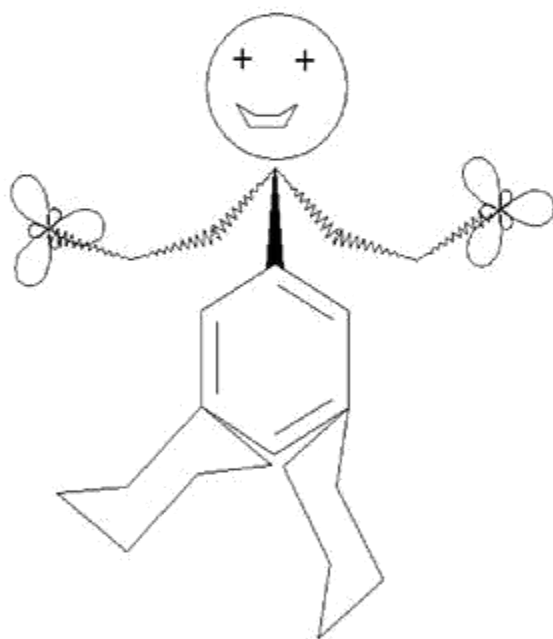


Prácticas de Química



1º DE BIOLOGIA SANITARIA



Universidad
de Alcalá

Departamento de Química Orgánica

INSTRUCCIONES GENERALES

La realización aprovechada de este curso práctico, la conservación del laboratorio y la seguridad en el trabajo experimental, aconsejan tener en cuenta las siguientes instrucciones generales.

- a) Para asistir al laboratorio cada alumno deberá llevar **gafas de seguridad, una bata de laboratorio preferentemente de algodón, una espátula y un paño para la limpieza de su mesa de trabajo.**
- b) Todos los alumnos deberán conocer el nombre de los utensilios de trabajo que van a manejar, según se expresa en las figuras que se verán a continuación.
- c) Antes de entrar en el laboratorio, cada alumno deberá haber estudiado cuidadosamente la práctica que va a realizar y las instrucciones correspondientes. Cualquier duda deberá resolverla antes de empezar el trabajo.

Durante la realización de la práctica deberá anotar en un cuaderno todas las observaciones que realice y los cálculos que desarrolle. Agilizar la capacidad de observación es uno de los primeros objetivos del curso práctico.







Una vez realizado el trabajo práctico deberá entregarse la hoja de cuestiones respondida y se someterán a un debate crítico los resultados obtenidos.

- d) Los residuos inservibles y los productos sólidos de deshecho no deben abandonarse sobre la mesa ni arrojarse al suelo o a la pila de desagüe sino únicamente a la basura o a los recipientes habilitados para ello. Los productos líquidos de deshecho, se depositarán en los recipientes destinados a tal efecto. Si por descuido se vierte cualquier sustancia sobre la mesa, debe ser inmediatamente recogida. La mesa de trabajo debe estar siempre limpia y ordenada (Los apuntes y abrigos deben dejarse fuera del laboratorio). Al final de cada sesión todo el material debe ser adecuadamente recogido. El material de vidrio que se rompa, se entregará al ayudante de laboratorio que procederá a su reposición. Los fragmentos de vidrio roto no se tirarán a la basura normal sino que se depositarán en los recipientes especiales para vidrio.
- e) Cuando deba utilizarse ácido sulfúrico, recordar que el agua nunca se añade sobre dicho ácido: "el ácido sulfúrico se añade sobre el agua".
- f) Se debe trabajar en campanas de gases siempre que se utilicen sustancias que así lo requieran (volátiles, inflamables, irritantes, o con cualquier otro grado de peligrosidad). Nunca debe calentarse con el mechero un líquido que produzca vapores inflamables. Cuando se caliente un tubo de ensayo, debe cuidarse que la boca del tubo no se dirija hacia ninguna persona cercana. Nunca deben dejarse los reactivos cerca de una fuente de calor
- g) Cualquier accidente, corte o quemadura debe comunicarse inmediatamente al profesor. Si por descuido se ingiere cualquier reactivo debe enjuagarse rápidamente con agua abundante y consultar al profesor. Importante: se prohíbe pipetear cualquier producto con la boca (ver más abajo).

Un posible peligro de envenenamiento, frecuentemente olvidado, es la contaminación a través de la piel. Lávese las manos a menudo y siempre inmediatamente después de exponerse a un reactivo peligroso y antes de dejar el laboratorio. Es conveniente usar guantes cuando se trabaja con reactivos peligrosos.

No deben transportarse innecesariamente los reactivos de un sitio a otro del laboratorio. Si tuviese que transportarlos, tenga cuidado con las botellas que deben ser siempre transportadas cogiéndolas por el fondo, nunca por la boca. No desordene los reactivos.

- h) La seguridad en el trabajo experimental sólo se puede conseguir habiendo leído y siguiendo cuidadosamente las instrucciones correspondientes, y atendiendo a los consejos del profesor de laboratorio.

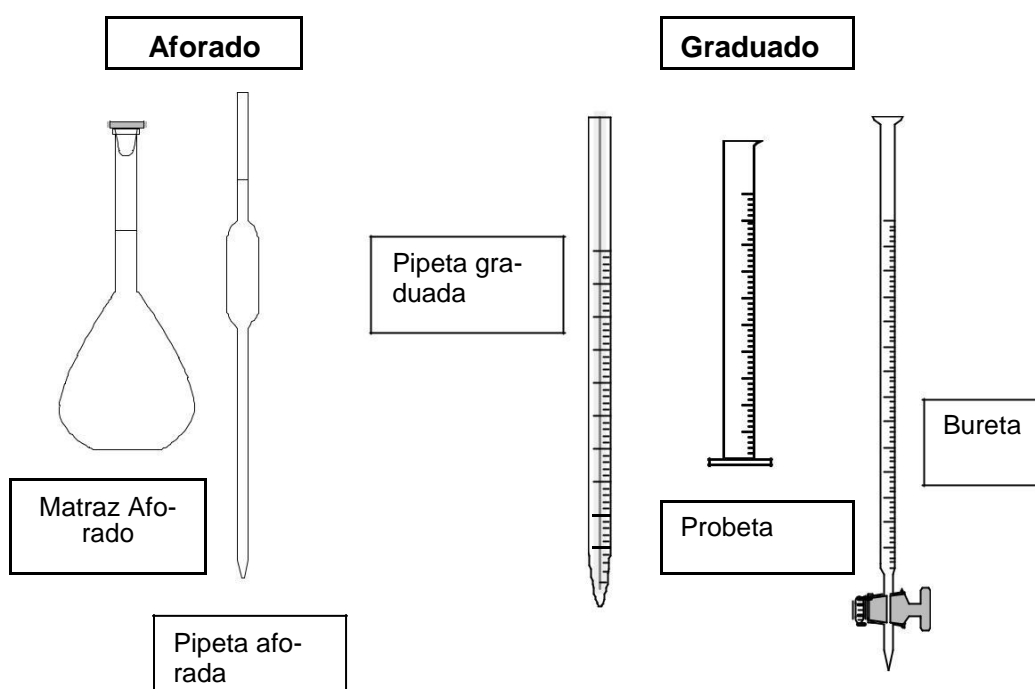
Tabla 1. Símbolos de peligrosidad más habituales	
Símbolo	Tipo de sustancia
	Explosivas. Sustancias y preparados que pueden explotar bajo el efecto de una llama.
	Comburente. Sustancias y preparados que, en contacto con otros, particularmente con los inflamables, originan una reacción fuertemente exotérmica.
	<p>Extremadamente inflamables Sustancias y productos químicos cuyo punto de ignición sea inferior a 0°C, y su punto de ebullición inferior o igual a 35°C.</p> <p>Fácilmente inflamables</p> <ul style="list-style-type: none"> • Sustancias y preparados que, a la temperatura ambiente, en el aire y sin aporte de energía, puedan calentarse e incluso inflamarse. • Sustancias y preparados en estado líquido con un punto de ignición igual o superior a 0°C e inferior a 21°C. • Sustancias y preparados sólidos que puedan inflamarse fácilmente por la acción breve de una fuente de ignición y que continúen quemándose o consumiéndose después del alejamiento de la misma. • Sustancias y preparados gaseosos que sean inflamables en el aire a presión normal. • Sustancias y preparados que, en contacto con el agua y el aire húmedo, desprendan gases inflamables en cantidades peligrosas. <p>Inflamables Sustancias y preparados cuyo punto de ignición sea igual o superior a 21°C e inferior a 55°C.</p>
	Muy tóxicas. Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos graves, agudos o crónicos, e incluso la muerte.
	<p>Nocivas. Sustancias y preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea puedan entrañar riesgos de gravedad limitada.</p> <p>Irritantes. Sustancias y preparados no corrosivos que por contacto inmediato, prolongado o repetido con la piel o mucosas pueden provocar una reacción inflamatoria.</p>
	Corrosivas. Sustancias y preparados que en contacto con los tejidos vivos puedan ejercer sobre ellos una acción destructiva.

MATERIAL DE LABORATORIO

Es necesario que, antes de comenzar cualquier trabajo experimental, el alumno conozca perfectamente el material que se utiliza con más frecuencia en el laboratorio, así como las operaciones en las que se emplea dicho material. Cada uno de los materiales aquí mostrados tiene una función específica y su uso debe ser acorde con la tarea a realizar. La utilización inadecuada de este material dará lugar a errores en las experiencias realizadas. En este apartado, se muestra el material de laboratorio más habitual y que el alumno usará en este o en sucesivos laboratorios. Más adelante se describen las condiciones de utilización del material volumétrico, del material para filtración y de la instrumentación básica.

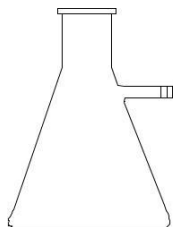
Material de vidrio

Material volumétrico

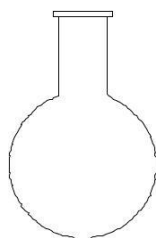


Matraces y vasos

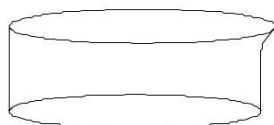
Matraces



Matraces kitasato

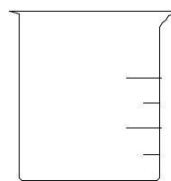


Matraces redondos

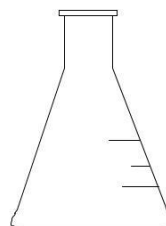


Cristalizadores

Vasos

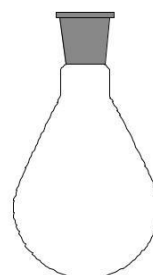
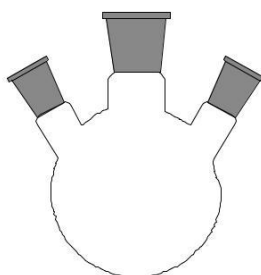
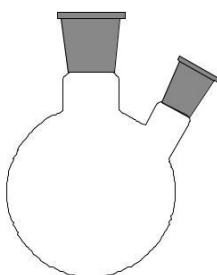
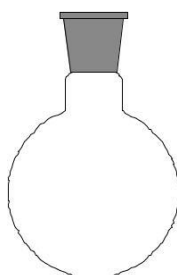


Vasos de precipitados



Matraces Erlenmeyer

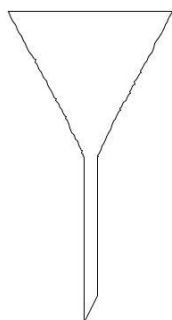
Matraces con boca esmerilada



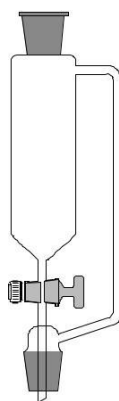
Matraces redondos con 1, 2 y 3 bocas esmeriladas

Matraces forma pera

Embudos



Embudos cónicos

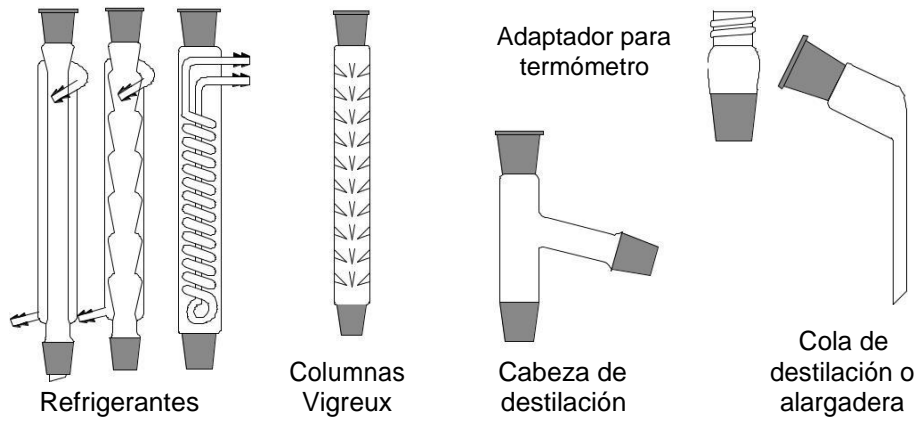


Embudos de adición

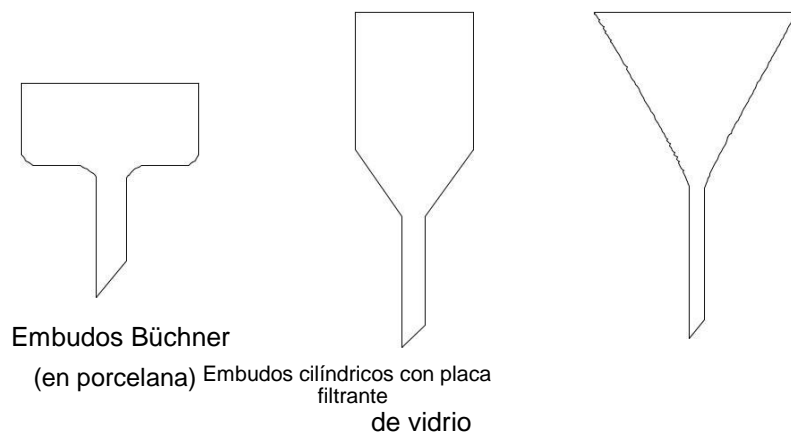


Embudos de decantación

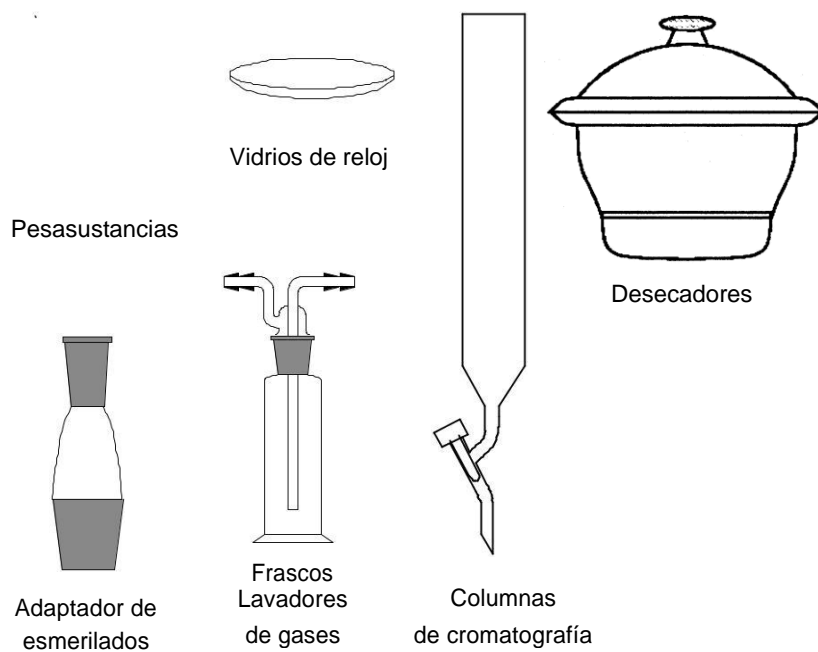
Refrigerantes y material para destilación



Embudos para filtración



Otro material de vidrio



Material de porcelana, plástico, metal, etc.

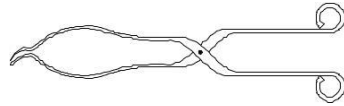
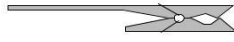
Para calentamiento (en porcelana u otro material)



Pinzas y soportes



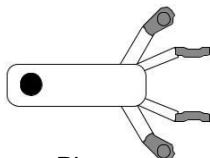
Pinzas de Hoffmann para tubo de goma



Pinzas metálicas para crisol



Pinzas metálicas con nuez

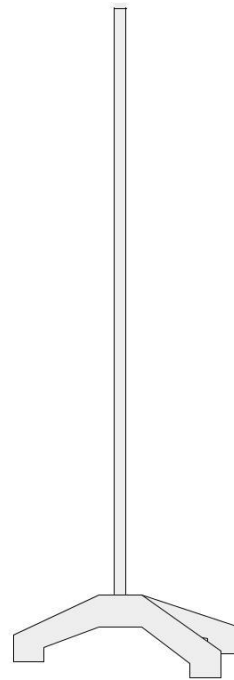


Pinzas para buretas



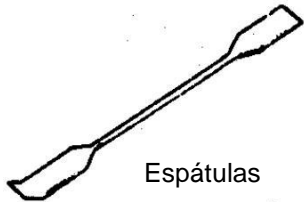
Aros con nuez

Rejilla



Soportes

Otro material



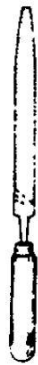
Espátulas



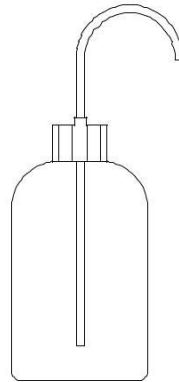
Mortero



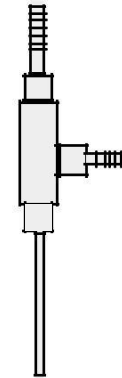
Escobillas para limpieza



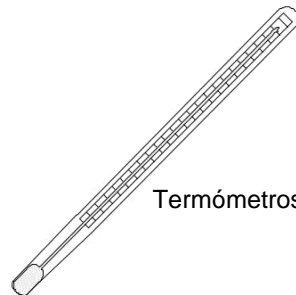
Limas



Frascos lavador



Trompas de agua para vacío



Termómetros

INSTRUCCIONES sobre OPERACIONES EN EL LABORATORIO

Para realizar una reacción química es preciso conocer las proporciones y cantidades de los reactivos y asegurarse que las sustancias utilizadas no se encuentran impurificadas.

Contaminación de reactivos

La contaminación de reactivos sólidos y líquidos puede evitarse teniendo en cuenta las siguientes normas:

1. La parte interna del cierre de los frascos de los reactivos nunca se pondrá en contacto con la mesa y otras fuentes de contaminación.
2. Un reactivo cristalino o en polvo se sacará de un frasco almacén por medio de una espátula limpia y seca.
3. Después de que se saca una muestra de reactivo de un frasco almacén, no debe devolverse al frasco ninguna porción de ella.
4. Antes de sacar un reactivo del frasco leer la etiqueta cuidadosamente, para asegurarse de que el reactivo es el necesario para la experiencia.

Transferencia de sólidos

Cantidades pequeñas de un reactivo sólido granulado o en polvo se transfieren desde un frasco a un recipiente, generalmente con una espátula limpia y seca.

1. Para sacar una gran cantidad de un reactivo sólido del frasco almacén se gira éste lentamente de un lado a otro en posición inclinada.
2. Un trozo de papel limpio y blanco ayuda a extraer un reactivo sólido de un frasco almacén y echarlo en un recipiente que tiene una abertura relativamente pequeña. Si se trata de grandes cantidades se utiliza un trozo de papel enrollado en forma de cono y si son pequeñas cantidades se vierte el sólido en una tira estrecha de papel previamente doblada. El papel se inserta en la pequeña apertura del recipiente y el reactivo se transfiere fácilmente. Si el sólido se va a disolver, se puede recoger en un embudo previamente dispuesto y añadir el disolvente a través del embudo en fracciones sucesivas para no dejar nada de sólido en el embudo.

Transferencia de líquidos

Para evitar salpicaduras al verter un líquido de un recipiente a otro se apoya una varilla de vidrio sobre el pico del recipiente de forma que el líquido fluya por la varilla y se recoja en el otro recipiente.

Si el recipiente tiene una abertura pequeña, debe utilizarse un embudo de vidrio seco y limpio en el que caiga el líquido procedente de la varilla.

Pesada

Se realizará teniendo en cuenta las normas expuestas por el profesor de laboratorio.

Medida de volúmenes

Los líquidos pueden medirse determinando su volumen.

Se utilizan cuatro instrumentos para la medida de volúmenes líquidos: pipeta, probeta, bureta y matraz aforado.

Estos instrumentos tienen marcas grabadas en su superficie que indican volúmenes de líquidos. Las pipetas y las buretas se utilizan para transferir volúmenes de líquido cuya medida requiere cierta exactitud. Los matraces aforados se emplean para preparar volúmenes determinados de disoluciones de concentración conocida con una cierta exactitud.

Para medir el volumen, el nivel del líquido se compara con las marcas de graduación señaladas sobre la pared del instrumento de medida. Dicho nivel se lee en el fondo del menisco que se forma en el líquido. Se obtienen lecturas exactas situando el ojo a la altura del menisco.

Probetas

En las probetas se añade líquido hasta que el menisco coincide con un cierto nivel; el número de la correspondiente línea indica el volumen de líquido que contiene la probeta.

La precisión de las medidas obtenidas con las probetas disminuye a medida que aumenta su capacidad y en general es menor que la obtenida con las pipetas y buretas.

Pipetas

Las pipetas son instrumentos usados comúnmente para dejar verter un volumen definido de líquido. Se fabrican de dos clases: pipetas aforadas y pipetas graduadas. Las pipetas **aforadas** son largos tubos de vidrio con un ensanchamiento en su parte central, cuya parte inferior termina en forma aguda y con un orificio estrecho. Hacia la parte superior y por encima del ensanchamiento central se encuentra la marca, o aforo, que indica el nivel que tiene que alcanzar el líquido para que al vaciar la pipeta salga el volumen de él igual a la capacidad asignada a la misma. La capacidad más usual de las pipetas aforadas es de 1 a 50 mL. Sin embargo las pipetas **graduadas** sirven para medir con exactitud cantidades variables de líquido.

Ningún reactivo se tomará con la pipeta absorbiendo directamente con la boca, se emplearán propipetas o jeringas de plástico adaptadas adecuadamente a las pipetas.

Para utilizar las pipetas una vez perfectamente limpias y lavadas con agua destilada, se dejan escurrir. Estando la pipeta perfectamente seca por su parte exterior, se toma una pequeña porción de la disolución que se va a medir, se enjuaga con ella el interior de la pipeta y se expulsa. Se repite esta operación dos o tres veces. Entonces se llena la pipeta, que se introduce sólo lo suficiente para que no se quede su extremo inferior al descubierto.

Para medir el volumen del líquido se mantiene la pipeta, ya separada de la disolución, de manera que el enrase quede en línea horizontal con el ojo del operador y entonces, después de secar con un pequeño trozo de papel de filtro gotas adheridas exteriormente y una vez enrasada, se introduce el extremo de la pipeta dentro del recipiente donde se va a verter el líquido y se deja escurrir ésta manteniendo la pipeta en posición vertical y apoyando el pico de manera que forme ángulo con la pared del recipiente.

Las pipetas nunca se deben sacudir y mucho menos soplar para que salgan las últimas porciones de líquido que quedan en su pico; el aforo de la misma está efectuado teniendo en cuenta esta pequeña cantidad de líquido.

Buretas

Una bureta está graduada para medir cantidades variables de líquidos. Las buretas, en general, tienen las marcas principales señaladas con números que indican mililitros, y subdivisiones no numeradas que indican 0.1 ml. Están provistas de una llave para controlar el flujo de líquido.

La bureta se llena hasta el extremo superior por encima de la línea de graduación cero. El líquido sobrante se deja escurrir a través del pico de la bureta para llenar el espacio situado en la parte inferior de la llave y hacer que el nivel del líquido llegue hasta la línea cero.

Se abre la llave, se deja fluir la cantidad deseada de disolución y se anota el nivel del líquido que será el volumen de líquido transferido.

Las siguientes sugerencias le ayudarán a utilizar la bureta:

1. En orden a asegurar un flujo controlable de una disolución de una bureta es esencial engrasar adecuadamente la llave si ésta es de vidrio (no cuando es de teflón). Al aplicar la grasa se debe procurar que ésta no se introduzca en el pequeño orificio de la llave.
2. Cuando la bureta está limpia no deben aparecer burbujas de aire en las paredes interiores de la bureta llena. Si una solución no escurre suavemente o permanecen pequeñas gotas de disolución en el interior de la superficie, la bureta no está limpia y no evacuará la cantidad de disolución que indican sus marcas. Una bureta se limpia con una escobilla y una disolución de detergente caliente o con una disolución especial. Luego se enjuaga con agua, y finalmente, con agua destilada para completar la operación de limpieza.
Después de limpiar la bureta, en las paredes interiores permanece adherida una cierta cantidad de agua, la disolución se diluirá y cambiará la concentración. Esto se evita enjuagando la bureta recientemente lavada con tres porciones sucesivas (cada una de cinco ml aproximadamente) de la disolución. La bureta se inclina y se gira de tal forma que toda la superficie interior esté en contacto con la disolución utilizada para enjuagar.
3. Si la disolución no fluye suavemente por el extremo, es posible que el paso esté obstruido por un trozo pequeño de material sólido o por una pequeña parte de grasa en la llave. Las obstrucciones de este tipo pueden eliminarse con un tubo limpio o un alambre fino. Se debe tener cuidado de no romper el extremo de la bureta, cuyo vidrio es fino.

4. El uso de la bureta será más eficiente si se maneja la llave o la pinza con la mano izquierda y con la derecha se agita con una varilla el recipiente en el que se realiza la reacción.
Cuando se acaba de utilizar la bureta se deja limpia, sujeta al soporte con las pinzas y en posición invertida.

Matraz aforado

Los matraces aforados llevan una marca en la superficie de su cuello que indica el volumen de líquido contenido. Para realizar una medida correctamente, la parte inferior del menisco debe coincidir con esta señal. Se utilizan para preparar disoluciones de concentración exacta. Nunca se puede calentar un matraz aforado ya que el aforo está calibrado a temperatura ambiente y se incurriría en un error en la medida.

Filtración de precipitados

Para filtrar y recuperar una cantidad grande de sólido se utiliza el embudo Büchner adaptado a un Kitasato que se conecta a la trompa de vacío para succionar. En este caso es necesario cortar un papel de filtro circular de tamaño suficiente para cubrir todos los agujeros del embudo, pero menor que el círculo de la base del embudo, para que no queden dobleces por los que podría pasar el sólido. El papel se adhiere al embudo humedeciéndolo con el disolvente adecuado y haciendo succión.

Si se trata de filtrar una cantidad pequeña de sólido y no interesa su recuperación, se suele emplear un embudo cónico en el que se pone un filtro de pliegues, éste se prepara con un papel de filtro circular que se dobla del modo siguiente: primero se dobla por el diámetro y luego por el radio perpendicular. Cada uno de los cuadrantes se dobla en dos y cada uno de ellos a su vez en otros dos, de modo que finalmente se vaya plegando del mismo modo que las dobleces de un acordeón (ver práctica 4). Una vez abierto se pone en el embudo. El papel de filtro no debe nunca alcanzar el borde del embudo.

Si se trata de filtrar una cantidad pequeña de sólido y es necesario recuperar tanto el sólido como la disolución, se utiliza un embudo de pico largo con un papel de filtro que adecuadamente doblado en cono se adhiera totalmente a las paredes. De este modo, el flujo de líquido a través del papel se acelera por la succión debida a la columna de líquido del vástago del embudo, que debe permanecer lleno a lo largo de toda la operación.

Para que el papel de filtro se ajuste adecuadamente al embudo debe doblarse de la siguiente forma: un trozo circular de papel de filtro se dobla primero por la mitad y después de forma que los extremos queden entre sí a unos cinco mm de distancia. El papel de filtro doblado será aproximadamente un cuarto del tamaño del círculo original. Además conviene rasgar un pequeño triángulo irregular del vértice del extremo de la parte superior. Doblando el papel de esta forma y rompiendo la porción triangular de su vértice se consigue una adherencia fuerte entre el extremo superior del papel de filtro y el embudo.

Después, el papel de filtro se abre formando un cono, y se coloca en el embudo. Se vierten varios ml de líquido sobrenadante sobre el papel de filtro para humedecerlo y llenar el vástago del embudo. Esto se hace para llenar los poros del papel de filtro con el líquido. Si esto no se hace, algo de precipitado podría atacar los poros del papel reduciendo la eficacia de la operación. Teniendo el vástago del embudo lleno con el líquido, la velocidad de filtración será máxima. El extremo superior del papel de

filtro humedecido se presionará ligeramente contra la parte de arriba del embudo para conseguir una fuerte adherencia. Si el papel de filtro ha sido preparado e insertado bien en el embudo, a medida que el líquido escurre a través del papel, se formará en el vástago una columna de líquido con burbujas de aire.

Para evitar salpicaduras innecesarias y posible pérdida del filtrado, el extremo del vástago del embudo permanecerá durante la filtración por encima del nivel del filtrado.

La filtración puede realizarse más rápidamente si la mayor parte del líquido sobrenadante se decanta al papel de filtro. La decantación es un proceso en el que el líquido es cuidadosamente vertido desde el precipitado de forma que se transfiere muy poco sólido al papel de filtro durante la operación. En este paso debe evitarse revolver el precipitado del fondo del vaso. El tiempo requerido para que el líquido pase a través del papel de filtro será menos que si se transfiere al papel una porción de sólido.

La transferencia de la mezcla reaccionante al papel de filtro puede realizarse mejor por el siguiente procedimiento: el vaso que contiene la mezcla reaccionante se sujeta con una mano y se mantiene encima y a un lado del embudo. El pico del vaso se apoyará contra una varilla. El extremo inferior de la varilla se acercará al papel de filtro, sin tocarlo. Inclinando el vaso se puede transferir el líquido sobrenadante de una forma controlada y con un mínimo de salpicaduras.

Para evitar que algún líquido o sólido se introduzca entre el papel de filtro y la red del embudo, nunca se llenará el filtro más que hasta unos 3 mm del extremo del papel.

La eficacia de la filtración se determinará por la completa separación del precipitado del líquido que sobrenada. Puesto que algunas gotitas de líquido se adherirán al precipitado dentro de la operación de filtración, el sólido debe lavarse a fondo. Generalmente se aconseja empezar lavando el precipitado en el vaso de reacción antes de transferirlo al filtro. Después se decanta sobre el filtro la mayor parte del líquido sobrenadante, se añade una pequeña porción de disolvente al precipitado que permanece en el recipiente original y de nuevo se decanta la mayor parte del líquido del precipitado.

Para completar la transferencia de sólidos desde el recipiente al papel de filtro, se lavarán las últimas trazas del sólido del recipiente sobre el papel de filtro utilizando una corriente de disolvente de un frasco lavador. El precipitado después de haber sido transferido al papel de filtro se llama residuo. Este se lava sobre el papel de filtro con sucesivas porciones de disolvente. La operación de lavado se hará de forma que la mayor parte del residuo descienda desde las paredes del papel de filtro hasta su extremo inferior, lo que puede conseguirse añadiendo cuidadosamente el líquido de lavado al extremo superior del papel de filtro.

Si el sólido que se filtra es algo soluble en el disolvente, no deben utilizarse cantidades excesivas de líquido para lavar. Con frecuencia el sólido se lava con el disolvente frío, ya que la mayor parte de las sustancias son menos solubles en disolventes fríos que en calientes. Haciendo esto, las pérdidas de precipitado serán mínimas.

A veces es necesario filtrar la mezcla de reacción caliente. Existen varias formas de sujetar un vaso caliente. La forma más aceptable es utilizar pinzas para vasos. Si no se dispone de ellas, se puede cortar cinco cm de tubo de goma a lo largo y doblarlo alrededor del dedo pulgar e índice para sostener el vaso caliente. Otra forma de

manejar el vaso es doblar una tira de paño o de papel de longitud adecuada al diámetro del vaso y colocarla alrededor de éste. Apretando fuertemente el paño o el papel contra el vaso sobre el lado opuesto al pico, el paño sirve de asa.

Práctica1. TRABAJO DE VIDRIO. PREPARACIÓN DE PIPETAS PASTEUR Y CAPILARES.

INSTRUCCIONES

1. No dejar nunca la zona de vidrio caliente sobre la mesa sino sobre el recipiente o soporte destinado a tal efecto (preguntar al profesor correspondiente).
2. No olvidar que la zona de vidrio caliente puede producir quemaduras intensas.
3. No manipular nunca tubos de vidrio cuyo extremo no haya sido rebordeado cuidadosamente.
4. Protegerse las manos con un paño siempre que se trate de cortar o presionar un tubo de vidrio. En cualquier caso hacer siempre la presión sin poner las manos en la dirección que se presiona para evitar heridas profundas.

Corte

Sujetando el tubo de vidrio sobre la mesa, hacer una ranura en la parte superior por donde se quiere cortar, utilizando una lima triangular o una piedra de esmeril. Para ello la lima o la piedra debe moverse suavemente sin hacer demasiada presión.

Humedecer la ranura y sujetar el tubo con ambas manos poniendo los dedos pulgares en la parte opuesta de la ranura. Presionar con los pulgares hacia fuera procurando que la presión con todos los dedos sea homogénea, para impedir que la rotura sea quebrada.

Rebordeado

Los extremos del corte son siempre agudos y deben redondearse a la llama del mechero. Poniendo el tubo casi vertical poner el extremo en la zona de oxidación exterior de la llama y girarlo para que el calentamiento sea uniforme, hasta que se ablande y desaparezcan las aristas del corte. Debe evitarse un ablandamiento que podría estrechar el orificio del tubo de vidrio.

Estirado

Sujetar el tubo de vidrio poniendo el dedo pulgar delante y los demás detrás como si fuera a liarse un cigarrillo y calentar la zona comprendida entre ambas manos girando el tubo en un sentido y otro para conseguir un calentamiento uniforme. El vidrio debe ponerse totalmente blando y adquirir un grosor doble en la zona caliente. En ese momento estirar el tubo hasta que adquiera el diámetro deseado a la vez que se saca de la llama.

Doblado

Colocar la mariposa y calentar el tubo de vidrio sujetándolo como antes. Cuando empiece a combarse, sacarlo de la llama y doblarlo rápidamente hasta formar el ángulo deseado. En un tubo bien doblado el diámetro debe conservarse en toda la curva. Para conseguirlo hay que evitar hacer el doblez cuando el vidrio está demasiado caliente o demasiado frío y procurar que el calentamiento sea uniforme y la presión de ambas manos homogénea.

Experiencia

Realizar todas las operaciones anteriores para hacer pipetas Pasteur y capilares.

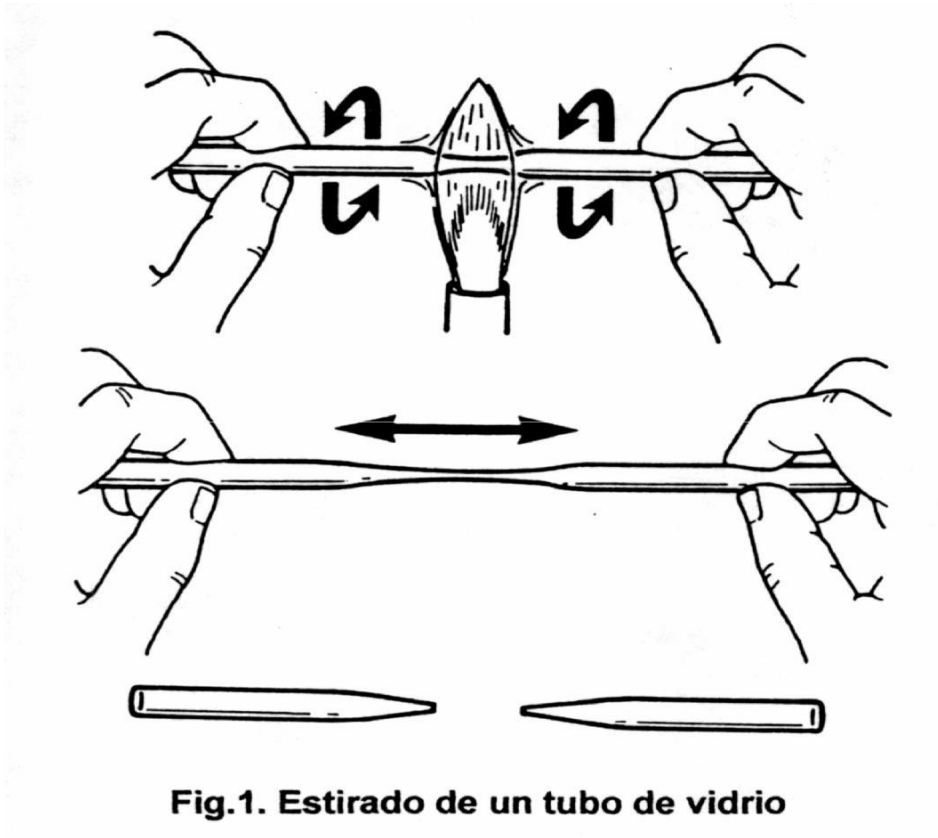


Fig.1. Estirado de un tubo de vidrio

Práctica 2. DESTILACIÓN

Se emplea fundamentalmente para la purificación de líquidos y para separar los componentes de una disolución. (Repasar en los libros el concepto de Presión de vapor)

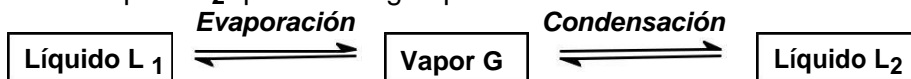
Si una disolución consta de un sólido o un líquido no volátil disueltos en un líquido volátil, la sustancia se puede recuperar evaporando el líquido. Si se quiere recuperar de la disolución el disolvente, o si son volátiles el soluto y el disolvente, y los dos se han de recuperar, se emplea la destilación.

La destilación es una operación física mediante la cual, se puede separar una disolución formada por dos o más líquidos basándose en las diferencias entre sus respectivos puntos de ebullición. Ahora bien, si la disolución es una mezcla de dos líquidos volátiles con puntos de ebullición próximos, no es posible separarlos completamente mediante una destilación normal, ya que se obtendrá una fracción destilada más rica en el líquido de punto de ebullición más bajo (más volátil), impurificada por el líquido de punto de ebullición más alto (menos volátil). Si se quiere obtener un destilado prácticamente puro es preciso recurrir a la destilación fraccionada.

La base de la destilación fraccionada descansa en el hecho de que cuando una mezcla líquida, excepto en el caso que tenga punto de ebullición constante, se evapora parcialmente, el vapor que resulta es más rico en el componente más volátil que lo era el líquido primitivo.

Fundamento

En la destilación, un líquido L_1 se calienta hasta hacerlo pasar a estado gaseoso G y a continuación los vapores condensan en una superficie fría pasando de nuevo al estado líquido L_2 que se recoge aparte.



Líquidos puros

Cuando un líquido puro se introduce en un recipiente cerrado, parte del mismo se evapora hasta que el vapor alcanza una determinada presión, que depende sólo de la temperatura. Esta presión, que es la ejercida por el vapor en equilibrio con el líquido, es la **tensión de vapor** del líquido a dicha temperatura y aumenta con ella. El líquido comienza a hervir a la temperatura en la que la tensión de vapor iguala a la presión total a la que se encuentra sometido dicho líquido. La temperatura a la que esto ocurre en condiciones normales (760 mmHg = 1 atm) recibe el nombre de **punto de ebullición normal** del líquido en cuestión, y es una constante característica para cada líquido.

Mezclas de líquidos

La presión de vapor total de una mezcla de líquidos (P_T) es igual a la suma de las presiones parciales (P_i) de cada uno de los componentes de la mezcla (*Ley de Dalton*):

$$P_T = \sum P_i$$

Cuando se calienta una disolución o una mezcla de dos o más líquidos, el punto de ebullición normal es entonces la temperatura a la cual la **tensión de vapor total** de la mezcla es igual a la presión atmosférica en condiciones normales.

En función de que la mezcla sea de líquidos miscibles o inmiscibles, la contribución de la presión parcial de cada componente P_i a la P_T de la mezcla será diferente.

Mezclas de líquidos miscibles

En las disoluciones ideales, las únicas que vamos a considerar, se cumple la *ley de Raoult*, que se expresa en los siguientes términos: "A una temperatura y una presión dadas, la presión de vapor parcial de cada componente en la mezcla (P_i) es igual a su presión de vapor en estado puro (P_i^0) multiplicada por su fracción molar (X_i) en la solución".

$$P_i = P_i^0 X_i \quad X_i = n_i / n_T$$

$$P_T = \sum P_i = \sum P_i^0 X_i$$

De la ley de Raoult se pueden deducir las siguientes conclusiones:

1. El punto de ebullición de una mezcla depende de los puntos de ebullición de sus componentes y de sus proporciones relativas
2. En una mezcla cualquiera de dos líquidos, el punto de ebullición está comprendido entre los puntos de ebullición de los componentes puros
3. El vapor producido será siempre más rico en el componente de punto de ebullición más bajo.

Siempre que se tenga una mezcla de dos o más componentes que se diferencien suficientemente en sus puntos de ebullición, los componentes se podrán separar por destilación. Existen varios tipos de destilación: sencilla, fraccionada, a vacío y en arrastre de vapor. En esta práctica vamos a utilizar los dos primeros.

En la figura 1, se representa un aparato para realizar una destilación sencilla, que consta de las siguientes partes:

Un matraz de destilación (A) provisto de una cabeza de destilación a la que se conecta un refrigerante (B), un termómetro (C) colocado en la boca del matraz y un colector acodado (D), que une el extremo del refrigerante con el recipiente en el que se recoge el destilado (E).

El líquido que ha de destilarse se coloca en el matraz y se calienta hasta hacerlo hervir. El vapor desprendido se condensa en el refrigerante que, en el caso más sencillo, consta de un tubo de dobles paredes a través de las cuales se hace circular **agua fría en sentido opuesto al de caída del destilado**.

El colector tiene una salida lateral que permite conectar una goma de desprendimiento de gases, con el fin de que los vapores inflamables se puedan conducir lejos del contacto con la fuente térmica; también esta salida lateral puede permitir la conexión del aparato a un sistema de vacío, en el caso de que se precise realizar la operación a presión reducida. El refrigerante tiene dos salidas, una inferior por donde pe-

netra el agua o el líquido que se utiliza como agente de refrigeración y otra superior por donde sale.

En el aparato que se utiliza en la destilación fraccionada se intercala una columna de fraccionamiento (columna Vigreux) entre el matraz y la cabeza de destilación (Figura 2).

Experiencia

Separación de una mezcla acetona-agua en sus dos componentes

A. Fraccionamiento por repetición de destilaciones sencillas

Monte el aparato de destilación sencilla según se indica en la figura 1, utilizando un matraz de fondo redondo de 100 ml. Ponga en el matraz 30 ml de acetona, 30 ml de agua y dos o tres trocitos de **plato poroso**. Sujete todas las uniones esmeriladas con clips metálicos o de plástico. Cerciórese de que todas las **uniones** están **perfectamente cerradas** (así evitaremos que los vapores puedan incendiarse).

Haga circular una **corriente suave** de agua del grifo por el refrigerante, uniendo la entrada de éste (ver figura 1) al grifo mediante una goma. El agua, que sale del refrigerante por su parte superior, se conducirá a un desagüe mediante otra goma. Etiquete y numere tres matraces erlenmeyer pequeños para recoger las fracciones siguientes:

I 56-65°C

II 65-95°C

III Residuo

Caliente el matraz de forma que el destilado se recoja de una manera continua a una velocidad aproximada de una gota por segundo. Cambie los matraces colectores con rapidez a los intervalos de temperatura indicados. Cuando la temperatura alcance 95°C interrumpa la destilación y enfríe el matraz de destilación dejando que el condensado del cuello gotee en él. Pase este residuo al matraz **III**.

Mida con una probeta graduada los volúmenes de destilado obtenido en cada fracción. Anote estos volúmenes. La fracción **I** está formada principalmente por acetona y el residuo por agua. La fracción **II** es una mezcla de acetona y agua.

Ponga en el matraz de destilación vacío y frío el contenido del matraz **II** y vuelva a montar el aparato de destilación. Añada uno o dos trocitos de plato poroso nuevos. Destile de nuevo e incorpore las distintas fracciones a los matraces **I** (56-65°C) y **II** (65-95°C). Interrumpa de nuevo la destilación y una vez que el matraz de destilación se haya enfriado algo, vierta el residuo que quede en él en el matraz **III**.

Mida de nuevo y anote el volumen total de cada fracción. Apunte todos sus datos en el informe.

B. Fraccionamiento con una columna Vigreux.

Monte el aparato de la figura 2 con un matraz de fondo redondo de 250 ml.

Ponga en el matraz 60 ml de acetona, 60 ml de agua y dos o tres trocitos de **porcelana porosa**. Sujete todas las uniones con clips metálicos o de plástico. La destilación se llevará acabo como en la sección A, con la única salvedad de que no se repetirá el proceso, es decir, se efectuará una sola vez. Anote los resultados en el cuadro del informe y saque sus propias conclusiones referentes a cuál de las dos destilaciones, sencilla o fraccionada, ha sido más eficaz.

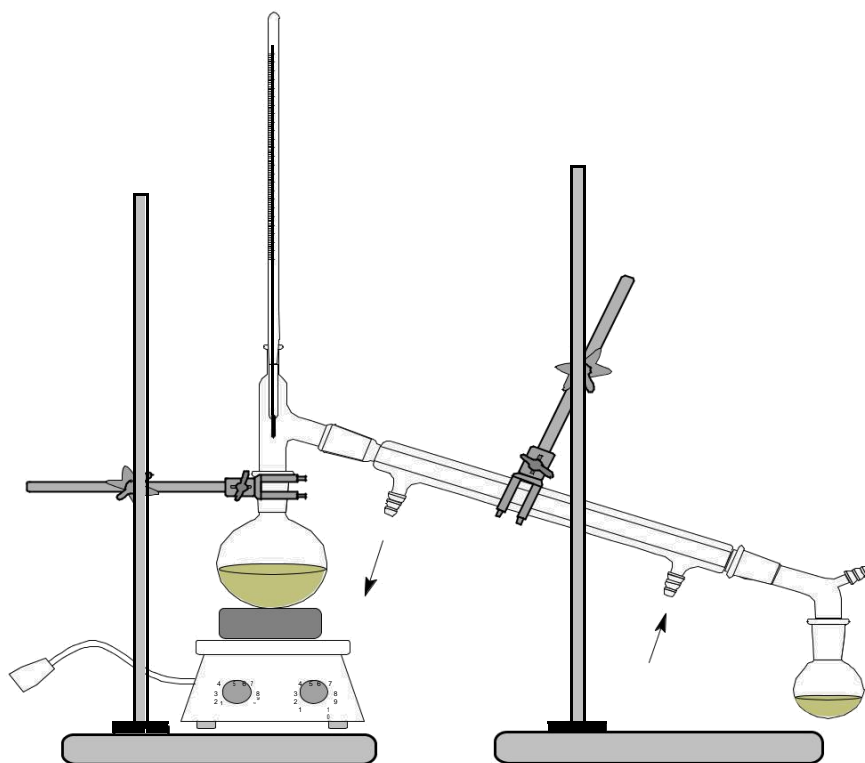


Fig 1-Destilación sencilla

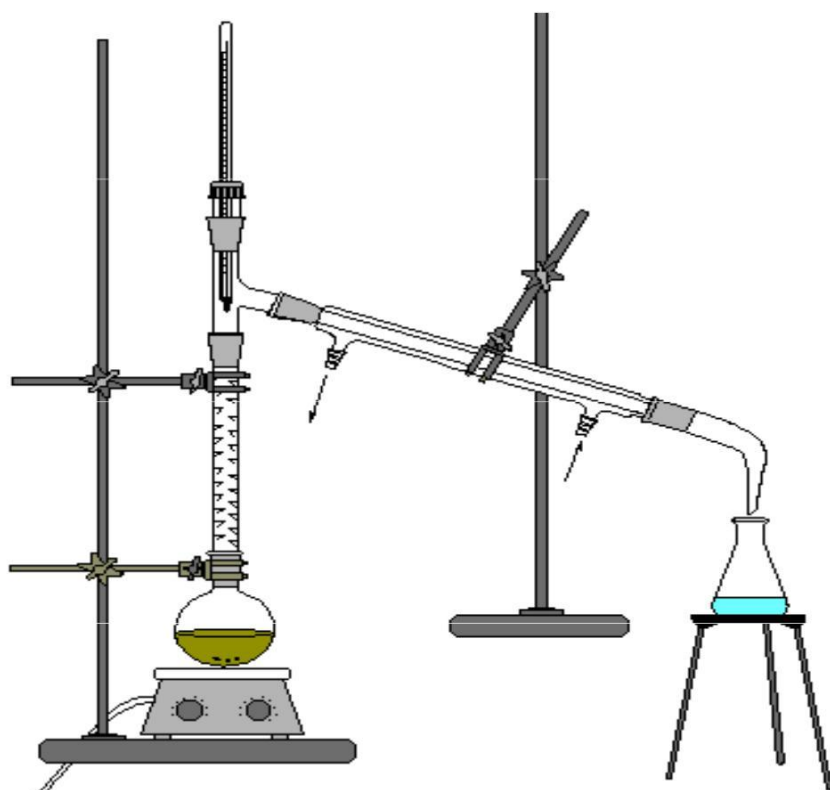


Fig 2-Destilación fraccionada

Práctica 3. EXTRACCIÓN

La extracción es la técnica más empleada para separar un producto orgánico de una mezcla de reacción o para aislarlo de sus fuentes naturales. Puede definirse como la separación de un componente de una mezcla por medio de un disolvente.

En la práctica es muy utilizada para separar compuestos orgánicos de las soluciones o suspensiones acuosas en las que se encuentran. El procedimiento consiste en agitarlas con un disolvente orgánico inmiscible con el agua y dejar separar ambas capas. Los distintos solutos presentes se distribuyen entre las fases acuosa y orgánica, de acuerdo con sus solubilidades relativas.

De este modo, las sales inorgánicas, prácticamente insolubles en los disolventes orgánicos más comunes, permanecerán en la fase acuosa, mientras que los compuestos orgánicos que no forman puentes de hidrógeno -hidrocarburos, derivados halogenados, etc-, insolubles en agua, se encontrarán en la orgánica. En general, los compuestos pertenecientes a los tipos citados se separan bien con una sola extracción.

Coefficiente de reparto. Ciertos compuestos orgánicos como por ejemplo alcoholes, aldehídos, cetonas, ácidos, ésteres, aminas, etc., capaces de asociarse con el agua a través de puentes de hidrógeno, son parcialmente solubles en este disolvente y en los disolventes orgánicos; en estos casos pueden ser necesarias varias extracciones sucesivas para eliminar la sustancia orgánica de la fase acuosa. Cuando se agita una solución acuosa (A) de una sustancia con un disolvente orgánico (O) en el que la sustancia es al menos soluble, el compuesto se disuelve parcialmente en cada disolvente. La relación de las concentraciones² en ambos (C_O y C_A) -proporcionales a las solubilidades respectivas, S_O y S_A -, cuando se alcanza el estado de equilibrio a una temperatura determinada, se llama coeficiente de distribución o de reparto, K_D ³.

$$K_D = \frac{C_O}{C_A} = \frac{S_O}{S_A}$$

Por ejemplo, a 15°, la solubilidad del ácido subérico [HOOC-(CH₂)₆-COOH] es 0,56 g por 100 ml de éter dietílico y 0,14 g por 100 ml de agua. Esto significa que cuando el ácido subérico se distribuye entre el éter y el agua a 15°, la concentración del mismo en la fase etérea es 0,56/0,14=4 veces mayor que en la fase acuosa, luego $K_D=4$. Si una

².-Expresada en peso gramos de soluto por unidad de volumen de disolvente.

³.- Si el soluto es completamente miscible con uno o ambos de los disolventes, es evidente que el coeficiente de reparto no se puede calcular a partir de los datos de solubilidad. Sin embargo, se puede determinar experimentalmente, al menos en solución diluida. En soluciones concentradas, las dos fases de ambos disolventes pueden llegar a mezclarse entre sí.

solución de 40,0 mg de ácido subérico en 50 ml de agua se extrae con 50 ml de éter, la cantidad (x) de ácido que pasa a la capa etérea puede calcularse del modo siguiente

$$\frac{\frac{x}{50ml}}{\frac{40mg - x}{50ml}} = 4$$

$$5x = 160mg$$

$$x = 32mg$$

En otras palabras, una sola extracción con 50 ml de éter sólo elimina 32 mg de ácido subérico, quedando 8 mg en la fase acuosa.

En realidad, el problema puede resolverse casi por simple inspección. Cuando se emplean volúmenes iguales de ambos disolventes, la expresión del coeficiente de reparto se reduce a

$$K_D = \frac{\text{peso de soluto en el líquido de extracción}}{\text{peso de soluto en el disolvente inicial}}$$

Aplicando el caso presente:

$$K_D = \frac{\text{peso de ácido subérico en éter}}{4 \text{ peso de ácido subérico en agua}}$$

De las cifras anteriores se deduce que el ácido subérico puede ser separado fácilmente de cualquier impureza insoluble en éter por extracciones sucesivas con éter de su solución acuosa. La aplicación de los datos y razonamientos anteriores permite comprobar que es más eficaz una doble extracción con dos porciones de éter de 25 ml cada una, que un solo tratamiento con 50 ml del mismo disolvente. En general, para un volumen determinado de líquido extractivo, la eficacia de la extracción aumenta con el número de las mismas. En la práctica, no obstante, deben tenerse en cuenta también el tiempo y el trabajo requeridos por las repetidas extracciones y los inconvenientes que presenta la manipulación de muy pequeñas cantidades de disolvente.

Como norma práctica puede indicarse que para solutos mucho más solubles en el disolvente extractivo que en el agua, debe utilizarse en cada extracción un volumen de aquél igual a la tercera parte del volumen de agua.

Otros disolventes orgánicos muy utilizados a este respecto son el benceno (C_6H_6), el tolueno ($C_6H_5-CH_3$), el éter de petróleo (mezcla de alcanos de baja magnitud molecular), el cloruro de metileno o diclorometano (CH_2Cl_2), el cloroformo ($CHCl_3$), el tetracloruro de carbono (CCl_4), el acetato de etilo ($CH_3-COOC_2H_5$) y el alcohol n- butílico ($CH_3CH_2CH_2CH_2OH$).

(La elección del disolvente se realiza en cada caso teniendo en cuenta la solubilidad en el mismo de la sustancia a extraer y la facilidad con que puede separarse ésta del disolvente.

El éter dietílico es el más utilizado por la gran solubilidad en el mismo de la mayor parte de los compuestos orgánicos y por su bajo punto de ebullición (35°), sin embargo, su gran volatilidad y su fácil inflamabilidad exigen manejarlo con las precauciones debidas.

Equipo y procedimiento. El aparato utilizado en las extracciones es el embudo de separación que se muestra en la figura. El tapón y la llave, que deben estar bien ajustados, si son de vidrio se lubrican con una grasa adecuada antes de cada uso.

Como indica la figura, el embudo de decantación debe manejarse con ambas manos; con una se sujeta el tapón, asegurándolo con el dedo índice, y con la otra se manipula la llave. Se invierte el embudo y se abre la llave para eliminar la presión de su interior; se agita con suavidad durante uno o dos segundos y se abre de nuevo la llave. Cuando deja de aumentar perceptiblemente la presión en el interior, se aseguran tapón y llave y se agita enérgicamente durante uno o dos minutos. Se pone de nuevo en contacto con la atmósfera a través de la llave, se vuelve a cerrar ésta y se apoya, ya en posición normal, en un aro metálico (sujeto a un soporte vertical) con unos trozos de tubo de goma que lo protegen de roturas (ver figura). Se destapa y se deja en reposo hasta que sea nítida la separación entre las dos capas de líquido. En la parte inferior debe tenerse siempre un vaso de precipitados de gran tamaño con objeto de poder recoger todo el líquido en caso de que el embudo se rompiera por accidente.

Después de separadas ambas fases, se saca la inferior por la llave y la superior por la boca; así se previenen posibles contaminaciones. El número de extracciones necesarias en cada caso particular depende del coeficiente de reparto y de los volúmenes relativos de agua y de disolvente. El curso de la extracción puede seguirse con facilidad evaporando una pequeña porción de cada uno de los extractos y viendo el residuo que dejan.

La posición relativa de las capas acuosa y orgánica depende de sus densidades. En caso de duda puede determinarse la identidad de cada una de ellas ensayando la solubilidad en agua de unas gotas de la misma⁴. Es una medida prudente, en especial cuando se trata de reacciones nuevas, conservar todos los extractos y líquidos residuales hasta comprobar que se obtiene el producto final con el rendimiento esperado; sólo entonces debe procederse a la limpieza.

EXPERIENCIA: Separación de una mezcla de benzoato sódico y yodo en agua.

1º.- Tomar en un tubo de ensayo graduado 15 ml de una disolución acuosa que contiene benzoato sódico y yodo y extraerla consecutivamente con tres porciones de **diclorometano** de 5 ml de cada una. Recoger cada una de las fracciones orgánicas (CH_2Cl_2) en un tubo de ensayo diferente y conservar en otro la disolución acuosa extraída.

2º.- Tomar otros 15 ml de la disolución acuosa de yodo y extraerla con 15 ml de **diclorometano**, de una sola vez.

Comparar el color de las disoluciones acuosas de ambas experiencias así como el de las fases orgánicas.

3º.- Trasvasar ambas fases acuosas a sendos erlenmeyers de 50 ml. Añadir ácido clorhídrico 0,1 N a cada uno de ellos hasta precipitación total del sólido formado. ¿Qué producto se ha obtenido? ¿Cuál de ellos está más limpio?

⁴.- Se puede saber fácilmente cuál es la capa acuosa, sin sacar del embudo ninguna de ambas capas, añadiendo a la mezcla de ambas unas gotas de agua y observando a qué capa se unen o, sencillamente, cuál aumenta de volumen.

Filtrarlo con el kitasato y el embudo büchner. Secarlo bien y determinar el punto de fusión de ambos sólidos y compararlo con el del producto recrystalizado (práctica 4: Cristalización).

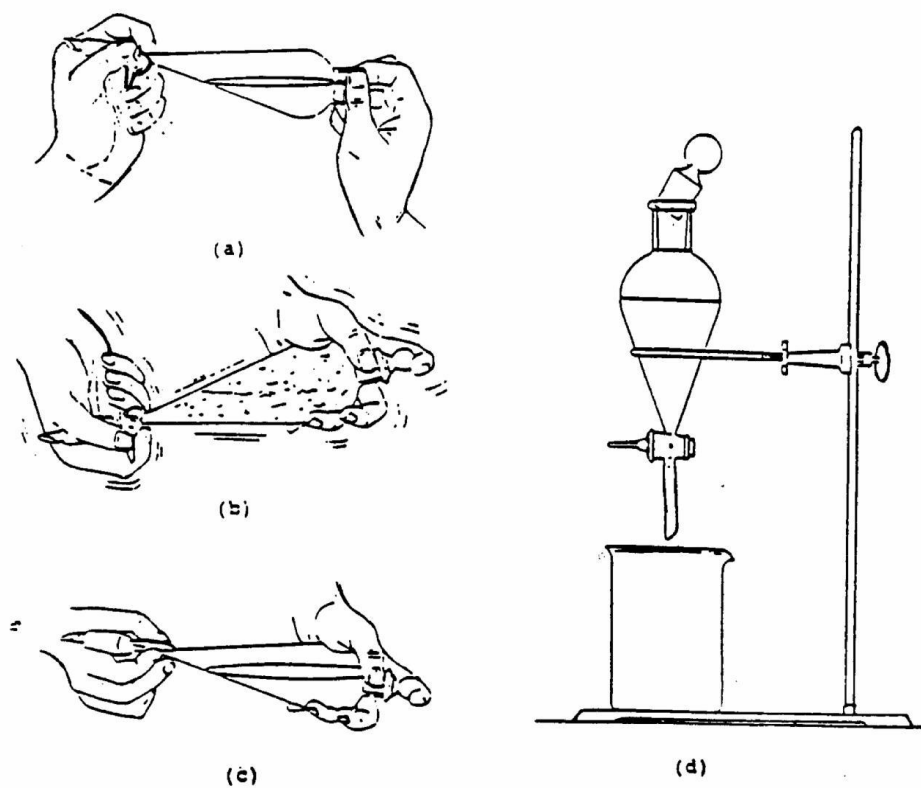


Figura 7. Extracción.

Práctica 4. CRISTALIZACIÓN

La cristalización es una de las técnicas más adecuadas para la purificación de sustancias sólidas. Se basa en el hecho de que la mayoría de los sólidos son más solubles en un disolvente en caliente que en frío. Esto es debido a que la solubilidad depende de la temperatura; así, al disolver un soluto en el disolvente caliente, la solubilidad es mayor que en frío y por tanto, la cantidad de sólido que admite la disolución es mayor; al enfriar disminuye y por ello, éste cristaliza.

El método consiste en disolver el sólido que se va a purificar en el disolvente a ebullición; luego la mezcla se filtra en caliente en un filtro de pliegues para eliminar todas las impurezas insolubles y se deja enfriar la solución para que se produzca la cristalización. Así las impurezas solubles se quedan en las aguas madres.

Finalmente se separan los cristales por filtración en un embudo Büchner y se dejan

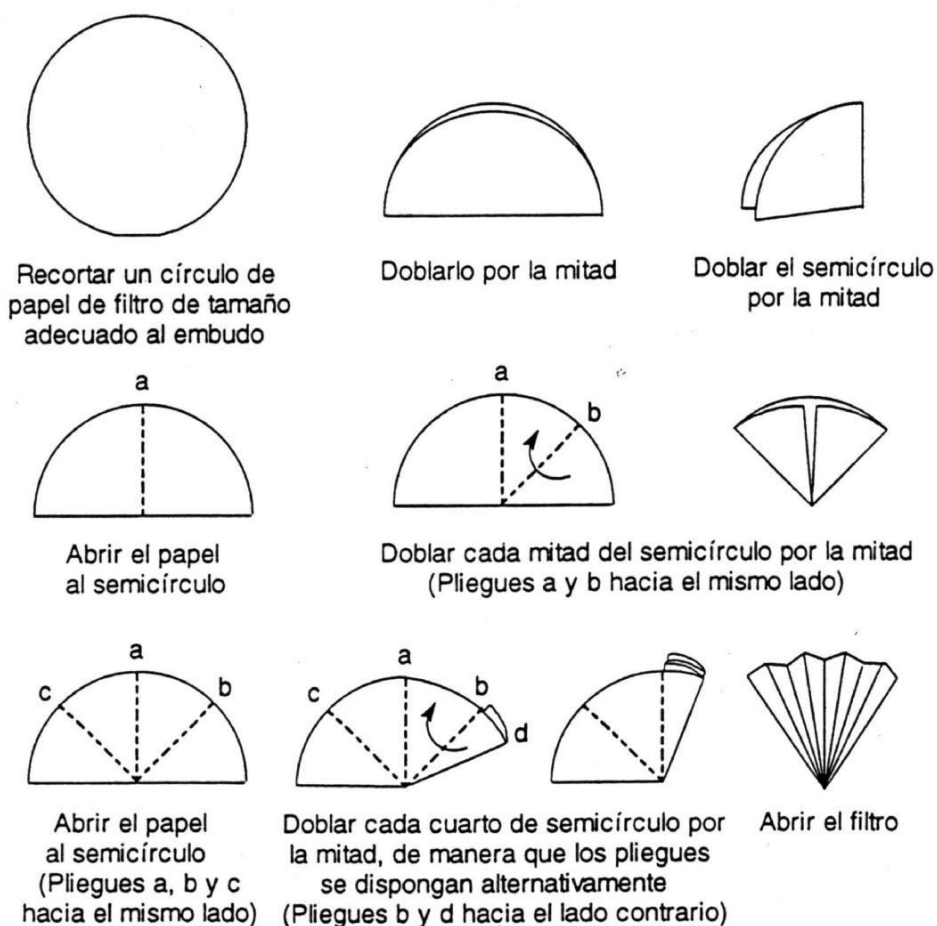
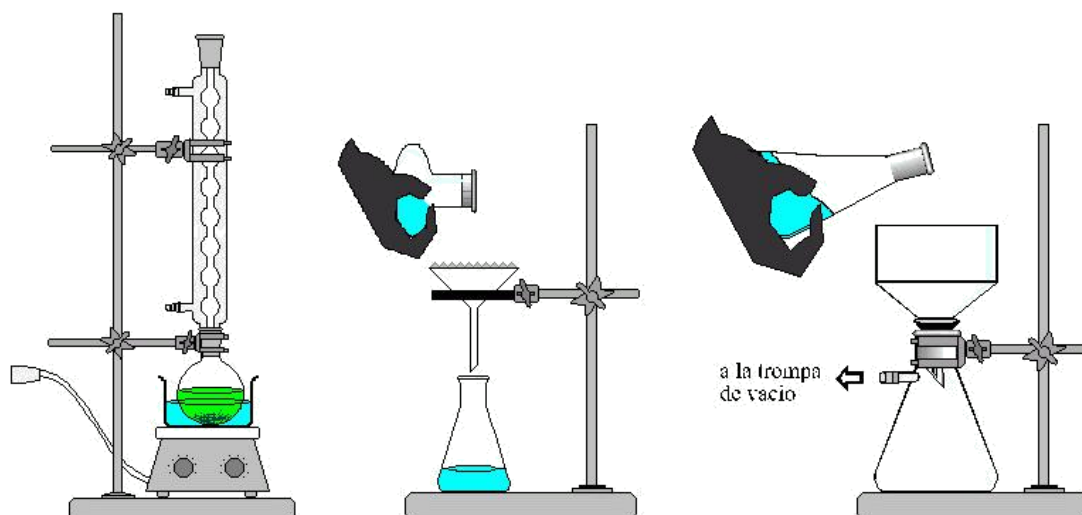


Figura 6. Preparación de un filtro de pliegues.

secar. Se repite el proceso hasta que la sustancia cristalizada sea completamente pura.



Mediante este procedimiento, vamos a extraer y a purificar el ácido benzoico contenido en una mezcla del mismo con arena, teniendo en cuenta que el agua es un disolvente adecuado para recrystallizar dicho ácido (se disuelve totalmente en agua a ebullición y es muy insoluble a temperatura ambiente en dicho disolvente) y que la arena es insoluble en agua a cualquier temperatura.

Experiencia

En un matraz de fondo redondo de 100 ml se ponen 2 g de ácido benzoico impurificado con arena y un trocito de plato poroso; se disuelve el ácido benzoico (de color blanco) en la mínima cantidad de agua a ebullición (recordar que la arena no se disuelve). La disolución caliente se filtra a otro erlenmeyer de capacidad similar a través de un embudo provisto de un filtro de pliegues que habremos calentado previamente pasando a su través agua a ebullición.

En el filtro nos quedará la impureza insoluble que tenía el ácido benzoico (la arena) y en el filtrado recogido en el erlenmeyer el ácido benzoico disuelto en agua. Al enfriarse la disolución se separará el ácido benzoico en forma de agujas blancas y en el líquido (aguas madres) quedarán las impurezas solubles. A continuación se filtran los cristales de ácido benzoico utilizando el embudo Büchner, provisto de un círculo de papel de filtro que tape todos los orificios pero que no suba por las paredes, conectado con un cono de goma a un quitasato cuya tubuladura lateral se une por medio de una goma a una trompa de vacío.

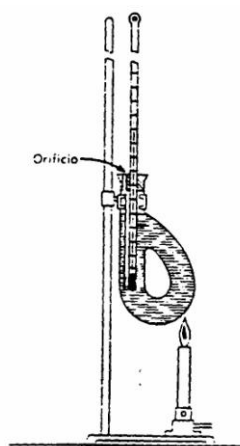
Los cristales se pasan a un trozo de papel de filtro limpio y seco y se elimina el agua presionando con más papel de filtro.

PUNTOS DE FUSIÓN

El punto de fusión de una sustancia se define como la temperatura a la que dicha sustancia pasa del estado sólido al líquido. Tanto su valor absoluto como el intervalo de fusión son datos sobre la pureza de la sustancia. (Se basa en una de las propiedades coligativas de las disoluciones: el descenso crioscópico. Consultar un libro de Química General al respecto).

DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE FUSIÓN

La determinación de puntos de fusión se lleva a cabo en un Thiele (figura adjunta) o en un aparato eléctrico de punto de fusión. Para determinar el punto de fusión de un sólido se introduce una pequeña muestra en un tubo capilar cerrado por un ex-tremo (el producto cuyo punto de fusión se va a determinar no debe de ocupar más de 0.5 cm. de longitud en el capilar). El capilar se introduce en un brazo del aparato, se une al bulbo del termómetro, se calienta lentamente la silicona y se observa la temperatura a la que la fusión comienza y se completa el intervalo de fusión y así habremos determinado el punto de fusión. Dicho intervalo para una muestra pura suele estar comprendido entre 1-2°C



Práctica 5. PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES Y COMPORTAMIENTO ÁCIDO-BASE

PREPARACIÓN DE DISOLUCIONES

En todo trabajo experimental es necesario con frecuencia preparar disoluciones de ácidos o bases más diluidos que los comerciales. Dicha operación exige el conocimiento y manejo de diferentes expresiones de concentración.

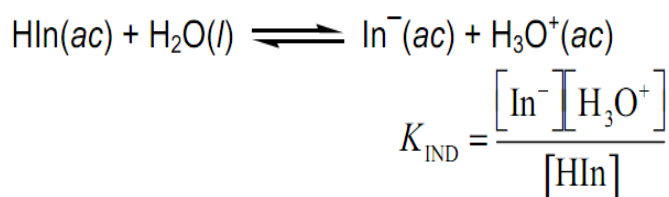
Experiencia

- a) Preparar 50 ml de una disolución 0,5 N de ácido acético a partir de ácido acético comercial. Con los datos de riqueza y densidad, dados por los Profesores de prácticas, se calcula el volumen de dicho ácido que es necesario utilizar. Se toma ese volumen de AcH comercial con una pipeta graduada y se lleva a un matraz aforado de 50 ml, se diluye con agua destilada hasta las proximidades del enrase y se enrasa exactamente con más agua destilada. Se tapa el matraz aforado y se agita para homogeneizar la disolución.

- b) Preparar 100 ml de una disolución 0,5 N de hidróxido sódico a partir de NaOH (sólido) comercial. Debido a que las disoluciones de sosa se carbonatan con facilidad, ésta se preparará inmediatamente antes de utilizarse. Una vez determinado el número de gramos de NaOH comercial que se precisan, se pesan utilizando un vidrio de reloj, y a continuación se llevan a un vaso de precipitados de 100 ml, se añaden unos 50 ml de agua destilada y se agita con una varilla de vidrio. Una vez producida la perfecta disolución del sólido se transvasa a un matraz aforado de 100 ml, se añaden consecutivamente dos porciones de 20 ml de agua destilada al vaso para recoger el NaOH que pudiera quedar en él, y se incorporan al matraz aforado. (Ya que el hidróxido sódico se presenta habitualmente en lentejas y no es posible pesar exactamente la cantidad necesaria, se debe recalcular la normalidad una vez sabido lo que realmente se ha pesado). Después, al igual que en el caso del AcH se enrasa cuidadosamente, se tapa el matraz aforado y se agita para homogeneizar la disolución.

INDICADORES

Un indicador ácido-base es una sustancia que sufre un cambio perceptible de color dentro de un pequeño intervalo de pH. En general es un ácido (o una base) débil que en su forma asociada, que representamos genéricamente por HIn, presenta colores diferentes que en su forma disociada (In^-). El color de la disolución que contiene al indicador dependerá de la concentración relativa entre las formas disociada y sin disociar, que a su vez depende del pH:



$$\text{pH} = \text{p}K_{\text{IND}} + \log \frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]}$$

donde K_{IND} es la constante ácida del indicador. Nuestro ojo apreciará el color de una de las formas a los valores de pH en que su concentración sea suficientemente grande. Pongamos, por ejemplo, que para que predomine el color de la forma HIn sea necesario que tenga una concentración 10 veces superior a la de la forma In^- (el valor real depende de cada caso):

	Color HIn	Viraje	Color In^-
La disolución presenta	el color de HIn	un color intermedio que se modifica gradualmente	el color de In^-
cuando la concentración relativa es	$\frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]} < 0,1$	$0,1 < \frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]} < 10$	$\frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]} > 10$
y, por tanto, el pH es	menor de $\text{p}K_{\text{IND}} - 1$	está entre $\text{p}K_{\text{IND}} - 1 \dots \text{p}K_{\text{IND}} + 1$	mayor de $\text{p}K_{\text{IND}} + 1$

El cambio neto de color del indicador se denomina viraje, y el intervalo de pH en el que se produce el cambio de color es el intervalo de viraje. Para el ejemplo supuesto, el intervalo de viraje sería $\text{pH} = \text{p}K_{\text{IND}} \pm 1$. Buscar en la bibliografía el intervalo de viraje de los indicadores que se van a utilizar.

Experiencia

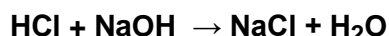
Póngase agua en 8 tubos de ensayo hasta la mitad de la altura del tubo, añádase a cuatro de ellos 2 gotas de fenolftaleína y a los otros cuatro 2 gotas de anaranjado de metilo. Obsérvese el color. Añádase unas gotas de HCl 0,1 N a uno de los tubos con fenolftaleína y también a uno de los tubos con anaranjado de metilo. A otros dos tubos (uno de fenolftaleína y otro con anaranjado de metilo) añádase unas gotas de NaOH 0,5 N y lo mismo con el Ach 0,5N preparado. Obsérvese y anótese el color de cada indicador en medio básico, ácido y neutro (tubos sólo con agua).

Determinar el pH de cada una de las disoluciones que contienen los ácidos y de la que contiene NaOH, utilizando papel indicador. Para ello, se toma con una varilla de vidrio (o una espátula) una gota de disolución de cada uno y se coloca sobre un trozo de papel pH.

REACCIONES DE NEUTRALIZACIÓN

Si se agrega a una disolución acuosa de un ácido la cantidad equivalente de disolución de una base, o inversamente, se forma la disolución de sal correspondiente al ácido y base empleados.

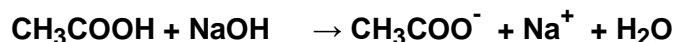
Cuando se utilizan ácidos fuertes y bases fuertes, la disolución de la sal obtenida tiene carácter neutro y por ello dichas reacciones se llaman de neutralización. Por ejemplo, podría determinarse la concentración de una disolución de ácido clorhídrico midiendo el volumen de una disolución valorada (previamente con un patrón primario como el ftalato sódico) de NaOH necesario para que se efectúe la neutralización si-guiente:



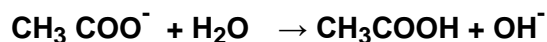
Se llama punto de equivalencia de una valoración al punto en el cual se han mezclado cantidades equivalentes de disolución de reactivo y de la sustancia a valorar.

El punto final de una valoración es el punto en el cual el indicador sufre un cambio perceptible por nuestros sentidos. Lo ideal es que coincidan el punto final y el punto de equivalencia. La diferencia que existe entre los dos, corresponde al llamado error de valoración.

Sin embargo, si valoramos un ácido débil, como el ácido acético, con una base fuerte, (como el NaOH) el pH varía de un modo distinto al caso anterior.



Antes de llegar al punto de equivalencia coexistirán en la disolución moléculas sin disociar de ácido acético e iones acetato, por lo que la disolución se comportará como una disolución amortiguadora o tampón. En el punto de equivalencia, la disolución tendrá sólo acetato sódico, sal cuyo anión es una base más fuerte que el agua y que por tanto da lugar a una reacción de hidrólisis produciendo pH básico:



Por ello, para detectar el punto final de esta valoración hay que elegir un indicador que cambie de color a pH alto, como la fenolftaleína.

Las características generales que debe reunir una reacción volumétrica satisfactoria son:

- 1) La reacción entre la disolución del reactivo y la sustancia a valorar debe ser cuantitativa.
- 2) La reacción debe transcurrir de manera rápida.
- 3) La reacción debe ser estequiométrica.
- 4) Debe existir un procedimiento fácil para poner de relieve el punto de equivalencia.

En una reacción de neutralización, en el punto de equivalencia se debe cumplir que: el número de equivalentes del ácido debe ser igual al número de equivalentes de la base; y puesto que:

$$\text{Normalidad} = \text{n}^\circ \text{ de equivalentes} / V \text{ (litros de disolución)}$$

En el punto final de una valoración donde se han mezclado un volumen V_S de disolución valorada (normalidad = N_S) con un volumen V_P de disolución problema con normalidad desconocida N_P se podrá establecer la igualdad:

$$V_S \cdot N_S = V_P \cdot N_P$$

donde V_S , V_P y N_S son datos conocidos, por lo que se puede calcular fácilmente N_P , o sea, la normalidad de la disolución problema.

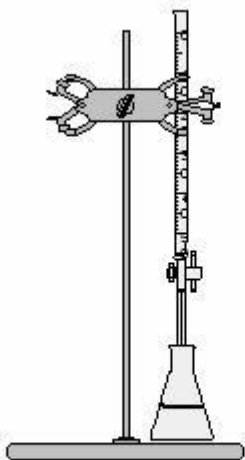
Valoración de una disolución de ácido acético con hidróxido sódico 0,5 N

Experiencia

Se toman 20 ml de la disolución de ácido acético 0,5 N, se llevan a un erlenmeyer, se lavan las paredes de éste con agua destilada, se diluyen hasta un volumen aproximado de 100 ml y se añaden tres o cuatro gotas de fenolftaleína. Se llena la bureta con la disolución de NaOH 0,5N enrasándola cuidadosamente y se comienza la valoración añadiendo lentamente desde la bureta el Hidróxido sódico (mantener rigurosamente la misma velocidad de caída de la disolución para reducir al mínimo los errores) y agitando cuidadosamente el erlenmeyer. En las proximidades del punto de equivalencia se observará una mayor persistencia del color rosa del indicador. Se tomará como punto final de la valoración el viraje a tinte rosa.

Durante la realización de la valoración es necesario agitar e ir lavando las paredes del erlenmeyer para evitar pérdidas de la disolución valorada. Resulta muy conveniente poner un papel blanco debajo del erlenmeyer para observar mejor el viraje (cambio de color) del indicador.

Se verificará la lectura de la bureta y se harán los cálculos correspondientes para hallar la normalidad de la disolución de AcH. (El AcH se ha preparado aprox. 0,5N, pero hay que calcular exactamente su normalidad por medio de esta valoración, partiendo del dato de la normalidad exacta recalculada de la sosa (NaOH) que ha preparado cada uno)



Debe repetirse la valoración y los resultados deben ser concordantes, tomando el valor medio de los observados.

Determinación del grado de acidez de un vinagre comercial mediante una valoración ácido-base con indicador

El vinagre es un producto natural que se obtiene por fermentación del vino debido a la acción de unas bacterias conocidas como *Acetobacter aceti*. Estos microorganismos oxidan el etanol del vino hasta convertirlo en ácido acético. De esta

oxidación sacan energía para su metabolismo, del mismo modo que nosotros oxidamos la glucosa hasta CO_2 y H_2O .

El vinagre presenta, entre otras, estas características: a) una acidez total expresada en “**grados**” (tanto por ciento de ac. acético en peso, o bien gramos de ac. acético por 100 mL de vinagre, ya que se puede considerar su densidad como 1 g/mL) y b) una determinada cantidad de alcohol etílico. La legislación española establece que un vinagre debe tener en torno a los 5°-6° de acidez y una cantidad de alcohol no superior al 1,5 % en volumen.

En esta experiencia vamos determinar la normalidad del ácido acético contenido en un vinagre por valoración ácido-base, y a partir de ese dato calcularemos el grado de acidez.

Experiencia

Se toman 20 ml de vinagre comercial, se llevan a un erlenmeyer y se procede exactamente igual que en el caso anterior para determinar la normalidad del ácido acético contenido en él. Para repetir la valoración conviene rellenar y enrasar la bureta de nuevo.

A partir del dato obtenido se calcula el tanto por ciento en peso, lo que nos dará el grado de acidez del vinagre.

HIDRÓLISIS

Conocido el color de los indicadores anteriores en medio ácido, neutro y básico, se trata de utilizarlos para conocer el pH aproximado que presentan en disolución algunas sales y de ahí comprobar experimentalmente su carácter ácido, básico o neutro que previamente se habrá deducido teóricamente.

Experiencia

Póngase en dos tubos de ensayo una pequeña cantidad de Na_2CO_3 . En otros dos tubos igual cantidad en peso de NaHCO_3 y en un tercer par de tubos una cantidad análoga de NH_4Cl . Añádase a cada tubo una cantidad de agua igual y agítese hasta la total disolución de los productos. (Cuidado de no confundir los tubos). A cada uno de los tubos de cada par se le añade una gota de fenolftaleína y al otro una gota de naranja de metilo. Observar el color de cada tubo y escribir las reacciones de hidrólisis que tendrán lugar.

EFFECTO DEL IÓN COMÚN

El NH_4OH es una base débil cuyo equilibrio de disociación:



se verá afectado al variar la concentración de uno de los iones implicados en él.

En esta experiencia se apreciará el distinto desplazamiento del equilibrio por la distinta concentración de una de las especies OH^- que condiciona la concentración de H^+ en la disolución, lo que en definitiva apreciamos al medir el pH.

Experiencia

- a) Añádase una gota de NH_4OH 2N a un tubo de ensayo que contiene 5 ml de agua. Agréguese una gota de fenolftaleína y obsérvese el color, añádase 1 ml de disolución de NH_4Cl 2N y obsérvese el resultado.

- b) Añádase una gota de NH_4OH 2N a un tubo de ensayo que contiene 5 ml de agua. Leer el valor del pH tomando con una varilla de vidrio (o con la espátula) una gota de la disolución y depositándola sobre un trozo de papel indicador. Añadir a la disolución 1 ml de NH_4Cl 2N y determinar de nuevo el pH por el mismo procedimiento.

Práctica 6. DISOLUCIONES AMORTIGUADORAS

Una disolución amortiguadora o tampón es aquella cuyo pH no varía apreciablemente cuando se le añaden pequeñas cantidades de ácido o de base.

Experiencia

- 1) Preparar 100 ml de una disolución de ácido acético 0,5 M a partir de ácido acético concentrado comercial.
- 2) Calcular su pH y comprobarlo experimentalmente con ayuda de un pHmetro.
- 3) A partir de ella preparar 50 ml de disolución 0,2 M, y partiendo de ésta otros 50 ml de disolución 0,1 M, todas ellas de ácido acético.
- 4) Calcular sus valores de pH y determinarlos o medirlos experimentalmente.
- 5) Preparar 50 ml de una disolución tampón 0,5 M de Ácido Acético/Acetato Sódico (esto significa que $[AcH]+[Ac^-] = 0,5 M$) de $pH = 4,7$ utilizando la disolución del apartado 1, y comprobar su pH.
- 6) Comprobar su capacidad amortiguadora por adición de porciones de 0,5 ml de ácido clorhídrico 0,1 M midiendo el pH después de cada adición.

Práctica 7.- PREPARACIÓN DE LA ASPIRINA

Desarrollo histórico

El 10 de octubre de 1.897 un joven químico llamado Félix Hoffman efectuó una anotación en su diario de laboratorio acerca del ácido acetilsalicílico que había preparado de forma químicamente pura y estable por primera vez. El desarrollo de una preparación mejor tolerada que los ácidos salicílicos habitualmente usados en aquel tiempo no figuraba en el programa de investigación de la dirección la Farbenfabriken vorm. Friedrich Bayer & Co de Elberfeld.

Sin embargo, el padre de Félix Hoffman sufría terribles dolores y necesitaba desesperadamente un preparado que estuviese libre de las desventajas de los salicilatos que le habían sido prescritos, especialmente, la mala tolerancia gástrica y el sabor nauseabundo. Por ello, Hoffman realizó una investigación sistemática hasta encontrar un compuesto útil, y finalmente encontró la solución en la acetilación del ácido salicílico. Junto con el Prof Heinrich Dreser, Jefe del Laboratorio Farmacológico de Bayer, llevó a cabo las pruebas diseñadas para determinar la eficacia y tolerancia del ácido salicílico comparadas con las de los productos usados hasta entonces para combatir el dolor reumático. En 1.899, Heinrich Dreser publicaba los excelentes efectos analgésicos y antipiréticos del ácido acetilsalicílico y su tolerancia apreciablemente mejor en comparación con las salicilatos de uso corriente en aquella época.

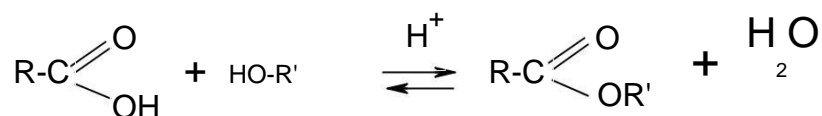
El 6 de marzo de 1.899 el nombre ASPIRIN (en la antigua literatura alemana se nombraba al ácido salicílico *spirsäure* porque el salicialdehído se encuentra en el aceite volátil de las flores y hojas de varias especies de la planta *Spiraea*) fue confirmado como marca registrada en la Oficina Imperial de Patentes de Berlín. El nuevo fármaco se vendía inicialmente en forma de polvo, pero en 1.900, justo un año después de su lanzamiento al mercado, Farnefabriken vorm. Friedrich Bayer & Co consiguió preparar el ácido acetilsalicílico en forma de comprimido de 500 mg (una completa novedad en aquel tiempo), fáciles de tomar y que se desintegraban completamente en agua. Este fue, por tanto, el primer fármaco importante que apareció en el mercado en forma de comprimidos.

Procedimiento Químico

Como es bien conocido, la esterificación de Fischer es uno de los procesos más importantes en Química Orgánica.

Cuando se calienta una mezcla formada por un alcohol y un ácido carboxílico en presencia de un catalizador ácido, como ácido *orto*-fosfórico, ácido sulfúrico, etc, se produce una reacción de equilibrio en la que el grupo hidroxilo del grupo carboxílico se pierde con el hidrógeno del grupo OH del alcohol, en forma de una molécula de agua, y se obtiene el éster correspondiente.

La ecuación del proceso se puede escribir:



Puesto que es una reacción de equilibrio, se le pueden aplicar los principios de desplazamiento de éste, como p.e. añadir exceso de un reactivo o eliminar el agua a medida que se va formando, de forma que se favorezca la formación del éster.

Sin embargo, otra manera de llevar a cabo la esterificación con el fin de hacerla más eficaz, es substituir el ácido carboxílico por uno de sus derivados más reactivos, como son el haluro de acilo o el anhídrido correspondiente.

Este es el procedimiento que se utiliza en esta preparación del **ácido acetilsalicílico**, en la que la reacción de esterificación tiene lugar entre el anhídrido acético y el ácido salicílico (ac. *Orto*- hidroxibenzoico) que actúa como alcohol a través de su grupo OH en posición *orto* respecto al grupo ácido.

Experiencia

En un matraz de fondo redondo de 100 ml acoplado a un refrigerante de reflujo, todo ello bien seco, se introducen 2 g de ácido salicílico, 5 ml de anhídrido acético y se añaden 5 gotas de ácido *orto*-fosfórico del 85% y un trocito de plato poroso. El medio de reacción se mantiene a 70°C durante unos diez minutos, introduciendo para ello el matraz en un baño de agua y calentando. Una vez pasado los diez minutos se añaden unos 2 ml de agua para eliminar todo el anhídrido acético que pudiese haber quedado sin reaccionar, exceso que habrá quedado eliminado cuando se deje de observar desprendimiento de vapores de ácido acético.

Una vez retirado el matraz del baño se añaden unos 20 ml de agua, se vierte todo en un erlenmeyer y se deja enfriar. Si no aparecen cristales espontáneamente, se frota el interior de éste con una varilla enfriando el exterior con un baño de hielo.

El producto obtenido se recoge filtrando el contenido del erlenmeyer haciendo uso de un embudo Büchner y un kitasato; se lavan los cristales retenidos en el filtro con 5 ml de agua helada y se secan con papel de filtro. Se pesa el producto obtenido, se calcula el rendimiento del proceso y se determina el punto de fusión.

Práctica 8. COMPORTAMIENTO DE GRUPOS FUNCIONALES.

Como es sabido, la presencia de un grupo funcional en una molécula orgánica proporciona un comportamiento que se debe a la naturaleza y características de los enlaces presentes en el grupo funcional. Por tanto, el análisis funcional no permite establecer la composición de la molécula orgánica, pero garantiza la presencia o ausencia de los diversos grupos funcionales en moléculas orgánicas.

Se pretende en esta práctica dar una orientación del comportamiento de algunos de los grupos funcionales más comunes.

Todos los ensayos que se describen a continuación, se realizarán en tubos de ensayo que deben estar perfectamente limpios y además secos para el ensayo a de los alcoholes.

Ensayo de acidez.

En general, la acidez se determina midiendo el pH de una disolución acuosa, pero debido a que la acidez de los compuestos orgánicos es débil, un ensayo más seguro consiste en disolver en agua una pequeña cantidad de la sustancia problema y añadirle una disolución saturada de NaHCO_3 ó KHCO_3 , observando si hay desprendimiento de CO_2 . En caso positivo el compuesto es ácido.

Este ensayo se realizará con dos ácidos: ácido acético y ácido benzoico (ya que éste es poco soluble en agua fría, es conveniente templar un poco el tubo de ensayo para contribuir a su disolución antes de echar el bicarbonato sódico)

Ensayo de fenoles.

Este ensayo se realizará con el fenol (compuesto sólido de bajo punto de fusión) o con β -naftol.

Se va a realizar un ensayo de coloración con FeCl_3 acuoso. Para ello, en un tubo de ensayo se pone una cantidad muy pequeña del problema líquido o de una disolución de un problema sólido (5 mg) en dos gotas de etanol. A continuación, se añade 1 ml de una disolución diluida de FeCl_3 . Agitar la mezcla. La mayor parte de los fenoles dan disoluciones vivamente coloreadas (azul, verde, violeta, etc.). Si el color es amarillo débil, el mismo que el del cloruro férrico, la reacción se considera negativa.

Ensayo de aldehidos y cetonas.

Este ensayo y el siguiente se realizarán utilizando como aldehído el benzaldehído y como cetona la acetofenona.

La experiencia se lleva a cabo con el REACTIVO DE BRADY (disolución alcohólica de sulfato de 2,4-dinitrofenilhidrazina). En un tubo de ensayo se toman unas gotas de problema o unos miligramos si éste fuese sólido, disuelto en la mínima cantidad de alcohol. A continuación se agregan 3 ml de reactivo. Si no se produjese reacción inmediatamente, se hierve durante dos o tres minutos, se deja enfriar y se rasca el tubo hasta conseguir la precipitación del producto. Caso de no conseguirse un precipitado de fenilhidrazona dinitrada, se deja el tubo en reposo durante 30 minutos.

La mayoría de los aldehídos y muchas cetonas, dan precipitados naranjas o rojos al cabo de 10 minutos a temperatura ambiente. Aldehídos menos reactivos y la mayoría de las cetonas reaccionan tras calentamiento; con frecuencia el derivado permanece disuelto, pero suele cristalizar tras el enfriamiento.

Ensayo de diferenciación de aldehídos y cetonas.

Se va a realizar un ensayo con el REACTIVO TOLLENS. Este ensayo está basado en el carácter reductor de los aldehídos. El reactivo TOLLENS es una disolución amo-

niacal de AgOH, que se prepara en el momento de su utilización. Para ello se mezclan 2 ml de AgNO₃ acuoso al 5% con una gota de sosa y se añade amoníaco al 10% hasta que se disuelva el precipitado pardo oscuro de hidróxido de plata inicialmente formado (no agregar exceso de amoníaco). A continuación se añaden 5 mg de problema sólido o la menor cantidad posible de problema líquido y se agita. Si no hay reacción se calienta en un baño de agua a 50°-60° C sin que llegue a hervir. Si hay aldehído aparecerá un espejo de plata en el fondo del tubo de ensayo. Las cetonas no dan reacción, excepto algunas que tienen carácter reductor. Exceso de calentamiento, de amoníaco o de problema o suciedad en el tubo de ensayo, originan malos resultados.

Terminado el ensayo, arrastrar la mezcla reaccionante con agua, ya que con el tiempo o al secarse, se pueden formar productos explosivos. El espejo de plata puede eliminarse con nítrico caliente.

Ensayo de alcoholes.

En general los ensayos de alcoholes están basados en la reactividad del hidrógeno hidroxílico del alcohol. Es importante anotar que tanto si el problema es líquido como si es sólido, ha de estar bien seco para que no interfiera el agua.

Se van a realizar dos ensayos para el reconocimiento de alcoholes: ensayo del cloruro de acetilo y ensayo del REACTIVO LUCAS. Los dos alcoholes sobre los que se realizarán las pruebas son: etanol y alcohol tercbutílico (2-metil-2-propanol).

a) Ensayo del cloruro de acetilo.

Este ensayo es particularmente útil para confirmar alcoholes alifáticos inferiores.

En un tubo de ensayo se ponen tres gotas de cloruro de acetilo bien seco; cuando se hayan disipado los humos resultantes de su reacción con humedad atmosférica se añaden una a una, tres gotas de alcohol.

Una indicación positiva viene dada por:

- 1) Reacción vigorosa, la mezcla hierve espontáneamente.
- 2) Calor de reacción, la mezcla se templata o se calienta (se toca el fondo del tubo con el dorso de la mano).
- 3) Desprendimiento de HCl gaseoso, que se detecta manteniendo cerca de la boca del tubo, una varilla humedecida con amoníaco concentrado, con lo que resultarán densos humos blancos de cloruro amónico. (Téngase en cuenta que el cloruro de acetilo, que es volátil, da también humos blancos por lo que hay que comparar con un ensayo en blanco).

b) Ensayo del reactivo Lucas.

Este reactivo consiste en una disolución de ZnCl₂ en HCl concentrado, por lo que este ensayo sólo puede aplicarse a los alcoholes solubles en el reactivo (los seis primeros términos de la serie homóloga) y a los polialcoholes.

En un tubo de ensayo se pone 1 ml de problema y a continuación se añaden 10 ml de reactivo de Lucas, se agita el tubo y luego se deja en reposo observándose el tiempo que tarda en formarse el derivado halogenado que se espera, bajo forma de emulsión o de capa aceitosa. Este ensayo lo dan muy bien los alcoholes terciarios, por lo que puede observarse en muchos casos la formación del derivado halogenado simultáneamente con la adición de la sustancia. Los alcoholes secundarios tardan unos 5 minutos; los primeros reaccionan peor.