Cl] ₂ ⁻	CH ₃ (CH ₂) ₄ CH ₃	
Δχ del enlace más polar en cada caso						
% carácter iónico del enlace más polar en cada caso						
Polaridad de la molécula (iónica, polar, apolar)						
Predicciones						
Punto de fusión (<150, 150-200, >200) °C						
¿Es soluble en agua? (si						

/no)						
¿Es soluble en hexano? (si/no)						
Datos experimentales						
Punto de fusión (<150, 150-200, >200) °C						
¿Es soluble en agua? (si/no)						
¿Es soluble en hexano? (si/no)						
Datos descritos en la literatura						
Punto de fusión (<150, 150-200, >200) °C						
¿Es soluble en agua? (si/no)						
¿Es soluble en hexano? (si/no)						

Nota:* No es necesario seguir calentando si por encima de 200°C todavía no ha fundido.

4. CUESTIONES

Cuestiones previas

1. Revise los conceptos siguientes buscando las definiciones correspondientes:

- a.** Compuesto iónico **b.** Compuesto molecular
c. Compuesto polar **d.** Compuesto apolar.

2. Describa con detalle las interacciones soluto-disolvente en el proceso de disolución de NaCl.

3. Teniendo en cuenta las consideraciones expuestas en la introducción indique en la tabla de resultados cuáles serían sus predicciones en cuanto a los valores esperados, dentro del rango indicado, para cada compuesto y propiedad física.

4. Busque los valores descritos en la literatura para las propiedades en estudio de cada compuesto y anótelos en la sección correspondiente de la tabla de resultados.

5. Escriba las ecuaciones de las reacciones que permitirían:

- a)** Obtener las sales de un ácido carboxílico, un fenol o una amina
b) Obtener un ácido carboxílico, un fenol o una amina a partir de sus sales?

Cuestiones posteriores al trabajo experimental

1. Compare los puntos de fusión predichos, los observados y los descritos en la literatura para el Ensayo 1.

2. Compare los datos de solubilidad predichos, los observados y los descritos en la literatura para el Ensayo 2.

3. Describa el tipo de interacciones intermoleculares presentes en cada caso del Ensayo 1 y proponga una posible orientación relativa para cada par de moléculas.

4. Describa el tipo de interacciones intermoleculares presentes en cada caso del Ensayo 2 y proponga una posible orientación relativa para cada par de moléculas.

PRÁCTICA 2 (2.5 horas)

TÉCNICAS DE LABORATORIO EN QUÍMICA ORGÁNICA. SEPARACIÓN Y PURIFICACIÓN DE UN ÁCIDO CARBOXÍLICO SÓLIDO (ÁCIDO BENZOICO) Y UN ALCOHOL LÍQUIDO (ALCOHOL BENCÍLICO).

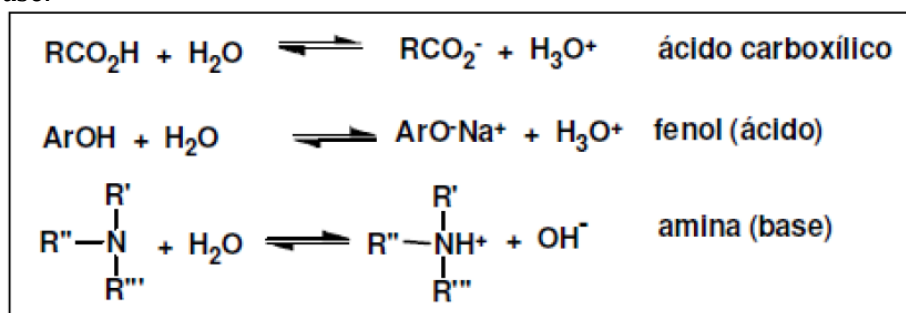
1. Introducción

La separación, de los componentes de una mezcla binaria compuesta por ácido benzoico y alcohol bencílico, se basa en el uso de las diferentes propiedades ácido/base de ambas sustancias y de una técnica denominada **extracción líquido-líquido**. Posteriormente, se purificará por **recristalización** el ácido benzoico.



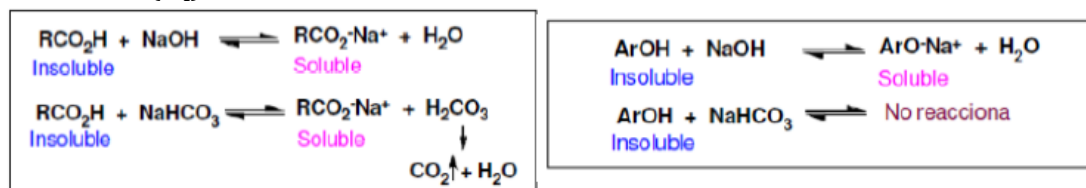
Reacciones ácido-base y solubilidad de compuestos orgánicos

Los ácidos carboxílicos (RCOOH) y aminas (R_3N) con R de cadena corta y algunos fenoles (ArOH , Ar = anillo aromático) son polares y solubles en agua y dan lugar a equilibrios ácido-base.



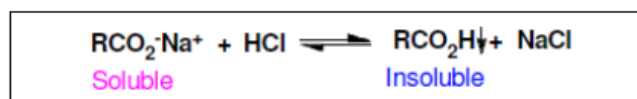
Los **ácidos carboxílicos**, **aminas** y **fenoles poco polares** son poco solubles en agua y difícilmente muestran sus propiedades ácido-base. Su transformación en las correspondientes sales requiere el uso de una base o un ácido acuoso, respectivamente. Las sales formadas, al ser iónicas, se disuelven fácilmente en agua.

Los **ácidos carboxílicos** reaccionan fácilmente con disoluciones acuosas de NaOH y NaHCO_3 para dar las sales correspondientes y así, ácidos poco polares e insolubles en agua dan lugar a sales solubles. Los **fenoles** son también ácidos pero en general más débiles que los ácidos carboxílicos por lo que solo reaccionan con bases más fuertes como NaOH (aq).



Todas estas reacciones son equilibrios, y por tanto pueden desplazarse en uno u otro

sentido dependiendo de la acidez o basicidad del medio. Por ejemplo, una disolución acuosa de la sal sódica de un ácido insoluble por reacción con HCl(aq) regenerará el ácido que al ser insoluble precipita.



Los cambios de solubilidad por transformación de los compuestos en sus sales y la regeneración posterior del compuesto de partida tienen una gran utilidad en la separación de compuestos orgánicos mediante técnicas de extracción.

2. Objetivos

La práctica consiste en efectuar la separación de cada uno de los dos componentes:

- *Ácido benzoico* (empleado como conservante de alimentos), basado en su carácter ácido.
- *Alcohol bencílico*, un líquido incoloro con un aroma suave agradable, producido en forma natural por varias plantas y que se encuentra en numerosas frutas y té, así como en aceites esenciales como el jazmín, jacinto, Es parcialmente soluble en [agua](#) (4 g/100 mL) y es completamente [miscible](#) en [alcoholes](#) y [éter etílico](#).

PREGUNTAS PREVIAS

- ¿En qué consiste la extracción líquido-líquido?
- ¿En qué consiste la recristalización?

3. Procedimiento experimental

A) Extracción con embudo de decantación.

50 mL de una disolución en acetato de etilo que contienen 5 mL de alcohol bencílico y 5 g ácido benzoico se transvasan, con ayuda de un embudo cónico, a un embudo de decantación. La disolución anterior se extrae con aproximadamente 20 mL de solución 2M NaOH/H₂O, agitando y abriendo la llave de forma alternativa. El embudo se deja reposar y, una vez se han separado las dos fases claramente, se saca la fase inferior (acuosa) quitando el tapón y abriendo la llave con cuidado. La fase superior (orgánica) se vuelve a extraer dos veces más, siguiendo el mismo procedimiento. Una vez finalizada la extracción, se combinan las fases acuosas.

La fase orgánica resultante se lava una vez con 20 mL de disolución saturada (o al 5%) de NaHCO₃ acuoso. Seguidamente, se separan las fases, se desecha la acuosa (inferior), y se lava la superior (orgánica) con 20 mL de disolución saturada de NaCl en agua. Finalmente, las fases se separan y la orgánica se transvasa a un erlenmeyer de 100 mL para su secado con MgSO₄ anhidro. Para secar la disolución, se añade media cucharada del MgSO₄ anhidro, y se agita ocasionalmente durante 5-10 min.

B) Cristalización y determinación de puntos de fusión.

La solución acuosa básica se acidula con HCl concentrado (gota a gota y con agitación) hasta pH 2-3.

El ácido benzoico precipitado de la fase acuosa anterior se recoge, por filtración en Büchner a vacío, se lava con un poco de agua fría y se recristaliza disolviéndolo en la menor cantidad posible de agua a ebullición. La disolución se deja enfriar al ambiente hasta que esté tibia, y luego se enfría con un baño de hielo y agua durante unos 10

minutos para que la cristalización sea completa.

Los cristales obtenidos se recogen por filtración a vacío, se lavan con pequeñas porciones de agua fría, y se dejan secar hasta la siguiente sesión de prácticas. Se determina entonces el punto de fusión (bibliografía: 121°C), se pesan, se calcula el porcentaje de ácido puro recuperado y se entregan al profesor al final de la sesión de prácticas.

OBSERVACIONES EXPERIMENTALES Y CUESTIONES.

- ¿Qué compuesto queda en la fase orgánica? ¿Y en la fase acuosa? ¿Por qué?.
- Haz un diagrama de flujo explicando cada etapa.
- Pesar la cantidad de ácido benzoico obtenido y calcular su rendimiento de su separación.

PRÁCTICA 3 (2.5 horas)

SÍNTESIS DE NYLON

INTRODUCCION

La química estudia la transformación de la materia. En ese sentido el hombre no sólo ha preparado materiales nuevos de interés, sino que desde muy antiguo ha explotado lo que las fuentes naturales le han proporcionado. En esta práctica vamos a hablar, muy brevemente, de un conjunto de compuestos que por su estructura general se diferencian en sus propiedades de las moléculas discretas a las que estamos acostumbrados. Nos referimos a los polímeros, éstos son estructuras constituidas por un gran número de unidades (*poli* = muchos; *mero* = unidad).

Son polímeros naturales, el algodón y la celulosa (*carbohidratos*), la seda y la lana (*proteínas*) y el caucho (*hidrocarburos*), entre otros, que como todos sabéis son materiales que utilizamos cotidianamente. Los polímeros también pueden ser de origen sintético, de hecho el hombre ha desarrollado procedimientos industriales para la preparación de productos de interés. Uno de ellos es el *nylon* que como todos sabemos (o sabremos en un momento dado) se trata en general de un conjunto de estructuras de poliamida (por la agrupación amida repetitiva en la cadena) que tiene como características principales una gran resistencia y capacidad de hilarse lo que hace que pueda utilizarse como *fibra*.

Una fibra polimérica es un polímero cuyas cadenas están extendidas linealmente una al lado de la otra a lo largo de un eje.

Los polímeros ordenados de este modo pueden ser hilados y usados como textiles. Todo ello se debe a la intensidad de las *interacciones intermoleculares* que se establecen entre cadenas.

No debemos olvidar que las moléculas no están aisladas sino que interaccionan con las entidades químicas que tienen a su alrededor de ahí que hablemos de *interacciones intermoleculares*, ya sea con moléculas del disolvente o moléculas vecinas. Son

interacciones débiles pero responsables del estado de agregación de la materia. Los enlaces por puente de hidrógeno y otras más débiles mantienen fuertemente unidas las cadenas aunque se someta a la fibra polimérica a fuertes estiramientos.

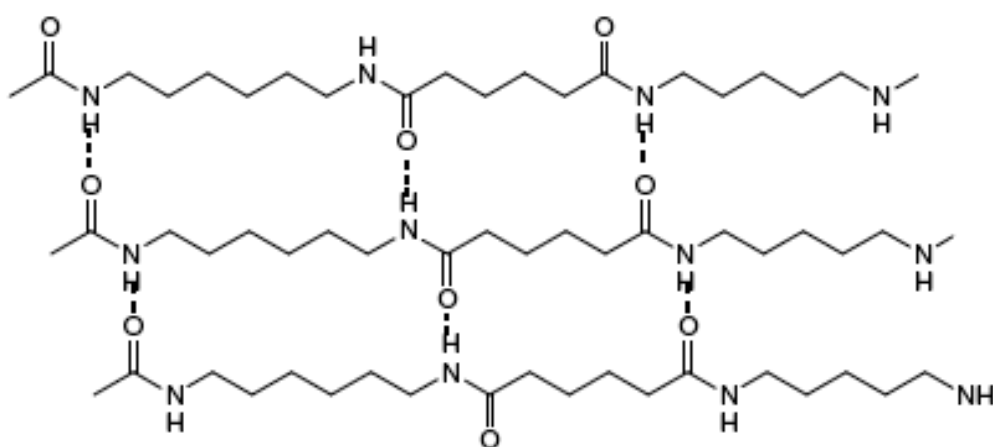


OBJETIVOS

Obtención y manejo de un polímero lineal.

Estudio de una reacción de condensación.

En esta experiencia vamos a sintetizar un polímero muy utilizado industrialmente, como es el nylon 6,10. Como curiosidad diremos que NYLON es el acrónimo de New York-London. Para ello haremos reaccionar una diamina con un derivado de ácido carboxílico para formar la agrupación amida característica de estas poliamidas. En este caso, las interacciones por puente de hidrógeno entre los grupos NH de la amida y las agrupaciones carbonílicas de cadenas vecinas aportan a dicho material las propiedades que lo caracterizan.



Ecuación química:

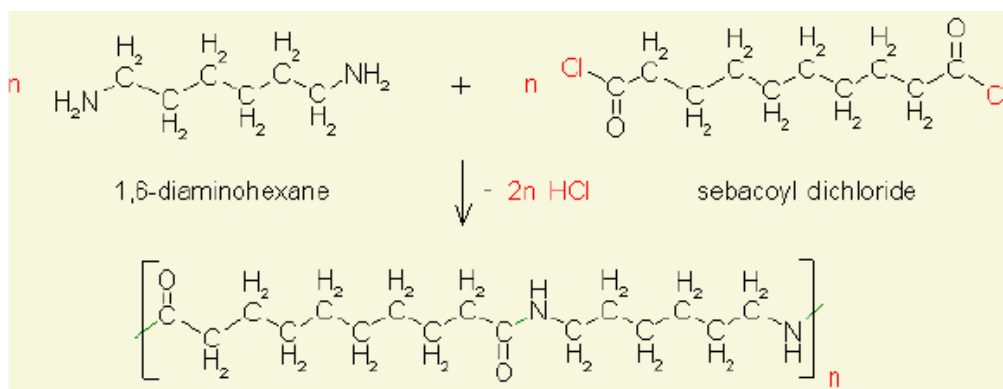


Figura: Nylon 6,10

PREGUNTAS PREVIAS

- Si en vez de añadir una diamina, utilizásemos una monoamina (1-hexilamina), ¿qué crees que obtendríamos? ¿Sería un polímero?
- En la reacción química expuesta en la ecuación de arriba, ¿qué otro producto se forma? (Una pista: el hidróxido de sodio lo neutraliza).

Material	Reactivos
Pinzas	Na ₂ CO ₃ ·10H ₂ O (5g de Na ₂ CO ₃ ·10H ₂ O/ 100 mL agua)
Probeta de plástico o algo similar para enrollar el hilo	Cloruro de sebacoilo (10g en 100 mL de hexano).
Vaso de precipitados de 20 mL	1,6-hexametilendiamina, 1,6-diaminohexano (4g de 1,6-diaminohexano se disuelven en 100 mL de Na ₂ CO ₃ acuoso)
	Hexano
	Fenolftaleína

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Aviso: Se trabajará en vitrina, con gafas y guantes

1. Se vierten 2 mL de una disolución de hexametildiamina en un vaso de precipitados de 20 mL perfectamente limpio.



2. Se añaden 2 gotas de fenolftaleína.



A partir de este momento el vaso se dejará en reposo y sin moverlo.

Se toman, con una pipeta de plástico, 2 mL de la disolución de cloruro de sebacoilol y se **vierten lentamente, por la pared del vaso**, sobre la disolución de hexametildiamina.



Se formarán dos capas e inmediatamente aparecerá una película de polímero en la interfase. Con ayuda de unas pinzas, se despegan suavemente los hilos de polímero de las paredes del vaso de precipitados.



Se junta la masa en el centro del vaso y se levanta lentamente la pinza de manera que la poliamida vaya formándose continuamente y se obtenga un hilo de gran longitud que se enrollará alrededor de la probeta de plástico. El hilo puede romperse si se estira con demasiada rapidez, pero será muy grueso si se va muy lento, es por tanto que la persona más "hábil" conseguirá el hilo más largo.



Una vez finalizado el proceso, la probeta con el hilo enrollado se lava bajo el grifo para eliminar los restos de disolvente y el nylon obtenido se desenrolla sobre la bancada para medir su longitud.

La disolución que ha sobrado en el vaso se depositará en el recipiente de residuos para disolventes halogenados. El vaso se lavará con agua y jabón, frotando con el estropajo para eliminar posibles restos de nylon sobre las paredes.

OBSERVACIONES EXPERIMENTALES Y CUESTIONES.

- ¿Por qué hay que lavar varias veces con agua el polímero antes de secarlo?
- ¿Por qué hay que adicionar lentamente y por la pared del vaso la disolución de cloruro de sebacoilo?
- ¿Por qué se forman dos capas? ¿Qué hay en cada una de ellas? ¿Qué ocurre en la interfase?

BIBLIOGRAFIA

- Horta, A., Sánchez, C.; Pérez, A.; Fernández, I., *Los Plásticos más usados*. UNED, 2000. Madrid
- Primo Yúfera E. *Química Orgánica Básica. De la molécula a la Industria*. Ed Reverté. 1995.
- Vollhardt, K.P. Schore N.S. *Química Orgánica. Estructura y Función*. Tercera Ed. Omega, Barcelona, 2000.
- Areizaga, J.; Cotázar M.M.; Elorza, J.M.; Iruin, J.J., *Polímeros*, Ed Síntesis. 2002.
- http://mmedia.uv.es/buildhtml?lang=es_ES&user=tclement&name=nylon.mp4&path=/BACHILLER/&id=8034&auth=DT257VUITH