UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ORGÁNICA

MANUAL DE PRÁCTICAS PARA EL LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA I (1311)

TÉCNICAS DE LABORATORIO

2013-2

La asignatura de Química Orgánica I (1311), pertenece al tronco común, que se imparte en el tercer semestre para las 5 carreras que ofrece la Facultad de Química, UNAM y es una asignatura Teórico-Práctica. El presente Manual de Laboratorio tiene como objetivos:

- Que el alumno adquiera la habilidad y destreza para el trabajo de Laboratorio de Química Orgánica.
- El alumno pueda comprender y manejar adecuadamente las técnicas de purificación habitualmente utilizadas en un Laboratorio de Química Orgánica.

Por otro lado, este Manual de Prácticas corresponde al nuevo Plan de Estudios, por lo que se incorporan los enfoques de todas las carreras que se imparten en esta Facultad. Se ha ido conformando a través de los años con la participación de un gran número de profesores del Departamento de Química Orgánica que han impartido esta materia.

Finalmente queremos agradecer a los profesores que participaron en los “Talleres para el mejoramiento de las prácticas del Laboratorio de Química Orgánica I”, también al Dr. Héctor García-Ortega por la revisión de este Manual, puesto que sin su colaboración y comentarios no se podrían realizar dichas modificaciones.

M. en C. Norma Castillo Rangel.

M. en C. Jacinto Eduardo Mendoza Pérez.

Ciudad Universitaria, a 25 de Enero de 2013.

CONTENIDO **Página**

Presentación	I
Contenido	II
Programa de prácticas	III
Reglamento para los estudiantes de los cursos experimentales de Química Orgánica	IV
Constantes físicas y técnicas de purificación:	
Determinación de punto de fusión	1
Cristalización simple	8
Cristalización por par de disolventes	14
Destilación simple y fraccionada	18
Punto de ebullición: destilación simple y a presión reducida	23
Cromatografía en capa fina	30
Cromatografía en columna	36
Extracción con disolventes orgánicos y activos	40
Aislamiento de un producto natural	46
Reacción	
Isomería geométrica. Transformación de anhídrido maleico a ácido fumárico	53
Aplicación de las técnicas aprendidas	
Proyecto	57
Purificación de una sustancia problema	60
Anexos	
Toxicidad de sustancias	64
Tabla de los disolventes más usados en orden de polaridad	67
Principales grupos funcionales en orden de prioridad	68
Programa de teoría	71
Material de laboratorio	75

QUÍMICA ORGÁNICA I (1311)

PROGRAMA DE PRÁCTICAS

No.	PRÁCTICA
-	Lectura de reglamentos, seguridad e higiene en el laboratorio y tratamiento de residuos
1	Determinación de punto de fusión
2	Cristalización simple
3	Cristalización por par de disolventes
4	Destilación simple y fraccionada
5	Punto de ebullición: destilación simple y a presión reducida
6	Cromatografía en capa fina
7	Cromatografía en columna
8	Extracción con disolventes orgánicos y activos
9	Aislamiento de un producto natural
10	Isomería geométrica
11	Proyecto
12	Reposición: purificación de una sustancia problema

M. en C. Norma Castillo Rangel.

M. en C. Jacinto Eduardo Mendoza Pérez.

Jefes de Laboratorio de Química Orgánica I (1311)

Reglamento para los estudiantes de los cursos experimentales de Química Orgánica

Para realizar en el laboratorio los experimentos de Química Orgánica, deberán observarse las indicaciones siguientes indicaciones:

1. Asistir a una sesión de 3 o 4 h por semana, según sea la asignatura en la que se esté inscrito.
2. Llegar con puntualidad al laboratorio correspondiente, según el horario en el cual se haya inscrito. La entrega de material se efectuará únicamente durante la primera media hora del horario de entrada de cada sesión de laboratorio. Los alumnos no podrán iniciar su trabajo práctico, si no está presente el profesor(a). De no presentarse un(a) profesor dentro de los primeros 15 minutos del horario de entrada de cada sesión de laboratorio la práctica quedará suspendida.
3. Es necesario que actualicen su Seguro Social y entreguen una fotocopia del comprobante al profesor(a) de laboratorio antes de que se realice la 2ª práctica. Para actualizarlo es preciso seguir los siguientes pasos:
   - **A.** Sellar la hoja de inscripción correspondiente al semestre que se cursa en la Coordinación de Asuntos Escolares. La hoja se puede obtener en la dirección electrónica: www.dgae-siae.unam.mx
   - **B.** Acudir a la clínica del IMSS que le corresponda de acuerdo a su domicilio con la hoja de inscripción sellada, una identificación oficial, comprobante de domicilio y 2 fotografías tamaño infantil para dicho trámite.
4. Durante la primera semana de clases, entregar al laboratorista 1 fotografía tamaño infantil para quedar debidamente registrado y tener derecho al préstamo del material.
5. Es indispensable contar con el Manual Actualizado de Experimentos, así como de los útiles o materiales adicionales que le hayan sido solicitados por su profesor(a).
6. Escuchar la explicación del maestro(a) sobre el experimento a realizar, debiendo haber estudiado, previamente, el tema de la práctica en la bibliografía indicada en el manual o por el profesor(a).

7. Solicitar al laboratorista el material para realizar el experimento de acuerdo a la papeleta de cada sesión, **REVISARLO CUIDADOSAMENTE EN SU PRESENCIA** y firmar de conformidad, si es el caso. De observar algún desperfecto en el material anotarlo en la papeleta. Al finalizar el experimento, devolver el material LIMPIO, en el mismo estado en que se recibió y no olvidar recoger la boleta firmada.
8. En caso de haber roto material y que sea irreparable depositarlo en el contenedor, que para tal propósito se ha colocado en cada uno de los laboratorios. El alumno deberá llenar correctamente y firmar el vale de adeudo de material.

Para la reposición de material roto o extraviado, el estudiante deberá comprarlo de las mismas especificaciones y entregarlo, con la factura de compra, en el ALMACEN DE MATERIAL de la Sección de Química Orgánica (Anexo del laboratorio 2-A), a más tardar la semana anterior a la entrega de calificaciones finales. Cada semestre se indicará el día de recepción, así como el horario. Si el alumno(a) no paga sus adeudos en la semana prevista para ello no tendrá calificación de Enseñanza Práctica, y al ser una asignatura Teórico-Práctica la materia se considerará no aprobada y la calificación será de 5.

EVALUACIÓN

Entregar un informe sobre el trabajo realizado en cada experimento, de acuerdo a las indicaciones del profesor, además deberá contestar un examen que versará sobre el experimento realizado.

- El alumno(a) deberá realizar el 100% de los experimentos. El número de prácticas dependerá de la Química Orgánica que se esté cursando.
- Deberá aprobar el 80% de los mismos.
- Cuando el calendario de prácticas lo permita habrá una práctica de reposición, la cuál no suple a una reprobada. <u>El experimento a realizar para la reposición será indicado al inicio del semestre y será el mismo para todos los alumnos de esa materia.</u>

- La calificación de Enseñanza Experimental deberá ser aprobatoria y representará el 40% o el 35% de la calificación final del curso de Química. El porcentaje dependerá de la Química Orgánica que se esté cursando.
- Para determinar si el alumno(a) aprobó un experimento, la calificación mínima del examen deberá ser de 2.5 y la del informe de 3.5. Cada una tendrá como máximo valor individual 5 puntos. Reunidos estos requisitos, la práctica estará aprobada.
- Si alguna de las 2 calificaciones es menor a lo indicado anteriormente, la práctica estará reprobada.

En cada experimento se calificará de la siguiente forma:

	Calificación máxima	**Calificación mínima aprobatoria**
a) Trabajo experimental	**5.0**	**3.5**
b) Examen del experimento	**5.0**	**2.5**
c) Calificación total	**10.0**	**6.0**

a) Para determinar la calificación final de la Enseñanza Experimental del alumno(a), se sumarán, por un lado, las calificaciones de la columna correspondiente a los exámenes y la suma se dividirá también entre el número total de los experimentos realizados. Por otro lado se sumarán las calificaciones de la columna correspondiente a los informes y la suma se dividirá también entre el número de experimentos realizados. Finalmente, la suma de ambos promedios será la calificación de la Enseñanza Experimental. Este proceso tiene la finalidad de poder hacer el promedio aun cuando el alumno tenga la práctica reprobada, así la calificación final es más cercana a lo realizado durante el curso práctico.

b) Dado que la práctica de reposición no suple a una reprobada, el promedio se calculará con base al número total de prácticas realizadas.

PRÁCTICA No. 1 DETERMINACIÓN DE PUNTO DE FUSIÓN

OBJETIVOS

- Realizar la calibración del termómetro del aparato Fisher-Johns.
- Determinar los puntos de fusión de sustancias desconocidas, empleando el aparato de Fisher-Johns y el tubo de Thiele.
- Conocer la utilidad del punto de fusión como criterio de identidad y pureza.

INFORMACIÓN

El punto de fusión de un compuesto se define como el cambio de estado de agregación de sólido a líquido. El punto de fusión normalmente es un intervalo corto de temperatura. Por esta razón se debe de reportar como tal, por ejemplo el ácido succínico posee un punto de fusión de 184-186 °C.

En general, los puntos de fusión se dan por dos razones:

a) Determinación de la pureza: Si se toma el punto de fusión de un compuesto y comienza a fundir a 95 °C y no termina hasta 135 °C, se puede sospechar que algo anda mal. Un punto de fusión con un rango superior a 2 °C por lo general indica que el compuesto es impuro (como todas las reglas, hay sus excepciones como por ejemplo la benzoina 134-138 °C).
b) Identificación de compuestos: Si tenemos un sólido desconocido, debemos determinar su punto de fusión para saber de qué compuesto se trata, aunque muchos libros contienen tablas de punto de fusión y dichos compuestos deben tener un punto de fusión particular. Si el punto de fusión de nuestro compuesto desconocido está dentro de 50 puntos de fusión de sustancias conocidas ¿cuál se elegiría? Es un tanto difícil determinar que compuesto es nuestro desconocido, por ello se necesitarían otras herramientas para determinar nuestro compuesto, si lo único que se conoce es el punto de fusión.

Sin embargo, el punto de fusión mixto o punto de fusión de una mezcla es una técnica importante ya que si dos compuestos orgánicos puros son idénticos, se puede determinar el punto de fusión de una mezcla de ellos, si se observa que:

1. La muestra funde a una temperatura más baja y con un amplio rango, entonces estos compuestos son diferentes.
2. La muestra funde a la misma temperatura y su rango casi no varía, entonces existe una gran probabilidad de que se trate del mismo compuesto.
3. Algunas mezclas pueden no presentar la disminución del punto de fusión o disminuir muy poco la temperatura de fusión debido a la formación de una mezcla eutéctica.

Debido a la gran sensibilidad que presenta el punto de fusión ante las impurezas es muy usado como criterio de pureza de un compuesto sólido.

ANTECEDENTES

1) ¿Qué es punto de fusión?
2) Factores que determinan el punto de fusión.
3) Puntos de fusión de sustancias puras e impuras.
4) Mezclas eutécticas.
5) Punto de fusión de mezclas o mixto.
6) Métodos y equipos para determinar el punto de fusión. Por ejemplo Tubo de Thiele, Fisher-Johns, Thomas-Hoover, Büchi, etc.
7) Técnicas de calibración de un termómetro.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

1	Agitador de vidrio	1	Tubo de Thiele con tapón de corcho
1	Vidrio de reloj	1	Espátula
1	Termómetro	1	Mechero con manguera
2	Tubos capilares	1	Pinza de tres dedos con nuez

MATERIAL ADICIONAL

1	Aparato Fisher-Johns

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Se utilizarán sustancias sólidas cuyos puntos de fusión estén comprendidos dentro de la escala del termómetro.
Aceite de nujol.
Acetona-metanol (1:1) para lavar los cubreobjetos.

PROCEDIMIENTO

I. CALIBRACIÓN DEL APARATO DE FISHER-JOHNS

Se proporcionan tres sustancias estándar de punto de fusión conocido, para que se determine su punto de fusión en el aparato de Fisher-Johns. Para tener mejor exactitud de la calibración del aparato y con base en el punto de fusión conocido de cada estándar, se calcula la velocidad óptima de calentamiento que debe aplicar en el reóstato del Fisher-Johns, a través de la fórmula:

$$\text{Velocidad de calentamiento} = \frac{\text{pf estimado}}{4}$$

La calibración se comienza con el estándar de menor punto de fusión, y se continúa de esta forma hasta terminar dicha calibración. Los resultados se anotan en la siguiente tabla:

Tabla 1. Puntos de fusión de los estándares usados en la calibración.

Estándar	pf °C teórico	pf °C experimental

Se traza una gráfica de calibración del termómetro del aparato Fisher-Johns (Figura 1), colocando en las abscisas los puntos de fusión teóricos conocidos y en las ordenadas los puntos de fusión obtenidos experimentalmente. Esta gráfica se utiliza para corregir los puntos de fusión experimentales, localizando primero en las ordenadas el valor experimental y extrapolando hacia las abscisas para encontrar el punto de fusión corregido.

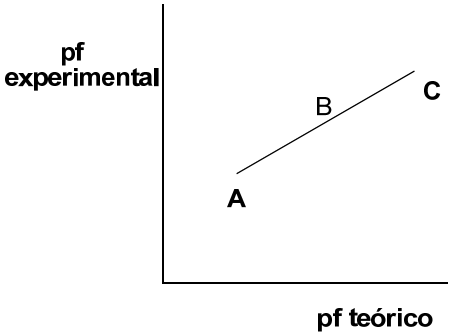


Figura 1. Gráfica para la calibración del termómetro del aparato de Fisher-Johns.

II. PROBLEMA Y PUNTO DE FUSIÓN MIXTO

a) PUNTO DE FUSIÓN DE UNA SUSTANCIA PROBLEMA

Se asignan tres muestras sólidas, de las cuales dos de ellas son iguales. Para cada muestra se realizan dos determinaciones. Se colocan las tres muestras sólidas con la mínima cantidad de cada una de ellas en un cubreobjetos (Figura 2) y se cubren con otro de ellos.

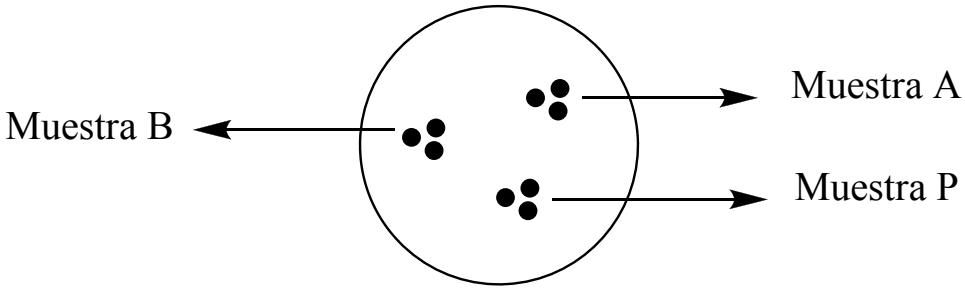


Figura 2. Determinación preliminar a una velocidad de calentamiento de 50.

La primera determinación permite conocer el punto de fusión aproximado, que se conoce como *punto de fusión estimado*, por lo cual, el reóstato del aparato de Fisher-Johns se debe colocar a una velocidad de calentamiento de 50, que es una velocidad de calentamiento intermedia.

La segunda determinación permitirá conocer el punto de fusión más exactamente, la muestra se coloca individualmente en el cubreobjetos a la velocidad de calentamiento óptima, que para este caso está dada por la fórmula:

$$\text{Velocidad de calentamiento} = \frac{\text{pf estimado}}{4}$$

Usando la gráfica de calibración se corrigen los puntos de fusión obtenidos en esta segunda determinación y se anotan en la siguiente tabla (recordando anotar los dos valores, de inicio y de término).

Tabla 2. Punto de fusión de las sustancias problema.

Sustancia	A (°C)	B (°C)	P (°C)
pf estimado (a una velocidad de 50)			
pf experimental (a la velocidad óptima)			
pf corregido (con ayuda de la gráfica)			

Una vez obtenido el punto de fusión de las muestras, se deben realizar determinaciones de punto de fusión mixto con aquellas que pudieran ser iguales para confirmar su identidad.

b) PUNTO DE FUSIÓN MIXTO

Con las sustancias que pueden ser iguales se prepara una pequeña mezcla en proporción 1:1, se homogeniza en el vidrio de reloj y se coloca en el cubreobjetos, de igual forma se prepara una mezcla en una pequeña porción de las muestras que son diferentes en proporción 1:1 se homogeniza y se coloca en el mismo cubreobjetos, como se indica en la Figura 3. Es muy importante anotar los dos valores del intervalo en cada punto de fusión, puesto que la información que proporciona este intervalo es muy importante.

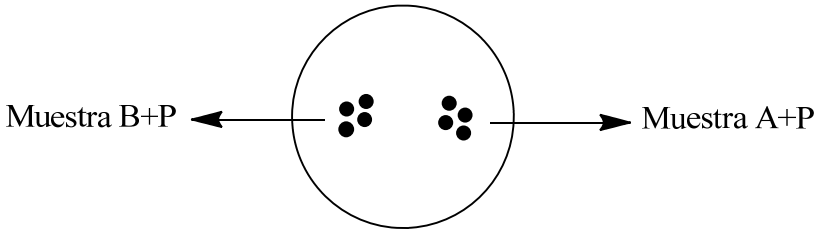


Figura 3. Punto de fusión mixto.

III. MÉTODO DEL TUBO DE THIELE

Se calienta el tubo capilar por un extremo para cerrarlo dando pequeños golpecitos en el vidrio de reloj cuando el extremo del vidrio se ablande. La muestra problema se pulveriza en el vidrio de reloj con la punta del agitador y se introduce por el extremo abierto del capilar golpeando sobre la muestra problema.

Con ayuda de un tubo de vidrio de aproximadamente 30 cm de largo proporcionado por el laboratorista, se introduce la muestra apoyando un extremo en la mesa se deja caer por arriba el capilar (con el extremo cerrado hacia abajo con la muestra), esta operación se repite hasta que la muestra quede compactada en el capilar con una altura de 2 mm aproximadamente. Finalmente se cierra el capilar por su otro extremo. Teniendo el capilar ya preparado se une al termómetro mediante una rondana de hule (**la cual no debe tocar nunca el aceite**). El tubo capilar debe estar a la misma altura del bulbo del termómetro (Figura 4).

El tubo de Thiele se llena con aceite de nujol (mineral) hasta cubrir la entrada superior del brazo lateral (Figura 4) y se sostiene con unas pinzas de tres dedos con ayuda de un soporte. Se coloca el termómetro con el capilar en el tapón de corcho horadado, cuidando que el bulbo del termómetro y la muestra queden al nivel del brazo superior del tubo de Thiele (Figura 4), sin que el aceite toque la rondana de hule.

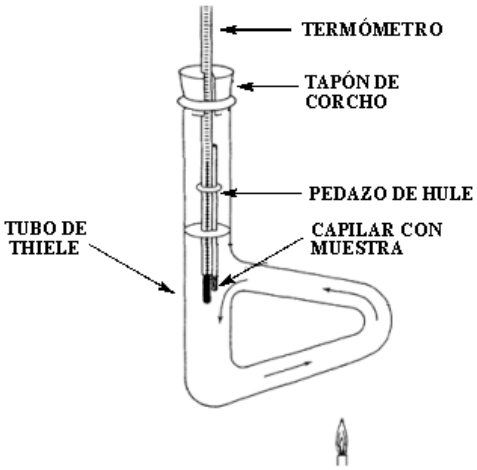


Figura 4. Montaje del tubo de Thiele.

Primera determinación.- Para conocer aproximadamente a qué temperatura funde la muestra, se comienza a calentar suavemente el brazo lateral del tubo de Thiele con ayuda de un mechero regulando el calentamiento (retirando la fuente del calor) de tal manera que la temperatura aumente a una velocidad de 10 °C por minuto aproximadamente.

Segunda determinación.- Se prepara otro capilar con la muestra pulverizada. Repitiendo el procedimiento y una vez que falten unos 30 °C para llegar a la temperatura de fusión, se disminuye la velocidad de calentamiento a 2 °C por minuto aproximadamente.

Los datos se colocan en la tabla 3, recordando anotar las dos temperaturas, la de inicio y la de término de cada una de las determinaciones.

Tabla 3. Puntos de fusión obtenidos en el tubo de Thiele.

1ª determinación	pf $_{inicio}$=	pf $_{término}$=
2ª determinación	pf $_{inicio}$=	pf $_{término}$=

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS	
D1. Capilares impregnados	**D3.** Sólidos orgánicos
D2. Metanol-acetona	**D4.** Cubreobjetos rotos

TRATAMIENTO

- **D1**, **D3 y D4:** Enviar a incineración.
- **D2:** Guardar los disolventes para recuperar por destilación al final del semestre.

CUESTIONARIO

1. ¿Qué es punto de fusión?
2. De la siguiente tabla de compuestos, explique ¿por qué razón son puros o impuros?

Compuesto	pf Observado (°C)	pf Reportado (°C)
Ácido acetilsalicílico	125-134	134-136
Ácido 2-(4-clorobenzoil)benzoico	88-99	149-150
Ferroceno	171-173	172-174
Ácido 4-(metiltio)benzoico	192-195	192-196
4-Aminobenzoato de etilo	87-89	88-90
N-(4-Hidroxifenil)etanamida	158-169	168-172
Ácido (R,S)-2-(4-isobutilfenil)propiónico	60-69	77-78

3. Además del aceite de nujol es posible utilizar otros líquidos para esta misma práctica, ¿cuáles? ¿qué criterios deben tenerse en cuenta para su elección?
4. ¿Por qué debe calibrarse el termómetro del aparato de Fisher-Johns?
5. Explique si la gráfica de calibración de un aparato de Fisher-Johns puede utilizarse para trabajar en otros aparatos similares, ¿sí?, ¿no?, ¿por qué?
6. ¿Por qué fue necesario realizar la mezcla de sus muestras problema?

BIBLIOGRAFÍA

1. Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
2. Brewster R. Q., van der Wert C. A., McEwen W. E., *Curso Práctico de Química Orgánica*, 2 ed., Madrid, Alhambra, 1979.
3. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
4. Pasto D. J., Johnson C. R., Miller M. J., *Experiments and Techniques in Organic Chemistry*, Prentice Hall, 1992.
5. Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.
6. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5ed, Brooksand Cole, USA, 2010.
7. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.
8. Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
9. Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.

PRÁCTICA No. 2 CRISTALIZACIÓN SIMPLE

OBJETIVOS

- Conocer las características que debe tener un disolvente ideal para ser utilizado en una cristalización.
- Saber cuándo se debe utilizar un adsorbente como el carbón activado.
- Observar la utilidad de la solubilidad de un compuesto en diferentes disolventes y seleccionar la mejor opción para una cristalización.
- Realizar la purificación de un sólido mediante una cristalización simple.

INFORMACIÓN

La cristalización es una técnica de purificación de un compuesto sólido, que contiene impurezas que no permiten un orden en su red cristalina, por ello la necesidad de purificar. La secuencia de eventos que se utiliza dependerá mucho de que tan impuro se encuentre el compuesto y que tan soluble sea en diversos disolventes. En cualquier caso, se deben de recordar algunas etapas:

1. Identificar el disolvente ideal (que sólo disuelva al sólido en caliente).
2. El mismo disolvente no lo debe disolver en frío.

Este es el principal problema y por lo tanto requiere de un poco de experimentación. Por ello la necesidad de realizar pruebas de solubilidad para elegir un disolvente ideal. La cristalización simple es un caso sencillo y fácil de realizar, se usa cuando se tiene un compuesto en mayor proporción y solo con una pequeña cantidad de impurezas, estas impurezas pueden ser solubles o insolubles en el disolvente seleccionado. Si la muestra está muy sucia, esto podría hacer más complicado el proceso, pero no imposible de purificar. Por ello la necesidad de realizar o utilizar otro tipo de técnica para su purificación.

ANTECEDENTES

1) Disolvente ideal:

   a) Solubilidad como fenómeno físico.
   b) Relación entre solubilidad y estructura molecular.
   c) Disolventes orgánicos.
   d) Propiedades físicas de los disolventes.
   e) Solubilidad, polaridad y orden de polaridad de los disolventes.
   f) Solvatación e hidratación.

2) Cristalización:

   a) Fundamentos de cristalización.
   b) Selección de disolvente ideal.
   c) Secuencia para realizar una cristalización simple con o sin carbón activado.
   d) Métodos para inducir una cristalización.
   e) Tipos de adsorbentes y fenómeno de adsorción.
   f) Soluciones saturadas y sobresaturadas.
   g) Diversos tipos de filtración.
   h) Secado de productos cristalizados.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

1	Agitador de vidrio	1	Vaso de precipitados de 150 mL
1	Embudo Büchner con alargadera	1	Vidrio de reloj
1	Embudo de vidrio	1	Espátula
1	Matraz Erlenmeyer de 50mL	1	Gradilla
2	Matraces Erlenmeyer de 125 mL	1	Parrilla con agitación magnética
1	Matraz Kitasato de 250 mL con manguera	1	Pinza de tres dedos con nuez
1	Pipeta de 10 mL	1	Pinza para tubo de ensayo
1	Probeta de 25 mL	1	Recipiente eléctrico para baño María
7	Tubos de ensayo 16x150 mm	1	Recipiente de peltre

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Sustancia problema	Metanol
Hexano	Agua destilada
Acetato de etilo	Carbón activado
Acetona	Celita
Etanol	

PROCEDIMIENTO

I. SOLUBILIDAD EN DISOLVENTES ORGÁNICOS.

En 6 tubos de ensayo se coloca la punta de una espátula (aproximadamente 0.1 g) de muestra problema y se adiciona 1 mL del disolvente (ver Tabla 1), se agita y se observa. Si el sólido no se disolvió, se agrega 1 mL más y se observa con cuidado (pueden quedar impurezas insolubles). Si no se disolvió toda la muestra se repite por última vez el procedimiento hasta obtener 3 mL máximo.

Si no se logró disolver el sólido, se puede decir que es insoluble en frío, por lo tanto, se calienta la muestra en un baño María hasta ebullición adicionando una pequeña cantidad de cuerpos de ebullición (cuerpos porosos o piedras de ebullición) y agitación constante, teniendo precaución de mantener inalterado el volumen de la solución. Si la muestra no se disolvió, se puede decir que es insoluble en caliente.

Si la muestra es soluble en caliente, se enfría a temperatura ambiente y luego en un baño de hielo-agua. Se observa si hay formación de cristales, anotando todos sus resultados en la Tabla 1.

Tabla 1. Solubilidad en disolventes orgánicos.

Disolventes	Hexano	Acetato de etilo	Acetona	Etanol	Metanol	Agua
Soluble en frío						
Soluble en caliente						
Formación de cristales						

II. CRISTALIZACIÓN SIMPLE

El resto de la muestra se pesa y se coloca en un matraz Erlenmeyer, es importante agregar cuerpos de ebullición. En otro matraz Erlenmeyer se calienta el disolvente ideal con cuerpos de ebullición y se calienta (aproximadamente 30 mL). Se agrega poco a poco el disolvente ideal caliente al matraz con la muestra agitando constantemente hasta obtener una disolución total de la muestra (entre 15-20 mL de disolvente ideal) y si es necesario se continua agregando disolvente caliente hasta la disolución completa.

Si la muestra contiene ***impurezas coloridas o resinosas,*** se retira el matraz de la fuente de calentamiento, se deja enfriar un poco **(¡NUNCA SE AGREGA EL CARBÓN ACTIVADO CON LA SOLUCIÓN HIRVIENDO O MUY CALIENTE!)** y se agrega la cantidad necesaria de carbón activado, se adicionan cuerpos de ebullición y se calienta nuevamente a ebullición con agitación constante. El matraz se calienta por 3 minutos, cuidando de mantener constante el volumen de disolvente. Para eliminar las impurezas insolubles y el carbón activado (si se usó), entonces, ***se filtra en caliente*** (filtración rápida). El embudo de vidrio y el matraz en el que se recibirá el filtrado se deben calentar previamente (algunas ocasiones, el filtrado queda con restos de carbón activado como polvo muy fino, en este caso, es necesario calentar nuevamente la solución y se filtra con una capa de celita). Este paso debe hacerse rápidamente, para evitar que el producto cristalice en el embudo de vidrio. Para filtrar en caliente, se dobla el papel filtro como se observa en la Figura 1.

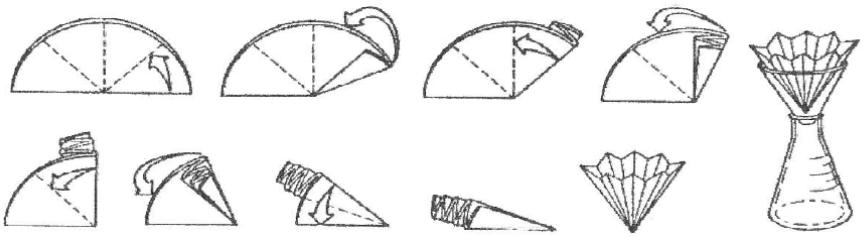


Figura 1. Doblado de papel filtro para filtración rápida.

El embudo se coloca sobre el matraz dejando un hueco entre ambos para que "respire" (Figura 2). El papel filtro se humedece con un poco con el disolvente ideal caliente y se filtra rápidamente. El matraz y el papel filtro se enjuagan con un poco del disolvente caliente (2 a 3 mL).

Se deja enfriar el filtrado a temperatura ambiente y luego en un baño de hielo-agua para que se formen los cristales, si esto no ocurre, se debe ***inducir la cristalización***.

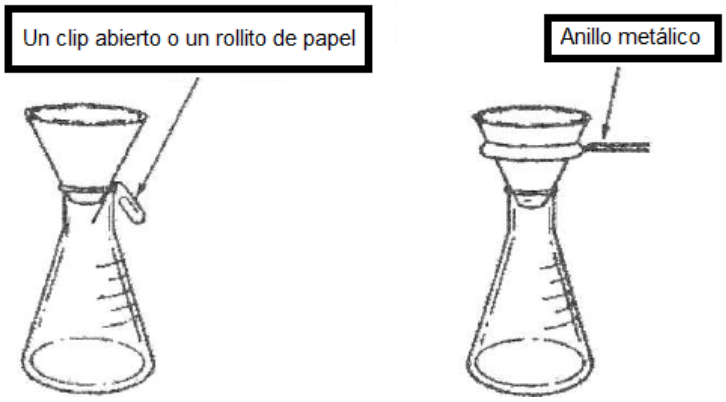


Figura 2. Maneras para crear un espacio entre el embudo y el matraz para que "respire" el sistema al filtrar.

Para inducir la cristalización:

- ***Enfriando la solución***. Se deja que la solución se enfríe un poco y posteriormente se coloca después en un baño de hielo-agua.
- ***Raspado de paredes***. Se talla con una espátula o una varilla de vidrio las paredes del matraz (en la interface solución aire) y enfriando el matraz en un baño de hielo-agua.
- ***Evaporando el exceso de disolvente***. Si no cristaliza, posiblemente se deba a que hay un exceso de disolvente; en tal caso, se agregan cuerpos de ebullición y se evapora parte del disolvente. Nuevamente se retira de la fuente de calentamiento y se tallan las paredes con una espátula.
- ***Sembrado de cristales***. Algunas veces, es necesario adicionar a la solución algunos cristales de la sustancia pura, y repetir el procedimiento de tallar y enfriar.

Una vez formados los cristales, se separan de las aguas madres por ***filtración al vacío***. Para esto, se sujeta el matraz Kitasato con unas pinzas (para evitar que se caiga) y se conecta a la llave de vacío con una manguera. Dentro del embudo Büchner se coloca un círculo de papel filtro, cuidando que ajuste perfectamente y se coloca sobre el Kitasato con ayuda de un adaptador de hule. Se humedece el papel filtro con un poco del disolvente ideal frío, se abre la llave del vacío suavemente, sólo a que se fije el papel y se vierte el contenido del matraz de cristalización (primero se agita un poco el matraz Erlenmeyer y se vierte la solución de forma rápida para pasar la mayor cantidad de cristales). Para terminar de bajar los cristales, se puede utilizar una pequeña cantidad del mismo disolvente ideal frío (máximo 3 mL), con ayuda de la espátula.

Para secar los cristales, se deja que termine de filtrar la mayor parte del disolvente, una vez que deje de gotear, se cierra la llave del vacío y se retira el embudo Büchner; el líquido filtrado del Kitasato (aguas madre) se pasa a un matraz Erlenmeyer y se vuelve a colocar el embudo y esta vez se abre toda la llave del vacío, para permitir que los cristales se sequen, colocando el vidrio de reloj encima del embudo Büchner para que este proceso sea más rápido.

Cuando las aguas madre contienen aún bastante material, se realiza una ***segunda cosecha***, el filtrado se concentra por ebullición, eliminando así el disolvente en exceso y volviendo a inducir la cristalización. Esta segunda cosecha generalmente es menos pura que la primera y no se deben mezclar, pero si se toma en cuenta para calcular el rendimiento. Se pesa el material obtenido y se le determina el punto de fusión.

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS	
D1. Hexano	**D6.** Agua
D2. Acetato de etilo	**D7.** Papel filtro, algodón
D3. Acetona	**D8.** Celita.
D4. Etanol	**D9.** Cubre-objetos rotos
D5. Metanol	

TRATAMIENTO

- **D1-D6:** Recuperar por destilación al final del semestre.
- **D7-D8:** Empacar y enviar a incineración.

CUESTIONARIO

1. ¿Cuándo un disolvente es ideal para efectuar una cristalización?
2. Con los resultados obtenidos, ¿cuál es el grado de polaridad de su muestra problema?
3. ¿Qué cualidades debe cumplir un disolvente ideal para ser utilizado en una cristalización?
4. ¿Para qué se adicionan los cuerpos de ebullición?
5. ¿Por qué razón deben de calentarse el embudo de vidrio y el matraz donde se recibe el filtrado?
6. ¿Qué función cumple el carbón activado en una cristalización?

BIBLIOGRAFÍA

1. Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
2. Brewster R. Q., van der Wert C. A., McEwen W. E., *Curso Práctico de Química Orgánica*, 2 ed., Madrid, Alhambra, 1979.
3. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
4. Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.
5. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed., Brooks and Cole, USA, 2010.
6. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.

7. Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
8. Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.
9. Armarego W. L. F., Chai C., *Purification of Laboratory Chemicals*, 6 ed., British, USA, 2009.

PRÁCTICA No. 3 CRISTALIZACIÓN POR PAR DE DISOLVENTES

OBJETIVOS

- Observar la utilidad de la solubilidad en una cristalización.
- Conocer las características que deben de tener el par de disolventes para ser utilizados en una cristalización.
- Realizar la purificación de un sólido mediante una cristalización por par de disolventes.

INFORMACIÓN

En algunas ocasiones ocurre que no hay un disolvente ideal para un compuesto sólido que se desea cristalizar, en tales casos debe recurrirse a los sistemas llamados par de disolventes para realizar una cristalización.

La elección del par de disolventes se basa principalmente en la solubilidad de los dos disolventes entre sí, que uno de los disolventes tenga una gran afinidad por el sólido a cristalizar y que el otro disolvente tenga poca afinidad por el sólido a cristalizar.

ANTECEDENTES

1) Par de disolventes:
   a) Relación entre solubilidad y estructura molecular.
   b) Efecto de las fuerzas intermoleculares en la solubilidad.
   c) Disolventes próticos y apróticos
   d) Importancia de las pruebas de solubilidad en cristalización.
   e) Interpretación de las pruebas de solubilidad relacionadas con la estructura del compuesto.
   f) Polaridad, solubilidad y orden de polaridad de los disolventes.
   g) Precauciones indispensables para el manejo de los disolventes.

2) Cristalización:
   a) Fundamentos de cristalización.
   b) Secuencia para realizar una cristalización por par de disolventes.
   c) Cualidades del par de disolventes para llevar a cabo una cristalización.
   d) Selección de pares de disolventes y par de disolventes más comunes.
   e) Efecto de la velocidad de formación de los cristales en su tamaño y pureza.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

1	Agitador de vidrio	1	Vaso de precipitados de 150 mL
1	Embudo Büchner con alargadera	1	Vidrio de reloj
1	Embudo de vidrio	1	Espátula
2	Matraces Erlenmeyer de 50 mL	1	Gradilla
1	Matraz Erlenmeyer de 150 mL	1	Parrilla con agitación magnética
1	Matraz Kitasato de 250 mL con manguera	1	Pinza para tubo de ensayo
1	Pipeta de 10 mL	1	Pinza de tres dedos con nuez
1	Probeta de 25 mL	1	Recipiente eléctrico para baño María
7	Tubos de ensayo 16x150 mm	1	Recipiente de peltre

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Sustancia problema	Metanol
Hexano	Agua destilada
Acetato de etilo	Carbón activado
Acetona	Celita
Etanol	

PROCEDIMIENTO

I. SOLUBILIDAD EN DISOLVENTES ORGÁNICOS (PAR DE DISOLVENTES)

En 6 tubos de ensayo se coloca la punta de una espátula (aproximadamente 0.1 g) de muestra problema. Se adiciona 1 mL del disolvente (ver Tabla 1), se agita y se observa. Si no se disolvió toda la muestra se repite el procedimiento hasta obtener 3 mL de disolvente máximo. Si no se logró disolver el sólido, se puede decir que es insoluble en frío, por lo tanto se calienta la muestra a baño María hasta ebullición adicionando cuerpos de ebullición y con agitación constante, cuidando de mantener inalterado el volumen de la solución. Si la muestra se disuelve, se enfría a temperatura ambiente y luego en un baño de hielo-agua. Se observa si hay formación de cristales anotando todos los resultados en la Tabla 1.

Tabla 1. Solubilidad en disolventes orgánicos.

Disolventes	Hexano	Acetato de etilo	Acetona	Etanol	Metanol	Agua
Soluble en frío						
Soluble en caliente						
Formación de cristales						

Una vez que se ha encontrado el par de disolventes, donde, en uno la sustancia es muy soluble y en el otro es insoluble (en frío y en caliente) se debe comprobar que ambos disolventes son miscibles.

II. CRISTALIZACIÓN POR PAR DE DISOLVENTES

Se pesa el resto de la muestra y se coloca en un matraz Erlenmeyer, no se debe olvidar agregar cuerpos de ebullición. En otro matraz Erlenmeyer se calienta el disolvente en el cual la muestra fue soluble con cuerpos de ebullición y se calienta (aproximadamente 30 mL). Se agrega poco a poco el disolvente caliente agitando constantemente, hasta obtener una disolución total de la muestra (entre 10-15 mL de disolvente), si es necesario se adiciona más disolvente caliente hasta disolución completa de la muestra.

Si la muestra contiene ***impurezas coloridas o resinosas,*** antes de filtrar en caliente, se adiciona el carbón activado (recordando retirar el matraz de la fuente de calentamiento y permitiendo que se enfríe un poco, antes de adicionar el carbón activado), se calienta nuevamente a ebullición por 3 minutos con agitación constante y se ***filtra en caliente*** (filtración por gravedad).

El filtrado se concentra un poco y se agrega, ***gota a gota***, el disolvente en el cual la muestra es insoluble, hasta observar una solución turbia. Se agita la solución y si la turbidez desaparece, se continúa agregando gota a gota el disolvente en el cual la muestra no es soluble hasta que la turbidez permanezca. Entonces se agregan unas cuantas gotas del primer disolvente (caliente) para eliminar la turbidez y evitar que haya material precipitado. La solución saturada resultante, se deja enfriar a temperatura ambiente, posteriormente se deja en un baño de hielo-agua, induciendo la cristalización. Una vez formados los cristales, se separan de las aguas madre por ***filtración al vacío*** y se dejan secar.

Para obtener material adicional (segunda cosecha), las aguas madre se pueden concentrar un poco, cuidando de que el disolvente que se elimine sea aquel en el que el producto sea más soluble. Finalmente cuando los cristales estén totalmente secos, se pesan para calcular el rendimiento y se determina el punto de fusión.

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS	
D1. Hexano	**D7.** Papel filtro, algodón.
D2. Acetato de etilo	**D8.** Metanol-agua
D3. Acetona	**D9.** Etanol-agua
D4. Etanol	**D10.** Acetona-agua
D5. Metanol	**D11.** Hexano-acetato de etilo
D6. Agua	**D12.** Cubre-objetos rotos

TRATAMIENTO

- **D1-D6, D8-D11:** Recuperar por destilación al final del semestre.
- **D7, D12:** Empacar y enviar a incineración.

CUESTIONARIO

1. ¿Por qué es importante mantener el volumen de la solución durante el calentamiento?
2. ¿Por qué es necesario quitar la turbidez de la solución?
3. ¿Qué cualidades presentaron cada uno de los disolventes para ser usados en una cristalización por par de disolventes?
4. ¿Cuáles son las diferencias que encuentras entre la sustancia purificada y sin purificar?
5. En el proceso de cristalización se efectúan dos tipos de filtraciones, ¿en qué se diferencian? y ¿qué tipo de impurezas se eliminan en cada una de ellas?

BIBLIOGRAFÍA

1. Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
2. Brewster R. Q., van der Wert C. A., McEwen W. E., *Curso Práctico de Química Orgánica*, 2 ed., Madrid, Alhambra, 1979.
3. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
4. Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.
5. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed., Brooks and Cole, USA, 2010.
6. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.
7. Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
8. Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.
9. Armarego W. L. F., Chai C., *Purification of Laboratory Chemicals*, 6 ed., British, USA, 2009.

PRÁCTICA No. 4 **DESTILACIÓN SIMPLE Y FRACCIONADA**

OBJETIVOS

- Conocer el procedimiento de una destilación simple y una fraccionada, así como sus características y los factores que intervienen en ellas.
- Separar los componentes de una mezcla binaria por medio de una destilación simple o fraccionada.
- Elegir la técnica de destilación más adecuada, en función de la naturaleza del líquido o mezcla de líquidos que se van a destilar.

INFORMACIÓN

Esta separación o purificación de líquidos por evaporación y condensación, es un paso muy importante en una de las profesiones más antiguas del hombre. Los puntos importantes son:

a) Vaporización: convertir un líquido a vapor.
b) Condensación: convertir un vapor a líquido.

Hay varias clasificaciones de destilaciones pero las que se verán en este curso son:

1. Destilación simple: La separación de líquidos de punto de ebullición por debajo de los 150 °C bajo condiciones normales (1 atmósfera de presión).
2. Destilación al vacío: La separación de líquidos, con puntos de ebullición mayores a 150 °C bajo condiciones normales (1 atmósfera de presión).
3. Destilación fraccionada: La separación de mezclas de líquidos, donde la diferencia entre los puntos de ebullición de los componentes son menores a 80 °C bajo condiciones normales (1 atmósfera de presión).
4. Destilación por arrastre con vapor: Aislamiento de aceites y otros compuestos líquidos insolubles o poco solubles en agua a cualquier temperatura.

Por esta razón cuando una sustancia líquida se contamina con pequeñas cantidades de impurezas, estas pueden eliminarse por algún tipo de destilación, se dice entonces que se efectúa una purificación. Cuando dos o más sustancias líquidas se encuentran formando mezclas en proporción relativamente semejantes, deberá elegirse la técnica de destilación más acorde con las características de la muestra.

La destilación simple se utiliza cuando la diferencia entre los puntos de ebullición de los componentes es grande, mayor de 80 °C o cuando las impurezas son sólidos disueltos en el líquido a purificar. Si la diferencia es pequeña, se utiliza una destilación fraccionada.

ANTECEDENTES

1) Características y diferencias de la destilación simple y fraccionada.
2) Diagramas de composición líquido-vapor.
3) Como funciona una columna de destilación fraccionada.
4) Concepto de plato teórico y número de platos teóricos.
5) Mezclas azeotrópicas.
6) Ley de Raoult.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

1	Colector	1	Refrigerante para agua con mangueras
1	Columna Vigreaux	1	T de destilación
1	Embudo de vidrio	1	Termómetro
1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Barra de agitación magnética
1	Matraz de fondo plano de 50 mL	1	Parrilla con agitación
1	Portatermómetro	2	Pinzas de tres dedos con nuez
2	Probetas de 25 mL	1	Recipiente de peltre

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Acetona	Metanol
Agua	Agua
Etanol	Anaranjado de metilo
Hexano	

PROCEDIMIENTO

I. DESTILACIÓN FRACCIONADA DE UNA MEZCLA.

NOTA: Se deben engrasar con vaselina (utilizar la mínima cantidad) todas las juntas esmeriladas correspondientes al equipo de destilación.

En un matraz bola de fondo plano de 50 mL se coloca la barra de agitación magnética y con la ayuda de un embudo de vidrio se adicionan 10 mL de la mezcla problema, con una pinza de tres dedos se sujeta el cuello del matraz cuidando que quede bien colocado sobre la parrilla, se coloca la columna Vigreaux cubriéndola con un poco de fibra de vidrio, enseguida se coloca la T de destilación como se observa en la Figura 1, con otra pinza de tres dedos se sujeta el refrigerante y el colector, las fracciones del destilado se colectan en las probetas (Figura 1). Finalmente se coloca el portatermómetro junto con el termómetro como se indica en la Figura 1. Cuando el equipo este completamente montado se enciende la agitación de la parrilla y después se inicia el calentamiento, dejando de 1 a 2 mL de cola de destilación.

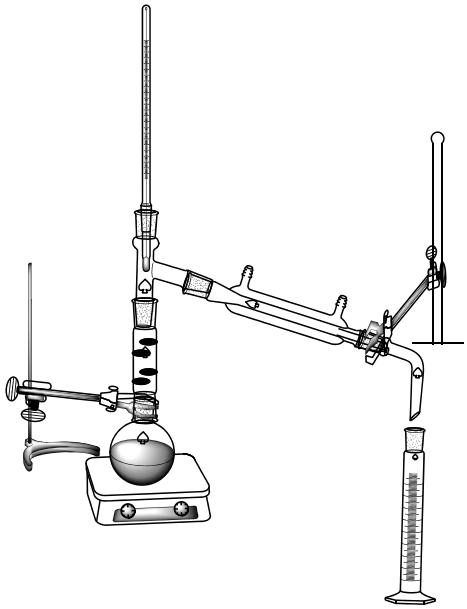


Figura 1. Equipo de destilación fraccionada.

Se anota la temperatura de destilación por cada mililitro obtenido en la Tabla 1. Con base en las variaciones de temperatura se deben separar cabeza, primer componente (cuerpo), fracción intermedia (cola de primer componente y cabeza del segundo componente), segundo componente (cuerpo) y finalmente la cola de destilación.

Tabla 1. Destilación fraccionada de una mezcla.

Volumen del destilado (mL)	Temperatura de destilación (°C)	Volumen del destilado (mL)	Temperatura de destilación (mL)

Tabla 2. Resumen de resultados.

Fracción de la destilación	Temperaturas de destilación (°C)	Volumen (mL)
Cabeza		
1er Componente		
Fracción intermedia		
2º Componente		
Cola		

II. DESTILACIÓN SIMPLE DE UNA MEZCLA

Para esta parte de la práctica utilizar 10 mL de la mezcla problema la cual se adicionará al mismo matraz bola de 50 mL sin necesidad de lavarlo. Se realiza nuevamente el montado del equipo **sin colocar la columna Vigreaux** (Figura 2), una vez montado el equipo se agita y se comienza el calentamiento, dejando de 1 a 2 mL de cola de destilado.

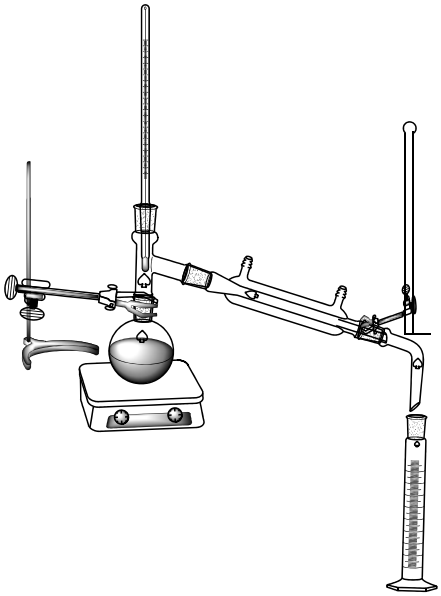


Figura 2. Equipo de destilación simple.

De acuerdo con las variaciones de temperatura por cada mililitro de destilado, se deben separar las tres fracciones de la destilación anotando los resultados en las Tablas 3 y 4 respectivamente.

Tabla 3. Destilación simple de una mezcla.

Temperatura de destilación (°C)																
Volumen del destilado (mL)																

Tabla 4. Resumen de resultados.

Fracción de la destilación	Temperatura de destilación (°C)	Volumen (mL)
Cabeza		
Cuerpo		
Cola	----------	

Con los resultados obtenidos se trazan dos gráficas en papel milimetrado, una para cada tipo de destilación, colocando en las abscisas los volúmenes del destilado y en las ordenadas las temperaturas de destilación. Observando estas gráficas se puede observar cuál de las dos técnicas es más eficiente para la separación de la mezcla usada.

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS
D1. Cabeza y cola de destilación

TRATAMIENTO

- **D1:** Hacer prueba de compatibilidad para enviar a incineración.

CUESTIONARIO

1. Compare los resultados experimentales de las destilaciones y diga tres razones de aquella que le pareció más eficaz.
2. ¿Cuándo es recomendable utilizar destilación simple y cuándo la destilación fraccionada?
3. ¿Qué criterio siguió para separar las diferentes fracciones durante las destilaciones? Explique.
4. ¿Se podría separar por destilación simple una mezcla de dos líquidos de puntos de ebullición de 67 °C y 99 °C? y ¿por destilación fraccionada? Finalmente, ¿qué líquido se obtendría primero?
5. ¿Qué finalidad tiene el plato teórico?
6. ¿Qué establece la Ley de Raoult?

BIBLIOGRAFÍA

1. Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
2. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
3. Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.
4. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed., Brooks and Cole, USA, 2010.
5. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.
6. Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
7. Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.
8. Armarego W. L. F., Chai C., *Purification of Laboratory Chemicals*, 6 ed., British, USA, 2009.

PRÁCTICA No. 5 **PUNTO DE EBULLICIÓN: DESTILACIÓN SIMPLE Y A PRESIÓN REDUCIDA**

OBJETIVOS

- Conocer los procesos de destilación simple y a presión reducida, sus características y los factores que intervienen en ellas.
- Correlacionar los resultados experimentales de los puntos de ebullición y la masa molecular o el número de átomos de carbono mediante una gráfica.
- Emplear la técnica adecuada de destilación, simple o a presión reducida, en función de la naturaleza del líquido a destilar.
- Aplicar la técnica de destilación a presión reducida en la purificación y separación de líquidos de baja presión de vapor.

INFORMACIÓN

En general, los factores que determinan el punto de ebullición son: la masa molecular, la forma lineal o ramificada de las moléculas, su polaridad (dada por los grupos funcionales que contiene la molécula) y la asociación intermolecular. Entre los hidrocarburos, los factores que determinan los puntos de ebullición suelen ser principalmente la masa molecular y la forma líneal o ramificada de la cadena, lo que es de esperar de moléculas que se mantienen unidas esencialmente por fuerzas de van der Waals. En el caso de los alcoholes se ha observado que a medida que aumentan el número de átomos de carbono, de la cadena lineal, el punto de ebullición también aumenta; sin embargo, este disminuye al aumentar las ramificaciones moleculares. Los puntos de ebullición de los alcoholes normalmente elevados se deben a que son líquidos asociados y por lo mismo requieren mayor energía para romper los puentes de hidrógeno que mantienen unidas a las moléculas.

Cuando se tienen líquidos con punto de ebullición por arriba de 150 °C a 1 atmósfera de presión es necesario realizar otro tipo de técnica para su separación o purificación. Debido a que el punto de ebullición está correlacionado con la presión, si se disminuye la presión, el compuesto destilará a una temperatura más baja a su punto de ebullición y con ello se logra una purificación más rápida o eficaz en un menor tiempo y a una temperatura menor al punto de ebullición normal del líquido. Esta técnica se utiliza principalmente para compuestos que se descomponen antes de llegar a su punto de ebullición a 1 atmósfera de presión o a compuestos con puntos de ebullición por arriba de 150 °C.

ANTECEDENTES

1) Investigar las propiedades físicas y la estructura molecular de alcanos y alcoholes.
2) Relación entre estructura y sus propiedades físicas.
3) Destilación a presión reducida. Relación entre la presión y la temperatura.
4) Aplicaciones y características de una destilación a presión reducida.
5) Características de los compuestos susceptibles de purificarse por destilación a presión reducida.
6) La interpretación de un nomograma y el funcionamiento de un manómetro.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

1	Colector	1	T de destilación
1	Embudo de vidrio	1	Termómetro
2	Matraces bola de 25 mL	1	Vaso de precipitados de 250 mL
1	Matraz Kitasato de 250 mL con manguera	1	Barra de agitación magnética
1	Matraz de fondo plano de 50 mL	1	Manguera para vacío con tapón
1	Portatermómetro	1	Parrilla con agitación magnética
2	Probetas de 25 mL	3	Pinzas de tres dedos con nuez
1	Refrigerante para agua con mangueras	1	Recipiente de peltre
1	T de vacío		

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Acetona	*n*-Propanol
Agua	*n*-Butanol
Metanol	Isopropanol
Etanol	Anaranjado de metilo
Propilenglicol	

PROCEDIMIENTO

I. DESTILACIÓN SIMPLE DE UN ALCOHOL.

NOTA: Se deben engrasar con vaselina (utilizando la mínima cantidad) todas las juntas esmeriladas del equipo de destilación.

En un matraz bola de 50 mL se coloca una barra de agitación magnética y con ayuda de un embudo de vidrio se adicionan 10 mL de un alcohol, con una pinza de tres dedos se sujeta el cuello del matraz cuidando que quede bien colocado sobre la parrilla, se coloca la T de destilación como se observa en la Figura 1, con otra pinza de tres dedos se sujeta el refrigerante y el colector, las fracciones del destilado se colectaran en las probetas (Figura 1). Finalmente se coloca el portatermómetro junto con el termómetro como se indica en la Figura 1. Cuando el equipo este completamente montado se enciende la agitación de la parrilla y después se inicia el calentamiento, cuidando de dejar de 2 a 5 mL de cola de destilación.

Se anota la temperatura a la cual el líquido empieza a destilar hasta que la temperatura se mantenga constante (cabeza). Al permanecer constante la temperatura, cambie inmediatamente la probeta para recibir ahora todo el destilado a esa temperatura (cuerpo). Finalmente deje en el matraz el residuo que ya no destila (cola).

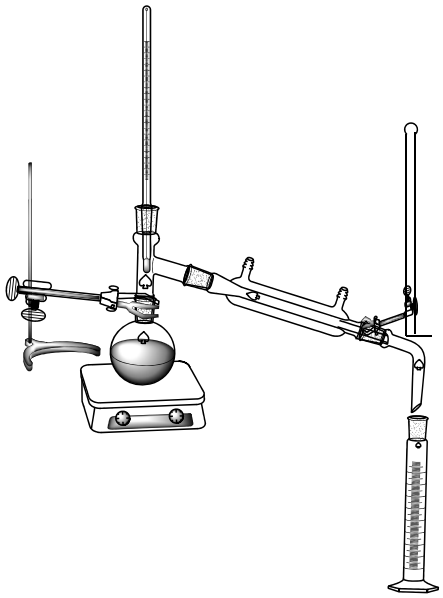


Figura 1. Equipo de destilación simple.

Entregue al profesor el cuerpo de la destilación y anote los resultados en la Tabla 1. Con los datos de punto de ebullición del grupo llene la Tabla 2.

Tabla 1. Fracciones de una destilación simple.

Fracción de la destilación	Temperatura de ebullición (°C)	Volumen (mL)
1 Cabeza		
2 Cuerpo		
3 Cola		

Tabla 2. Punto de ebullición de alcoholes lineales vs. No. de átomos de C.

Sustancia	Masa molecular(uma)	No. de átomos de C	Punto de ebullición (°C)
Metanol			
Etanol			
n-Propanol			
isopropanol			
n-Butanol			

II. DESTILACIÓN A PRESIÓN REDUCIDA.

NOTA: Se deben engrasar con vaselina (utilizar la mínima cantidad) todas las juntas esmeriladas correspondiente al equipo de destilación.

En un matraz bola de fondo plano de 50 mL se coloca una barra de agitación magnética y con ayuda de un embudo de vidrio se colocan 10 mL de una mezcla problema, con una pinza de tres dedos se sujeta el cuello del matraz cuidando que el matraz quede bien colocado sobre la parrilla, posteriormente se coloca la T de destilación y el refrigerante como se muestra en la Figura 2.

La T de vacío (se debe conectar con una manguera a un matraz kitasato sumergido en un baño de hielo-agua y no directamente a la llave de vacío), después la segunda T de destilación soportándolos con una pinza de tres dedos. Se colocan los matraces bola de 25 mL sujetados con una liga al resto del equipo. Finalmente se coloca el portatermómetro en la primera T de destilación junto con el termómetro (el termómetro debe estar bien ajustado para que al hacer vacío al sistema no se resbale y se rompa el matraz). Una vez montado el equipo completo como se muestra en la Figura 2, se enciende la agitación de la parrilla y se abre la llave del vacío poco a poco para que se regule la presión dentro del sistema y espere de 5 a 10 minutos antes de comenzar con el calentamiento.

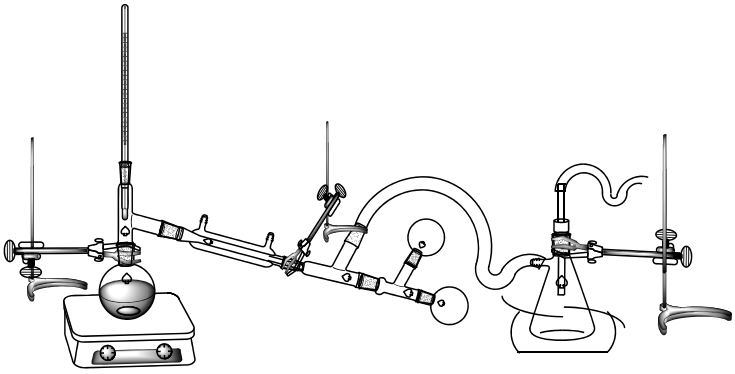


Figura 2. Equipo de destilación a presión reducida.

De acuerdo a las variaciones de temperatura que se observan se deben separar las diferentes fracciones (cabeza y cuerpo de la destilación). Cuando termine la destilación (sin permitir que el matraz llegue a sequedad) se suspende el calentamiento, se retira con cuidado la parrilla. Se deja enfriar el sistema y se cierra la llave de vacío. Finalmente se desmonta el equipo de destilación comenzando con los matraces de 25 mL que contienen las fracciones destiladas. Se miden los volúmenes obtenidos en cada fracción y se anotan los volúmenes y las temperaturas de cada una de las fracciones en la Tabla 3. Se entregan al profesor las fracciones separadas.

Tabla 3. Datos de destilación a presión reducida.

Fracción	Temperatura de destilación (°C)	Volumen (mL)	Presión (mmHg)
1			
2			

Finalmente, en la Tabla 4 se localiza el grupo al que pertenece la sustancia que se destiló, y en el nomograma (Figura 3) con los datos de temperatura, el grupo al que pertenece la sustancia y el dato de temperatura normal se determina la presión a la que se destiló la fracción principal.

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS
D1. Cabeza y cola de alcoholes
D2. Cabeza y cola de destilación a presión reducida

TRATAMIENTO

- **D1-D2:** Hacer pruebas de compatibilidad para enviar a incineración.

CUESTIONARIO

1. ¿Qué finalidad tiene conectar el agua a contracorriente en el refrigerante?
2. Cite tres formas de conocer la presión a la que destila una sustancia. Con base en los resultados experimentales, explique si este método de destilación es adecuado para purificar y separar líquidos.
3. Utilizando el nomograma determine las temperaturas de ebullición a las diferentes presiones.

P (mmHg)	Benzaldehído	Antraceno	P (mmHg)	Benzaldehído	Antraceno
760			300		
100			5		

4. ¿Cuál es la relación que existe entre la presión aplicada y la temperatura de ebullición de un líquido?
5. ¿En qué casos considera que la destilación a presión reducida es el método adecuado para la separación y purificación de estas?
   - Ciclohexano-benceno
   - Glicerol-etilenglicol
   - Hexano-ciclopentano.
6. Un líquido orgánico comienza a descomponerse a 80 °C. Su presión de vapor a esa temperatura es de 36 mmHg. ¿Cómo podría destilarse?

BIBLIOGRAFÍA

1. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
2. Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.
3. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed., Brooks and Cole, USA, 2010.
4. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.
5. Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
6. Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.
7. Armarego W. L. F., Chai C., *Purification of Laboratory Chemicals*, 6 ed., British, USA, 2009.
8. Lippincott S. B., Lyman M. M., *Vapor Pressure–Temperature Nomographs, Industrial & Engineering Chemistry*, 38, 320, 1946.

Tabla 4. Grupos de los compuestos representados en los nomogramas.

Grupo 1	**Grupo 3**	**Grupo 5**
Antraceno	Acetaldehído	Ácido propiónico
Antraquinona	Acetona	Alcohol bencílico
Butiletileno	Ácido fórmico	Amoniaco
Fenantreno	Aminas	Fenol
Sulfuro de carbono	Cianuro de hidrógeno	Metilamina
Tricloroetileno	Cloroanilinas	
	Cloruro de cianógeno	**Grupo 6**
Grupo 2	Cloruro mercúrico	Ácido isobutírico
Alcanfor	Ésteres	Agua
Anhídrido ftálico	Éter metílico	Anhídrido acético
Benzaldehído	Metiletiléter	
Benzofenona	Naftoles	
Benzonitrilo	Nitrobenceno	**Grupo 7**
Dibencilacetona	Nitrometano	Ácido benzoico
Dimetilsilano	Óxido de etileno	Ácido butírico
Éteres	Tetranitrometano	Ácido heptanoico
Fosgeno		Ácido isocaproico
Hidrocarburos	**Grupo 4**	Ácido valérico
Hidrocarburos halogenados	Acetofenona	Alcohol metílico
Metiletilcetona	Ácido acético	Etilenglicol
Monóxido de carbono	Cianógeno	Propilenglicol
Nitrotoluidinas	Cloruro de nitrosilo	
Nitrotoluenos	Dimetilamina	**Grupo 8**
Quinolina	Dióxido de azufre	Alcohol amílico
Sulfocianuro de carbono	Etilamina	Alcohol etílico
Sulfuros	Formiato de metilo	Alcohol isoamílico
	Oxalato de dimetilo	Alcohol isobutílico
		Alcohol *n*-propílico
		Cloruro mercuroso

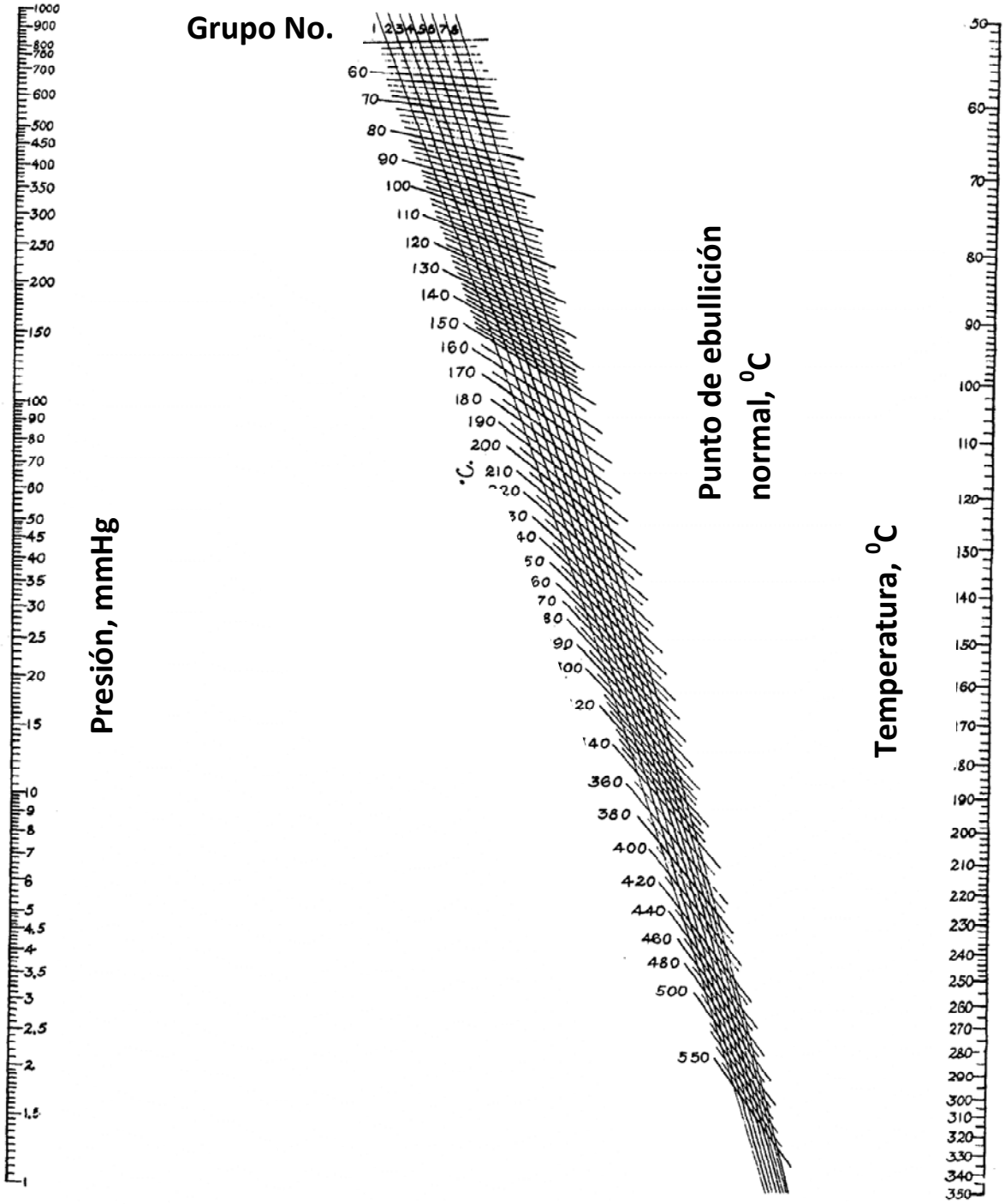


Figura 3. Nomograma de presión de vapor-temperatura.

PRÁCTICA No 6 CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA

OBJETIVOS

- Conocer la técnica de cromatografía en capa fina, sus características y los factores que en ella intervienen.
- Observar la relación que existe entre la polaridad de las sustancias que se analizan y la de los eluyentes utilizados.
- Emplear la técnica de cromatografía en capa fina como criterio de pureza e identificación de sustancias.

INFORMACIÓN

La cromatografía es quizá el medio más útil de la separación de los compuestos para purificar e identificar. De hecho, la separación de compuestos coloridos en tiras de papel dio el nombre pintoresco de cromatografía en capa fina.

Existen diferentes tipos de cromatografía, que son sorprendentemente similares pero dependen de la naturaleza de la fase estacionaria y de la fase móvil. Por ejemplo, la cromatografía en capa fina, cromatografía en columna ya sea húmeda o seca, son técnicas comúnmente utilizadas en los laboratorios de síntesis orgánica, puesto que la cromatografía en capa fina, se utiliza principalmente para identificación de compuestos y la determinación de su pureza.

Para realizar la cromatografía en capa fina se necesita conocer lo siguiente:

a) Tipos de adsorbente.
b) Tipos de eluyentes.
c) Tipo de reveladores.

ANTECEDENTES

a) Concepto de cromatografía. Tipos de cromatografía de adsorción y cromatografía de partición. Ejemplos.
b) Fenómeno de adsorción. La propiedad de retención. Concepto de Rf.
c) La cromatografía en capa fina. Sus características y aplicaciones.
d) Eluyentes, soportes y reveladores más comunes para la cromatografía en capa fina.
e) Factores que influyen en una separación por cromatografía de capa fina.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

3	Frascos para cromatografía con tapa	1	Tubo capilar
6	Portaobjetos	1	Vidrio de reloj
2	Probetas de 25 mL	1	Espátula

MATERIAL ADICIONAL

1	Lámpara de luz UV, onda larga y onda corta	1	Cámara de yodo
1	Cámara oscura para lámpara de luz UV		

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Gel de sílice 60 HF_{254} para ccf	Nipasol
Benzoina	Acetona
Ácido acetilsalicílico	Acetato de etilo
Cafeína	Hexano
Nipagín	Metanol

PROCEDIMIENTO

I. PREPARACIÓN DE CROMATOPLACAS Y CAPILARES

Para preparar las cromatoplacas, se introducen dos portaobjetos juntos, limpios y secos, en una suspensión de gel de sílice al 35% en acetato de etilo, se dejan secar al aire y se separan con cuidado. Se preparan 6 cromatoplacas y se ordenan sobre una hoja de papel.

Para aplicar las soluciones a las cromatoplacas se utilizan capilares, que previamente deben ser estirados en la flama del mechero (flama pequeña), con el fin de que tengan el diámetro adecuado (Figura 1).

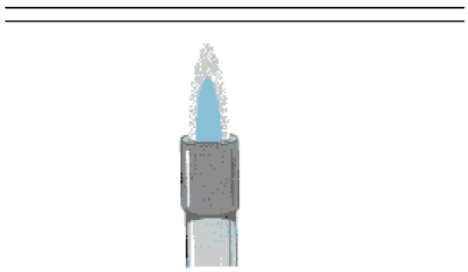


Figura 1. Preparación de capilares.

Para mayor claridad de los resultados, se deben incluir en el informe los dibujos de las cromatoplacas a tamaño natural de todos los experimentos de esta sesión.

II. APLICACIÓN DE LA MUESTRA Y EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN

Se prepara la cámara de elución con un cuadro de papel filtro dentro de ella de tamaño adecuado y se colocan 4 mL de acetato de etilo, se tapa para que se humedezca completamente el papel (Figura 2).

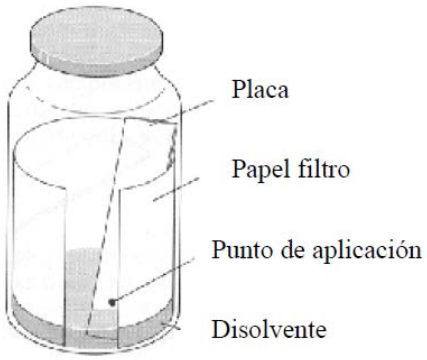


Figura 2. Desarrollo de la cromatoplaca.

Para preparar la cromatoplaca con las muestras se marcan los 3 puntos de aplicación y se aplica con ayuda de un capilar una pequeña cantidad de la solución **(1)** en cada una de ellas 1, 3 y 9 aplicaciones (Figura 3) al borde inferior a 1 cm aproximadamente previamente marcado.

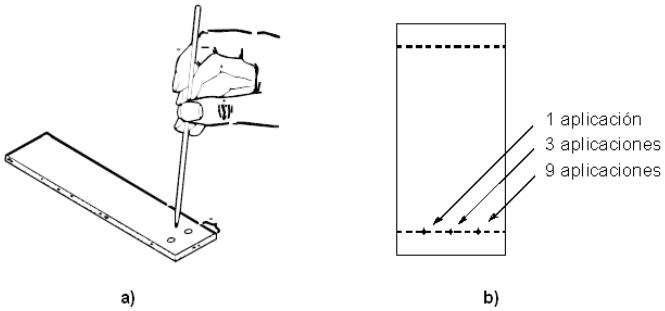


Figura 3. a) Aplicación de la muestra en la cromatoplaca, **b)** Número de aplicaciones.

Una vez que se realizó lo anterior se introduce la cromatoplaca a la cámara de elución. Cuando la cromatoplaca esté dentro de la cámara, no se debe mover, cuando el frente de eluyente esté casi en el borde superior de la capa de gel de sílice, se abre el frasco con cuidado y se retira la cromatoplaca, se marca el frente del eluyente con un lápiz fino. La cromatoplaca se coloca en una hoja de papel, donde se anotaran los datos y se deja secar al aire. Para visualizar la cromatoplaca, se revelará primero con una lámpara de luz UV (Figura 4) marcando el contorno de cada una de las manchas observadas con un lápiz fino y luego introduciendo la placa en una cámara de yodo.

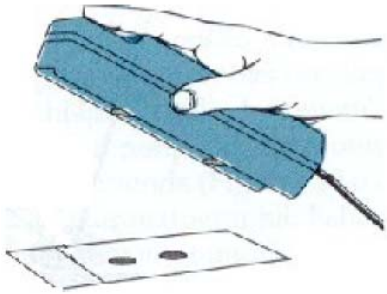


Figura 4. Revelado con luz UV.

III. POLARIDAD DE LAS SUSTANCIAS Y POLARIDAD DE LOS ELUYENTES

Para comprobar la polaridad de las sustancias se colocan ahora las soluciones **(2)** y **(3)**. Se preparan tres cromatoplacas y se colocan 3 aplicaciones de las soluciones en cada una de ellas (Figura 5).

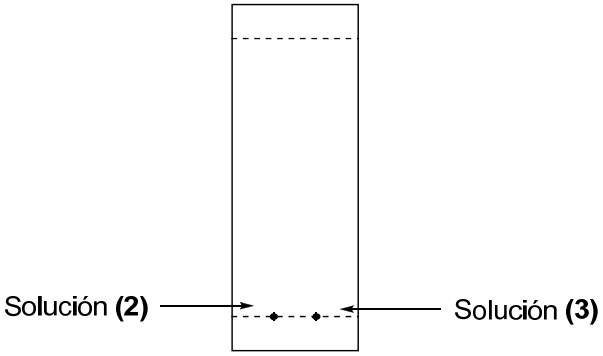


Figura 5. Polaridad.

La primera cromatoplaca se eluye con hexano, la segunda con acetato de etilo (AcOEt) y la tercera con metanol (MeOH).

En cada caso, se deja evaporar el eluyente y se revela con luz UV, se observan y se anotan los resultados (se calculan los Rf de cada compuesto en los diferentes eluyentes). Se deben anotar las observaciones.

IV. PUREZA DE LAS SUSTANCIAS

Se desea saber de las sustancias **(4)** y **(5)** cuál es pura y cuál es impura. Se prepara una cromatoplaca y se aplica en ella ambas soluciones, como se observa en la Figura 6.

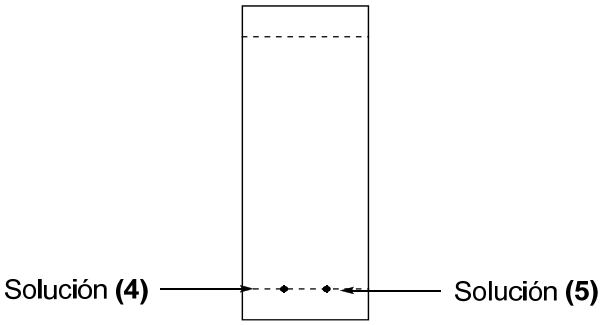


Figura 6. Pureza

Se eluye con AcOEt y se deja secar. Se revela con luz UV y después con yodo. Se anotan los resultados y observaciones.

V. LA CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA COMO CRITERIO PARCIAL DE IDENTIFICACION.

Se desea identificar los componentes de una mezcla, por medio de su comportamiento en cromatografía en capa fina y comparándolo con el de sustancias estándar bajo las mismas condiciones experimentales. Para esto, se proporcionarán las soluciones **6A** y **6B** (nipagín y nipasol, respectivamente). Se preparan dos cromatoplacas y en ambas se aplican las muestras como en la Figura 7. Se ***eluye una de las cromatoplacas con AcOEt***, se revela con luz UV y después con yodo. Se anotan las observaciones.

La otra cromatoplaca, se debe eluir varias veces (aproximadamente 3) con un eluyente de menor polaridad, por ejemplo, una mezcla de hexano/AcOEt (4:1), dejando secar la cromatoplaca y revelándola con luz UV entre una elución y otra hasta observar la separación de los compuestos.

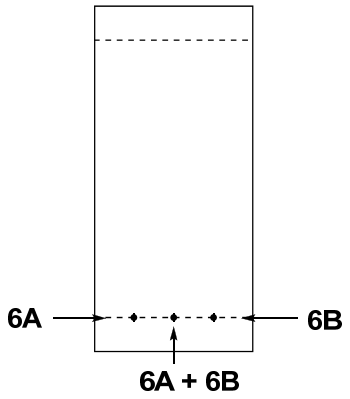


Figura 7. Identificación.

Si después de la tercera elución la mezcla no se separa, se continúa eluyendo hasta lograr la separación. Finalmente se revela con yodo y se anotan las observaciones.

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS	
D1. Capilares	**D4.** Metanol
D2. Hexano	**D5.** Hexano-acetato de etilo
D3. Acetato de etilo	**D6.** Gel de sílice para ccf

TRATAMIENTO

- **D1:** Empacar cuidadosamente para incineración.
- **D2 a D4:** Recuperar por destilación al final del semestre.
- **D5:** Hacer pruebas de compatibilidad para enviar a incineración.
- **D6:** Se puede recuperar para usarla nuevamente, previo lavado y secado.

CUESTIONARIO

1. ¿Cómo se elige el eluyente para cromatografía en capa fina?
2. ¿Por qué se dice que la cromatografía en capa fina es un criterio parcial y no total de identificación?
3. ¿Cuál será el resultado de los siguientes errores en cromatografía en capa fina?
    1. Aplicación de solución muy concentrada.
    2. Utilizar eluyente de alta polaridad.
    3. Emplear gran cantidad de eluyente en la cámara de cromatografía.
4. El valor del Rf ¿depende del eluyente utilizado?
5. Qué significa que una sustancia tenga:
    1. Rf < 0.5
    2. Rf = 0.5
    3. Rf > 0.5

BIBLIOGRAFÍA

1. Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
2. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
3. Pasto D. J., Johnson C. R., Miller M. J., *Experiments and Techniques in Organic Chemistry*, Prentice Hall, 1992.
4. Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.
5. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed., Brooks and Cole, USA, 2010.
6. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.
7. Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
8. Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.
9. Armarego W. L. F., Chai C., *Purification of Laboratory Chemicals*, 6 ed., British, USA, 2009.

PRÁCTICA No 7 CROMATOGRAFÍA EN COLUMNA

OBJETIVOS

- Comprender la técnica de cromatografía en columna, sus características y los factores que en ella intervienen.
- Emplear la técnica de cromatografía en columna para la separación de un compuesto orgánico.
- A través de cromatografía en capa fina controlar la cromatografía en columna.

INFORMACIÓN

La cromatografía es quizá el medio más útil de la separación de los compuestos para purificar e identificar. Para llevar a cabo una purificación de un compuesto sea sólido o líquido, es necesario aplicar la técnica de cromatografía en columna puesto que es fácil, se puede llevar a cabo a temperatura ambiente y pueden separarse grandes cantidades de una mezcla de compuesto.

La cromatografía en capa fina es una técnica que ayuda a determinar el número de componentes de una mezcla y como una prueba preliminar para realizar una cromatografía en columna, entre otras aplicaciones.

ANTECEDENTES

a) Cromatografía en columna. Para que sirve y sus aplicaciones.
b) Cromatografía de adsorción, de partición o reparto.
c) Factores que influyen en una separación por cromatografía en columna.
d) Selección de eluyentes y adsorbentes para la separación de compuestos por cromatografía en columna.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

1	Agitador de vidrio	1	Piseta de 125 mL con eluyente
1	Colector	1	Refrigerante para agua con mangueras
1	Columna para cromatografía	1	T de destilación
1	Embudo de vidrio	1	Tapón esmerilado
2	Frascos para cromatografía	1	Tubo capilar
8	Frascos viales	2	Vasos de precipitados de 100 mL
1	Matraz redondo de fondo plano de 50 mL	1	Vidrio de reloj
1	Pipeta de 5 mL	1	Espátula
4	Portaobjetos	2	Pinzas de tres dedos con nuez
1	Probeta de 25 mL	1	Recipiente eléctrico para baño María

MATERIAL ADICIONAL

1	Lámpara de luz UV, onda larga y onda corta	1	Cámara de yodo
1	Cámara oscura para lámpara de luz UV		

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Ácido benzoico	Acetato de etilo
Azul de metileno	Hexano
Gel de sílice para columna	Yodo
Gel de sílice para cromatografía en capa fina	

PROCEDIMIENTO

I. PURIFICACIÓN DE ÁCIDO BENZOICO

Se proporcionaran 0.4 g de una mezcla sólida de ácido benzoico contaminada con azul de metileno.

Se coloca la columna de cromatografía en un soporte con ayuda de unas pinzas de tres dedos, de tal forma que se encuentre totalmente vertical y con una altura al tamaño de los frascos viales.

Para empacar la columna, se coloca la llave de la columna en posición de cerrado (si la llave es de vidrio, se deberá engrasar ligeramente). Se introduce hasta el fondo un pequeño pedazo de algodón con ayuda de una varilla de vidrio o de metal, se agregan 5 mL del eluyente (AcOEt) y se presiona suavemente el algodón para eliminar las burbujas. Se prepara una suspensión de sílica gel para columna, 6 g en 30 mL de eluyente y se agita la suspensión hasta que no se observen burbujas de aire. Con ayuda de un embudo de vidrio se vierte la suspensión en la columna lo más rápido posible y se golpea ligeramente la columna con los dedos para que el empaquetamiento sea uniforme. Se abre la llave para eliminar el exceso de disolvente cuidando de no dejar secar la silica gel, se debe mantener el eluyente aproximadante a 0.5 cm arriba de la sílica

En un vaso de precipitados de 100 mL se disuelve la mezcla problema con la mínima cantidad de eluyente (de 2 a 3 mL), con ayuda del agitador, se vierte lo más rápido posible y con cuidado para no mover la superficie de la sílica en la columna. Se abre la llave para colectar el eluyente y que se adsorba la muestra aplicada, se debe tener cuidado de que la columna se seque.

Se marcan los frascos viales a 6 mL y se colectan las fracciones (eluatos), se verifica la separación realizando cromatoplacas (se preparan las cromatoplacas y capilares previamente como la práctica anterior). En cada cromatoplaca se aplican 4 de sus fracciones y un testigo como se indica en la Figura 1.

Se eluyen las cromatoplacas en una mezcla de **hexano-acetato de etilo (2:1)** y se observa en cuales fracciones hay presencia del compuesto separado revelando con una cámara de UV o una cámara de yodo. En cada cromatoplaca se debe observar el cambio de coloración de la mancha del producto principal (a menor concentración menor intensidad de color).

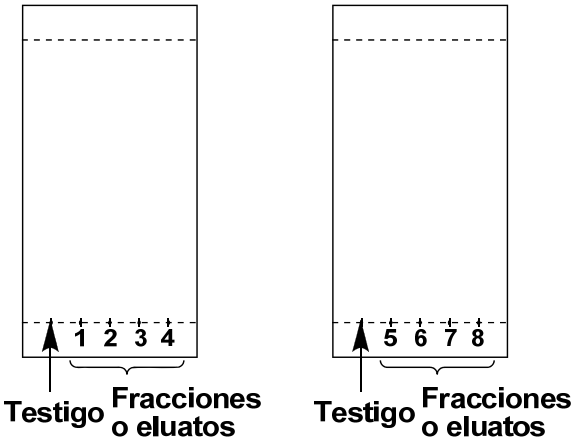


Figura 1. Seguimiento de la separación por cromatografía en capa fina.

Para recuperar el ácido benzoico se destila el disolvente por medio de una destilación simple usando como fuente de calentamiento un baño María, se deja un residuo de 5 mL aproximadamente y se vierte en un vidrio de reloj para que termine de evaporarse en la campana. Finalmente se pesa el producto recuperado y se calcula el rendimiento.

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS	
D1. Capilares	**D4.** Gel de sílice para placa
D2. Acetato de etilo	**D5.** Gel de sílice para la columna (parte azul)
D3. Hexano-acetato de etilo	**D6.** Gel de sílice para la columna (parte blanca)

TRATAMIENTO

- **D1:** Empacar cuidadosamente para incineración.
- **D2** y **D3:** Secar y destilar para recuperar.
- **D4:** Se puede recuperar para usarla nuevamente previo lavado y secado
- **D5** y **D6:** Cernir, lavar y secar para usarla nuevamente, previo lavado y secado.

CUESTIONARIO

1. Indique algunas de las aplicaciones de la cromatografía de adsorción.
2. Diga cuál es la diferencia entre una cromatografía en capa fina y la de columna.
3. ¿Qué debe hacerse para encontrar el eluyente adecuado para un compuesto que se purificara en cromatografía en columna?
4. ¿Porque razón el producto se eluyó y el colorante se adsorbió en la fase estacionaria?
5. Si se deseara recuperar el colorante adsorbido, ¿qué debería realizarse?
6. Escriba una lista de eluyentes utilizados en cromatografía en columna en orden de polaridad creciente. Anote su bibliografía.

BIBLIOGRAFÍA

1. Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
2. Brewster R. Q., van der Wert C. A., McEwen W. E., *Curso Práctico de Química Orgánica*, 2 ed., Madrid, Alhambra, 1979.
3. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
4. Pasto D. J., Johnson C. R., Miller M. J., *Experiments and Techniques in Organic Chemistry*, Prentice Hall, 1992.
5. Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.
6. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed., Brooks and Cole, USA, 2010.
7. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.
8. Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
9. Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.
10. Armarego W. L. F., Chai C., *Purification of Laboratory Chemicals*, 6 ed., British, USA, 2009.

PRÁCTICA No 8 EXTRACCIÓN CON DISOLVENTES ORGÁNICOS Y ACTIVOS

OBJETIVOS

- Emplear la técnica de extracción como método de separación y purificación de compuestos integrantes en una mezcla.
- Realizar la purificación de una mezcla de compuestos a través de una extracción con disolventes activos.
- Diferenciar entre una extracción con disolventes orgánicos y una con disolventes activos.

INFORMACIÓN

La extracción es una de las operaciones más complejas que se realiza en un laboratorio de química orgánica. Para realizar una extracción cualquiera, se necesitan dos líquidos o soluciones. Cuando se mezclan ambos líquidos se deben formar dos fases donde un líquido flota sobre otro. Un ejemplo de ello es el aceite y el agua.

Por lo tanto, los líquidos que son solubles o miscibles entre sí, no son buenos para utilizarlos en la extracción, por esta razón cuando se mezclan no formaran dos fases en un embudo de extracción y se formará una sola fase, por ejemplo: la acetona y el agua, por ello, no se pueden llevar a cabo extracciones con este tipo de disolventes.

Por estas y otras razones no debemos de olvidar que para realizar una extracción ya sea con disolventes orgánicos o activos debemos considerar lo siguiente:

1. Los disolventes a utilizar deben ser inmiscibles.
2. El compuesto a extraer debe ser mucho más soluble en uno de los dos disolventes.

ANTECEDENTES

a) Concepto de coeficiente de distribución o de reparto.
b) Métodos de extracción: simple, múltiple y selectiva.
c) Características físicas y químicas de los disolventes orgánicos y activos.
d) Reacciones ácido-base ocurridas al extraer compuestos con disolventes activos.
e) ¿Qué es una emulsión? Diversas formas de romper una emulsión.
f) ¿Qué es un agente desecante? Ejemplos de agentes desecantes.
g) Diseño de diferentes diagramas de separación de mezclas: ácido/base/neutro, ácido/base, ácido/neutro y base/neutro.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

1	Agitador de vidrio	1	T de destilación
1	Colector	9	Tubos de ensayo de 16x150 mm
1	Embudo Büchner con alargadera	2	Vasos de precipitados de 100 mL
1	Embudo de separación Quickfit con tapón	2	Vasos de precipitados de 250 mL
1	Embudo de vidrio	1	Vidrio de reloj
2	Matraces Erlenmeyer de 50 mL	1	Espátula
2	Matraces Erlenmeyer de 125 mL	1	Gradilla
1	Matraz Kitasato de 250 mL con manguera	2	Pinzas de tres dedos con nuez
1	Matraz redondo de fondo plano de 50 mL	1	Pinza para tubo de ensayo
1	Pipeta de 10 mL	1	Recipiente eléctrico para baño María
2	Probetas de 25 mL	1	Recipiente de peltre
1	Refrigerante para agua con mangueras		

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Acetona	Cloruro de sodio
Cloruro de metileno	Solución de hidróxido de sodio al 10% (m/V)
Acetato de etilo	Solución de hidróxido de sodio al 40% (m/V)
Naftaleno	Solución de ácido clorhídrico al 10% (V/V)
Benzocaína	Ácido clorhídrico concentrado
Ácido benzoico	Solución yodo-yodurada
Sulfato de sodio anhidro	

I. EXTRACCIÓN CON DISOLVENTES ORGÁNICOS

Se utiliza un embudo de separación para realizar las diferentes técnicas de extracción. Para ello se debe sujetar el embudo de separación a un soporte con ayuda de una pinza de tres dedos. Cerciórese de que la llave este cerrada (si la llave es de vidrio se debe engrasar un poco) antes de agregar cualquier disolvente. Una vez que se colocan los disolventes se debe cerrar con el tapón el embudo y se agita moderadamente. Disminuya la presión interna del embudo abriendo con cuidado la llave después de cada agitación Figura 1.

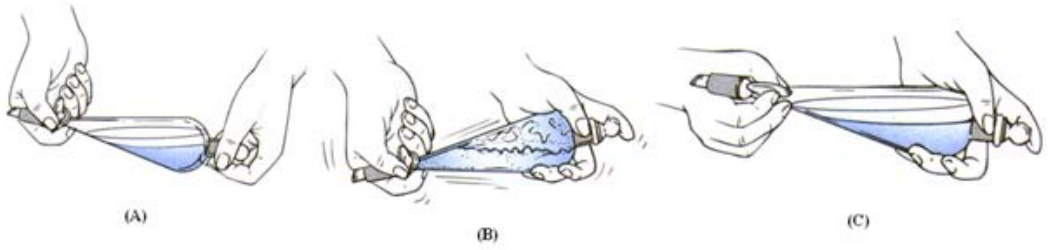


Figura 1. (A) Toma del embudo de separación, **(B)** Agitación del embudo de separación y **(C)** Liberación de la presión del embudo de separación.

Se coloca el embudo de nueva cuenta en la pinza de tres dedos y se deja reposar hasta que se observe la separación de las fases (Figura 2).

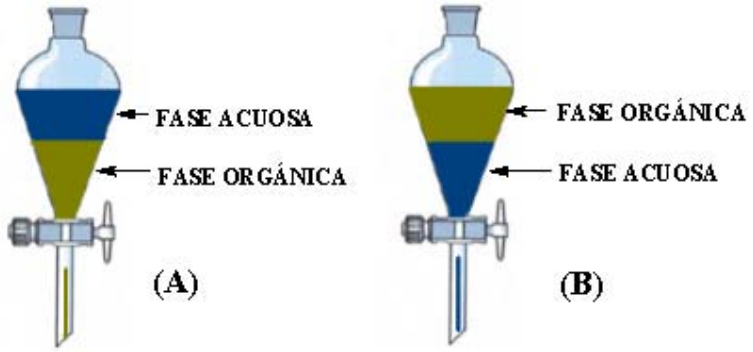


Figura 2. Separación por densidad de las fases y decantación: **(A)** Disolventes halogenados, **(B)** Disolventes no halogenados.

Con base a la información de la Tabla 1, se selecciona el disolvente adecuado para realizar la extracción de yodo.

Tabla 1. Solubilidad de disolventes orgánicos en agua.

Disolvente	Densidad (g/mL)	Punto de ebullición (°C)	Solubilidad en g/100 mL de H_2O
Etanol	0.785	78.4	∞
Diclorometano	1.32	39	2^{20} (a)
Acetona	0.792	56.5	∞

(a) El valor 2^{20} significa que 2 g de cloruro de metileno son solubles en 100 mL de agua a una temperatura de 20°C.

i. EXTRACCIÓN SIMPLE

12 ml de una solución yodo-yodurada se colca en el embudo de separación con la llave cerrada y se adicionan 12 mL del disolvente orgánico seleccionado, se realiza la extracción y se coloca la fase orgánica en un tubo de ensayo y se deja en la gradilla.

ii. EXTRACCIÓN MÚLTIPLE

Nuevamente se colocan 12 mL de la solución yodo-yodurada en el embudo de separación con la llave cerrada y se adiciona el disolvente orgánico seleccionado dividido en tres porciones de 4 mL, se realiza la extracción y se coloca cada una de las fases orgánicas en tres tubos de ensayo y déjelos en la gradilla.

Se anotan las observaciones indicando cuál de los dos procedimientos permite extraer mayor cantidad de yodo de acuerdo al color observado tanto en las fases orgánicas como en las acuosas de ambos tipos de extracción.

II. EXTRACCIÓN SELECTIVA CON DISOLVENTES ACTIVOS

Primero se diseña un diagrama de separación para una mezcla que contiene un compuesto ácido, un básico y un neutro.

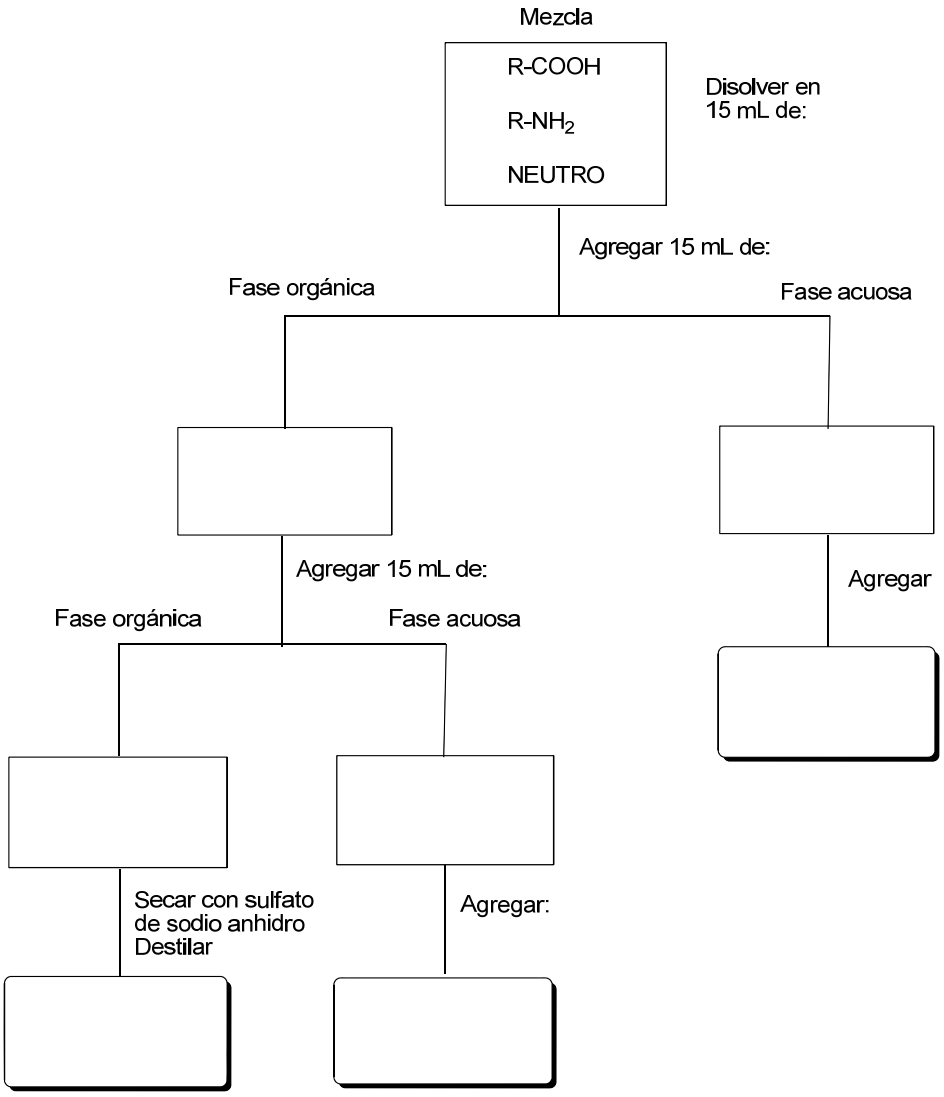


Figura 3. Diagrama de separación: ácido, base, neutro.

Se disuelven 0.6 g de una mezcla problema en 15 mL de acetato de etilo y se separan conforme al diagrama que se diseñó previamente. Después de realizar la separación de cada uno de los componentes de la mezcla, se llena la Tabla 2 con los datos experimentales.

Tabla 2. Porcentaje de cada compuesto en la mezcla problema.

Compuesto	Masa (g)	Rendimiento %
Ácido		
Base		
Neutro		

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS	
D1. Cloruro de metileno	**D5.** Residuos ácidos
D2. Papel filtro, algodón	**D6.** Residuos básicos
D3. Agua yodo-yodurada	**D7.** Sulfato de sodio húmedo
D4. Acetato de etilo	

TRATAMIENTO

- **D1 y D4:** Recuperar por destilación al final del semestre.
- **D2:** Empacar para incineración.
- **D3:** Adsorber con carbón activado y desechar neutro.
- **D5 y D6:** Deben neutralizarse y desecharse al drenaje.
- **D7:** Secar y empacar para incineración. Si está limpio se puede usar nuevamente.

CUESTIONARIO

1. Diga cuál de los siguientes sistemas de disolventes son factibles para la extracción. Explique también de acuerdo a su densidad, en qué parte del embudo quedarían ubicados cada uno de los disolventes.
    1. Etanol-agua
    2. Tolueno-agua
    3. Ácido sulfúrico-agua
    4. Diclorometano-agua
2. Con base en los resultados experimentales, ¿cuál es la mejor técnica de extracción: la simple o la múltiple? Fundamente su respuesta.
3. Diseñe un diagrama de separación para la mezcla de *p*-(trifluorometoxi)anilina, ácido 4-(4-metoxifenoxi)benzoico y 1-bromo-3,5-dimetoxibenceno.
4. ¿Cómo se puede eliminar una emulsión?
5. ¿Será mejor realizar una extracción varias veces con volúmenes pequeños, que una sola extracción de volumen grande? ¿sí o no y por qué razón?
6. ¿Por qué se debe de liberar la presión al agitar el embudo de separación?
7. ¿En qué casos debe utilizarse la extracción selectiva?
8. ¿En qué casos debe utilizarse la extracción múltiple?
9. ¿Por qué el compuesto neutro debe obtenerse por destilación del disolvente en el que se encuentra y no por cristalización en dicho disolvente?

BIBLIOGRAFÍA

1. Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
2. Brewster R. Q., van der Wert C. A., McEwen W. E., *Curso Práctico de Química Orgánica*, 2 ed., Madrid, Alhambra, 1979.
3. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
4. Pasto D. J., Johnson C. R., Miller M. J., *Experiments and Techniques in Organic Chemistry*, Prentice Hall, 1992.
5. Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.
6. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed., Brooks and Cole, USA, 2010.
7. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.
8. Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S., Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
9. Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.
10. Armarego W. L. F., Chai C., *Purification of Laboratory Chemicals*, 6 ed., British, USA, 2009.

PRÁCTICA No 9 AISLAMIENTO DE UN PRODUCTO NATURAL

OBJETIVOS

- Aislar un aceite esencial de un producto natural utilizando la destilación por arrastre con vapor, hidrodestilación, método directo o extracción continua.
- Conocer las características de cada una de las técnicas y sus posibles modificaciones.
- Comparar la eficiencia y selectividad de cada una de las técnicas en el aislamiento de un aceite esencial.

INFORMACIÓN

El proceso de la destilación por arrastre con vapor es muy parecido a una destilación simple, y es utilizada como una alternativa para una destilación a presión reducida. En donde solamente se utiliza un matraz para la generación de vapor, por lo cual no se calienta directamente nuestra muestra con una parrilla o mechero, debido a esto se pueden aislar compuestos que sean inestables a condiciones drásticas de temperatura o presión. Las condiciones que debe cumplir el compuesto para realizar una destilación por arrastre con vapor es:

1. Debe ser ligeramente soluble en agua.
2. Debe tener alto punto de ebullición y no puede destilarse a presión reducida.
3. Debe tener una baja presión de vapor.

Otros métodos utilizados para el aislamiento de productos naturales son:

Método directo: Es una variación del arrastre con vapor, esto es cuando el material está en contacto íntimo con el agua generadora del vapor.

Hidrodestilación: La cual es una variación del arrastre con vapor en donde la materia prima está en contacto íntimo con el agua generadora del vapor saturado y se utiliza una trampa de Clevenger para que se contenga el condensado del aceite esencial.

Soxhlet: Este es un equipo utilizado para la extracción de compuestos contenidos en un sólido y dicho compuesto es extraído con un disolvente afín.

Un aceite esencial es un líquido que se destila generalmente de las hojas, tallos, flores, corteza u otros elementos de una planta. Cabe mencionar que aunque se nombran aceites estos no son densos ni grasosos o aceitosos. Los aceites esenciales contienen la verdadera esencia de la planta que se derivan. Además son muy concentrados pero no se encuentran en grandes cantidades en su fuente natural.

ANTECEDENTES

a) Ley de las presiones parciales de Dalton.
b) Propiedades y características de los aceites esenciales así como su aislamiento.
c) Características, aplicaciones y ventajas de la destilación por arrastre con vapor.
d) Características, aplicaciones y ventajas de hidrodestilación, método directo y método de Soxhlet.
e) Extracción sólido-líquido. Extracción continúa sus características, ventajas y aplicaciones.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

1	Agitador de vidrio	1	Probeta de 25 mL
1	Colector	1	Refrigerante para agua con mangueras
1	Embudo de separación Quickfit con tapón	2	Vasos de precipitados de 250 mL
1	Embudo de vidrio	2	Tubos capilares
1	Equipo adecuado para arrastre con vapor (armado: tubos, tapones, etc.)	1	Anillo metálico
1	Frasco para cromatografía	1	Espátula
1	Frasco vial	1	Mechero con manguera
2	Matraces Erlenmeyer de 150 mL	4	Pinzas de tres dedos con nuez
2	Matraces Erlenmeyer de 250 mL	1	Recipiente de peltre
2	Portaobjetos	1	Tela de alambre con asbesto

MÉTODO DIRECTO

1	Colector	1	Refrigerante (24/40) para agua con mangueras
1	Matraz bola de fondo plano de 500 mL (24/40)	1	Barra magnética de 1 pulgada
1	Matraz Erlenmeyer de 250 mL	1	Parrilla con agitación
1	T de destilación	2	Pinzas de tres dedos con nuez (grandes)
1	Termómetro	1	Portatermómetro

HIDRODESTILACIÓN

1	Matraz bola de 1 L (24/40)	1	Vaso de precipitados de 250 mL
1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Canastilla eléctrica para matraz de 1 L
1	Refrigerante para agua 24/40 con mangueras	1	Reóstato
1	Trampa tipo Clevenger (24/40)	3	Pinzas de tres dedos c/nuez
1	Vaso de precipitados de 100 mL		

EXTRACCIÓN CONTINUA EN SOXHLET

1	Equipo Soxhlet con cámara de extracción y refrigerante para agua con mangueras	1	Parrilla con agitación y barra magnética
1	Matraz bola de fondo plano de 500 mL (24/40)	2	Pinzas de tres dedos con nuez

MATERIAL ADICIONAL

1	Rotaevaporador	1	Lámpara de luz UV con gabinete

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Zacate limón (té limón) u otros materiales adecuados (proporcionados por los alumnos)	Agua destilada
Sulfato de sodio anhidro	Acetato de etilo
Gel de sílice para ccf	Hexano
Yodo	

PROCEDIMIENTO

I. DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR

Se monta el equipo como se muestra en la Figura 1. En el matraz 1 se colocan aproximadamente 175 mL de agua destilada (generador de vapor) y se agregan cuerpos de ebullición. En el matraz 2 se coloca en trozos pequeños el material del que se va a extraer el aceite esencial (cuidando que la conexión de vidrio no se obstruya con los trozos del material que se trabajará; pues de ser así, no habrá paso de la corriente de vapor). Se calienta con el mechero el matraz 1 hasta ebullición, con el fin de generar el vapor que pasará al matraz 2, extrayéndose de esta manera el aceite esencial del material, el cual es inmediatamente arrastrado por el vapor de agua en un proceso de co-destilación (**la temperatura de destilación debe ajustarse de manera que caiga una gota por segundo)**. Se suspende el calentamiento cuando el volumen del destilado sea de 120 ó 150 mL aproximadamente.

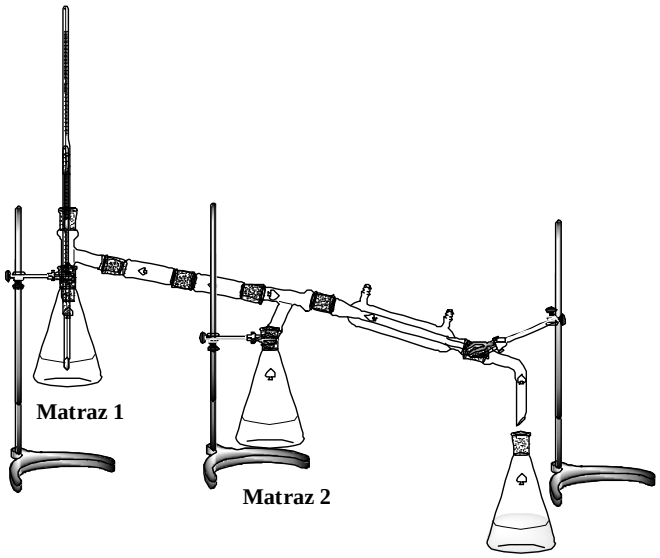


Figura 1. Equipo de destilación por arrastre con vapor.

De este destilado, se debe extraer totalmente el aceite esencial, colocando en el embudo de separación el destilado y separando la mayor parte de la fracción acuosa. Al aceite sobrenadante (unas cuantas gotas), se agregan 5 mL de acetato de etilo (si no es suficiente se pueden adicionar 5 mL más) para facilitar su separación. La fase acuosa se desecha y el extracto orgánico se colecta en un matraz Erlenmeyer o un vaso de precipitados, se adiciona la cantidad necesaria de sulfato de sodio anhidro para eliminar el agua remanente. Se filtra o se decanta el extracto seco y colóquelo en un vial.

Finalmente, se realiza una cromatografía en capa fina para comprobar el grado de pureza del aceite obtenido.

II. CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA COMPARATIVA

Además de comprobar el grado de pureza de los extractos en cada uno de los experimentos, también se pueden comparar entre sí los aceites obtenidos por otros métodos, para ver las diferencias en sus Rf. Para hacer esta comparación, se aplican las diferentes muestras en la misma cromatoplaca. Se eluye con mezcla de hexano-acetato de etilo (1:1). Se deben hacer varias aplicaciones, 3 ó 4, dejando secar entre una y otra aplicación. La cromatoplaca se revela con luz UV y luego con yodo. Se anotan las observaciones. Se dibuja e interpreta la cromatoplaca revelada.

MÉTODO DIRECTO

En un matraz bola de 500 mL se colocan 300 mL de agua destilada y el material a extraer (aproximadamente 50 g) cortado en trozos pequeños, se coloca una barra magnética de tamaño apropiado. Se monta el equipo de destilación simple con las piezas necesarias (Figura 2), de boca 24/40 y se calienta con una parrilla con agitación hasta recibir unos 150 ó 200 mL de destilado.

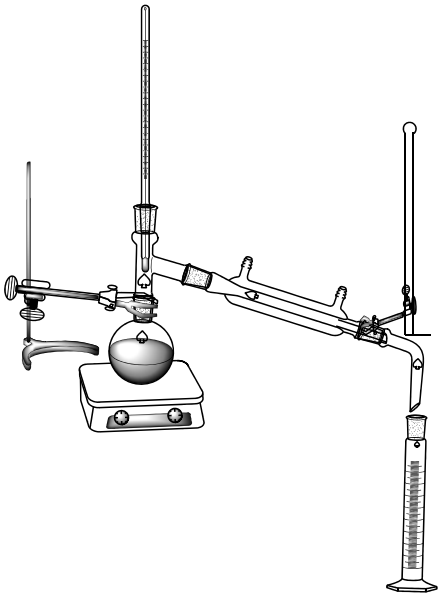


Figura 2. Equipo de destilación simple.

De este destilado se debe extraer totalmente el aceite esencial, colocando en el embudo de separación el destilado y separando la mayor parte de la fracción acuosa. Al aceite sobrenadante (unas cuantas gotas), se agregan 5 mL de acetato de etilo para facilitar su separación (si es necesario se pueden adicionar 5 mL más). La fase acuosa se desecha y el extracto orgánico se colecta en un matraz Erlenmeyer de 50 mL, se agrega sulfato de sodio anhidro para eliminar el agua remanente. Se filtra o decanta el extracto seco y se coloca en un vial. Finalmente, se realiza una cromatografía en capa fina para comprobar el grado de pureza del aceite obtenido.

HIDRODESTILACIÓN

Se monta el equipo que se muestra en la Figura 3. En el matraz bola se coloca, hasta un tercio de su volumen, el material del que se va a extraer el aceite esencial, cortado en trozos pequeños (molido o triturado si se trata de semillas). Se adiciona agua destilada hasta la mitad del matraz y se colocan cuerpos de ebullición. Se coloca el matraz en la parrilla de calentamiento y se sostiene con unas pinzas. Se coloca la trampa tipo Clevenger, engrasando ligeramente las juntas esmeriladas, y se sostiene con otras pinzas la boca que lleva el refrigerante. Se colocan las mangueras al refrigerante y se engrasa ligeramente antes de colocarlo sobre la trampa de Clevenger. Se comienza a calentar cuidadosamente hasta ebullición. El reflujo deberá ser el adecuado (**el disolvente debe condensar en la parte baja del refrigerante. El tiempo de reflujo empieza a partir de que cae la primera gota de disolvente condensado**). El aceite se va separando en la bureta de la trampa. Se suspende el reflujo cuando se considere que ha sido suficiente. Se deja enfriar un poco el aparato y se colecta el aceite en un matraz Erlenmeyer de 50 mL, se seca con sulfato de sodio anhidro y se vierte a un vial. Finalmente se realiza una cromatografía en capa fina para comprobar el grado de pureza del aceite obtenido.

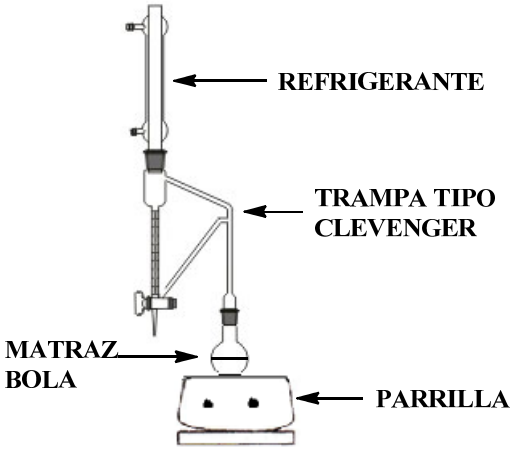


Figura 3. Equipo de "hidrodestilación" con trampa Clevenger.

EXTRACCIÓN CONTINUA EN SOXHLET

Se monta el equipo de extracción con Soxhlet mostrado en la Figura 4. En un matraz bola de 500 mL se colocan 300 mL de acetato de etilo y una barra magnética (si se usa parrilla). Se llena el dedal de celulosa con el material que va a emplear, molido o cortado en pequeños trozos y se coloca en la cámara de extracción. Se calienta cuidadosamente hasta ebullición del acetato de etilo, cuyos vapores deberán condensarse en el refrigerante para caer sobre el material de extracción. En el momento en que la cámara de extracción se llena con el disolvente y llega a la parte superior del sifón, el disolvente drena hacia el matraz.

Este proceso se repite continuamente de tal manera que cada vez se extrae mayor cantidad del aceite esencial. Al finalizar, se desmonta el equipo y se decanta, por medio de una destilación retire el disolvente o en el rotaevaporador (Figura 5), dejando aproximadamente 5 mL de cola de destilación, que es el extracto más concentrado.

Se coloca en un vial y se realiza una cromatografía en capa fina para comprobar el grado de pureza del extracto obtenido.

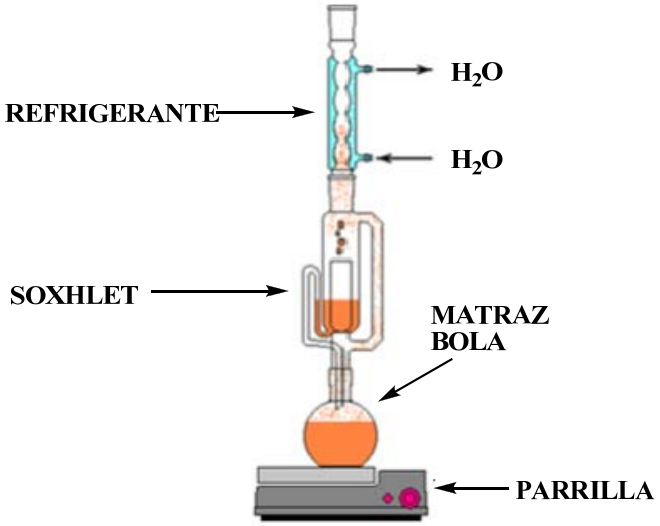


Figura 4. Extracción continúa en Soxhlet.

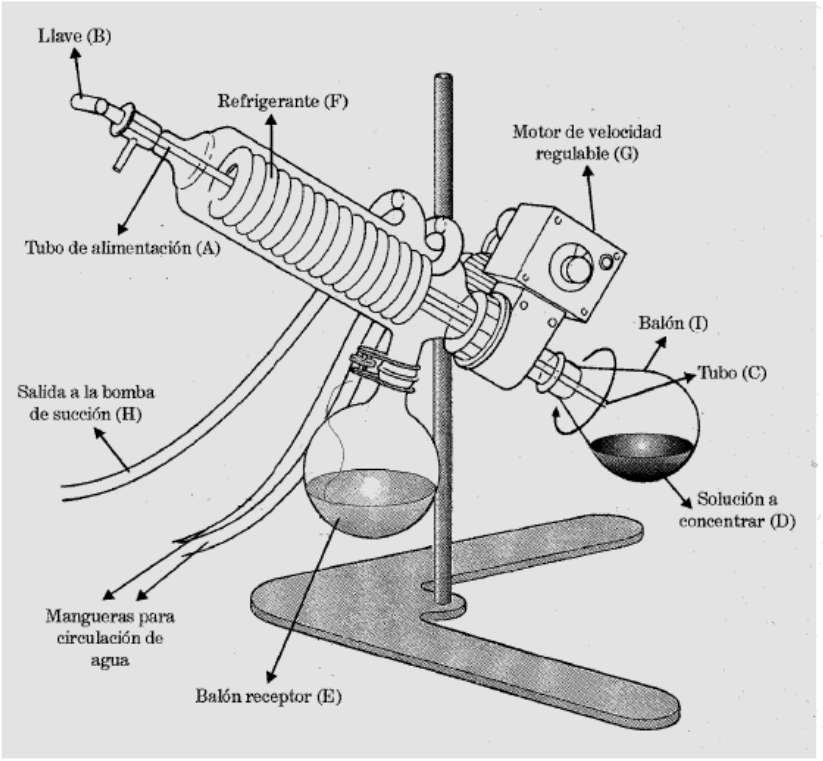


Figura 5. Rotaevaporador.

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS	
D1. Capilares	**D5.** Hexano-acetato de etilo
D2. Acetato de etilo	**D6.** Sulfato de sodio húmedo
D3. Agua	**D7.** Material orgánico (plantas, hojas, semillas, etc.)
D4. Papel filtro, algodón	**D8.** Gel de sílice para placa

TRATAMIENTO

- **D1 y D4:** Empacar cuidadosamente para incineración.
- **D2 y D5:** Recuperar por destilación al final del semestre.
- **D3:** Desechar directamente en el drenaje.
- **D6:** Secar y empacar para incineración.
- **D7:** Tirar en los desechos orgánicos.
- **D8:** Recuperar para su re-uso, previo lavado y secado.

CUESTIONARIO

1. Explique, ¿en qué consiste una extracción sólido-líquido?
2. ¿En qué casos conviene emplear un método de extracción continua?
3. ¿A qué se le llama destilación por arrastre con vapor?
4. ¿Qué son los aceites esenciales? Dé tres ejemplos con sus respectivas estructuras.
5. Describa el proceso de extracción continua en Soxhlet y sus características.
6. ¿En qué consiste el llamado “método directo” y en qué casos se emplea?
7. ¿En qué consiste la hidrodestilación?
8. ¿Qué es lo que dice la Ley de Dalton?

BIBLIOGRAFIA

1. Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
2. Brewster R. Q., van der Wert C. A., McEwen W. E., *Curso Práctico de Química Orgánica*, 2 ed., Madrid, Alhambra, 1979.
3. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
4. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed., Brooks and Cole, USA, 2010.
5. Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
6. Cerpa M. G., *Hidrodestilación de Aceites Esenciales: Modelado y Caracterización,* Tesis Doctoral, Universidad Valladolid, 2007.
7. Domínguez X. A., Domínguez S. X. A., *Química Orgánica Experimental,* Limusa-Noriega, México, 1990.

PRÁCTICA No 10 ISOMERÍA GEOMÉTRICA

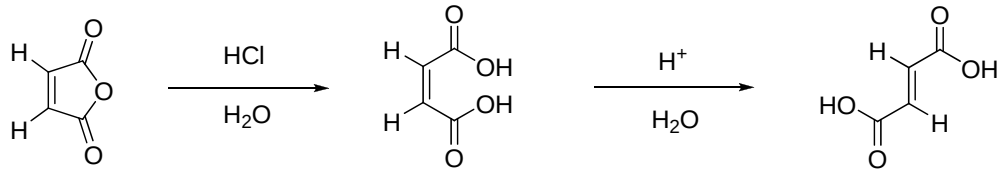
OBJETIVOS

- Realizar una reacción de isomerización a través de un reflujo.
- Llevar a cabo la transformación del anhídrido maleico al ácido fumárico mediante catálisis ácida.
- Comprobar que la reacción se llevó a cabo mediante la comparación de los puntos de fusión.

INFORMACIÓN

En un alqueno, los dos orbitales *p* que forman el enlace π deben ser paralelos para que el traslape resulte máximo, por lo que no hay rotación respecto a un enlace doble. Por esa razón, un alqueno disustituido puede existir en dos formas distintas: los hidrógenos unidos a los carbonos sp^2 pueden estar en el mismo lado (isómero *cis*) o en lados opuestos (isómero *trans*) del enlace doble. A este tipo de isomería se le conoce como isomería geométrica. Debe tomarse en cuenta que los isómeros *cis*-*trans* tienen la misma fórmula molecular, pero son distintos en la forma en que sus átomos se orientan en el espacio. Para que ocurra una rotación alrededor de un enlace doble, se debe romper temporalmente el enlace π. Un ejemplo de lo anterior lo tenemos en la reacción de isomerización del ácido maleico (isómero *cis*) al ácido fumárico (isómero *trans*), que se realiza en medio ácido.

REACCIÓN



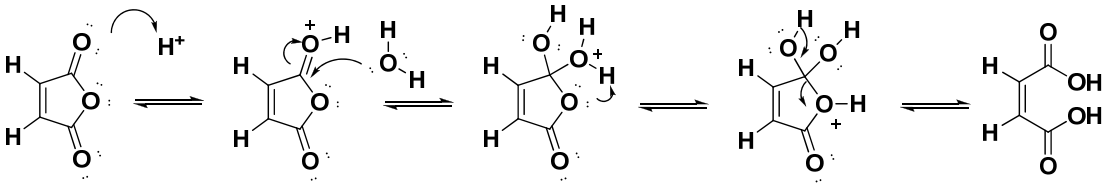
Anhídrido maleico **Ácido maleico** **Ácido fumárico**

Un mecanismo sencillo (Figura 1) que nos puede explicar esta isomerización es el siguiente:

a) Si se parte del anhídrido maleico (más comercial), ocurre primero una hidrólisis al protonarse un oxígeno y entrar una molécula de agua en el carbono del grupo carboxilo, formándose el ácido correspondiente (ácido maleico, *cis*).
b) El ácido maleico se protona, lo que provoca un desplazamiento de electrones desde el enlace doble, lo que deja un enlace sencillo, el cual permite el giro inmediatamente, debido a la repulsión entre los grupos carboxilo, adquiriendo ahora forma *trans*, más estable.

MECANISMO DE LA REACCIÓN

a) Hidrólisis del anhídrido maleico.



Isomerización *cis-trans*

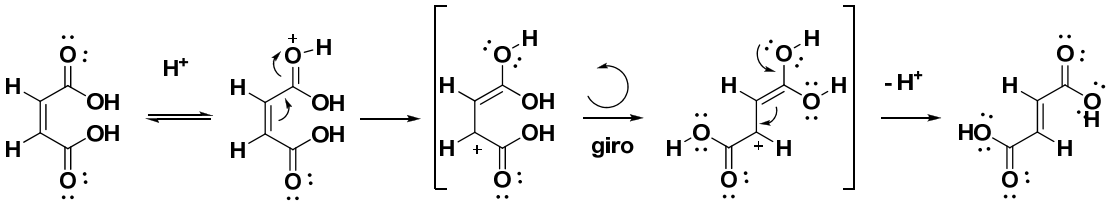


Figura 1. Mecanismo de reacción.

ANTECEDENTES

a) Fundamentos de estereoquímica.
b) Concepto de isomería geométrica *cis/trans* y *E/Z*.
c) Mecanismo de reacción de isomerización.
d) Propiedades físicas y químicas de reactivos, intermediario y producto.
e) Como se efectúa una cristalización.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

1	Agitador de vidrio	1	Refrigerante para agua con mangueras
1	Embudo Büchner con alargadera	1	Vaso de precipitados de 150 mL
1	Embudo de vidrio	1	Vidrio de reloj
1	Matraz Erlenmeyer de 125 mL	1	Barra de agitación magnética
1	Matraz redondo de fondo plano de 25 ó 50 mL	1	Espátula
1	Matraz Kitasato de 250mL con manguera	1	Parrilla con agitación magnética
2	Pipetas de 10 mL	1	Pinzas de tres dedos con nuez
1	Probeta de 25 mL	1	Recipiente de peltre
	Alternativo: Matraz bola de 25 mL		

MATERIAL ADICIONAL

1	Aparato Fisher-Johns

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Anhídrido maleico	Agua destilada
Ácido maleico	Ácido clorhídrico concentrado

PROCEDIMIENTO

I. OBTENCIÓN DEL ÁCIDO FUMÁRICO

Nota: Se deben engrasar con vaselina todas las juntas del equipo para llevar a cabo la reacción a reflujo.

En un matraz bola de fondo plano de 25 mL se coloca 1 g de anhídrido maleico y se adicionan 2 mL de agua caliente, se coloca la barra de agitación magnética, se agregan poco a poco y con mucho cuidado 2.5 mL de ácido clorhídrico concentrado. Se coloca el refrigerante en posición de reflujo y se calienta a ebullición durante 20 minutos. Los cristales de ácido fumárico se van formando en el seno de la reacción, por esta razón se debe de controlar el calentamiento para evitar proyecciones bruscas.

Terminado el tiempo de reflujo, se quita el calentamiento y se deja enfriar un poco el matraz de reacción (temperatura ambiente). Una vez que este tibio el matraz de reacción se lleva a cabo la cristalización del producto, para lo cual se utilizará agua como disolvente ideal. Una vez que esté seco el compuesto obtenido se pesa y se calcula el rendimiento de la reacción.

Se determina el punto de fusión del producto junto con la materia prima de partida con ayuda de un aparato de Fisher-Johns (calentar hasta 200 °C y observe si funde o no el producto Figura 2).

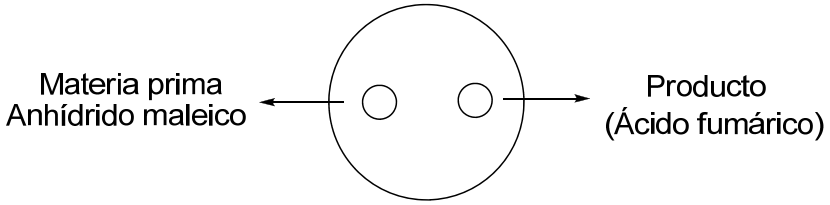


Figura 2. Punto de fusión de la materia prima y el producto obtenido.

MANEJO DE RESIDUOS

RESIDUOS	
D1. Papel filtro, algodón	**D2.** Residuos ácidos
D3. Cubre-objetos rotos	

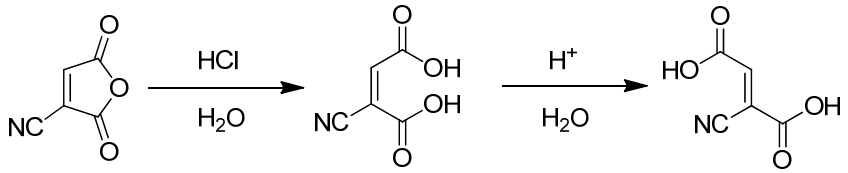
TRATAMIENTO

- **D1 y D3:** Empacar y enviar a incineración.
- **D2:** Neutralizar a pH = 7 para desechar.

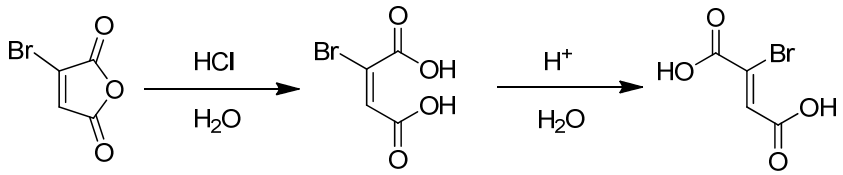
CUESTIONARIO

1) ¿Con qué otra técnica podría saber si obtuvo o no el producto de la reacción?
2) En una isomería *cis/trans*, ¿cuál de los isómeros es más estable y por qué razón?
3) En la isomería *E/Z*, ¿cuál de los isómeros es más estable y porque razón?
4) Dibuje el mecanismo de reacción de las siguientes reacciones:

1)



2)



5) Con base a los resultados de punto de fusión de la materia prima y del producto, ¿cómo puede saber que obtuvo el producto deseado?

BIBLIOGRAFÍA

1. Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
2. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
3. Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.
4. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed, Brooks and Cole, USA, 2010.
5. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.
6. Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.
7. McMurry J., *Química Orgánica*, 7 ed., Cengage-Learning, México, 2008.
8. Bruice P. Y., *Química Orgánica*, 5 ed., Pearson Educación, México, 2008.

PRÁCTICA No 11 **PROYECTO**

OBJETIVOS

- Identificar el método de purificación de un compuesto orgánico determinado.
- Aplicar las técnicas de aislamiento y purificación de compuestos orgánicos a una muestra de un producto comercial, farmacéutico o natural.

INFORMACIÓN

Proporcionada por el alumno, de la información encontrada en los Antecedentes, así como la del Manual de Prácticas de las técnicas que se vayan a emplear.

ANTECEDENTES

a) Se trata de aplicar las técnicas de aislamiento y purificación aprendidas durante el curso, ahora a un producto comercial, farmacéutico o natural, proporcionado por el propio alumno, ya sea para separar sus componentes o para aislar y caracterizar su principio activo, o bien, a elección del profesor, se puede efectuar la purificación de alguno de los residuos generados en experimentos anteriores, para lo cual tendrá también que diseñar el método adecuado para hacerlo.

b) En cualquier caso, el alumno deberá buscar los Antecedentes necesarios para llevar a cabo su práctica. En ellos deberá incluir lo siguiente:

- Las constantes físicas de la sustancia o sustancias que desea aislar y purificar (punto de fusión, punto de ebullición, solubilidad, densidad, etc.).
- Métodos que serán empleados.
- Diagrama de flujo.
- Información general del producto empleado (usos, aplicaciones, datos interesantes, etc.).
- Fotocopias de la bibliografía consultada.
- Citas bibliográficas (o la dirección electrónica, si fue encontrada por Internet).

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

1	Agitador de vidrio	1	Refrigerante para agua con mangueras
1	Colector	1	T de destilación
1	Columna Vigreaux	1	Termómetro
1	Embudo Büchner con alargadera	7	Tubos de ensayo de 16x150 mm
1	Embudo de separación Quickfit con tapón	2	Vasos de precipitados de 100 mL
1	Embudo de vidrio	2	Vasos de precipitados de 250 mL
1	Frasco para cromatografía con tapa	1	Vidrio de reloj
2	Matraces Erlenmeyer de 50 mL	1	Barra de agitación magnética
2	Matraces Erlenmeyer de 125 mL	1	Espátula
1	Matraz Kitasato de 250 mL con manguera	1	Gradilla
1	Matraz redondo de fondo plano de 50 mL	1	Recipiente de peltre
1	Pipeta de 10mL	1	Parrilla con agitación magnética
1	Probeta de 25mL	1	Pinza para tubo de ensayo
2	Portaobjetos	2	Pinzas de tres dedos con nuez

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Las sustancias y reactivos requeridos para su práctica deberán verificarse previamente con su profesor. Contamos con los disolventes usados en las prácticas de cristalización y con los reactivos de las prácticas de extracción y de cromatografía en capa fina, pero puede preguntarle antes a los laboratoristas si contamos con algún disolvente o reactivo especial que necesite. Recuerde que tiene que adecuar las cantidades descritas en su técnica, al volumen y cantidades que se puedan manejar en este laboratorio (consulte sus prácticas anteriores).

El alumno recogerá su charola, que ya trae el equipo básico necesario. Si necesita más piezas de ese mismo material, puede pedirlo prestado a sus compañeros. Si requiere otro material diferente o especial, podrá pedirlo en la ventanilla con anticipación. Recuerde que para solicitar algunas cosas, se necesita su credencial.

Podrán solicitar los aparatos usuales con los que contamos: parrillas con agitación, aparatos de punto de fusión, lámparas de UV, así como algunos equipos especiales, como los de destilación en corriente de vapor, o tubos de ensayo con tubo de desprendimiento. Para utilizar el equipo especial, grande, de bocas 24/40, deberá contar con la autorización firmada de su profesor.

También contamos con algunos matraces redondos de 100, 250 y 500 mL, con boca esmerilada 24/40. Una vez que ha recogido su charola, y previa autorización de su profesor, puede comenzar a realizar su trabajo experimental.

MANEJO DE RESIDUOS

Los residuos, en general, que pueden ser generados en esta práctica son:

RESIDUOS	
D1. Capilares	**D9.** Papel filtro, algodón, etc.
D2. Sólidos orgánicos	**D10.** Hexano-acetato de etilo
D3. Hexano	**D11.** Gel sílice para ccf
D4. Acetato de etilo	**D12.** Cloruro de metileno
D5. Acetona	**D13.** Residuos ácidos
D6. Etanol	**D14.** Residuos básicos
D7. Metanol	**D15.** Sulfato de sodio húmedo
D8. Agua	

TRATAMIENTO

- **D1, D2, D9 y D15:** Enviarse a incineración.
- **D3 a D7 y D10, D12:** Recuperarlos por destilación.
- **D11:** Se puede recuperar para usarlo nuevamente, previo lavado y secado.
- **D8, D13 y D14:** Neutralizarse y desecharse al drenaje.

CUESTIONARIO

Desarrollado por el alumno.

BIBLIOGRAFÍA

Aquí anotará todas las citas bibliográficas o direcciones electrónicas consultadas para realizar su práctica.

PRÁCTICA No 12 PURIFICACIÓN DE UNA SUSTANCIA PROBLEMA

OBJETIVOS

- Purificar un compuesto orgánico a través de una o varias técnicas realizadas durante el semestre.
- Aplicar los métodos de recuperación a un residuo orgánico generado durante el semestre.

INFORMACIÓN

Según sea el caso el alumno realizará los antecedentes de la práctica no efectuada.

ANTECEDENTES

La información deberá de obtenerla de la práctica que llevará a cabo el alumno, en el Manual de Prácticas de las técnicas que se vayan a emplear.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

1	Agitador de vidrio	1	Refrigerante para agua con mangueras
1	Colector	1	T de destilación
1	Embudo Büchner con alargadera	1	Termómetro
1	Embudo de separación Quickfit con tapón	6	Tubos de ensayo de 16x150 mm
1	Embudo de vidrio	1	Tubo capilar
1	Frasco para cromatografía con tapa	2	Vasos de precipitados de 150 mL
1	Matraz bola de fondo plano de 50 mL	1	Vidrio de reloj
2	Matraces Erlenmeyer de 50 mL	1	Barra de agitación magnética
2	Matraces Erlenmeyer de 125 mL	1	Espátula
1	Matraz Kitasato de 250 mL	1	Gradilla
1	Pipeta de 10 mL	3	Pinzas de tres dedos con nuez
1	Portatermómetro	1	Pinza para tubo de ensayo
2	Portaobjetos	1	Parrilla con agitación magnética
1	Probeta de 25mL	1	Recipiente de peltre

El material con el que se contará en la papeleta de la práctica de reposición trata de cubrir todo el material usado en las prácticas anteriores, por lo que les pedimos que revisen el material y si necesitan algo más para la realización de sus prácticas lo pidan con anticipación.

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Solución problema	Metanol
Hexano	Agua destilada
Acetato de etilo	NaOH 10 % (m/V)
Acetona	HCl ($_{conc}$)
Etanol	

PROCEDIMIENTO

1. Se proporcionará una solución problema que contiene una mezcla de ácido bencílico y bencilo. Con esta mezcla podrán trabajar las siguientes prácticas:
   a) Punto de fusión. (Previa extracción selectiva o cristalización simple).
   b) Cristalización simple y por par de disolventes.
   c) Cromatografía en capa fina.
   d) Extracción.
2. Para punto de fusión se tienen los siguientes estándares, bencilo y ácido bencílico, para punto de fusión mixto.
3. Para las prácticas de destilación tenemos: **Cloruro de metileno** contaminado y **Acetato de etilo** con trazas de agua y azul de metileno para recuperar, estos disolventes serán usados el siguiente semestre.
4. Para cromatografía en capa fina se tienen los siguientes estándares: bencilo, ácido bencílico en acetona al 1% (m/V). Con estas sustancias podrán realizar todos los experimentos involucrados en la práctica de cromatografía en capa fina (La mezcla de elución para estos compuestos es Hex/AcOEt 7:3).
5. Para las extracciones se tiene el compuesto ácido y el neutro en acetato de etilo de la solución problema mencionada anteriormente, para que realicen una extracción con NaOH al 10% (m/V). Adicionalmente se encuentra una solución de ácido ascórbico en agua al 3% (m/V) para la extracción con disolventes orgánicos, también podrían pedir a sus alumnos que traigan **cevalin®** o **aspirina efervescente** para que realicen esta extracción.

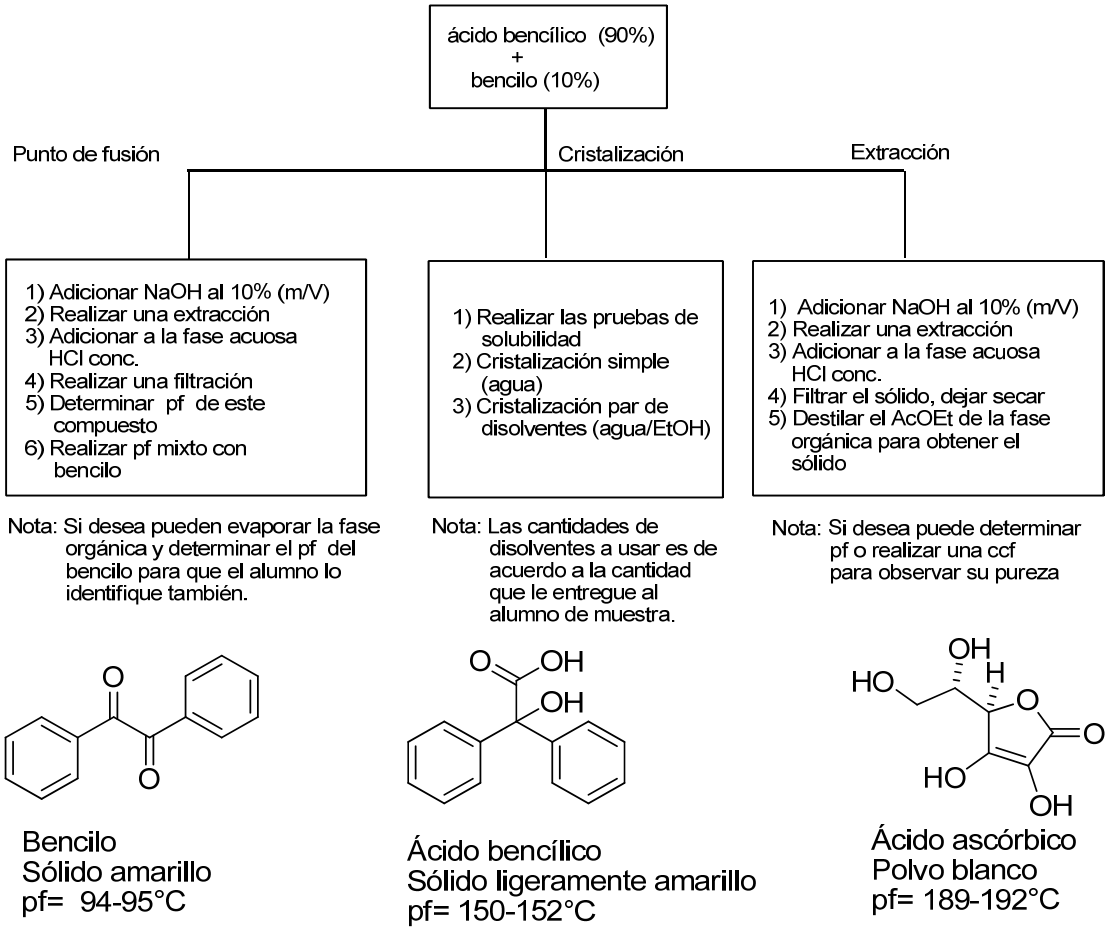


Figura 1. Separación de bencilo, ácido bencílico y ácido ascórbico.

MANEJO DE RESIDUOS

Los residuos, en general, que pueden ser generados en esta práctica son:

RESIDUOS	
D1. Capilares	**D9.** Papel filtro, algodón, etc.
D2. Sólidos orgánicos	**D10.** Hexano-acetato de etilo
D3. Hexano	**D11.** Gel sílice para ccf
D4. Acetato de etilo	**D12.** Cloruro de metileno
D5. Acetona	**D13.** Residuos ácidos
D6. Etanol	**D14.** Residuos básicos
D7. Metanol	**D15.** Sulfato de sodio húmedo
D8. Agua	

TRATAMIENTO

- **D1, D2, D9 y D15:** Enviarse a incineración.
- **D3 a D7 y D10, D12:** Recuperarlos por destilación.
- **D11:** Se puede recuperar para usarlo nuevamente, previo lavado y secado.
- **D8, D13 y D14:** Neutralizarse y desecharse al drenaje.

CUESTIONARIO

El alumno deberá realizar el cuestionario de la práctica no efectuada.

BIBLIOGRAFÍA

1. Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
2. Brewster R. Q., van der Wert C. A., McEwen W. E., *Curso Práctico de Química Orgánica*, 2 ed., Madrid, Alhambra, 1979.
3. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
4. Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.
5. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed., Brooks and Cole, USA, 2010.
6. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.
7. Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G.S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
8. Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.
9. Armarego W. L. F., Chai C., *Purification of Laboratory Chemicals*, 6 ed., British, USA, 2009.
10. Pasto D. J., Johnson C. R., Miller M. J., *Experiments and Techniques in Organic Chemistry*, Prentice Hall, 1992.

ANEXOS

Tabla 1. Reactivos y disolventes utilizados en el laboratorio.

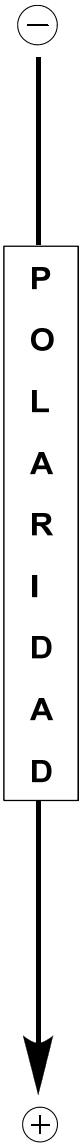
Tabla de reactivos y disolventes utilizados en el Laboratorio de Química Orgánica I

NOMBRE [CAS]	Punto de fusión o ebullición (°C)	TOXICIDAD
Ácido adípico **[124-04-9]**		
Ácido bencílico **[76-93-7]**		
Ácido benzoico **[65-85-0]**		
Ácido cinámico **[121-33-5]**		
Ácido cítrico **[77-92-9]**		
Ácido clorhídrico **[7647-01-0]**		
Ácido fumárico **[110-17-8]**		
Ácido succínico **[110-15-6]**		
Acetato de etilo **[141-78-6]**		
Acetona **[67-64-1]**		
Agua **[7732-18-5]**		

Anhídrido maleico **[108-31-6]**		
Benzoato de fenilo **[93-99-2]**		
Benzocaína **[94-09-7]**		
Benzofenona **[119-61-9]**		
Benzoína **[119-53-9]**		
1-Butanol **[71-36-3]**		
Cafeína **[58-08-2]**		
Carbón activado **[7440-44-0]**		
Celita **[61790-53-2]**		
Cloruro de sodio **[7647-14-5]**		
Dibenzalacetona **[538-58-9]**		
Diclorometano **[75-09-2]**		
Etanol **[64-17-5]**		
Hexano **[110-54-3]**		
4-Hidroxibenzoato de metilo (Nipagín) **[99-76-3]**		

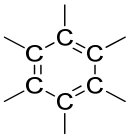
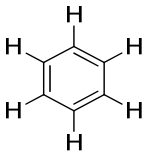
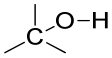
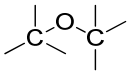
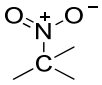
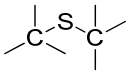
4-Hidroxibenzoato de propilo (Nipasol) **[94-13-3]**		
7-Hidroxi-4-metilcumarina **[90-33-5]**		
Hidróxido de sodio **[1310-73-2]**		
Metanol **[67-56-1]**		
Naftaleno **[91-20-3]**		
1-Propanol **[71-23-8]**		
2-Propanol **[67-63-0]**		
Propilenglicol **[57-55-6]**		
Sulfato de sodio **[7757-82-6]**		
1,2,3,4-Tetrahidrocarbazol **[942-01-8]**		
Tolueno **[108-88-3]**		
Vainillina **[121-33-5]**		

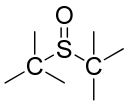
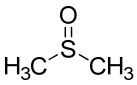
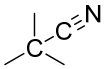
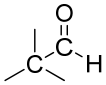
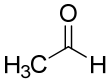
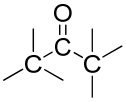
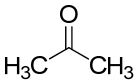
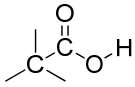
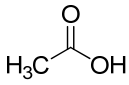
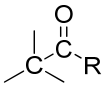
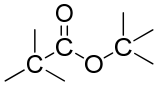
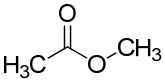
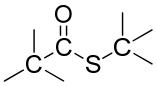
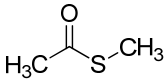
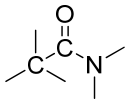
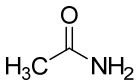
Tabla 2. Disolventes más usados en orden de polaridad.

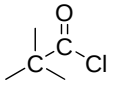
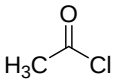
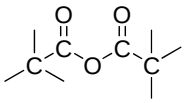
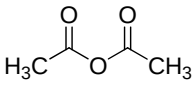


DISOLVENTES	ESTRUCTURA	pe (ºC)	pe (ºC) Cd. México	DENSIDAD δ (g/mL)
Hexano		69		0.659
Tolueno	CH_3	110		0.865
Benceno		80		0.874
Éter dietílico	O	35		0.706
Tetracloruro de carbono	Cl Cl Cl Cl	77		1.604
Cloroformo	H Cl Cl Cl	61		1.492
Cloruro de metileno (diclorometano)	H H Cl Cl	40		1.325
Acetato de etilo	O O	77		0.902
Acetona	O	56		0.791
Etanol	OH	78		0.785
Metanol	H_3C OH	65		0.791
Agua	H O H	100		1.000

Tabla 3. Principales grupos funcionales en orden de prioridad.

Familia	Estructura del grupo funcional	Ejemplo	Terminación y/o principio
Alcanos	(sólo contienen enlaces sencillos) C–H y C–C	$H_3C–CH_3$	*-ano* Et**ano**
Alquenos			*-eno* Et**eno** (etileno)
Alquinos	—C≡C—	H–C≡C–H	*-ino* Et**ino** (acetileno)
Arenos (Aromáticos)			Ninguno Benceno
Haluros de alquilo	(X = F, Cl, Br, I)	Cl—CH_3	Ninguno Clorometano
Alcoholes		HO–CH_3	*-ol* Metan**ol**
Éteres		H_3C–O–CH_3	*éter* **Éter** dimetílico
Aminas		$H_2N–CH_3$	*-amina* Met**ilamina**
Nitros		$O_2N–CH_3$	Ninguno Nitrometano
Tioles		HS–CH_3	*-tiol* Metano**tiol**
Sulfuros		H_3C–S–CH_3	*sulfuro* **Sulfuro** de dimetilo

Familia	Estructura del grupo funcional	Ejemplo	Terminación y/o principio
Sulfóxidos			*sulfóxido* **Sulfóxido** de dimetilo
Nitrilos		$H_3C-C\equiv N$	*-nitrilo* Etano**nitrilo** (acetonitrilo)
		Compuestos con grupo Carbonilo	
Aldehídos			*-al* Etan**al** (acetaldehído)
Cetonas			*-ona* Propan**ona** (acetona)
Ácidos Carboxílicos			*Ácido -oico* **Ácido** etan**oico** (ácido acético)
		**Derivados de ácidos carboxílicos**	
Ésteres			*-oato* Etan**oato** de metilo (Acetato de metilo)
Tioésteres			*-tioato* Etano**tioato** de metilo (tioacetato de metilo)
Amidas			*-amida* Etan**amida** (acetamida)

Familia	Estructura del grupo funcional	Ejemplo	Terminación y/o princio
Cloruros de ácido			*cloruro -oilo* **Cloruro** de etan**oilo** (Cloruro de acetilo)
Anhídridos de ácidos carboxílicos			*anhídrido -oico* **Anhídrido** etan**oico** (anhídrido acético)

Los enlaces cuyas conexiones no se especifican están unidos a átomos de carbono o hidrógeno en el resto de la molécula.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA

PROGRAMAS DE ESTUDIO
TERCER SEMESTRE

Asignatura	Ciclo	Área	Departamento
QUÍMICA ORGÁNICA I	TRONCO COMÚN	QUÍMICA	QUÍMICA ORGÁNICA

HORAS/SEMANA

OBLIGATORIA	Clave 1311	TEORÍA 3 h	PRÁCTICA 4 h	CRÉDITOS 10

Tipo de asignatura:	TEÓRICO-PRÁCTICA
Modalidad de la asignatura:	CURSO

ASIGNATURA PRECEDENTE: Seriación obligatoria con Estructura de la Materia.

ASIGNATURA SUBSECUENTE: Seriación obligatoria con Química Orgánica II y Química Orgánica III.

OBJETIVO(S):
Establecer la relación de la Química Orgánica con otras ciencias.
Conocer el impacto de la Química Orgánica en la sociedad moderna.
Representar correctamente la estructura de las moléculas en el espacio.
Expresar, usando un vocabulario correcto, diversos aspectos relacionados con la estructura de alcanos, cicloalcanos, alquenos, alquinos y dienos.
Conocer las propiedades físicas y químicas de alcanos, cicloalcanos, alquenos, alquinos y dienos.
Conocer y adquirir destreza en las principales técnicas de aislamiento y purificación de compuestos orgánicos.

UNIDADES TEMÁTICAS

NÚMERO DE HORAS POR UNIDAD	UNIDAD
5T — 7P 12 h	1. EVOLUCIÓN DE LA QUÍMICA ORGÁNICA. 1.1 Definición de la Química Orgánica. 1.2 Principales etapas en la evolución de la Química Orgánica. 1.3 Importancia de la Química Orgánica en la actualidad. Perspectivas de la Química Orgánica. 1.4 Teoría estructural de Kekulé. Fórmulas moleculares. Grupos funcionales principales. Isomería. Isómeros funcionales. Isómeros de posición. Carbono tetraedral. 1.5 Revisión de métodos espectroscópicos.
7T — 9P 16 h	2. ALCANOS Y CICLOALCANOS. 2.1 Fuentes naturales. 2.2 Estructura. Recordatorio de la hibridación sp^3. 2.3 Nomenclatura. 2.4 Propiedades físicas. 2.5 Propiedades químicas. Reacción de halogenación de alcanos. Mecanismo de halogenación por radicales libres. Teorías para explicar la rapidez de las reacciones orgánicas. 2.6 Obtención de alcanos y cicloalcanos. Teoría para explicar la estabilidad de los cicloalcanos. Isomería geométrica en cicloalcanos sustituidos. 2.7 Combustión de alcanos, índice de octano y de cetano. 2.8 Propiedades espectroscópicas: IR, RMN-^{1}H y espectrometría de masas.

13T — 17P **30 h**	**3. ESTEREOQUÍMICA.** **3.1 Importancia de la estereoquímica.** **3.2 Representación tridimensional de las moléculas en un plano. Proyección de cuña. Proyección de Fischer. Proyección de Newman. Proyección de caballete.** **3.3 Clasificación de los estereoisómeros. Isómeros geométricos: Alquenos, ciclos, nomenclatura *cis-trans*, *E-Z*, reglas de prioridad de Cahn, Ingold y Prelog. Isómeros ópticos: Moléculas asimétricas o quirales. Carbono asimétrico y quiralidad. Centro estereogénico. Regla de secuencia de Cahn, Ingold y Prelog. Nomenclatura *R-S*. Enantiómeros y diastereoisómeros. Asimetría molecular. Actividad óptica y rotación específica. Nomenclatura (d), (l); (+), (-). Familias D y L en gliceraldehídos. Nomenclatura eritro y treo.** **3.4 Análisis conformacional. Compuestos de cadena abierta: Formas eclipsadas y alternadas (sinperiplanar y antiperiplanar). Diagrama de energía. Ciclohexano. Formas de silla, bote e intermedias. Sustituyentes axiales, ecuatoriales, α (alfa) y β (beta). Interconversión de confórmeros y cambios de energía. Compuestos bicíclicos (decalinas).**
11T — 15P **26 h**	**4. ALQUENOS.** **4.1 Nomenclatura de alquenos y cicloalquenos.** **4.2 Estructura de los alquenos. Recordatorio de la hibridación sp^2 y uniones σ y π. Estereoisomerismo en los alquenos: nomenclatura *cis-trans* y *E-Z*.** **4.3 Propiedades físicas de los alquenos, relación con la estructura.** **4.4 Calores de hidrogenación. Estabilidad termodinámica.** **4.5 Síntesis de alquenos: Deshidratación de alcoholes. Carbocationes. Estabilidad de carbocationes. Transposiciones de los carbocationes. Facilidad de deshidratación. Deshidrohalogenación de haluros de alquilo. Regla de Zaitzev. Reducción de alquinos, obtención de alquenos *Z* y de alquenos *E*.** **4.6 Propiedades químicas de alquenos. Reacciones de adición al enlace doble. Hidrogenación catalítica. Adición de halógenos. Adición de haluros de hidrógeno: adición Markovnikov y anti-Markovnikov. Adición de agua: hidratación. Formación de halohidrinas. Oximercuración-desmercuración. Hidroboración-oxidación. Dimerización y polimerización. Hidroxilación: glicoles. Halogenación alílica. Ruptura del enlace doble. Adición de ozono y ozonólisis. Oxidación con permanganato de potasio.** **4.7 Análisis de alquenos: identificación y caracterización por métodos químicos y físicos. Propiedades espectroscópicas: IR, RMN-^{1}H y espectrometría de masas.**
6T — 8P **14 h**	**5. ALQUINOS.** **5.1 Nomenclatura de alquinos.** **5.2 Estructura, recordatorio de la hibridación sp.** **5.3 Propiedades físicas.** **5.4 Acetileno: preparación y usos.** **5.5 Acidez de los hidrógenos de los alquinos terminales.** **5.6 Síntesis de alquinos. Eliminación de dihaluros de alquilo. Alquilación de acetiluros metálicos.** **5.7 Propiedades químicas. Hidrogenación catalítica. Reducción con metales. Adición de halógenos. Adición de haluros de hidrógeno. Adición de agua. Reacciones como carbaniones.**

	Ozonólisis. **5.8 Análisis y caracterización de alquinos. Propiedades espectroscópicas: IR, RMN-^{1}H y espectrometría de masas.**
6T — 8P **14 h**	**6. DIENOS.** **6.1 Nomenclatura de los dienos.** **6.2 Propiedades físicas.** **6.3 Dienos conjugados, estructura, estabilidad y recordatorio de conjugación y resonancia.** **6.4 Propiedades químicas de los dienos conjugados: Adición electrofílica: 1,2 vs. 1,4; producto cinético contra producto termodinámico.** **6.5 Reacción de Diels-Alder.** **6.6 Polimerización de dienos. Caucho natural y sintético.** **6.7 Terpenos, regla del isopreno.** **6.8 Análisis y caracterización de dienos. Propiedades espectroscópicas: UV, IR, RMN-^{1}H y espectrometría de masas.**

SUMA: 48T – 64P = 112 h

BIBLIOGRAFÍA BÁSICA

1. **Bruice, P. Y., *Química Orgánica*, 5ª Edición, Pearson Prentice Hall, México, 2008.**
2. **McMurry, J., *Química Orgánica*, 7ª Edición, Cengage Learning, México, 2008.**
3. **Carey, F. A., *Química Orgánica*, 6ª Edición, McGraw-Hill, México, 2006.**
4. **Wade, L. G. Jr., *Química Orgánica*, Vol. 1, 7ª Edición, Pearson Educación, México, 2011.**
5. **Morrison, R. T., Boyd, R. N., *Química Orgánica*, 5ª Edición, Pearson Educación, México, 1998.**
6. **Fox, M. A., Whitesell, J. K., *Química Orgánica*, 2ª Edición, Pearson Educación, 2000.**

BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA

1. **Sorrell, T. N., *Organic Chemistry*, University Science Books, California, 1999.**
2. **Carey, F. A., Sundberg, R. J., *Advanced Organic Chemistry, Parts A and B*, Kluwer, New York, 2000.**
3. **Clayden, J., Greeves, N., Warren, S., Wothers, P., *Organic Chemistry*, Oxford University Press, New York, 2001.**
4. **Groutas, W. C., *Mecanismos de Reacción en Química Orgánica*, McGraw-Hill, México, 2002.**
5. **Eliel, E. L., Wilen, S. H., Doyle, M. P., *Basic Organic Stereochemistry*, John Wiley & Sons, New York, 2001.**
6. **Miller, A., Solomon, P. H., *Writing Reaction Mechanisms in Organic Chemistry*, Harcourt Academic Press, California, 2000.**

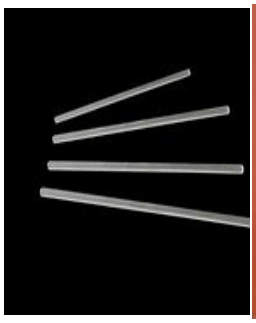
SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

Resolución de tareas y series de problemas de apoyo que incluyan los conceptos básicos que se tratan en el curso.
Uso del material didáctico incluido en los libros de texto como CD-ROM y acetatos.

Empleo de modelos moleculares en la impartición de las clases.

FORMA DE EVALUAR: **60% la parte teórica, evaluada a través de tres exámenes parciales y resolución de series de problemas.** **40% la parte experimental, evaluada a través de los resultados obtenidos en el laboratorio, exámenes semanales e informe semanal.**
PERFIL PROFESIOGRÁFICO DE QUIENES PUEDEN IMPARTIR LA ASIGNATURA: **El profesorado deberá tener una licenciatura de las que imparte la propia Facultad de Química y preferentemente estudios de Maestría o Doctorado en Ciencias Químicas, con una formación orientada hacia la Química Orgánica.**

MATERIAL DE LABORATORIO



Agitador de vidrio

Colector

Columna Vigreaux

Embudo de separación

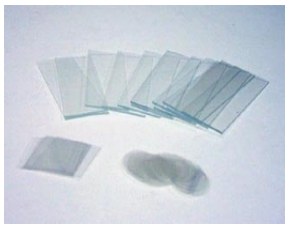
Embudo de vidrio

Matraz bola

Matraz Erlenmeyer

Matraz Kitasato

Pipetas



Portaobjetos y Cubreobjetos

Portatermómetro

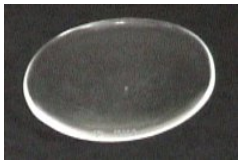
Regriferante

T de destilación

Termómetro

Tubo de ensaye

Vaso de precipitados



Vidrio de reloj

Anillo de hierro

Espátulas

Gradilla

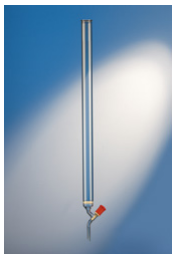
Mechero

Pinza para tubo de ensaye

Pinza de tres dedos

Tela de asbesto

Tubo de Thiele



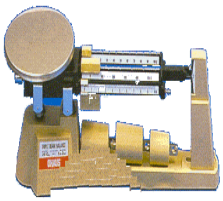
Columna de cromatografía

Embudo Büchner

Soxhlet

Barra magnética

Balanza Analítica



Balanza granataria

Parrilla con agitación