

LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA I

(QUADERNILLO ORIGINAL)

2º Curso

GRADO EN QUÍMICA

MÓDULO 36455
Curso 2018-19

OBJETIVOS Generales

1. Instruir al alumno en la preparación, desarrollo y registro del trabajo experimental en Química Orgánica llevando a cabo:

a) Estudio y manipulación de los compuestos de carbono: Dominio de las técnicas básicas del laboratorio de Química Orgánica: Separación, purificación, caracterización de compuestos orgánicos.

b) Estructura y reactividad de los compuestos orgánicos: Síntesis, aislamiento, purificación y caracterización de los compuestos orgánicos obtenidos de las mezclas de reacción.

2. Desarrollar la capacidad del alumno para analizar los resultados obtenidos, extraer conclusiones y potenciar el espíritu crítico necesario en cualquier actividad científica.

3. Potenciar las habilidades del alumno para el trabajo en equipo.

4. Fomentar la expresión tanto oral como escrita.

OBJETIVOS Particulares del Laboratorio de Química Orgánica I

En los laboratorios de Química Orgánica, tan importante es el conocimiento de la reactividad de los compuestos orgánicos, con el que es posible postular los productos que se van a formar en una reacción concreta, como el dominio de las técnicas experimentales necesarias para la preparación de las reacciones, aislamiento de los productos de reacción y purificación de los mismos. Siendo imprescindible, por tanto, un conocimiento de las características físicas de los productos que estamos manipulando. En general los trabajos que se desarrollan en los laboratorios se pueden clasificar en dos grupos principales: aquellas operaciones y dispositivos para llevar a cabo las reacciones y las técnicas de separación, aislamiento y purificación de los compuestos de las mezclas de reacción. Con esta filosofía se ha organizado el presente módulo.

En un primer lugar estudiaremos las técnicas para la manipulación de las mezclas, con una mezcla problema desconocida, y posterior purificación de los componentes de la misma, complementando lo estudiado en el Laboratorio de Química I, mientras que en la segunda parte del curso abordaremos ejemplos concretos de Síntesis en Química Orgánica, montando dispositivos y aplicando las técnicas ya conocidas o nuevas.

Esta forma de presentar el curso tiene la ventaja de que permite al estudiante familiarizarse con las técnicas principales, sin asociarlas a ejemplos concretos, lo que le proporciona una visión más general de las posibilidades de las mismas. Lo que se pretende con este primer apartado es que el

estudiante conozca, practique y domine las principales técnicas de separación, aislamiento y purificación de los compuestos orgánicos que son las técnicas que se emplean habitualmente en todos los laboratorios de Química Orgánica. Estas operaciones, en realidad son manipulaciones físicas que nos permiten “llevar los productos orgánicos de un sitio a otro” según nuestra conveniencia, son diversas según sea la naturaleza de los sustratos que estemos utilizando. Con el correcto adiestramiento, el estudiante conseguirá ante una reacción, un problema o dificultad inesperada, saber qué hacer en cada momento para manipular los compuestos correctamente.

PROGRAMA

Sesión		
1	Introducción al Laboratorio de Química Orgánica	Presentación del curso: -El laboratorio de química orgánica -Cuadernillo de laboratorio
2,3,4	Técnicas	Separación de mezclas: -Separación y análisis de la separación. Cromatografía de capa fina -Purificación de compuestos orgánicos I. Cristalización -Purificación de compuestos orgánicos II. Destilación
5,6	Aislamiento	Aislamiento de la cafeína de distintas fuentes: -Separación de la cafeína de la Cafiaspirina -Aislamiento de la cafeína de distintas fuentes (té, Coca-Cola, café soluble...) -Comparación cualitativa con la cafeína extraída de las diferentes fuentes.
7	Síntesis 1	Saponificación de un triglicérido: -Obtención de Jabones. -Ensayos de jabones
8	Síntesis 2	Reacciones de sustitución nucleofílica y eliminación: -Obtención de cloruro de terbutilo
9	Síntesis 3	Reacciones de sustitución electrofílica aromática: -Obtención de un colorante azoico -Ensayos de tinción de tejidos.
10	Finalización del Laboratorio	-Conclusiones finales -Exámenes (prácticos/teóricos)

Las sesiones prácticas se llevaran a cabo en el LABORATORIO DE QUIMICA ORGÁNICA
(FACULTAD DE QUÍMICA. BLOQUE F Planta baja)

INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA

En este apartado vamos a hacer un planteamiento general de lo que va a ser el presente curso. En una sesión de cuatro horas y media, abordaremos los aspectos principales del trabajo en el laboratorio de Química Orgánica, como son las medidas de seguridad, la correcta manipulación de los compuestos orgánicos así como el material y demás utensilios del laboratorio. Nos situaremos en el laboratorio y estableceremos los criterios de trabajo y evaluación del curso.

- a) **El laboratorio de Química Orgánica.** Química Orgánica Aplicada. Objetivos y limitaciones del trabajo experimental. Diferencias con otros laboratorios. El espacio y su uso.
- b) **Seguridad en el Laboratorio.** **Normas de Seguridad** y su cumplimiento. Localizar en el plano las salidas de emergencia, extintores, lavaojos etc. Utilización de mantas, extintores etc. Etiquetado y almacenado. Almacenado y destrucción de residuos.
- c) **Funcionamiento:** Asistencia. Normas de comportamiento. Preparación de la práctica (**Cuaderno de laboratorio**). Trabajo individual y el trabajo en equipo. Realización opcional. Asignación de Tareas. **Evaluación.**
- d) **Material:**
1. Material por puesto de trabajo.
Recuento. Limpieza y secado.
 2. Material común. Localización y utilización (baños, placas calefactores, rotavapores etc.).
 3. Material adicional fijo: papel de aluminio; gomas elásticas; papel de pH, algodón, rotulador vidrio; papel de filtro etc. Localización y utilización.
 4. Material adicional para prácticas concretas. Localización y utilización.
 5. Manejo y seguridad. Operaciones a vacío o presión.
 6. Material roto.
- Posible ejercicio a llevar a cabo en el laboratorio:* Calculo de costes: uso de catálogos, nombres en ingles.
- e) **Reactivos (producto de partida, sustrato), Disolventes y Productos (productos finales)**
1. Características físicas, químicas y seguridad. (Fichas de los productos)
 2. Información en el etiquetado.
 3. Manipulación de sólidos y líquidos.
 3. Secado, etiquetado (Grupo, Puesto de trabajo y Contenido) y almacenado de muestras.
 4. Residuos.
- g) **El trabajo experimental en marcha.** Como aprovechar eficientemente el tiempo. ¿Cuándo se puede parar? ¿Dónde está el producto? Reacciones exotérmicas y endotérmicas. Seguridad: ¿Que hacer si?

NORMAS DE SEGURIDAD

Las siguientes normas son de obligado y estricto cumplimiento y por tanto deben ser seguidas en todo momento por el alumno. EL INCUMPLIMIENTO DE CUALQUIERA DE ESTAS NORMAS PUEDE IMPLICAR LA EXPULSION DEL ALUMNO DEL LABORATORIO

- 1) Al entrar por primera vez en el laboratorio deben **localizarse las Salidas de Emergencia, Duchas de Emergencia, Lavaojos, Extintores y manta ignífuga.**
- 2) **Antes de la realización** de la práctica el estudiante debe conocer las características y peligrosidad de los compuestos a utilizar, así como de los compuestos que pueden formarse durante el experimento.
- 3) Queda terminantemente **prohibido fumar o consumir alimentos** en el laboratorio.
- 4) La **bata y las gafas de seguridad deberán usarse en todo momento** durante la estancia en el laboratorio. Las **lentes de contacto** pueden resultar muy peligrosas en caso de salpicaduras accidentales a los ojos. Por tanto deben usarse gafas graduadas y gafas de seguridad adecuadas.
- 5) Los **guantes** deberán usarse siempre durante la manipulación de productos o material que los contenga. Con objeto de evitar contaminaciones **no se debe salir del laboratorio con los guantes puestos.**
- 6) Debe revisarse el material de vidrio para **comprobar posibles fisuras**, especialmente antes de su uso a vacío o a presión.
- 7) **Los frascos de reactivos y disolventes deben cerrarse inmediatamente después de su uso.** Hay que **evitar la inhalación** de vapores tanto de sólidos como de líquidos así como de partículas sólidas. Si algún producto desprende vapores tóxicos, debe manejarse en vitrina.
- 8) **Si algún líquido o sólido se derrama** se deberá limpiar inmediatamente de la forma adecuada. En caso de **rotura de termómetros**, avisar a la profesora para eliminar el mercurio.
- 9) 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.
- 10) Los residuos o material desechable deben separarse de la siguientes manera:
 - a) **Disolventes orgánicos:** se verterán en los bidones correspondientes teniendo en cuenta que se deben separar según su composición en **clorados** (p.ej. CHCl_3 y CH_2Cl_2) y **no clorados**. En el caso de mezclas de clorados y no clorados verter la mezcla en el bidón de clorados.
 - b) **Residuos sólidos:** en las papeleras, *nunca en las pilas*.
 - c) **Material de vidrio roto y capilares** en los recipientes habilitados para ello. En caso de rotura de un termómetro se comunicará a los profesores para eliminar el mercurio.
 - d) **Disoluciones de metales pesados:** en los bidones disponibles a tal fin.
- 11) Es necesario **mantener perfectamente limpio y seco el puesto de trabajo y el material a utilizar** dado que se usa material eléctrico. La **manipulación** de cualquier elemento de dicho material deberá hacerse con el aparato en cuestión desconectado de la red.
- 12) En las calefacciones con manta calefactora o agitador se debe utilizar **un gato o taco de madera** debajo de la misma para poder retirarlo y enfriar rápidamente en caso necesario.
- 13) **Los disolventes orgánicos no deben calentarse nunca directamente** sino por medio de baños de agua y se deben manipular siempre en matraces erlenmeyer o tubos de ensayo, **NUNCA EN VASOS DE PRECIPITADOS.**
- 14) **No deberán manipularse jamás productos o disolventes inflamables en la proximidad de mantas y placas calefactoras que no estén a temperatura ambiente.** No utilizar los reguladores eléctricos a más de media potencia sin consultar con la profesora.
- 15) **No tener jamás en marcha mantas o placas calefactoras en vacío**, es decir, sin un recipiente (vaso, matraz, etc.) al que calentar.

- 16) En los **montajes de reflujo y destilaciones** deberá añadirse el **germen de ebullición** (“plato poroso”) en frío. Antes de comenzar la calefacción, deberá **verificarse que el montaje**, particularmente que las juntas esmeriladas, estén bien ajustadas.
- 17) **¡¡No abandonar jamás el puesto de trabajo mientras se esté llevando a cabo alguna reacción o destilación!!**

CUADERNO DE LABORATORIO

Deberá estar en posesión del alumno durante toda su estancia en el laboratorio, siempre puesto al día y:

1. Se redactara a mano con letra clara y presentación ordenada, en cuadernos de espiral, anillas o similares, *nunca hojas sueltas*. Es conveniente dejar espacios en blanco al final de los distintos apartados para poder incluir anotaciones o aclaraciones posteriores.
2. Los procedimientos experimentales, así como los montajes o tablas de la bibliografía pueden incluirse fotocopiados.
3. Si se desea se pueden separar en bloques las técnicas de laboratorio, las características de los productos y las prácticas de síntesis, organizado de forma que el alumno debe poder localizar rápidamente la información deseada.

¿CÓMO DEBE PREPARARSE-CUMPLIMENTARSE?

Se seguirá el siguiente esquema en apartados perfectamente diferenciados:

1. **Introducción y objetivos:** Objetivos de la práctica. En caso de ser una síntesis: Información teórica sobre el tipo de reacción a llevar a cabo, alternativas, mecanismo de reacción comentado, posibles reacciones secundarias, utilidad del producto etc.
2. **Procedimiento experimental:** para llevar a cabo la práctica.
3. **Notas al procedimiento experimental:**
 - a) **Nuevas técnicas empleadas**
 - a) **Material necesario** (ver lista de material disponible)
 - b) **Datos de reactivos, disolventes y productos** (Ficha del producto). En caso de ser una síntesis: **Relación molar entre sustrato/s** (producto que se desea transformar) y **reactivo/s** a utilizar según en el procedimiento experimental
 - c) **Notas adicionales:** Precauciones especiales, operaciones en vitrina, partes del proceso experimental con material seco. Conviene numerarlas y localizarlas con un supraíndice en el punto adecuado del procedimiento experimental.
4. **Esquema de separación:** diagrama de flujo con fórmulas semidesarrolladas en el que se indique la composición probable al finalizar cada operación hasta la obtención del producto final. (No confundir con el esquema de trabajo para uso en el laboratorio)
5. **Observaciones experimentales.** Escritas ordenadamente y separadas en párrafos cuando se refieren a distintos puntos del desarrollo experimental.
6. **Resultados: Solamente el compuestos objetivo**, si no se indica lo contrario, nombre, fórmula semidesarrollada, cantidad obtenida, rendimiento y características del producto/s obtenido/s (p.f., p. eb., análisis cromatográfico)
7. **Ejercicios y cuestiones propuestos en el cuadernillo o por el profesor**
8. **Comentarios y conclusiones.**

Los **apartados 1-4** deberán estar preparados completamente por el alumno antes de cada sesión. Los apartados **5-8** son los únicos que se desarrollarán durante la sesión práctica.

EVALUACIÓN

Se considerarán los siguientes apartados:

A) PARTICIPACIÓN EN SEMINARIOS, TRABAJO DE LABORATORIO Y RESULTADOS (50%)

Se tendrá en cuenta la observación de las normas de seguridad, la actitud, la preparación, el trabajo en el laboratorio y los resultados obtenidos. Para ello hay que tener en cuenta las siguientes normas generales:

El alumno deberá **conocer y respetar las normas generales y de seguridad** indicadas en el cuadernillo para el trabajo en el laboratorio, y deberá ir provisto **obligatoriamente** de: Bata, Gafas de seguridad, Guantes de goma, Espátula o cucharilla, Lápiz y Calculadora.

Las sesiones no se recuperan, por lo que las faltas de asistencia y puntualidad deberán ser debidamente justificadas. **Es condición indispensable para comenzar una sesión que el alumno este en posesión del cuaderno de laboratorio debidamente cumplimentado.** Los cuadernos podrán ser revisados por los profesores durante la sesión de prácticas y/o se deberá contestar con el cuaderno a algunas cuestiones planteadas por los profesores.

Al principio de cada sesión habrá un seminario, en el mismo algún estudiante realizará una exposición sobre la práctica a realizar (10%).

Durante la sesión de prácticas, y si el proceso experimental lo permite, habrá seminarios para comentar algún aspecto particular de la experiencia o relacionado con la misma. Se comentarán resultados y observaciones en grupos.

Tanto al comienzo de la sesión de prácticas como al finalizar se deberán llevar a cabo las **tareas generales** asignadas para el buen funcionamiento del laboratorio y se efectuará un **recuento del material por puesto de trabajo**, dejando el material en exceso en el lugar indicado a tal fin. En caso de faltar material se comprobará en primer lugar si éste está entre el material sobrante y en caso contrario se solicitará a los profesores.

Al final de cada sesión práctica:

1. Se llevará a cabo la limpieza y ordenación del puesto de trabajo.
2. En el momento en que estén disponibles se entregarán los resultados a los profesores así como los productos obtenidos debidamente envasados y etiquetados.

La falta a más de dos sesiones de prácticas supondrá la pérdida de la calificación correspondiente al Trabajo de Laboratorio y Resultados.

B) EXAMENES (50%): podrán ser prácticos y/o de cuestiones relacionadas con las prácticas (será necesario obtener una nota mínima de 4 puntos sobre 10) para mediar con el apartado A.

BIBLIOGRAFÍA

A) Características de los compuestos (datos físicos, químicos, seguridad etc.) se deben consultar y resumir dado que es información relevante para el trabajo:

1a. Chemical Safety Cards (versión en español) del Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (Ministerio de Trabajo y Asuntos Sociales) que se encuentra disponibles en la dirección <http://www.mtas.es/Insht/riskquim/index.htm> (Buscamos Documentación y dentro de este apartado, buscamos Fichas Internacionales de Seguridad Química)

1b. <http://www.chemnetbase.com/> Base de datos de productos orgánicos

2. INDEX MERCK en su edición en papel o en la dirección

<https://themerckindex.cambridgesoft.com>

Se puede encontrar información adicional en el "HANDBOOK OF CHEMISTRY AND PHYSICS".

Se puede incluir información adicional de otras fuentes si se desea.

B) Introducción y Técnicas de Laboratorio: la mayoría de los libros de experimentación en Química Orgánica incluyen importantes apartados sobre estos aspectos, pero con vistas a unificar criterios tomaremos como base, se sugiere que cada estudiante disponga del suyo:

3. "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA" M^a A. Martínez Grau y A. G. Csáky. Ed. Síntesis.

C) Bibliografía general: Los libros que se relacionan a continuación contienen, además de las técnicas básicas, la descripción de las prácticas a realizar u otras muy relacionadas. Los aspectos teóricos de las prácticas de síntesis pueden encontrarse en los libros de teoría de Química Orgánica.

4. "CURSO PRACTICO DE QUÍMICA ORGÁNICA".R. Brewster, C.A. Vanderwert y W.E. McEwen. Ed. Alhambra (1982).
5. "QUÍMICA ORGÁNICA EXPERIMENTAL".H.D. Durst y G.W. Gokel, Ed. Reverté (1985).
6. "QUÍMICA ORGÁNICA EXPERIMENTAL".D.L. Pavia, G.M. Lampman y G.S. Kriz Jr., Ed. Eunibar.
7. "INTRODUCTION TO ORGANIC LABORATORY TECHNIQUES".D.L. Pavia, G.M. Lampman and G.S. Kriz Jr., Ed. Sanders Company (1976).
8. "NATURAL PRODUCTS".R. Ikan, Ed. Academic Press. 2^a Edición (1991).
9. "VOGEL´s TEXTBOOK OF PRACTICAL ORGANIC CHEMISTRY".B.S. Furniss, A.J. Hannaford, P.W.G. Smith, A.R. Tatchell, Ed. Longman (1989).
10. "LABORATORY EXPERIMENTS IN ORGANIC CHEMISTRY".J.R. Morig and D.C. Neckers, Ed. Wadsworth Publishing Company (1979).
11. "EXPERIMENTAL ORGANIC CHEMISTRY".L.M.Harwood and C.J. Moody, Ed. Blackwell Sci. Publ. (1989).
12. "EXPERIMENTAL ORGANIC CHEMISTRY". D.R. Palleros. John Wiley and Sons (2000)
13. a) "Oxidation of Cyclohexanol to Cyclohexanone by Sodium Hypochlorite" N.M. Zuczek y P.S. Furth, *Journal of Chemical Education* 58, 824, 1981; b) R.V. Stevens, K.T. Chapman y H. N. Weller, *Journal of Organic Chemistry*, 45, 2030, 1980.

LISTA DE MATERIAL POR PUESTO DE TRABAJO

EL MATERIAL DEBE GUARDARSE EN EL SITIO ASIGNADO:

-Cajón para vidrio (C/VI)

-Cajón para material diverso (C/D)

-Taquilla para vidrio (T/VI)

-Taquilla para material diverso (T/D).

MATERIAL DE VIDRIO	n°	Buscar en catálogo Aldrich	pág	ref.	Precio
C/VI Matraz de fondo redondo 100 mL (14/23)	1	Flasks (Round-bottom)			
C/VI Cabeza de destilación + rosca	1+1	Distillation (Heads)			
C/VI Refrigerante (14/23)	1	Condensers			
C/VI Colector acodado	1	Adapters			
C/VI Termómetro	1	Temperature			
C/VI Varilla de vidrio	1				
C/VI Pipeta Pasteur + chupetin	2				
C/VI Vidrio de reloj	1	Dishes (Watch glasses)			
T/VI Embudo de decantación + Tapon	1+1	Funnels (Separatory)			
T/VI Erlenmeyer 100 mL	2	Flasks (Flat-bottom)			
T/VI Erlenmeyer 250 mL	1	Flasks (Flat bottom)			
T/VI Vaso de precipitados 100 mL	1	Beakers			
T/VI Vaso de precipitados 200 ó 300 mL	1	Beakers			
T/VI Embudo conico	1	Funnels (Conical)			
T/VI Kitasatos	1	Flasks (Filtration)			

**MATERIAL DE
POLIPROPILENO(PP)**

			pag	ref.	Precio
T/VI	Erlenmeyer 250 mL	1			
T/VI	Vaso de precipitados 250 mL	1			
T/VI	Embudo de solidos	1			
T/VI	Embudo Büchner (de ceramica o PP)	1			

MATERIAL DIVERSO

T/D	Aro de corcho	1			
C/D	Soporte metálico	1			
C/D	Pinza metálica + nuez	3+3			
C/D	Aro + nuez	1			
C/D	Clips metálicos pequeños	2			
C/D	Clip metálico grande	1			
C/D	Taco de madera	--			
T/D	Manta calefactora 100 mL	1			
T/D	Manta calefactora 250 mL	1			
T/D	Regulador de potencia para mantas	1			
T/D	Agitador magnético	1			

TÉCNICAS : *Separación y purificación de mezclas. Caracterización de compuestos*

Objetivos: Separación de una mezcla ternaria desconocida (Ácido + Base + Neutro), como caso hipotético extremo de una mezcla de reacción, con el objetivo de describir las **principales técnicas** que se emplean habitualmente en los laboratorios de Química Orgánica para la **separación** de los diferentes tipos de mezclas orgánicas. Estas mezclas pueden ser tanto **heterogéneas** como **homogéneas**. Dentro del primer caso nos referimos a mezclas de líquidos inmiscibles entre sí (extracción) o mezclas de sólidos y líquidos (filtración); mientras que en el segundo caso abordaremos la separación de los componentes de una disolución (destilación).

Los compuestos orgánicos, una vez aislados, deben caracterizarse para disponer de una correcta descripción de los mismos, independientemente de que el compuesto sea nuevo o ya se encontrara descrito en la bibliografía. Para su correcta caracterización, mediante el uso de técnicas que vamos a estudiar ahora y otras que se quedan fuera del ámbito de este curso, como es la Resonancia Magnética Nuclear, es necesario proceder a su purificación. Esto es importante, sobre todo cuando se describen nuevos productos que deben ser incluidos en la literatura. Los productos aislados según los procesos que hemos estudiado puede que no estén completamente puros, por tanto, debemos proceder a su purificación que obviamente, seguirán procedimientos distintos según sea la naturaleza del sustrato (sólido o líquido). Procederemos posteriormente a la identificación de los mismos.

Bibliografía: “TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA”

Capítulo 6: *Extracción y Lavado*. Apartados 6.1, 6.2, 6.3, 6.4, 6.5, 6.6, 6.7.

Capítulo 7: *Secado y filtración*. Apartados 7.1, 7.2, 7.3 (7.3.1, 7.3.2, 7.3.3, 7.3.4).

Capitulo 2: *Material Lab*. Apartado 2.3.5.; Capítulo 6: Apartado 6.8: *Uso del rotavapor*

Las mezclas que utilizaremos estarán constituidas por tres productos (un compuesto ácido, uno básico y un tercero neutro) de la tabla siguiente, por lo que se debe disponer de los datos de todos ellos antes del trabajo experimental. Se sugiere trabajar en equipo, distribución y organización del trabajo.

Tabla 1: Productos que podrán constituir las mezclas ternarias

Ac. bencílico	Alcohol bencílico	Cumeno	<i>m</i> -Nitroanilina
Ac. benzóico	Bencilo	Dibenzalacetona	<i>p</i> -Nitroanilina
Ac. 3-metilbenzóico	Benzimidazol	Fenantreno	<i>o</i> -Nitroanilina
Ac. salicílico	Benzoína	Naftaleno	Tetrahidrocarbazol
Ac. sebácico	<i>p</i> -Cloronitrobencono		

La búsqueda bibliográfica se completará con los datos sobre los disolventes más comunes en los laboratorios de prácticas, que son los que se incluyen en la siguiente tabla. En esta primera técnica vamos a emplear **acetato de etilo**, pero más adelante se utilizarán todos los demás.

Tabla 2: Disolventes orgánicos más corrientes en los Laboratorios

Acetato de etilo	Diclorometano	Etanol	Hexano
Eter etílico	Acetona	Metanol	Tolueno

Técnica: *Extracción líquido-líquido: Separación de una mezcla heterogénea líquido-líquido*

La técnica está basada en la diferente distribución de los productos de una mezcla de reacción en disolventes de diferente naturaleza. Aprovechando la inmiscibilidad¹ del agua con algunos disolventes orgánicos y los procesos reversibles ácido-base, distribuiremos los compuestos de una mezcla hipotética de reacción en cada una de las fases, según nos convenga (Esquema 1 en anexo).

Inevitablemente en una situación real los productos pueden distribuirse en las distintas fases (Esquema 2 en anexo). Además, al hacer uso de los procesos ácido-base, que son reacciones en equilibrio pueden coexistir las formas neutras y protonadas de los sustratos ácido y básico. Esto origina que en el esquema de separación real aparezcan en cada una de las fases (orgánicas o acuosas) pequeñas cantidades de componentes que proceden de la fase con la que ha estado en contacto. Para minimizar esto se procede repitiendo algunos pasos según se muestra, como ejemplo en el Esquema 3 en anexo.

Procedimiento experimental

Procedimiento general² para la separación de los productos: la mezcla desconocida³ se disuelve en 40 mL de acetato de etilo, se separan unas gotas en un vial que se rotula adecuadamente y se reservan para la realización de una cromatografía de capa fina (**CCF-1**). La disolución restante se pasa, con ayuda de un embudo cónico a un embudo de decantación. Con unos 20 mL adicionales de acetato de etilo se lava el recipiente que contenía la muestra y el utilizado para preparar la

¹ En el anexo se incluye tabla de miscibilidades de disolventes orgánicos

² Este procedimiento general es el que se utiliza habitualmente para la separación de componentes orgánicos de cualquier mezcla de reacción adaptándolos a las características de las mismas.

³ Las cantidades que se han utilizado para la preparación de las muestras son 2 g si son sólidos y 7 mL si son líquidos.

disolución y se pasan también al embudo de decantación.

La disolución orgánica anterior se **extrae** con unos 20 ml de HCl 10% acuoso y se **decanta** para separar las fase orgánica y la acuosa. La fase acuosa se deja en un recipiente adecuado y la fase orgánica se vuelve a extraer dos veces más (repetir el proceso anterior) con unos 20 ml de HCl 10% acuoso. Las tres porciones acuosas se reúnen (**fase acuosa ácida**) y se guardan (contienen fundamentalmente el **compuesto básico** en forma de clorhidrato).

Guardamos unas gotas de la fase orgánica que nos queda en un vial para la realización de una CCF (**CCF-2**) y el resto de la fase orgánica se **extrae**, de forma similar a la realizada anteriormente, con una disolución 10% de Na₂CO₃ (3 x 20 mL aproximadamente). Las fases acuosas reunidas (**fase acuosa básica**) contienen fundamentalmente el **compuesto ácido** en forma de sal sódica.

La disolución orgánica restante (**fase orgánica final**) contiene fundamentalmente el **compuesto neutro**. Guardamos unas gotas de esta fase orgánica en un vial para la realización de una CCF (**CCF-3**).

Análisis cromatográfico del resultado de la separación: Se compararán por cromatografía de capa fina (CCF) las tres fases orgánicas (CCF-1, CCF-2, CCF-3). Comentar los resultados (ver CCF en anexo).

Nota: Eluyente: Hexano: Acetato de Etilo, 7:3

Técnica: Cromatografía de capa fina

La cromatografía es una técnica indispensable en los laboratorios de Química Orgánica tanto en su vertiente analítica como en su potencial para la separación de mezclas. En esta primera toma de contacto con la misma abordaremos el aspecto analítico como medio para visualizar el proceso de separación.

Llegados a este punto se procede al tratamiento adecuado de cada una de las **FASES** para separar y purificar cada uno de los productos ácido, básico y neutro (Nota: se puede proceder con cada una de las fases en el orden que se considere más oportuno).

Aislamiento del compuesto ácido: La **fase acuosa básica** se enfría en un baño de agua-hielo y se acidifica con HCl concentrado (gota a gota y con agitación) hasta pH fuertemente ácido (*calcular la cantidad necesaria de HCl para neutralizar*). El compuesto ácido precipitará.⁴ Se recoge por **filtración a vacío** en Büchner, se lava con agua dos o tres veces y se deja secar. Una vez

⁴En caso de no precipitar: entonces se **extrae** de la forma adecuada con acetato de etilo (unas tres veces). Las fases orgánicas reunidas se lavan con salmuera, se secan sobre Na₂SO₄ anhidro o MgSO₄ anhidro y se filtran a gravedad. Trasvasar unas gotas a un vial para CCF (**CCF-4**). Se lleva el líquido al rotavapor y se recoge y pesa el residuo.

Este procedimiento es el más habitual independientemente de que el producto sea un sólido. En caso de ser sólido, se procede a su cristalización.

seco, pesar y calcular el rendimiento de producto bruto. Trasvasar unos cristales a un vial para CCF (CCF-4). El resto de producto se **crystaliza**, se **filtra** y **lava**. Una vez seco, pesar, calcular el rendimiento de producto cristalizado y realizar un **punto de fusión**. Trasvasar unos cristales a un vial para CCF (CCF-5).

Nota: se puede cristalizar de agua

Aislamiento del compuesto básico: La **fase acuosa ácida** se enfría en un baño de agua-hielo y se basifica con NH_3 aq concentrado (gota a gota y con agitación) hasta pH básico ácido (*calcular la cantidad necesaria de NH_3 para neutralizar*). Puede utilizarse también Na_2CO_3 sólido para basificar (precaución con el CO_2 liberado). El compuesto básico precipitará.⁵ Se recoge por **filtración a vacío** en Büchner, se lava con agua dos o tres veces y se deja secar. Una vez seco, pesar y calcular el rendimiento de producto bruto. Trasvasar unos cristales a un vial para CCF (CCF-6). El resto de producto se **crystaliza**, se **filtra** y **lava**. Una vez seco, pesar, calcular el rendimiento de producto cristalizado y realizar un **punto de fusión**. Trasvasar unos cristales a un vial para CCF (CCF-7).

Nota: se puede cristalizar de acetato de etilo o de etanol-agua

Aislamiento del producto neutro: La **fase orgánica final** se lava un par de veces con salmuera (disolución saturada de NaCl en agua; aproximadamente 15 mL por porción) hasta pH neutro y se trasvasa a un matraz erlenmeyer seco para su secado sobre Na_2SO_4 anhidro o MgSO_4 anhidro. La disolución orgánica se **filtra a gravedad**. Observar la diferencia entre filtración: *por gravedad o a vacío*.

Como el compuesto neutro es líquido⁶ se procede a purificar mediante una **destilación simple**.

Mezclas binarias

ESTE PROCEDIMIENTO GENERAL SE PUEDE ADAPTAR SI LA MEZCLA CONTIENE DOS COMPONENTES⁷:

-ácido+neutro: se suprime el tratamiento con ácido clorhídrico.

-base+neutro: se suprime el tratamiento con NaOH o con Na_2CO_3 .

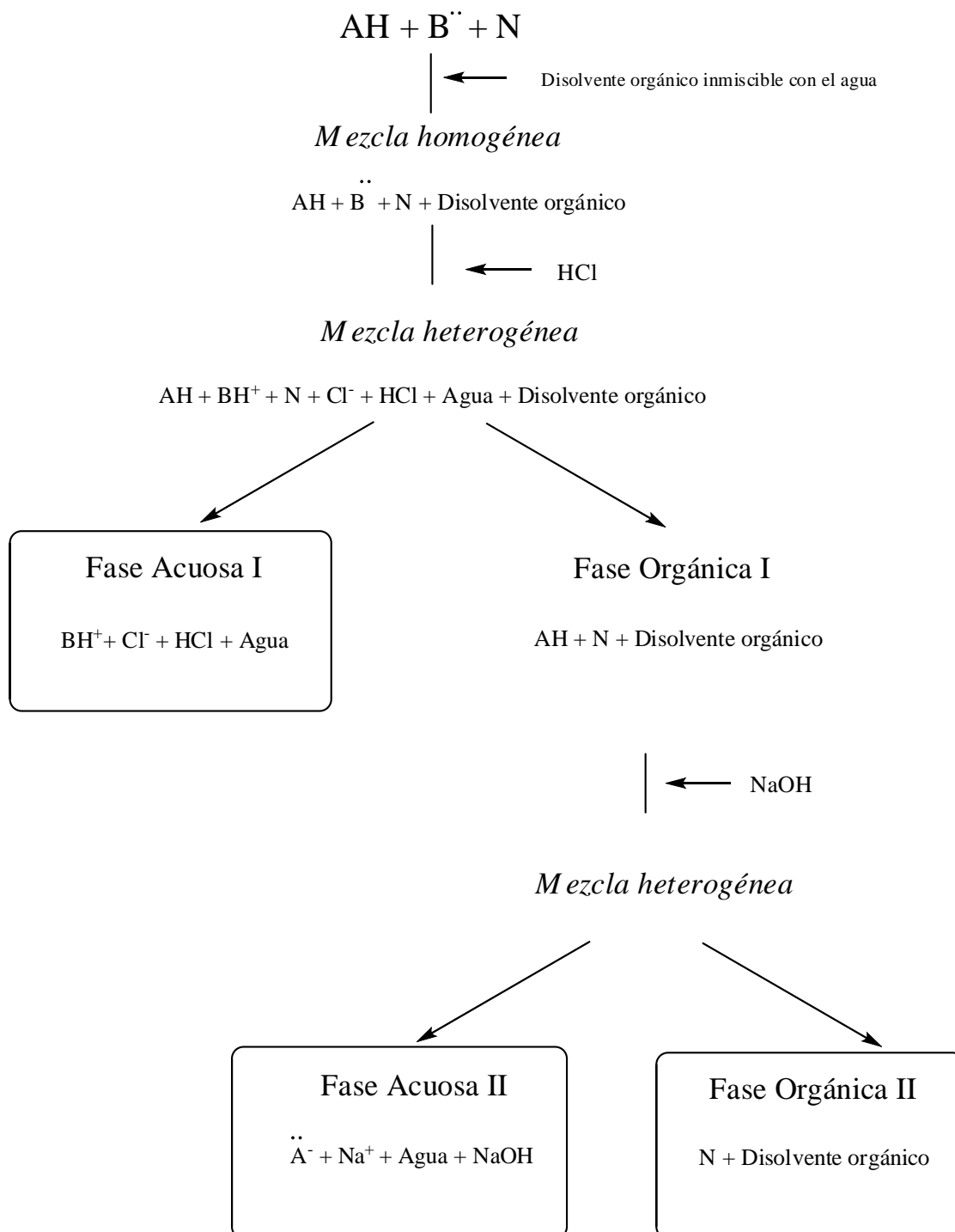
-ácido+base: puede extraerse el ácido con NaOH o la base con HCl , el otro componente quedaría en la fase orgánica.

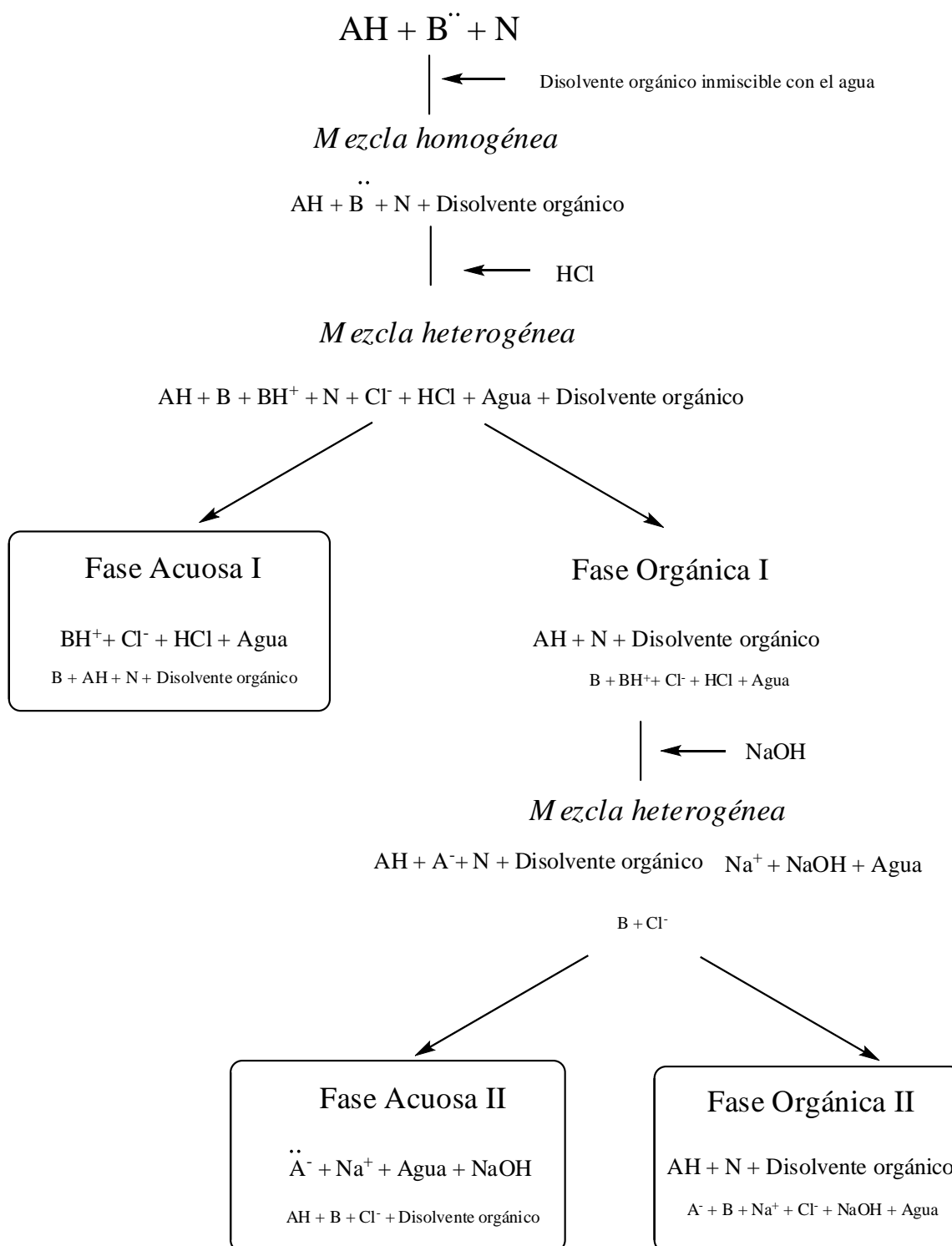
⁵En caso de no precipitar proceder de manera similar a lo indicado en la nota 4. Antes de concentrar en el rotavapor, trasvasar unas gotas a un vial para CCF (CCF-6).

⁶ Si el compuesto fuera **sólido**: se filtra a un matraz de fondo y se recoge el residuo por eliminación del disolvente en rotavapor. Se puede proceder a su purificación por cristalización.

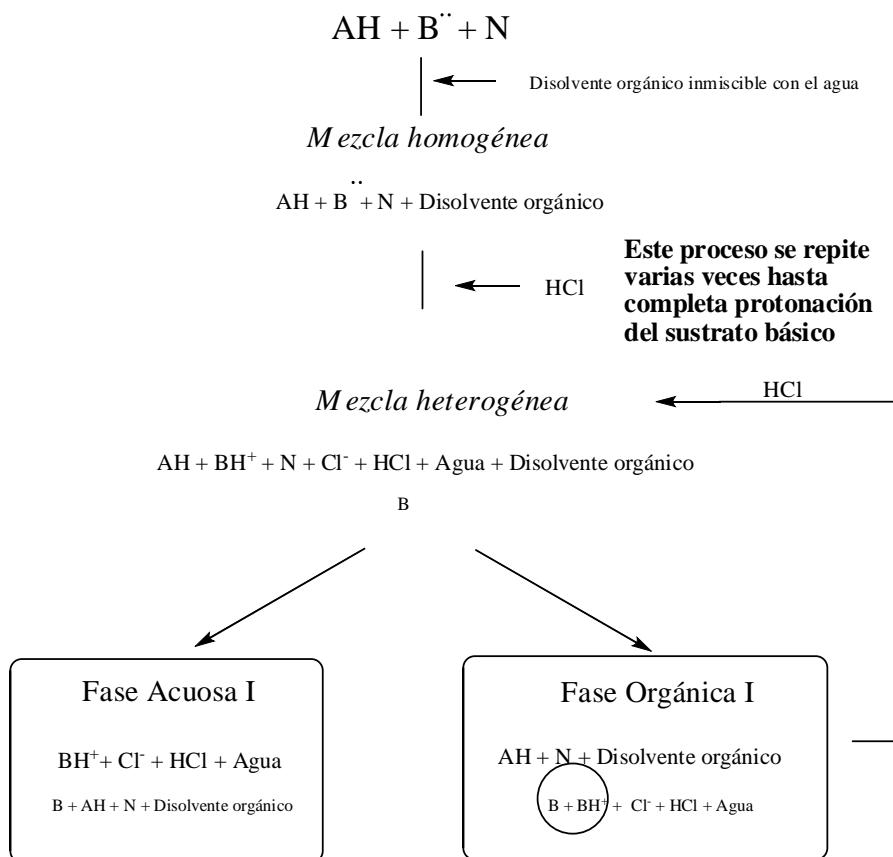
⁷ Que será lo más habitual.

Esquema 1: Procedimiento general de una **separación ideal**, mediante un procedimiento de extracción líquido-líquido.

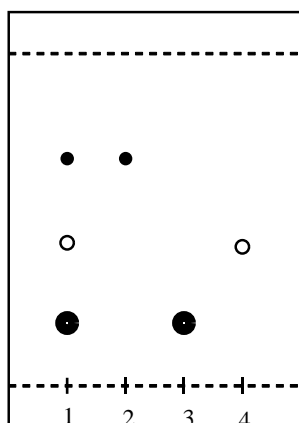


Esquema 2: Esquema de separación real

Esquema 3: Procedimiento adecuado para una separación correcta de un sustrato básico de una mezcla.



Ejemplo de una separación ideal



1. Mezcla ternaria
2. Compuesto neutro
3. Compuesto ácido
4. Compuesto básico



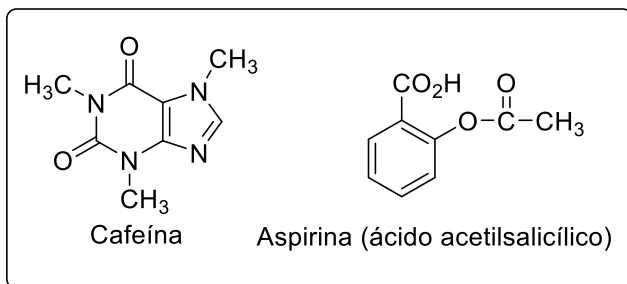
AISLAMIENTO: Aislamiento de la cafeína de distintas fuentes

Objetivos: Separación, mediante extracción líquido-líquido, de los componentes activos mayoritarios de la Cafiaspirina®, en base a las diferentes propiedades ácido base de dichos componentes

Aislamiento de la cafeína de las hojas de té, mediante una extracción sólido-líquido, seguida de una extracción líquido-líquido. Purificación de la cafeína aislada mediante cristalización con un disolvente orgánico y/o una sublimación.

Extracción y análisis por cromatografía de capa fina de la cafeína obtenida de distintas fuentes.

1. Separación de la cafeína de la cafiaspirina.



Se tritura una tableta de Cafeaspirina® humedeciéndola con unas gotas de metanol. Se añade 50 mL de diclorometano. La mezcla resultante se filtra por gravedad para separar el posible residuo insoluble. El filtrado se transfiere a un embudo de decantación y se

extrae con tres porciones de unos 15 mL de NaHCO₃ (disolución acuosa saturada).

Aislamiento de la cafeína: La fase orgánica se seca sobre MgSO₄ anhidro, se filtra, se evapora el disolvente a sequedad en un matraz de fondo redondo en el rotavapor y se pesa (calcular el rendimiento). Se trasvasa a un vial (**cafeína 1**)

Aislamiento del ácido acetilsalicílico: La disolución acuosa se acidifica con HCl concentrado y se extrae con tres porciones de unos 15 mL de diclorometano. Las fases orgánicas reunidas se lavan con salmuera (unos 15 mL) se secan sobre MgSO₄ anhidro, se filtran y se evapora el disolvente a sequedad en un matraz de fondo redondo en el rotavapor y se pesa (calcular el rendimiento). Se trasvasa a un vial (**aspirina 1**). Nota: también se puede purificar por cristalización de EtOH/H₂O.

2. Aislamiento de la cafeína del té

En un vaso de precipitados de 400-500 mL se calienta a ebullición, durante aproximadamente 20 minutos, una mezcla de 5g de hojas de té, 5g de carbonato cálcico en polvo y 100 mL de agua (si se evapora mucha agua, ir reponiéndola añadiendo pequeñas cantidades de agua fría). A continuación se filtra la mezcla en caliente a vacío sobre una capa fina de celite (aproximadamente de 5-8 mm. de grosor. Si se taponan el filtro, este debe de cambiarse por uno nuevo para completar la filtración). El filtrado se diluye con 30 mL de salmuera. Se deja enfriar el filtrado a temperatura ambiente en un baño de agua y se extrae tres veces con porciones de unos 25 mL de diclorometano usando un embudo de decantación de 250 mL. Debe agitarse muy suavemente para evitar la formación de emulsiones y un simple movimiento de balanceo del

embudo de decantación durante unos 5 minutos, es suficiente para una buena extracción. La presencia de saponinas en el extracto favorece la formación de emulsiones. Si se forma algo de emulsión debe recogerse junto con la fase orgánica. Se reúnen las fases orgánicas, se lavan con salmuera, se secan sobre sulfato sódico anhidro, se filtran sobre un matraz de fondo redondo de 100 mL previamente tarado, y se concentran a sequedad en el rotavapor.

El residuo que queda en el matraz tras la evaporación del diclorometano es cafeína bastante pura, que se pesa para calcular el porcentaje de cafeína en el té. La cafeína se puede purificar por cristalización de acetona (ó de acetona-éter de petróleo) o por sublimación.⁸ En cualquier caso se guarda para el análisis cromatográfico (**cafeína 2**) que se realizará al final de la práctica.

3. Comparación cualitativa con la cafeína extraída de otras fuentes.⁹

Extracción de la cafeína de un café soluble: Se pesan 2g de café soluble y se trituran en un mortero junto con la misma cantidad de celite. La mezcla pulverizada se transfiere con la ayuda de un embudo de sólidos a un erlenmeyer de 100 mL y se extrae con 50 mL de diclorometano en caliente (calentar con el agitador magnético a la vez que se agita con una varilla magnética de 3 a 5 minutos, teniendo cuidado de que no se evapore el disolvente). La mezcla se deja enfriar, se filtra y se transfiere al embudo de decantación. Se lava con salmuera y se seca con sulfato sódico anhidro. Se filtra y se concentra a sequedad en el rotavapor. Pesar y calcular el porcentaje de cafeína en el café soluble. La cafeína se transfiere a un vial con la ayuda de pequeñas porciones de diclorometano y se reserva para el análisis cromatográfico.

Extracción de la cafeína de la Coca-Cola: Medir 50 mL de Coca-Cola y transvasarla a un embudo de decantación. Extraer tres veces con porciones de 15 mL de diclorometano. Reunir los extractos, lavarlos con salmuera, secar sobre sulfato sódico anhidro, filtrar y eliminar el disolvente a presión reducida (rotavapor). Pesar el residuo obtenido para determinar el contenido de cafeína en la Coca-Cola. Reservar el producto para el análisis cromatográfico.

4. Análisis cromatográfico de la cafeína.

Se compara por cromatografía de capa fina la cafeína aislada del té, de la cefiaspirina, del café soluble y de la Coca-Cola. Realizar tres cromatografías utilizando como eluyente: **1.-** CH₂Cl₂. **2.-** CH₂Cl₂-MeOH 95:5. **3.-** CH₂Cl₂-MeOH 90:10. Comentar las diferencias observadas.

⁸ Si el profesor lo considera oportuno, es aconsejable guardar todas las remesas de cafeína y juntar al final de la práctica una porción de las cafeínas de cada pareja, por ejemplo 1/3, para una única sublimación (realizada por el profesor). El resto de cada pareja que lo cristalicen de acetona (apenas un par de ml)

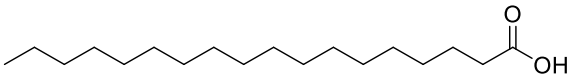
⁹ Este apartado es opcional (queda a criterio del profesor). Dependiendo del tiempo se podrá realizar completo, solo una parte o nada.

SÍNTESIS 1: Saponificación de un triglicérido. Obtención de Jabones

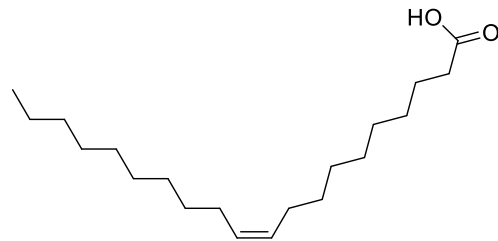
El reactivo de partida: grasas y aceites

Las propiedades de las grasas son bien conocidas por todos: productos naturales grasientos, suaves, con puntos de fusión bajos e insolubles en agua. Las grasas animales son abundantes en la mantequilla, quesos, leche y en algunas carnes. También son muy comunes las grasas vegetales, que se presentan en forma de líquidos y que denominamos aceites.

Químicamente, la mayoría de las grasas son triglicéridos, que a su vez se encuadran en la categoría de lípidos. Formalmente, un triglicérido es el éster de tres ácidos grasos y una molécula de glicerina. Las moléculas de ácidos grasos poseen siempre una cadena impar de átomos de carbono (de 11 a 23) y un grupo carboxilo (COOH) en un extremo de la cadena. Las grasas animales tienen predominantemente ácidos grasos saturados, mientras que en los aceites predominan los ácidos grasos insaturados, que contienen uno o más enlaces dobles no conjugados con configuración *cis*. Un ejemplo típico de ácido insaturado es el *ácido oleico*, que predomina en el aceite de oliva (80% de contenido de ácidos grasos), mientras que el *ácido esteárico* predomina en muchas grasas animales:

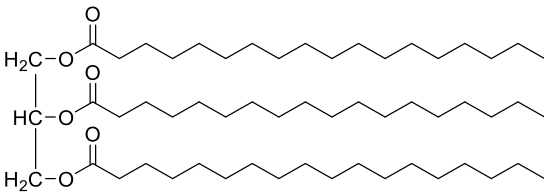


Ácido esteárico (ácido octadecanoico)



Ácido oleico (ácido *cis*-9-octadecenoico)

La glicerina pura (1,2,3-propanotriol) es un líquido viscoso que se utiliza como aditivo suavizante en jabones y cremas de manos. Este compuesto contiene tres grupos alcohol, cada uno de los cuáles puede reaccionar con un ácido graso para formar un triéster o triglicérido, como por ejemplo es el caso en el triestearato de glicerina:



Triestearato de glicerina (una grasa)

En realidad, más del 95 % de los ácidos grasos en nuestro cuerpo reaccionan de este modo para formar las grasas o triglicéridos (que realmente están formados por mezclas de ácidos grasos esterificados con glicerina).

Hidrólisis alcalina de los triglicéridos: jabones

El descubrimiento de lo que en la actualidad llamamos jabón es fruto de un proceso secular, a partir de experiencias con sustancias grasas. En esencia, el proceso de fabricación del jabón llamado saponificación, consiste en hervir las grasas en una disolución alcalina. Una receta tradicional parte de grasas animales saturadas que contienen de 12 a 18 átomos de carbono (por ejemplo, manteca de cerdo o aceites de desecho). La longitud de la cadena y el número de dobles enlaces determinan las propiedades del jabón. Por otro lado, la disolución alcalina se obtenía originalmente a partir de ceniza o mediante la evaporación de aguas alcalinas naturales, pero hoy en día se usa NaOH. Para separar el jabón, se añade sal común y el jabón precipita. Se lava para limpiarlo de restos de NaOH y se funde, dándole la forma que convenga. Por supuesto, existen

muchos tipos de jabones que son fruto de diferentes condiciones de reacción. Así, los jabones blandos - como las cremas de afeitar - sustituyen el NaOH por KOH. Los jabones de tocador retienen un elevado porcentaje de glicerol formado en la hidrólisis para aumentar la suavidad y añaden diversos perfumes.

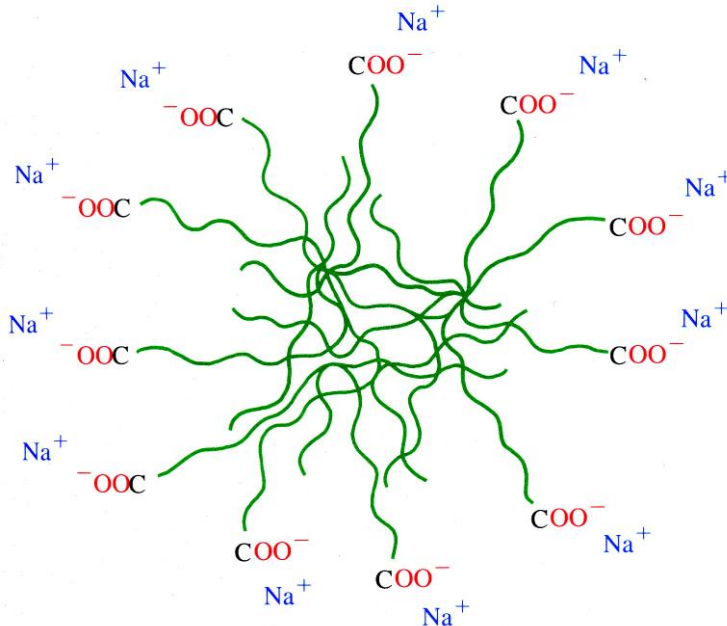
Mecanismo de la reacción

El mecanismo de la hidrólisis alcalina de un éster pasa inicialmente por el ataque nucleofílico de un ion hidróxido al carbono carbonílico. Este ataque da lugar a la formación de un intermedio tetraédrico, que se disocia en ácido e ion alcóxido. Por supuesto, el ion alcóxido es una base mucho más fuerte que un ion acetato y captura un protón del grupo ácido. Así, el producto final, el jabón, consiste simplemente en la sal sódica de un ácido graso.

Formación de Micelas: acción detergente

El jabón no es más que la sal sódica (o potásica) de un ácido graso como, por ejemplo, el estereato sódico $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COONa}$. Las moléculas de jabón poseen un catión sodio y una larga cadena de hidrocarburo con un grupo carboxilato, cargado negativamente. En disolución acuosa, el jabón está perfectamente dissociado.

La capacidad limpiadora de un jabón es una consecuencia de la estructura de sus iones negativos en disolución acuosa. Su larga cola no polar (hidrófoba) disuelve perfectamente sustancias no polares como las mismas grasas. Precisamente, cuando la ropa u otra superficie están sucias, las partículas de suciedad se hallan envueltas en una capa de grasa no polar que las moléculas polares de agua son incapaces de disolver. Así, las cadenas no polares de un número suficiente de moléculas de jabón disuelven la suciedad y la despegan de la superficie. Se forman entonces las micelas, estructuras cuasi-esféricas en las que las cabezas polares (grupos COO^-) de las moléculas de jabón interacción favorablemente con las moléculas de agua mientras en su interior se encuentran las colas no polares.



Una desventaja de los jabones es su escasa eficacia en aguas duras (con un elevado contenido en sales de magnesio, calcio y hierro). Cuando se usa jabón en aguas duras se forman las sales de los ácidos grasos con dichos cationes como, por ejemplo, $(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COO})_2\text{Ca}$. El problema reside en que estas sales de calcio o magnesio son insolubles y precipitan formando grumos. Por este motivo, para aplicaciones como el lavado de ropa se emplean sales de ácidos sulfónicos (que constituyen los detergentes) y que tienen la ventaja de que sus sales cálcicas y magnésicas son mucho más solubles en agua que las de los correspondientes carboxilatos. Aun así,

es necesario el uso de aditivos - como los fosfatos – cuya finalidad principal es la de secuestrar los cationes calcio y magnesio al formar complejos con ellos, haciendo más difícil su precipitación.

Procedimiento experimental

Se pesan aproximadamente 5 g de aceite de oliva (u otra grasa o aceite alternativos) en un balón esférico de 100 mL. Anotar el peso exacto. Se pesan unos 5 g de lentejas de NaOH en un vaso de precipitados de 100 mL. Anota el peso exacto. Se Añade a este unos 10 mL de agua. Se agita con precaución con la varilla de teflón (la disolución resultante se calienta mucho y es muy cáustica) hasta que se haya disuelto todo el NaOH y se adiciona entonces a ese vaso 10 mL de etanol.

Se vierte la disolución de NaOH con precaución, lentamente y con agitación magnética, sobre el balón esférico que contiene el aceite y se realiza un montaje a reflujo. Para la calefacción del reflujo se utiliza un baño de agua. Se procede a calentar previamente el baño de agua a unos 70-75° (verificar con un termómetro). Una vez caliente se introduce el montaje de reflujo y se mantiene caliente y con agitación durante unos 30 minutos.

Una vez terminado el periodo de calentamiento, se vierte rápidamente la mezcla caliente sobre 50 mL de una disolución de salmuera. Agita durante un minuto y deja enfriar. Aparecerá un sólido. El sólido precipitado se filtra a vacío. Se lava el precipitado con una porcion de agua desionizada *fría* (procedente de un baño de agua-hielo). Presiona el sólido con el fondo de un vaso de precipitados de 100 mL para eliminar la mayor parte posible del agua. Se guarda una pequeña cantidad de este jabón para medir su basicidad más adelante (**jabón 1**).

Para purificar el jabón obtenido, se disuelve *en 50 mL de una disolución de salmuera a ebullición*, por ejemplo en un vaso de unos 500 mL (no llega a disolverse completamente). Se enfría en un baño de agua-hielo, se filtra a vacío y se lava, como en el paso anterior. Tendremos un jabón más purificado (**jabón 2**).

Se Introduce la pequeña cantidad reservada del jabón obtenido en el paso anterior (**jabón 1**) en un vial grande; se añade 5 mL de agua, se tapa el vial y se agita. Se debe formar espuma. Hacer lo mismo con una pequeña cantidad del jabón purificado (**jabón 2**). Comparar el pH de ambas disoluciones. Si el pH correspondiente al jabón purificado es menor que 10, impregna tus manos con un poco de aceite de oliva y comprueba que el jabón que has obtenido es capaz de eliminarlo.

Ensayos de dureza del agua

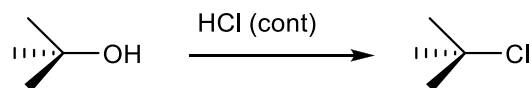
Se pesan unos 50 mg del jabón obtenido en un vial y se disuelven en 2 mL de *agua desionizada*. Por otro lado se preparan 3 tubos de ensayo conteniendo cada uno 0,5 mL de agua desionizada, agua del grifo y agua con CaCl_2 , respectivamente. Se añade a cada uno de ellos 0.5 mL de la disolución del jabón inicialmente preparada y se agitan vigorosamente (tapando con el dedo) durante unos 15 segundos. Medir la altura de la espuma obtenida y sacar conclusiones.

Preparación de una pastilla de jabón

El resto del jabón se funde calentando suavemente en un vaso de precipitados pequeño. Una vez fundido se le puede añadir una pequeña cantidad de colorante y algún aromatizante. Se agita y se vierte sobre un molde adecuado. Una vez solidificado se separa del molde.

SÍNTESIS 2: Síntesis del cloruro de terbutilo

La reacción de sustitución nucleofílica es otro proceso de utilidad principalmente para la funcionalización de átomos de carbono saturados. Los grupos hidroxilo, como sabemos, son agrupaciones que no se sustituyen fácilmente. Sin embargo, los alcoholes terciarios en presencia de ácidos son capaces de sustituirse y convertirse en los correspondientes derivados.



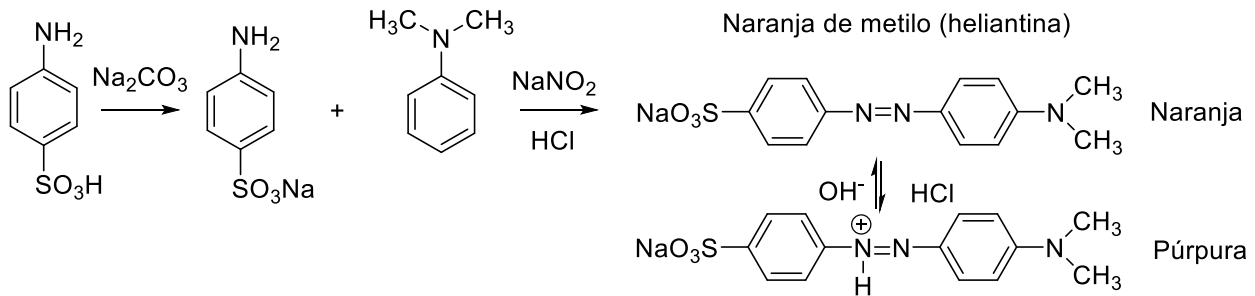
Procedimiento experimental

En un matraz erlenmeyer o matraz de fondo redondo provisto de una varilla magnética se introducen 18 mL de alcohol *terc*-butílico y 60 mL de HCl concentrado. Sin tapar, se agita la mezcla suavemente (1 min aprox.) y posteriormente se aumenta la agitación y se agita vigorosamente unos 5 min. La mezcla se pasa a un embudo de decantación, se deja en reposo y la capa acuosa se saca del embudo y se desprecia.

La fase orgánica se lava con unos 25 mL de disolución saturada de NaHCO₃, primero agitando con un ligero movimiento circular el embudo abierto hasta que cese el fuerte desprendimiento gaseoso. Se tapa el embudo, se invierte cuidadosamente y se abre la llave para igualar la presión. A continuación se agita, primero con suavidad, luego enérgicamente, abriendo la llave con frecuencia para que salgan los gases. Se desprecia la capa de bicarbonato, se lava la fase orgánica con unos 20 mL de agua y tras decantar la capa acuosa se seca la fase orgánica sobre MgSO₄ anhidro. El líquido se decanta o filtra a un matraz de fondo redondo y se purifica por destilación (*Como el líquido es muy volátil se puede enfriar el matraz de recogida con un baño agua-hielo*). Calcular el rendimiento en producto puro.

SÍNTESIS 3: Reacciones de sustitución electrofílica aromática. Obtención de un colorante azoico

La reacción de sustitución electrofílica aromática es otro proceso de utilidad principalmente para la funcionalización de sistemas aromáticos. En este caso se va a utilizar para insertar una sal de diazonio derivada de una amina aromática (que actúa como electrófilo) sobre un anillo aromático activado. El resultado es un colorante azoico.



Procedimiento experimental

Se disuelven 2 g de ácido sulfanílico y 0,8 g de Na_2CO_3 en 40 mL de agua. La disolución se enfría a 0°C añadiendo 60 g de hielo y se le añaden 0,8 g de nitrito sódico disueltos previamente en 6 mL de agua. A continuación se añaden, poco a poco, 1,6 mL de ácido clorhídrico concentrado disuelto en 10 mL de agua.

Por otra parte se prepara una disolución de 1,2 mL de dimetilanilina en una mezcla de 2 mL de ácido clorhídrico concentrado y 6 mL de agua, se enfría la disolución en un baño de hielo y se vierte con agitación continua sobre la disolución de ácido sulfanílico diazoado.

A la mezcla resultante se le añaden 16 mL de NaOH al 10% hasta pH básico y a continuación 1,2 g de cloruro sódico. Se calienta la mezcla a ebullición agitando justo hasta disolución y se deja enfriar. Los cristales obtenidos se separan por filtración y se lavan con etanol. Secar y calcular el rendimiento. Se obtiene el naranja de metilo en su forma naranja

Obtención de la forma púrpura del naranja de metilo: A 0,2 g de naranja de metilo obtenido anteriormente, se añaden 10 mL de agua y 1 mL de ácido clorhídrico concentrado. Se calienta la mezcla a ebullición y se deja enfriar para que cristalice. Filtrar secar y calcular el rendimiento

Ensayos de tinción

Tinción con naranja de metilo (forma naranja): Se calienta hasta ebullición una disolución de unos 0,2 g de naranja de metilo en 200 mL de agua, se introduce en la misma la banda test (diferentes fibras) y se deja unos 5 minutos agitando ocasionalmente. Después se lavan en una corriente de agua para eliminar el exceso de colorante y se dejan secar.

Tinción con naranja de metilo (forma púrpura): Se realiza igual que en el caso anterior.

Resistencia del colorante: El tejido teñido se corta en tres tiras y se reserva una para control:

a) Sumergir una tira en un baño de agua con detergente y calentar a 50-60⁰C durante 10 minutos agitando ocasionalmente. Sacar la tela del baño, lavar bien con agua, secar y comparar con la tira control.

b) Sumergir una tira en una disolución de lejía (aprox. 5 mL en 100 mL de agua) durante 5 minutos a temperatura ambiente. Sacar la tela del baño, lavar bien con agua, secar y comparar con la tira control.