

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON
FACULTAD DE CIENCIAS BIOLÓGICAS



Manual de Prácticas

De Química Orgánica General

Por: Q.B.P. Hilda Sonia Olivares

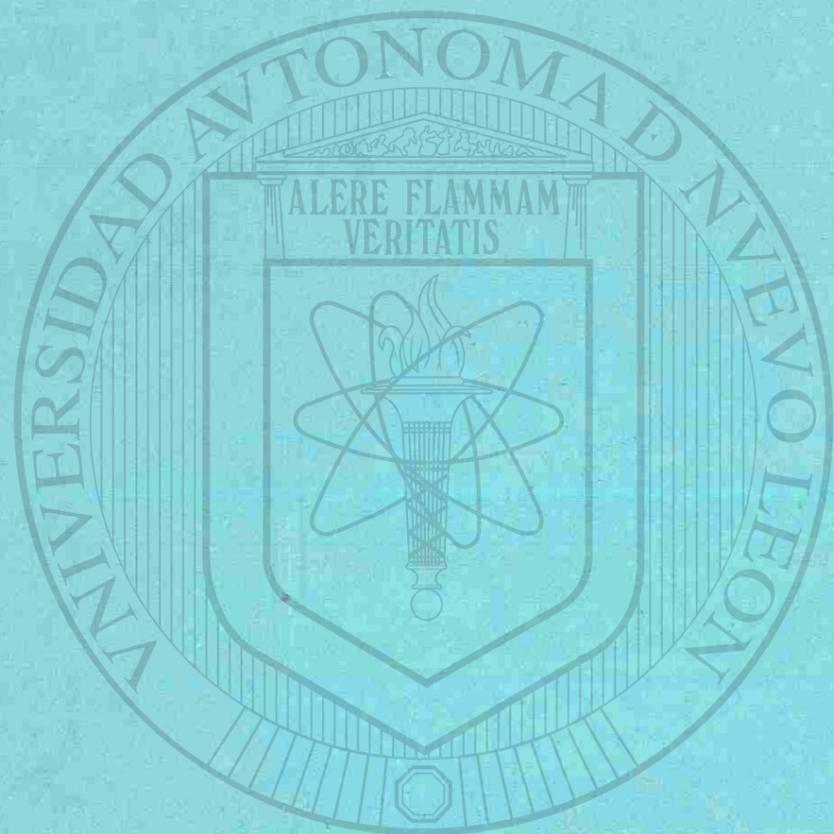
San Nicolás de los Garza, N.L.



M. J. O'NEILL



1020111504



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

QD257

.7

M3

0131-57460

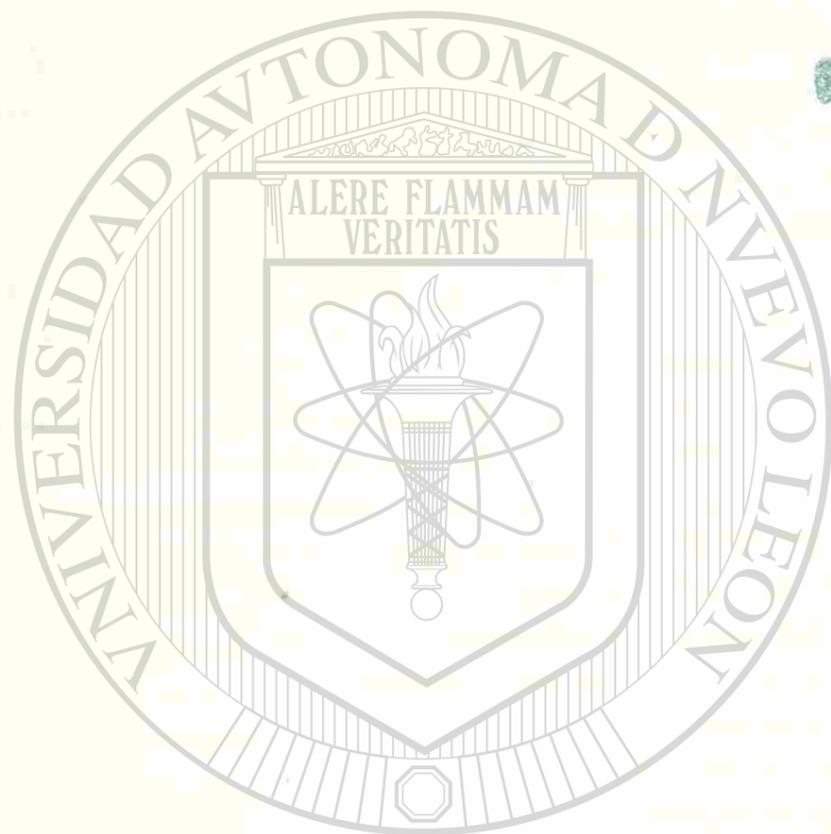
INDICE

PAG.

- Introducción.....	1
- Reglas del Laboratorio.....	2
- Determinación de Puntos de Fusión.....	4
- Determinación de Puntos de Ebullición.....	7
- Cristalización.....	10
- Sublimación.....	14
- Destilación Simple.....	16
- Destilación Fraccionada.....	19
- Obtención y Propiedades Físicas y Químicas de Alcanos.....	22
- Obtención y Propiedades Físicas y Químicas de Alquenos.....	27
- Propiedades Químicas de los Aromáticos y Alicíclicos.....	31
- Destilación por Arrastre de Vapor de Agua.....	36
- Extracción de la cafeína del café.....	39
- Propiedades Químicas de los Alcoholes.....	43
- Propiedades Químicas de Aldehídos y Cetonas.....	47
- Cromatografía en papel.....	51
- Cromatografía en Capa Fina.....	55
- Cromatografía en Columna.....	61
- Apéndice.....	64
- Bibliografía.....	69



IMPRESA EN MEXICO



FONDO UNIVERSITARIO

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

INTRODUCCION.-

Este manual es el resultado de nuestro deseo de proveer a nuestros estudiantes con un grupo de experimentos del laboratorio que presentan las técnicas básicas de Química Orgánica. Las prácticas están diseñadas para involucrar a cada estudiante en un proceso de aprendizaje activo.

Las prácticas recopiladas en este manual incluyen métodos para determinar la pureza de los compuestos orgánicos (punto de fusión, punto de ebullición, cristalización, destilación, etc.) y otras donde se comprueban las propiedades físicas y químicas de grupos vistos en teoría (alcanos, alquenos, aromáticos, alcoholes, etc.). Algunas prácticas se han enfocado a problemas o muestras de tipo biológico, con la idea de que el Biólogo relacione los diferentes métodos químicos con su área de trabajo.

Dentro de los objetivos de este manual de prácticas se desea que alumno adquiera e incremente su pericia manual, criterio y confianza para seleccionar y montar métodos adecuados de purificación e identificación en el laboratorio y en otras áreas de su formación.

El estudio de la Química Orgánica, es una experiencia fundamental en el entendimiento de muchas reacciones físicas y biológicas.

Deseamos que al relacionar el estado teórico con la práctica, el aprendizaje del alumno en esta área quede plenamente reforzado.

La recopilación de las prácticas de este manual, fué realizada por - -
Q.B.P. HILDA SONIA OLIVARES M.

Esperamos que el estudiante se de cuenta que tiene por delante un mundo por estudiar y comprender, además de buscar soluciones a preguntas y problemas ya creados en la presente generación.

Jefe del Lab. de Química Orgánica
Q.F.B. AZUCENA ORANDAY

Jefe del Depto. de Bioquímica
Q.B.P. JUAN ANTONIO RODRIGUEZ A.

REGLAS DE LABORATORIO:

- 1.- Uso indispensable de la bata.
- 2.- Estrictamente prohibido fumar e ingerir alimentos dentro del laboratorio. Nunca se deben de probar las sustancias. Si algún reactivo es accidentalmente ingerido, llamar al instructor.
- 3.- Nunca debe de trabajar en el laboratorio una sola persona
- 4.- Es fundamental ser limpio en el trabajo, si se derrama un líquido sobre la mesa o el piso, se deberá limpiar inmediatamente.
- 5.- Los reactivos que desprenden gases tóxicos o molestos, deben de abrirse en la campana de humos.
- 6.- Los grifos de agua y las espitas de gas se deben de tener siempre cerrados, excepto cuando se están usando.
- 7.- Los residuos insolubles, como papeles de filtros usados, trozos de varilla de vidrio, cerillos apagados, etc, se deben de echar en las papeleras o cubos de la basura, pero nunca en las piletas ni desagües.
- 8.- No deben sentarse sobre la mesa de trabajo.

PRECAUCIONES QUE DEBEN TENER EN EL LABORATORIO:

- 1.- Contra cortaduras de vidrio. Cuando se introduce un tubo de vidrio o un termómetro en el orificio de un tapón.
 - a) El agujero de tapón debe de ser el adecuado.
 - b) La varilla debe lubricarse con vaselina o glicerina
 - c) Las manos se deben de proteger con un pañuelo
 - d) La varilla se introduce con un movimiento de giro lento y aplicando una presión leve.
- 2.- Contra incendios. Cuando se trabaja con disolventes de laboratorio que que son inflamables.
 - a) Cuando se inflama un líquido se debe de cubrir el recipiente con un vidrio de reloj, una tela de asbesto etc.
 - b) Nunca usar agua, pues extendería el fuego.
 - c) Cerrar las llaves de gas, para evitar la propagación del fuego
 - d) Conservar la serenidad.

- 3.- Contra ácidos y bases. Los ácidos y las bases puede causar graves - daños en la piel, ojos, boca, la ingestión puede ser fatal.
 - a) Nunca se deben pipetear los ácidos, álcalis o compuestos tóxicos con la boca. Los ácidos mas peligrosos son el flour hídrico, sulfúrico, nítrico y crómico. En contacto con los ojos, pueden causar ceguera permanente, lo cual se deben manejar con cuidado.
 - b) Nunca agregue agua a el ácido que va diluír, ya que así libera mucho calor, el cual puede formarse vapor con violencia explosiva.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



PROPIEDADES FISICAS DE LOS COMPUESTOS
QUIMICOS ORGANICOS

INTRODUCCION.- Los compuestos orgánicos existen en todas las formas posibles, desde gases (butano), líquidos (mezclas de gasolina), ó sólidos cristalinos naftalina, y no cristalinos (ceras). La pureza o identidad de una sustancia orgánica queda establecida cuando sus constantes físicas (punto de fusión, punto de ebullición, peso molecular, densidad, índice de refracción, rotación óptica, color, etc.) y sus propiedades químicas son iguales a las reportadas en la literatura. Por la facilidad de determinar correctamente los puntos de fusión y ebullición y sobre todo por que son las constantes que con más frecuencia se localizan en la literatura, su determinación es una de las operaciones de rutina en los Laboratorios de Química Orgánica.

DETERMINACION DE PUNTOS DE FUSION.-

El punto de fusión de una sustancia es la temperatura a la cual a la presión atmosférica, los estados sólidos y líquidos de dicha sustancia, se encuentra en equilibrio. Los puntos de fusión para una sustancia pura, no deben tener variaciones de 1 grado centígrado. Los puntos de fusión obtenidos en esta práctica, son llamados puntos capilares de fusión y generalmente son más altos que los verdaderos, pero una diferencia en los puntos de fusión de más de 4°C nos indicará que dicho compuesto está contaminado.

MATERIAL Y REACTIVOS.-

Tubo de thiele
Capilares
Vidrio de reloj
Tapón monohoradado
Ligas chicas
Mechero
Termómetro de 200°C
Soporte
Pinzas para soporte

Glicerina
Naftaleno
Ac. benzónico
Sustancia problema

PROCEDIMIENTO:

Llénese con glicerina ó aceite mineral el tubo de Thiele hasta cubrir la entrada superior del brazo lateral. Insértese un termómetro monohoradado, (que tenga un corte transversal). El capilar se sella de un extremo con el mechero; introduzca la muestra al capilar haciendo presión sobre un montículo de la misma, por el extremo abierto, invirtiendo y golpeando el tubo ligeramente, repita esta operación hasta introducir 0.5 cms de la muestra aproximadamente de la muestra.

Sujétese el capilar con la muestra al termómetro por medio de una liga de goma de tal modo que el sólido que se va fundir este al nivel del bulbo del termómetro. Se cuidará que la liga no toque la glicerina. Aproxime el mechero al brazo lateral al tubo de Thiele y determinese el punto de fusión. Anote la temperatura en que aparece la primera gota de las sustancias y la temperatura cuando se haya terminado de fundir toda la muestra, sacar un promedio de las dos temperaturas y considerese está el punto de fusión de dicha sustancia.

Repita la determinación de cada sustancia hasta que el resultado sea reproducible.

RESULTADOS:

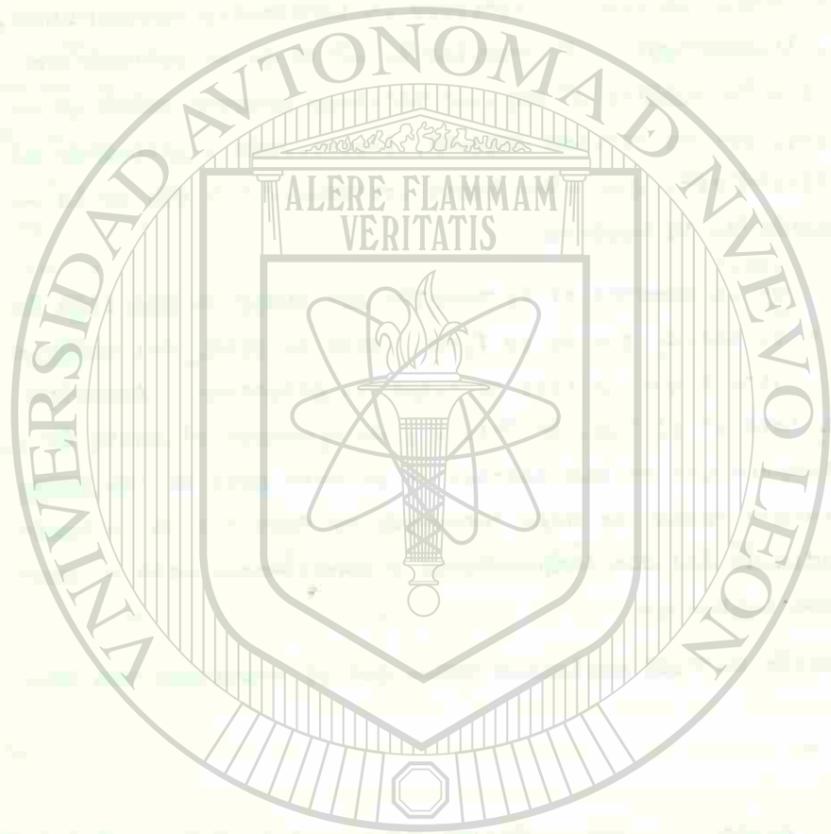
color olor Estruc, Quím. P.F. Teórico-P.F. PRACTICO

Naftaleno:

Ac. Benzónico

Problema

OBSERVACIONES.-



CONCLUSIONES.-

PREGUNTAS.-

1.- Mencione las características principales de los diferentes tipos de enlaces.

2.- De una tabla con algunos compuestos y sus puntos de fusión característicos.

3.- Indique las condiciones que afectan esta propiedad.

Fig. No. 1 P. Fusión y P. Ebullición

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

BIBLIOGRAFIA.-

PUNTOS DE EBULLICION

INTRODUCCION: De la misma manera que el punto de fusión es una indicación del grado de pureza de una sustancia sólida, el punto de ebullición sirve para determinar la pureza de los líquidos. La presión de vapor de un líquido en contacto con el mismo líquido es valor constante a una temperatura dada, y aumenta con la temperatura. Cuando por efecto de la temperatura, la presión del vapor llega a ser igual a la presión total ejercida sobre la superficie del líquido, éste hierve. Consecuentemente se puede definir el punto de ebullición de un líquido como la temperatura a la cual la presión de vapor del líquido es igual a la presión externa aplicada sobre la superficie del líquido.

El punto de ebullición de un líquido depende también de la presión, disminuye o aumenta con sus variaciones, por lo que al dar el valor del punto de ebullición debe de estar siempre acompañado de la presión a la cual se ha determinado.

Una mezcla de líquidos puede ser separada con sus componentes, aprovechando la diferencia de sus puntos de ebullición con la condición de que la mezcla no modifique las propiedades particulares de cada líquido.

En efecto, mientras hierve uno de los líquidos, la temperatura permanece constante hasta que el líquido considerado se haya convertido totalmente en vapor.

Si se proporciona más calor, puede entonces aumentar la presión del vapor del otro componente de más alto punto de ebullición en la mezcla, hasta que hierva.

Estas consideraciones teóricas, son de uso muy común en las prácticas de laboratorio para preparar mezclas y también para purificar compuestos líquidos.

Una aplicación importante de esta propiedad es la utilización de destilación fraccionada en la industria, que permiten separar muestras de compuestos de puntos de ebullición muy cercanos. Para una buena separación de los líquidos con el equipo de laboratorio sencillo que se usa aquí, se debe tener cuidado de no calentar la mezcla rápidamente.

MATERIAL Y REACTIVOS.-

Tubo de Thiele
Capilares
Tapón monohoradado
Ligas chicas
Mechero
Termómetro de 200°C
Soporte

Pinzas para soporte
3 tubos de ensayo de 12x75
Glicerina
Metanol
2 propanol
Sustancia problema

PROCEDIMIENTO.-

Los puntos de ebullición se miden utilizando el tubo de thiele al igual que en el punto de fusión. Llénese con glicerina el tubo de Thiele hasta cubrir la entrada superior del brazo lateral. En un tapón monohoradado insértese el termómetro. Al termómetro se sujeta el tubo de ensayo que contiene la muestra (0.5 ml.) y un capilar-con un extremo cerrado-invertido. Se sumerge el termómetro en la glicerina y se determina el punto de ebullición. Caliéntese el tubo en el brazo lateral hasta que la muestra hierva, retirese el mechero y anote la temperatura en el momento en que aparezca la última burbuja. Debe repetirse la determinación varias veces, procurando que quede sustancia suficiente, hasta que el resultado sea reproducible. Comparese los valores obtenidos con los dados en la lista del apéndice A.

RESULTADOS.-

Sustancia	Fórmula	P.E. Teórico	P.E. Práctico
Metanol			
Propanol			
Sustancia Problema			

CONCLUSIONES.-PREGUNTAS.-

- 1.- ¿ Cree usted que entre mayor sea la cadena de la molécula es mayor el punto de ebullición, según resultados obtenidos? explique por que?.
- 2.- ¿ Qué otro método podría usar para la determinación del punto de ebullición de las sustancias ?.

BIBLIOGRAFIA.-

METODOS DE PURIFICACION DE COMPUESTOS
ORGANICOS SOLIDOS
- CRISTALIZACION -

INTRODUCCION.- En Química Orgánica los productos de las reacciones son generalmente impuros; pueden ser contaminados por los reactivos-iniciales que no reaccionan completamente o por subproductos que se formaron al mismo tiempo que el producto principal. Es importante poder usar una técnica sencilla para purificarlos.

La cristalización, es uno de los métodos físicos para purificar compuestos sólidos a temperaturas ambiente. Un compuesto sólido se cristaliza cuando una solución saturada de él a temperatura elevada se disuelve en un disolvente apropiado del cual al enfriarse se separa en forma cristalina.

Una sustancia es más soluble entre más se parezca su estructura a la del disolvente. Un disolvente apropiado para cristalización, deberá llenar los siguientes requisitos:

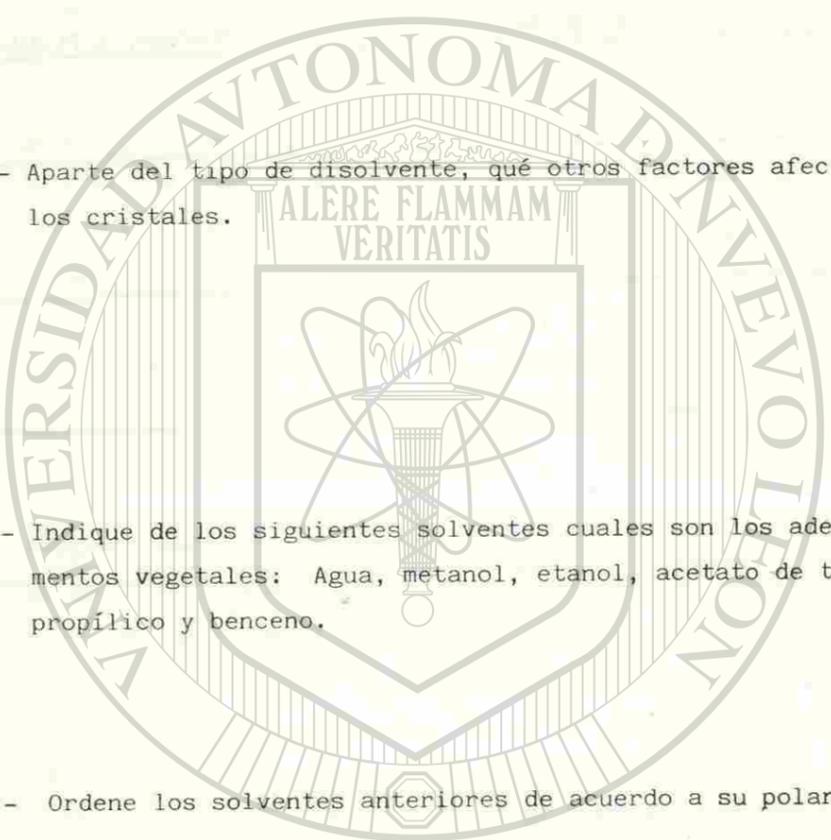
- 1.- Que el soluto sea muy poco soluble en él a baja temperatura.
- 2.- Que el compuesto (soluto) sea muy soluble a temperatura elevada.
- 3.- Que no reaccione con el soluto.
- 4.- Que sea lo suficientemente volátil para que sea fácil eliminarlo de los cristales.
- 5.- Que las impurezas sean bastante más solubles en frío que el soluto.

Cuando ningún disolvente es adecuado, es conveniente usar mezclas de solventes, usualmente en pares, con polaridades diferentes. ®

Para obtener sustancias químicamente puras, se tienen que repetir varias veces la cristalización (recristalización) si es posible usando varios tipos de disolventes.

La forma de los cristales obtenidos depende de las condiciones en que se efectúa la operación, por ejemplo:

El naftaleno en metanol, forma placas delgadas cuando se efectúan rápidamente y en cristales compactos cuando es lenta.

- 
- 2.- Aparte del tipo de disolvente, qué otros factores afectan la forma de los cristales.
- 3.- Indique de los siguientes solventes cuales son los adecuados para pigmentos vegetales: Agua, metanol, etanol, acetato de tilo, -éter isopropílico y benceno.
- 4.- Ordene los solventes anteriores de acuerdo a su polaridad.

BIBLIOGRAFIA.-

SUBLIMACIONIntroducción.-

Otro método para la purificación de compuestos sólidos es la sublimación.

La sublimación es un fenómeno que se presenta en sólo algunos compuestos y se define como el "Paso de un compuesto del estado sólido al estado gaseoso, sin pasar por el estado líquido". La sublimación ocurre cuando la presión de vapor de un compuestos presentan una presión de vapor apreciable antes del punto de fusión, ésta propiedad se utiliza comúnmente en la purificación de compuestos orgánicos sólidos.

Como regla general, podemos decir que los sólidos que son altamente simétricos y que pueden formar cristales compactos, son compuestos que se pueden sublimar. Una forma de facilitar la sublimación, es bajando la temperatura y la presión atmosférica.

La sublimación está en función de la presión de vapor y está relacionada con las fuerzas de atracción que hay entre moléculas de los compuestos sublimables, estas son relativamente ligeras, comparadas con las de otros compuestos sólidos.

Ejemplos de compuestos sublimables: CO_2 , naftaleno, nieve, etc.

MATERIAL Y REACTIVOS:

Mechero	Vaso precipitado de 250 ml
Tripié	Pinzas para vaso
Tela de asbesto	Espátula
Vidrio de reloj	Mezcla de sustancias a purificar

PROCEDIMIENTO.-

En un vaso de 250 ml. completamente limpio y seco, coloque la mezcla de sustancias que va purificar, tápelo con el vidrio de reloj, el cual contiene un pedazo de hielo, y caliente sobre el tripié el vaso con fuego lento, observe el fenómeno de la sublimación. Ya que termine la sublimación, raspe el vidrio de reloj para obtener los cristales y determínele

el punto de fusión para identificar esa sustancia basándose en el punto de fusión obtenido y comparándolo con los anotados en el apéndice No. 1

RESULTADOS.-

- 1.- Mencione el punto de fusión obtenido _____
- 2.- Indique la forma de los cristales obtenidos _____

PREGUNTAS.-

- 1.- Aparte de los ejemplos que se mencionan, indique otros que se puedan sublimar.
- 2.- Indique algunos compuestos que se obtengan por éste procedimiento.

BIBLIOGRAFIA.-

La purificación de los compuestos orgánicos por conversión al estado de vapor por calentamiento y condensación de los vapores al estado líquido se conoce como destilación.

La destilación es otro método clásico de purificación. Se aplica generalmente a todos los líquidos volátiles y en condiciones ligeramente modificadas a sólidos volátiles.

El punto de ebullición, se define como la temperatura a la cual la presión atmosférica, iguala a la presión de vapor del líquido existiendo un equilibrio dinámico, entre el estado líquido y el estado de vapor. Hay varios tipos de destilación; Simple, al vacío en corriente de vapor y fraccionada.

1.- DESTILACION SIMPLE:

Si un compuesto líquido tiene un punto de ebullición entre 30 y 150°C y es térmicamente estable, normalmente se destila a presión atmosférica. Para éste fin, hay equipos con distintas modificaciones pero generalmente todas constan de tres partes.

Un recipiente de destilación, que puede ser un matraz de fondo redondo o en forma de pera, una cabeza de destilación, para poner un termómetro y conducir directamente los vapores al condensador, que constituye la tercera parte. La calefacción del matraz debe hacerse mediante un mechero bunsen con una tela de asbesto, o una parrilla eléctrica.

Para obtener puntos de ebullición seguros, es esencial un buen control de la calefacción. El punto de ebullición durante la destilación difiere del micropunto de ebullición, (práctica No. 2).

Si se determina por destilación se considerará el intervalo de temperatura a que destila el producto. Es posible obtener intervalos de punto de ebullición de menos de 1°C. No se tomará la temperatura más alta durante la destilación, sino que se anotará el intervalo entero.

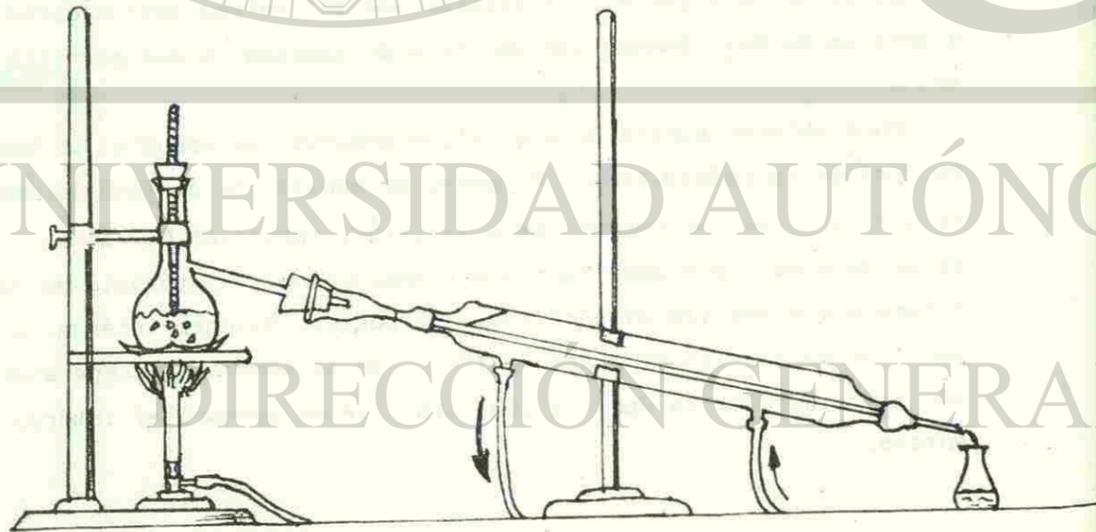
MATERIAL Y REACTIVOS.-

1 Equipo Corning	1 Probeta de 50 ml
2 Soportes	1 Tripié
1 Mechero	1 Tela de Asbesto
2 Pinzas para soporte	2 Mangueras
1 Termómetro	Solución problema

PROCEDIMIENTO.-

En la figura se observa el aparato utilizado en la destilación simple. Este aparato se arma utilizando el matraz bola del equipo corning de 100 ml. adaptado con un termómetro y un condensador se lubrican las partes esmeriladas con vaselina ó glicerina, conectando la manguera de la parte inferior del condensador a la toma de agua.

En el matraz de 100 ml. se colocan 50 ml. de la solución problema, -- armando el equipo se muestra al maestro o instructor, y ya aprobado, se hace circular el agua por el condensador y se empieza a calentar el matraz hasta que el contenido empiece a hervir, observando el intervalo de temperatura en que la solución problema destile, colocando el vaso colector -- bien lavado con agua destilada y seco.



. Fig. No. 2

DESTILACION SIMPLE.

RESULTADOS.-

- 1.- Mencione el intervalo de temperatura en que destile la solución problema. _____

CONCLUSIONES.-PREGUNTAS.-

- 1.- ¿ Qué método utiliza la naturaleza para purificar el agua?
- 2.- ¿ Qué ventajas le ofrece éste método?

BIBLIOGRAFIA.-

DIRECCION GENERAL DE BIBLIOTECAS



DESTILACION FRACCIONADA.

La destilación simple, no es efectiva para destilar mezclas de líquidos orgánicos, a no ser que exista una gran diferencia entre los puntos de ebullición de los distintos componentes de la mezcla. Cuando los puntos de ebullición son relativamente cercanos se utiliza la destilación fraccionada; no es fácil y se requiere un control cuidadosa de la temperatura.

MATERIAL Y REACTIVOS.-

1 Equipo Corning	1 Tripié
2 Soportes	1 Tela de Asbesto
1 Mechero	2 Mangueras largas
2 Pinzas para soporte	4 Matraces de 50 ml.
1 Termómetro de 200°C	Alcohol desnaturalizado
1 Probeta de 50 ml.	

PROCEDIMIENTO:

En la figura 2 se observa el aparato utilizado en la destilación simple, para la destilación fraccionada el equipo se arma igual que la práctica anterior.

En el matraz de 100 ml. se colocan 50 ml. de alcohol desnaturalizado, teniendo todo listo y aprobado por el maestro, se hace circular agua por el condensador y se empieza a calentar el matraz con fuego lento, recogiendo el destilado en diferentes matraces marcados en la forma siguiente:

Matraz 1: Destilado en un rango de temperatura hasta 70°C

Matraz 2: Destilado en un rango de 71 a 80°C.

Matraz 3: Destilado en un rango de 81 a 90°C.

Matraz 4: Destilado en un rango de 91 a 100°C.

NOTA: Como la temperatura juega un papel importante en esta práctica, trate de mantener la temperatura de cada rango un buen tiempo, alejando y aproximando el mechero al matraz con el alcohol.

RESULTADOS.-

Llene la siguiente tabla según los resultados obtenidos:

Matraz	Punto de ebullición	ml. obtenidos
1		
2		
3		
4		

OBSERVACIONES.-

CONCLUSIONES.-

PREGUNTAS.-

1.- ¿Qué productos se obtienen en la destilación fraccionada del petróleo crudo, anote además su rango de destilación?

2.- ¿ Qué es un alcohol desnaturalizado?

3.- ¿ De ejemplos de compuestos diferentes al petróleo obtenidos por éste método?

4.- ¿ Como influye la presión en éste método?

BIBLIOGRAFIA.-

PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS
DE LOS ALCANOS

INTRODUCCION.-

El petróleo en bruto es un líquido formado por una mezcla de hidrocarburos, con otros compuestos de azufre, oxígeno y nitrógeno. También se pueden encontrar otros elementos (metales por ejemplo) en forma de trazas. Se cree que el origen del petróleo reside en los organismos vegetales y animales que existieron hace millones de años. Con el paso del tiempo y bajo la acción de la temperatura, la presión la radioactividad, ciertos catalizadores y las bacterias, la materia orgánica descompuesta se fué convirtiendo en ése líquido que hoy conocemos como petróleo y que se haya atrapado entre diversas formaciones de la superficie terrestre.

La densidad de la mayor parte de los "crudos" se encuentra comprendida entre 0.78 y 1.0 g/ml., puede presentarse como un líquido tan negro y espeso como el alquitrán o tan fluido e incoloro como el agua; todo depende de su lugar de origen.

Los "crudos" en pensilvania son ricos en alcanos de cadena lineal (llamados parafinas en la industria del petróleo) lo que los hace adecuado para la fabricación de aceite lubricantes, mientras que los de California y Texas contiene un porcentaje mayor de cicloalcanos (llamados también naftenos). Algunos campos petrolíficos del Medio Oriente producen crudos en un 90% de hidrocarburos ciclicos. El número de átomos de carbono de las moléculas que forman el petróleo van desde 1 hasta 60.

Para convertir el petróleo en una serie de productos útiles se le somete a un proceso refinado que empieza por destilación fraccionada, las fracciones obtenidas tienen aplicaciones particulares y en función a éstas, algunas se someten a una purificación posterior.

La gasolina que se obtiene de la destilación fraccionada del crudo se llama a veces "gasolina de extracción directa".

Por término medio un barril de crudo dará un 19% de gasolina, en éste punto debemos plantear dos problemas el primero, es que en el crudo no hay

2.- ¿ Qué es un alcohol desnaturalizado?

3.- ¿ De ejemplos de compuestos diferentes al petróleo obtenidos por éste método?

4.- ¿ Como influye la presión en éste método?

BIBLIOGRAFIA.-

PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS
DE LOS ALCANOS

INTRODUCCION.-

El petróleo en bruto es un líquido formado por una mezcla de hidrocarburos, con otros compuestos de azufre, oxígeno y nitrógeno. También se pueden encontrar otros elementos (metales por ejemplo) en forma de trazas. Se cree que el origen del petróleo reside en los organismos vegetales y animales que existieron hace millones de años. Con el paso del tiempo y bajo la acción de la temperatura, la presión la radioactividad, ciertos catalizadores y las bacterias, la materia orgánica descompuesta se fué convirtiendo en ése líquido que hoy conocemos como petróleo y que se haya atrapado entre diversas formaciones de la superficie terrestre.

La densidad de la mayor parte de los "crudos" se encuentra comprendida entre 0.78 y 1.0 g/ml., puede presentarse como un líquido tan negro y espeso como el alquitrán o tan fluido e incoloro como el agua; todo depende de su lugar de origen.

Los "crudos" en pensilvania son ricos en alcanos de cadena lineal (llamados parafinas en la industria del petróleo) lo que los hace adecuado para la fabricación de aceite lubricantes, mientras que los de California y Texas contiene un porcentaje mayor de cicloalcanos (llamados también naftenos). Algunos campos petrolíficos del Medio Oriente producen crudos en un 90% de hidrocarburos ciclicos. El número de átomos de carbono de las moléculas que forman el petróleo van desde 1 hasta 60.

Para convertir el petróleo en una serie de productos útiles se le somete a un proceso refinado que empieza por destilación fraccionada, las fracciones obtenidas tienen aplicaciones particulares y en función a éstas, algunas se someten a una purificación posterior.

La gasolina que se obtiene de la destilación fraccionada del crudo se llama a veces "gasolina de extracción directa".

Por término medio un barril de crudo dará un 19% de gasolina, en éste punto debemos plantear dos problemas el primero, es que en el crudo no hay

suficiente gasolina para satisfacer las necesidades de combustibles para - motores de automóviles; el segundo que este tipo de gasolina no resulta -- ser un combustible adecuado por lo que debe ser refinado.

Los alcanos a temperatura ambiente son inertes a la mayoría de los --- reactivos comunes. Esta poca reactividad dió origen al nombre de hidrocarburo parafinicos.

Las bases fuertes, los ácidos fuertes, los agentes oxidantes tales como el permanganato de potasio ó los agentes reductores como los hidruros no -- atacan a los alcanos.

Un componente derivado de petróleo es el queroseno, que consiste principalmente en una mezcla de alcanos de 12 a 16 átomos de carbono.

El queroseno se utiliza como combustible para las estufas de petróleo y en los motores diesel; como homólogos del metano, los hidrocarburo que forman parte del queroseno tiene las mismas propiedades químicas que aquél. Varias de las propiedades que se examinan en este ensayo justifican el nombre de parafinas que recibe éste grupo.

MATERIAL Y REACTIVOS:

1 Equipo Corning
2 Soportes
2 Pinzas
Tripié
Tela de asbesto
Mechero
10 tubos de ensayo 13 x 100
2 tubos de 18 x 150 con rosca
2 Mangueras
Papel tornasol

Agua
Eter de petróleo
Acetona
Glicerina
Cloruro de sodio
Ac. Sulfúrico
Metanol
Hexano
Bromo en tetracloruro de carbono

PROCEDIMIENTO:

OBTENCION DEL QUEROSENO: Se desarrolla una destilación simple del petróleo, colocando 30 ml. de petróleo en el matrás de destilación calentándose suavemente, de tal forma que el queroseno se destila a una velocidad de 1-2 go--

tas por segundo. Se observa y se anota el intervalo de la destilación -- obteniéndose 15 - 20 ml. aproximadamente, todos los ensayos se realizan con el destilado.

SOLUBILIDAD DEL QUEROSENO: Se ensaya la solubilidad en agua, éter de petróleo, metanol y ácido sulfúrico; en cada caso se colocan 10 gotas de -- queroseno en un tubo de 13 x 100 seco y se añade el disolvente gota a gota hasta que se obtenga una disolución total ó se hayan añadido 3 ml. Se observan las solubilidades y se anotan como muy soluble, ó poco soluble.

EL QUEROSENO COMO DISOLVENTE: Se ensaya la solubilidad de los siguientes compuestos en queroseno, parafina, acetona y glicerina. En cada caso, se coloca una pequeña cantidad de cada uno de los compuestos en un tubo de - 13 x 100 y se le agrega 1 ml. de queroseno y se observa la solubilidad. Repórtese como el procedimiento anterior.

REACCIONES DE SUSTITUCION: (HALOGENACION) En dos tubos de ensayo con rosca, se añaden 1 ml de queroseno en cada uno y a continuación se le agrega a ambos una cantidad de bromo en tetracloruro de carbono hasta conseguir una solución de color pardo intenso.

Los tubos se tapan y uno se coloca en la oscuridad y el otro se expone a la luz directa del sol. Transcurridos los tres minutos, se comparan los dos mezclas observando su color y el afecto, sobre un papel tornasol húmedo se coloca en la boca del tubo de cada uno.

COMBUSTION: En un vidrio reloj se colocan unas gotas de queroseno y se - inflama aproximandole la flama del mechero, repitiendo éste con el hexeno; observe el color de la flama y característica del humo.

RESULTADOS:

1.- ¿ A qué temperatura destiló el queroseno? _____

2.- SOLUBILIDAD

Sustancia	Soluble	Poco soluble	Insoluble
Agua			
Ac. nítrico			
Metanol			
Ac. Sulfúrico			

3.- DISOLVENTE

Sustancia	poco soluble	soluble	insoluble
Parafina			
Acetona			
Glicerina			

4.- HALOGENACION:

queroseno + Br ₂ /CCl ₄	color	pH
expuesto a la luz		
en la oscuridad		

5.- COMBUSTION:

queroseno	color de fuego	humo
Hexano		

PREGUNTAS:

1.- Describa el mecanismo de reacción de uno de los componentes del queroseno con Bromo en presencia de L.U.V.

2.- Escriba la ecuación balanceada de la oxidación del hexeno e incluya su energía desprendida.

3.- Indique usos y aplicaciones importantes de los alcanos.

BIBLIOGRAFIA

PROPIEDADES QUIMICAS DE LOS ALQUENOS

INTRODUCCION:

Por deshidratación de los alcoholes se forman doble ligaduras, la facilidad de la deshidratación de un alcohol, disminuyen de un alcohol terciario a un secundario y de éstos. La deshidratación se efectúa pasando el alcohol por el interior de un tubo empacado con Al_2O_3 (alumina) y a $300-400^\circ C$ ó deshidratándolo con ácido fosfórico, sulfúrico, ó pentaóxido de fósforo.

El ácido sulfúrico con el alcohol en frío, forma un sulfato ácido de alqueno, el cual cuando se calienta $170^\circ C$ se descompone generando el ácido sulfúrico y formando una oleofina; sin embargo este agente favorece la producción de compuestos secundarios tales como aldeídos, éteres, cetonas etc. En especial los éteres se forman cuando las temperaturas no son demasiado elevadas y se usa un alcohol primario. Los alquenos u oleofinas, son hidrocarburos con mayor actividad química que los hidrocarburos parafinicos; forman productos de adición.

Los agentes oxidantes los transforman en glicoles y pueden oxidarlos hasta ácidos o cetonas con ruptura de la cadena de átomos de carbono.

MATERIAL Y REACTIVOS:

Equipo Corning	Acido Sulfúrico
Tripié	Permanagato de potasio
2 Soportes	Alcohol ter-butílico
Probeta de 50 ml.	Bromo en tetracloruro de carbono
Termómetro de 200	Sal en grano
Tela de asbesto	Hielo
2 Vasos de precipitado	Mechero
1 Vidrio de reloj	2 Pinzas para soporte
2 Matraces Erlen meyer 250 ml.	Vaso de precipitado de 250 ml.
3 Tubos de ensayo de 18 x 150	Pipeta de 5 ml.

PROCEDIMIENTO:

Síntesis del 2 Metil-Propeno.- En un matraz de destilación se prepara una mezcla de ácido sulfúrico-agua (1:2), añada cuidadosamente y en pequeñas cantidades 7 mililitros de ácido sulfúrico concentrado a 14 ml de agua fría contenida en el matraz, después de cada dición del ácido, agite suavemente y enfrie, ya sea en baño de hielo ó en agua corriente.

Se añade después, enfriando y agitando 14 mililitros de alcohol terbutílico. El matraz se coloca en baño de vapor sujeto al soporte y conectado a un refrigerante para realizar una destilación. Recibir el destilado en un matraz Erlen meyer de 50 ml., sumergido en un baño de hielo sal ó bien agua fría. Si el alqueno es puro el desprendimiento tardará entre 10 y 30 minutos. Obtengase aproximadamente de 10 a 15 mililitros del alqueno y realice las siguientes pruebas:

HIDROXILACION (prueba de Bayer) Coloque en un tubo de ensayo 10 gotas del alqueno obtenido (2-metil-propeno), añádele 10 gotas de una disolución de permanganato de potasio al 1% y observe lo que ocurre.

HALOGENACION.- En un tubo de ensayo coloque 10 gotas del alqueno obtenido, agréguele 15 gotas de una solución de bromo al 15% en tetracloruro de carbono, observe lo que ocurre y coloque un papel tornasol sobre la boca de tubo y determine el pH.

COMBUSTION.- En un vidrio de reloj se colocan unas gotas del alqueno obtenido y se encienden con la flama de un mechero, observe el color de la flama y las características de humo.

RESULTADOS:

1.- ¿ A qué temperatura destiló el 2-metil-propano?

2.- Anote lo que observó en la reacción de Bayer _____

3.- HALOGENACION

2-metil-propeno + Br₂/CCl₄ color pH

4.- COMBUSTION:

color de la flama

humo

PREGUNTAS:

1.- Escriba la reacción de Bayer y explíquela

2.- Escriba y explique el mecanismo de reacción de la deshidratación del alcohol ter-butílico.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

3.- En la halogenación que producto se forma y cómo prueba que compuesto obtenido en la destilación es un alqueno.

4.- Mencione algunos compuestos importantes de aplicación industrial y biológica.

BIBLIOGRAFIA.-

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

PROPIEDADES QUIMICAS DE LOS AROMATICOS Y ALICICLICOS

INTRODUCCION.- Los hidrocarburos aromáticos forman una familia particular de hidrocarburos no saturados. Comúnmente se clasifican en ésta familia los hidrocarburos que tienen las propiedades químicas características del benceno.

La fórmula del benceno fué establecida por Kekulé en 1865. Es una molécula hexagonal, plana, insaturada, pero a diferencia de los alquenos o alquinos, no dá fácilmente reacciones de adición. En lugar de ésto reacciona principalmente por sustitución, pudiéndose demostrar que sus seis hidrógenos son equivalentes. El benceno se caracteriza por su gran estabilidad, la cual se explica por el fenómeno de resonancia.

Se conocen muchos hidrocarburos aromáticos y arenos; los más importantes son: el tolueno, el etilbenceno, el estireno, los xilenos, etc. . . presentan las mismas características fundamentales del benceno. Además de los arenos, los otros compuestos aromáticos, son derivados fusionados del benceno.

Los hidrocarburos aromáticos se obtienen principalmente del petróleo, en particular, por el proceso de reforming. Por destilación del alquitrán de hulla, se obtienen principalmente el naftaleno, y el fenantreno.

Los hidrocarburos alicíclicos también se encuentran en el petróleo como los hidrocarburos saturados (alcanos) y los insaturados (alquenos) pero en menor cantidad. Las propiedades químicas son semejantes a las de los respectivos alcanos y alquenos.

MATERIAL Y REACTIVOS.

12 tubos de ensayo de 18 x 100
Gradilla
Termómetro
Mechero
Tripié

Ac. nítrico
Benceno
Naftaleno
Ac. Sulfúrico
Carbonato de sodio

Tela de asbesto
Vidrio de reloj
4 Pipetas de 5 ml.
1 Vaso precipitado de 500ml.

Ciclohexano
viruta de fierro
permanganato
Bromo al 1% en tetracloruro de carbono.

PROCEDIMIENTO.

ALICICLICOS.- Ennumere 4 tubos de ensayo, del 1 al 4 y coloque 1 ml. de ciclohexano en cada tubo, ya hecho ésto, agréguele al tubo No.1, 1 ml. de bromo al 1% en tetracloruro de carbono, al tubo No. 2 1 ml. de una disolución de permanganato de potasio tubo No. 3 1 ml de ácido nítrico concentrado, al tubo No. 4, 1 ml. de ácido sulfúrico concentrado, observando en cada prueba, si hay desprendimiento de vapores, cambios de color ó alguna reacción.

AROMATICOS.- Ennumere 8 tubos de ensayo del 1 al 8 y coloque en los tubos numerados del 1 al 4, 1 ml. de benceno en cada tubo, y en los numerados del 5 al 8, 0.2gr de naftaleno en cada tubo. En los tubos numerados con el 1 y el 5, agréguele 1 ml. de bromo al 1% en tetracloruro de carbono agite y caliente a 50 °C por 15 minutos (sin viruta de fierro). A los tubos numerados con los numeros 2 y 6, agréguele 1 ml. de bromo al 1% en tetracloruro de carbono más 0.1gr. de viruta de fierro, agite y caliente a 50°C por 15 minutos. A los tubos numerados con los numeros 3 y 7, agréguele 1 ml. de la solución de permanganato de potasio, más 1 ml. de solución de carbonato de sodio, agite y caliente a 50°C por 15 minutos. A los tubos numerados con los números 4 y 8, agréguele 1 ml. de ácido nítrico concentrado, caliente a 50°C por 15 minutos, añádale 5 ml. de agua.

Observe en cada una de las pruebas, si hay desprendimiento de gas (No inhale los vapores) ó, cualquier otro cambio.

COMBUSTION.- En un vidrio de reloj, se colocan unas gotas del benceno y se enciende con la flama de mechero, ésto mismo se repite con el naftaleno, colocando solamente unos cristales. Observe el color de la flama y características del humo.

RESULTADOS.-

1.- ALICICLICOS

Reactivo Ciclohexano

Tubo No. 1

Tubo No. 2

Tubo No. 3

2.- AROMATICOS

Reactivos Observaciones

Tubo No. 1

Tubo No. 2

Tubo No. 3

Tubo No. 4

Tubo No. 5

Tubo No. 7

Tubo No. 8

3.- COMBUSTION

Sustancia Color fuego Humo

BENCENO

NAFTALENO

PREGUNTAS.-

1.- Explique claramente la diferencia entre reacciones de adición, de sustitución y dé un ejemplo de cada una de ella.

2.- Explique brevemente lo que ocurrió en el tubo No. 4 de la sección de los aromáticos (con reacciones).

3.- De los usos y aplicaciones del Benceno

4.- Explique que es el Reforming?

5.- Indique algunos aromáticos y aliciclos importantes y qué utilidad -- presentan.

BIBLIOGRAFIA.

DESTILACION EN CORRIENTE DE VAPOR

Cuando se pasa una corriente de vapor a través de un líquido ó sólido volátil; con el agua se recoge una mezcla de agua y algunos compuestos orgánicos. Cuando los compuestos orgánicos tienen muy baja volatilidad se utiliza este proceso para purificar y separar sustancias de alto peso molecular y alto punto de ebullición.

La técnica se basa, en hacer pasar vapor de agua a través de la muestra en un aparato de destilación o bien destilar la mezcla del compuesto con agua. El último método, no es satisfactorio, pues se necesita grandes cantidades de agua para destilar todas las sustancias. Como el producto para el destilado no es soluble en agua, es fácil separarlo directamente ó mediante la extracción con disolventes orgánicos. Los productos solubles en agua no volátiles, permanecerán en el matrás de destilación.

MATERIAL Y REACTIVOS.-

1 Refrigerante	2 Mangueras
2 Matraces bola de 250 ó 500ml.	1 Manguera corta
3 Soportes	2 Mecheros
3 Pinzas para soporte	2 Tripies
1 Matraz erlen meyer de 250 ml.	1 Varilla de vidrio
2 Telas de asbesto	25 gr. de anis estrella o clavo u otro producto pedido por el maestro
2 Tapones bihoradados para los matraces bola.	15 gr. de sal éter etílico sulfato de sodio
1 Tapón monohoradado para el refrigerante	
1 Embudo de separación	

PROCEDIMIENTO.-

En la figura 3 se observa el aparato utilizado en la destilación por corriente de vapor. En un matrás de 250 ml., se colocan aproximadamente 150 ml de agua y dos tubos de vidrio, uno recto como tubo de seguridad (sumergido en el agua) y el otro en forma de ángulo que acarreará el vapor de agua generado en éste matrás (A). En el matrás (B) se colocan 25

gramos del producto pedido por el maestro, y se le agregan 100 mililitros de agua, este matrás va inclinado para evitar que la mezcla que se está destilando no salte por el tubo de salida y sea arrastrada mecánicamente hacia el refrigerante.

El matrás (A) se calienta hasta que empieza a pasar vapor al matrás (B), entonces se empieza a calentar el matrás (B), para evitar la condensación del vapor de agua.

Ya que empieza a destilar, se recogen 50 mililitros del destilado y se vierte en un embudo de separación, se remueve la capa aceitosa de la capa inferior, previa disolución de 15 gramos de sal. La capa aceitosa es el aceite esencial del producto usado, el cuál se guardará en un frasco.

Se recupera otra porción de aceite en el destilado extrayendo la sustancia con dos porciones de éter etílico, las cuáles se juntan y se seca con sulfato de sodio anhidro, después se decantan y se destila el éter etílico calentando en baño maría, CUIDADO CON LOS VAPORES YA QUE SON INFAMABLES, el residuo es el aceite esencial.

NOTA.- La extracción del aceite se llevará a cabo sólo cuando el maestro lo indique.

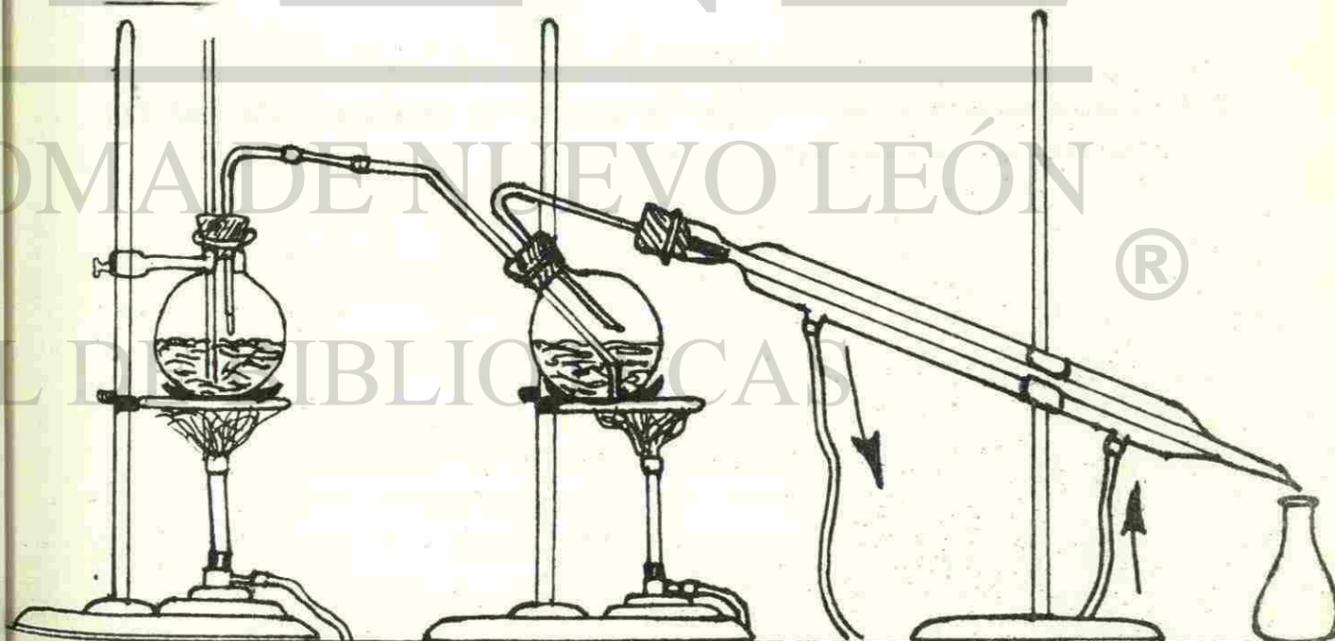
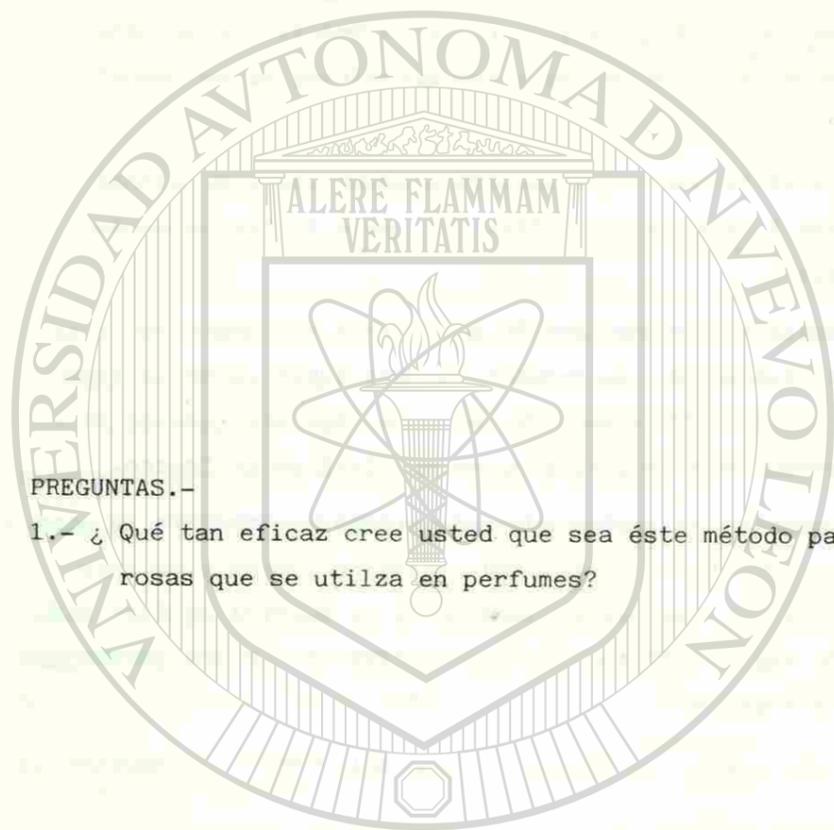


FIGURA No. 3 DESTILACION EN CORRIENTE DE VAPOR

OBSERVACIONES Y CONCLUSIONES.-



PREGUNTAS.-

1.- ¿Qué tan eficaz cree usted que sea éste método para la extracción de rosas que se utiliza en perfumes?

2.- ¿Porqué no se utiliza el método de destilación simple en la extracción de éste aceite esencial?

3.- ¿De la muestra utilizada, diga cuales son los posibles compuestos - obtenidos?

4.- ¿Qué condiciones se requiere para la realización de está práctica?

BIBLIOGRAFIA.-

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



EXTRACCION DE LA CAFEINA DEL CAFE

INTRODUCCION.-

La extracción es un método de separación y purificación que tiene por objeto aislar una sustancia de la mezcla sólida o líquida que la contenga, mediante el uso de disolventes apropiados.

En un proceso de extracción, una solución acuosa es mezclada con un disolvente orgánico no miscible. Los diferentes solutos se distribuyen en la capa acuosa y en la orgánica de acuerdo a sus solubilidades. Las sales inorgánicas prefieren la capa acuosa y los hidrocarburos o halocarburos seleccionan la capa orgánica.

La solubilidad de un compuesto va a estar en función de la naturaleza polar del disolvente, por lo que en forma general, podemos decir que los compuestos polares son disueltos en compuestos polares y los no polares en solventes de esta naturaleza. "Lo similar, disuelve a lo similar".

Cuando una sustancia orgánica es disuelta en un solvente orgánico y agua, el grado de concentración del soluto en el agua es el mismo que en el solvente orgánico y es proporcional al grado respectivo de solubilidad en los solventes.

La distribución de un soluto orgánico líquido, puede ser expresado como sigue:

$$K = \frac{\text{Solub. en la capa org. gr/ml.}}{\text{Solub. en la capa inorg. gr/ml.}}$$

donde K es llamado coeficiente de partición o coeficiente de distribución.

Generalmente se logra una buena extracción cuando ésta se hace en forma fraccionada, la concentración del soluto obtenido es mayor que cuando se hace en un solo volumen.

Los solventes orgánicos comúnmente utilizados son Eter, Tolueno, Benceno, Cloroformo, Tetracloruro de carbono, Pentano y Hexano.

Como algunos solventes orgánicos disuelven pequeñas cantidades de agua, es necesario eliminarla con agentes deshidratantes, tales como: Cloruro de sodio, Sulfato de sodio, Sulfato de magnesio, cloruro de calcio.

Por éste método, se aislan y purifican numerosos productos naturales como vitaminas, alcaloides, grasa, hormona, así como sustancias que se forman durante una síntesis orgánica.

OBJETIVOS :

Obtención de la cafeína del café mediante extracción.

La separación de la cafeína se basa en la distinta solubilidad de los componentes del café. Los polímeros como las proteínas y la celulosa, son insolubles en agua. Las grasas que son ésteres de la glicerina y de tres ácidos gaseosos, también son insolubles en agua. En cambio la cafeína, los taninos, la glucosa y el ácido clorogénicos, son bastantes solubles en agua caliente. Por lo tanto la primera operación a realizar será la filtración del extracto del café.

Tanto los taninos como el ácido clorogénico son ácidos, adicionamos una solución de acetato de plomo, y dichas sustancias precipitarán en forma de sales de plomo y se podrán separar de la solución acuosa por filtración.



La cafeína y la glucosa permanecen en solución.

Finalmente la cafeína se aísla de la solución acuosa extrayéndola con el cloroformo disolvente en el que la glucosa no es soluble.

MATERIAL Y REACTIVOS. :

Embudo de separación	Café en grano
2 Vasos de precipitado	Acetato de Plomo
Matraz erlen meyer de 1000ml	Cloroformo
Probeta de 100ml	Hidróxido de sodio anhidro
Mechero	Sulfato de sodio anhidro
Tela de asbesto	Tripié
Embudo de filtración rápida	Matraz de erlen meyer de 125ml.

Mechero

Tela de asbesto

Embudo de filtración rápida

Matraz erlen meyer de 125 ml.

Mangueras

Sulfato de sodio anhidro

Tripié

Parrilla eléctrica

Matras de K

Tubo de vidrio

PROCEDIMIENTO :

Pese aproximadamente 100 gr de café en grano, en matrás de mil ml., y añada 350 ml. de agua tibia, caliente la muestra sobre el mechero bunsen durante 15 minutos, filtre la solución, agregue 60 ml. de acetato de plomo al 10% al filtrado. Caliente la mezcla durante 5min. y filtre nuevamente. En un embudo de separación se coloca el filtrado frío. Extraiga con 2 volúmenes de 30 ml. de cloroformo, - espere que se separen las 2 capas. Separe la capa inferior (cloroformica). Repita el proceso y una los dos extractos, lave los extractos de cloroformo con 20 ml. de NaOH al 5% y después con 20 ml. de agua. Pase el extracto de cloroformo a un vaso de precipitado y agréguele 1 gr. de sulfato de sodio anhidro. Decante el cloroformo y pase el extracto a un matrás para evaporar. Si es posible evaporar en placa eléctrica y utilizar un aspirador de agua. Durante la evaporación se le agregan perlas de vidrio para evitar una evaporación violenta del solvente. La cafeína obtenida se guarda para la purificación por sublimación. Pese la cafeína obtenida.

RESULTADOS :

GRAMOS DE CAFEINA _____

OBSERVACIONES Y CONCLUSIONES.

PREGUNTAS.-

1.- Investigue la estructura de la cafeína

2.- Indique las propiedades más importantes de éste compuesto.

3.- ¿ Cómo identificar alcaloides en el laboratorio?

BIBLIOGRAFIA.-

PROPIEDADES QUÍMICAS DE LOS ALCOHOLES

INTRODUCCION .- Las propiedades químicas generales de los alcoholes varían en su velocidad y en su mecanismo, según, si el alcohol sea - primario, secundario o terciario. Las que dependen del desplazamiento del H del grupo oxhidrilo son más rápidas con los alcoholes primarios, mientras que en las que se sustituyen H del grupo oxhidrilo de un alcohol secundario o terciario, el cual es más rápido en los alcoholes terciarios. Los tres grupos de alcoholes poseen propiedades químicas particulares, las cuales permiten distinguirlos y además -- usarlos para obtener diferentes tipos de compuestos orgánicos.

En todos los casos, la velocidad disminuye con el incremento de la cadena. Así, los alcoholes primarios por oxidación dan aldehídos o ácidos carboxílicos, mientras que los secundarios forman cetonas y los terciarios se oxidan en un medio básico o neutro, otras como la formación de haloformos, son características del etanol y todos los metilalquilcarbinoles y metilcetonas.

Los metales, principalmente los alcalinos, desplazan al H de los oxhidrilos formando alcóxidos. Con los ácidos orgánicos, los alcoholes forman ésteres, usualmente con olores de frutas o flores.

Como el H de oxhidrilo es desplazado por el grupo acilo del ácido, los alcoholes primarios, son muy reactivos, y los terciarios son muy lentos, en cualquier forma es necesario añadir un catalizador (ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, etc.) para acelerar la reacción.

MATERIAL Y REACTIVOS :

Matraz erlen meyer de 125ml	Alcohol etílico
Vaso de precipitado de 500ml.	Lugol
Mechero	KOH al 20%
Tripié	Octanol
Tela de asbesto	Alcohol isopropílico
Porta objeto	Alcohol n-ámilico

20 tubos de 18 x 150	Glicerina
Pinzas para tubos	Alcohol ter-ámilico
Papel indicador pH del 1-14	Etol y metanol
Vaso precipitado de 100ml	Acido acético
Gradilla	Acido sulfúrico
8 Pipetas de 10ml	Acido salicílico
	Dicromato de sodio al 10%
	Etilenglicol
	Alcohol bencílico
	Alcohol butílico
	Alcohol atílico
	Reactivo de Lucas.

PROCEDIMIENTO.-

Esterificación .- En tres tubos de ensayo de 18 x 150, conteniendo el primero etanol, el segundo alcohol isopropílico y el tercero alcohol amílico en la misma cantidad de 3ml. posteriormente se les añade 3ml. de ácido acético y 0.5 ml. de ácido sulfúrico, éste último catalizador. La mezcla se calienta en baño maría hasta ebullición, continuándose calentando por 3 minutos más, después -- vierta la solución en 50ml. de agua helada, contenida en un vaso precipitado, procure identificar el olor, observe si es agradable o desagradable, si es de frutas o de flores. Por separado esterifique 3ml de etanol o metanol con 0.5ml de ácido salicílico añadiendo 1ml de ácido sulfúrico como catalizador. Huela el aroma de los productos obtenidos, procure identificarlo con el aroma de un producto medicinal, diferente o parecido al olor de los ésteres obtenidos en la primera parte del experimento.

Oxidación de alcoholes.- Ponga en un tubo de ensayo de 18 x 150 3ml de una solución acuosa de dicromato de sodio al 10% , añádale 4 gotas de ácido sulfúrico concentrado y 3ml de etanol, con precaución caliente la mezcla, anote los cambios de color y olor de la solución. Repita el experimento usando alcohol isopropílico, etilenglicol, glicerina, alcohol ter-butílico y octanol.

Diferenciación de alcoholes primarios, secundarios y terciarios con el reactivo de Lucas.- Este experimento sólo se puede llevar a cabo con alcoholes de 6 ó menos carbonos. Para aquellos alcoholes con 6 ó más carbonos se sigue otro método.

Tome 6 ml. del reactivo de Lucas y colóquelos en un tubo de ensayo y se le agrega 1 ml. de alcohol y se agita bien. Esto se hace a temperatura ambiente. Repítase con los demás alcoholes. Si el alcohol, con el que estamos trabajando fuese terciario éste reaccionará muy rápidamente; se forma una capa de cloruro terciario insoluble.

El alcohol secundario con el ácido clorhídrico concentrado permanece claro.

RESULTADOS.-

1.- Esterificación

Alcohol	Olor (en la esterificación)

2.- Oxidación de alcoholes

Alcohol	Observaciones

3.- Reactivo de Lucas

De los alcoholes utilizados, mencione cuáles son alcoholes primarios, secundarios ó terciarios.

Alcohol	Tipo	Observaciones

CONCLUSIONES.-

PREGUNTAS.-

1.- Escriba y balancee las ecuaciones correspondientes a un ejemplo de cada uno de los experimentos realizados.

2.- Explique qué es un catalizador inorgánico y dé un ejemplo de ellos.

3.- Dí los usos y aplicaciones de los alcoholes más comunes.

BIBLIOGRAFIA.-

PROPIEDADES QUIMICAS DE ALDEHIDOS Y CETONAS

INTRODUCCION:- Los aldehídos y cetonas, son sustancias muy reactivas. Se polimerizan, se condensan, forman derivados de adición se pueden reducir y los aldehídos se oxidan con mucha facilidad - (las alfa oxicetonas también). Los aldehídos y cetonas se condensan con la hidracina y sus derivados, fenilhidracina, nitrofenilhidracina, etc., lo mismo que con las semicarbácidas, tiosemicarbácidas y la hidroxilamina, dando compuestos sólidos de puntos de fusión definidos, los cuales son empleados para identificarlos.

MATERIAL Y REACTIVOS.

12 tubos de ensayo de 13 x 100
Vaso precipitado de 500ml.
Tripié
Gradilla
4 Pipetas de 1 ml.
Mechero
Tela de asbesto

Formaldehido (formol)
Butiraldehido
Acetona
Ciclohexanona u otra cetona
Permanganato de potasio
Acido sulfúrico
Reactivo de shiff
Reactivo de fehling
Reactivo de tollens

PROCEDIMIENTO: Con reactivos de shiff.- En cuatro tubos de ensayo de 13 x 100 coloque en el tubo No. 1 1ml de solución de formaldehido (formol), en el tubo No. 2, 1ml de butiraldehído, en el No.3 1ml. de acetona, y en el No. 4, 1ml de ciclohexanona o cualquier cetona, agregue a cada tubo una o dos gotas del reactivo shiff - (incoloro).

Reducción del reactivo de Fehling.- Coloque en tres tubos de ensayo, 1ml de la solución "A" del reactivo de fehling y 1ml. de la solución "B" de fehling. Agregue al primer tubo 0.5 ml. de formaldehido, al segundo tubo 0.5ml de butiraldehido o acetaldé hido y al tercer tubo 0.5ml. de acetona. A un vaso de 500ml. añá dale la mitad de agua y caliéntela para poner los tubos en baño

maría durante 10 minutos, saque los tubos y observe en cual ha aparecido un precipitado rojizo y en cual no.

Espejo de Plata reactivo de Tollens.- En dos tubos de ensayo por separado, se ponen 0.5ml. de acetaldehido, 0.5 ml. de acetona, se le agrega 1ml. de reactivo de Tollens.

Los dos tubos de ensayo se introducen en el baño de agua caliente y se calienta por 10 minutos. Observe...

Oxidación con permanganato de potasio diluido.- en tres tubos de ensayo, ponga por separado 0.5ml. de formaldehído, 0.5 ml. de acetaldé hido y 0.5ml. de acetona. Agreguele 1ml. de una solución diluída de permanganato de potasio (2-4%), y acidulela con unas gotas de ácido sulfúrico diluido. (1:10).

RESULTADOS.-

1.- Anote las observaciones de cada una de las pruebas realizadas.

PRUEBA DE SHIFF.

Tubo	Solución	Reactivo	Observaciones.
1.-			
2.-			
3.-			

PRUEBA DE FEHLING

Tubo	Solución	Reactivo	Observaciones
4.-			
5.-			
6.-			

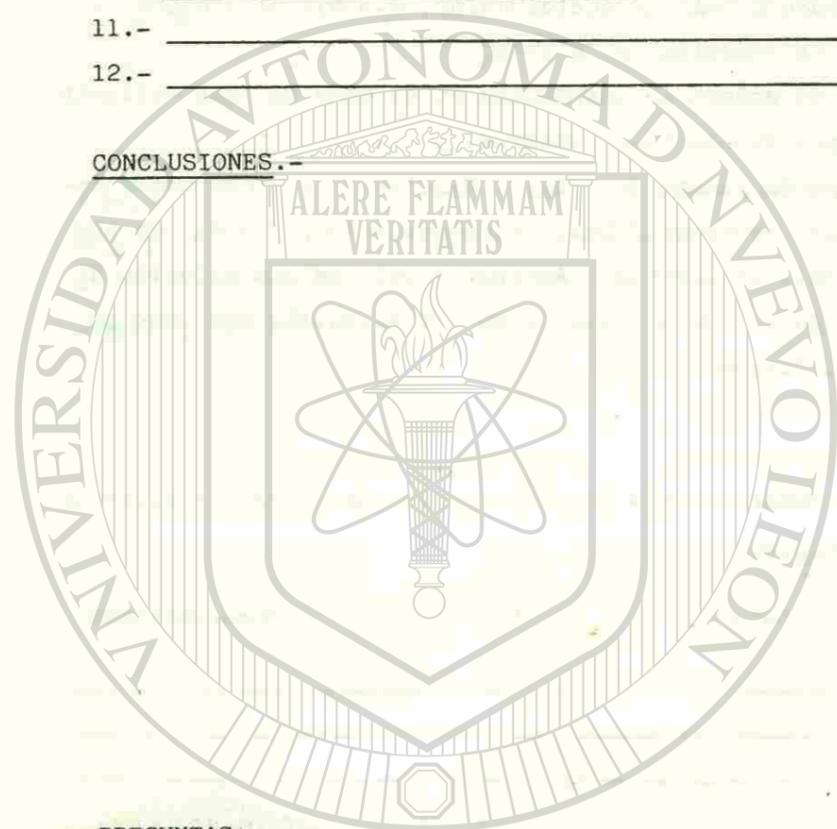
PRUEBA DE TOLLENS

Tubo	Solución	Reactivo	Observaciones
7.-			
8.-			
9.-			

49.-

PRUEBA CON PERMANGANATO DE POTASIO

Tubo	Solución	Reactivo	Observaciones
10.-	_____	_____	_____
11.-	_____	_____	_____
12.-	_____	_____	_____

CONCLUSIONES.-PREGUNTAS:

- 1.- Escriba y balancee las ecuaciones correspondientes de cada una de las reacciones efectuadas en la práctica.

- 2.- Mencione los aldehidos y cetonas importantes desde el punto de vista biológico.

- 3.- Indique los usos más importantes del formal dehído y acetona.

BIBLIOGRAFIA.-

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

METODO DE SEPARACION Y PURIFICACION
(CROMATOGRAFIA)

Hasta ahora hemos trabajado con compuestos orgánicos relativamente puros. Esto no significa que sea la situación típica en un laboratorio orgánico, puesto que muchos reactivos químicos comerciales - deben purificarse antes de usarlos. Después de realizar una reacción, la mayor dificultad es la separación y purificación del producto deseado. Afortunadamente, ha habido una revolución, tanto - en las técnicas como en el análisis instrumental. Antiguamente -- los métodos de purificación conocidos eran procesos de destilación, cristalización y sublimación. Todos ellos requieren grandes cantidades de producto y fallan, totalmente, cuando las sustancias que se van a separar tienen propiedades físicas muy semejantes. Dentro de las técnicas modernas de separación tenemos la CROMATOGRAFIA.

La Cromatografía se define como un método de separación basado en la distribución selectiva de los diferentes compuestos entre dos - fases inmiscibles. Por fase se entiende una de las tres formas diferentes en que se presenta la materia, sólido, líquido o gas.

En la cromatografía las dos fases deben estar en contacto, pero no mezcladas. Arena con agua constituyen dos fases (sólido, líquido).

Hay dos tipos básicos de cromatografía: Cromatografía de reparto. y Cromatografía de absorción.

En la Cromatografía de absorción, una de las fases es un sólido como alumina, la otra es generalmente un fluido.

En la cromatografía de reparto tenemos dos líquidos inmiscibles, uno de ellos soportado, generalmente por algún tipo de sólido para que permanezca fijo. La segunda fase móvil, puede también ser un gas. De las varias combinaciones de fases posibles, las cuatro más usadas son: Cromatografía de Columna (absorción ó reparto), Cromatografía en capa fina (adsorción ó reparto), Cromatografía de gases (reparto) y la Cromatografía sobre papel (adsorción ó reparto)

Con la Cromatografía en capa fina y sobre papel se asocia un término cualitativo y cuantitativo conocido como el valor R_f . Se define como la razón entre la distancia recorrida por la - mancha y la recorrida por el disolvente.

$$R_f = \frac{D. \text{ mancha}}{D. \text{ disolvente}}$$

Estos valores serán reproducibles en condiciones idénticas, la distancia reconocida por la mancha se mide desde la línea inicial hasta el centro donde haya llegado la mancha; la del oluente se - mide de la línea inicial hasta donde llegue éste.

1.- CROMATOGRAFIA SOBRE PAPEL.

Este tipo de Cromatografía es por distintas causas la más conveniente, se necesita sólo una pequeña cantidad de producto, que se aplica en el borde inferior de una hoja de papel filtro, por donde se sumerge en un recipiente que contiene un disolvente.

En éste caso el papel de filtro, actúa como adsorbente sobre -- papel. Este método es particularmente, útil para ciertos compuestos muy polares, tales como azúcares o aminoácidos. La identificación se hace por comparación con muestras, tipos o por reacciones coloreadas características con reveladores adecuados.

El principal inconveniente del procedimiento es que se los puedan cromatografiar cada vez pequeñas cantidades de productos; no obstante, el método es inmejorable, cuando se dispone solo de pequeñas cantidades, como en los extractos de sustancias naturales - presentes en baja concentración. El disolvente puede también correr hacia abajo del papel, desde una cubeta.

En éste caso, se conoce como cromatografía de papel descendente. ®

MATERIAL Y REACTIVOS.-

Mortero con brazo	Eter etílico
Pipeta con 10 ml.	Propanol
Embudo de filtración rápida	Acetato de etilo

Vaso Precipitado de 100 ml..	Acido acetico glacial
Vaso Precipitado de 250 ml.	Acido clorhídrico metanoico
Capilares	Petalos de flores rojas ó azúles no pálidas.
Cuba cromatográfica ó vaso de precipitación 100ml.	Corta-pluma
Regla	Hilo
Lápiz	Papel Wathman # 1

PROCEDIMIENTO.-CROMATOGRAFIA SOBRE PAPEL DE PIGMENTOS DE FLORES

Córtese una tira de papel filtro wathman # 1 de 15cm. dibújese una línea de 2cm del borde inferior. Se prepara fácilmente un extracto de pigmentos de flores colocando los pétalos en un pequeño recipiente que contenga 10 ml. de ácido clorhídrico metanoico. Los pétalos se machacan en el mortero.

NOTA:

(El ácido clorhídrico metanoico, se prepara pasando ácido clorhídrico anhidro a través de una botella con metanol durante 10 minutos)

Se deja reposar la mezcla 10 minutos, se filtra la solución y se evapora hasta casi sequedad. No debe emplearse calor, ya que los pigmentos se descomponen fácilmente. Se añadirán varias porciones de 10ml. de éter etílico a la solución metanoica para precipitar las sales de los pigmentos (será aceitosa). Se aplicarán 4 veces el extracto concentrado con el capilar sobre la línea dibujada en el papel cromatográfico (colocando la mancha siguiente hasta que se seque la anterior). Se aplicarán diferentes extractos preparados por diferentes equipos (5).

El papel con la mancha se colocará en una cuba cromatográfica o en un vaso de precipitado de 1000ml. se cubrirá con un vidrio o papel de aluminio. La cuba cromatográfica o el vaso precipitado contendrá otro más pequeño con ácido clorhídrico concentrado. El papel se deja en contacto con los vapores durante 2 minutos. Se quita entonces el ácido clorhídrico y se le agrega el eluyente al recipiente que contiene el cromatograma, quedando las manchas por encima del nivel alcan-

zado del disolvente. El cromatograma se desarrollará hasta que el disolvente llegue a unos 1.5 cm. del borde, lo cual se marcará con un lápiz hasta donde llegue el eluyente para poder obtener los R_f . El eluyente es una mezcla de acetato de etilo, propanol, agua, ácido acético glacial en la relación 5:4:1:1. Mídase el R_f de las diferentes manchas.

RESULTADOS

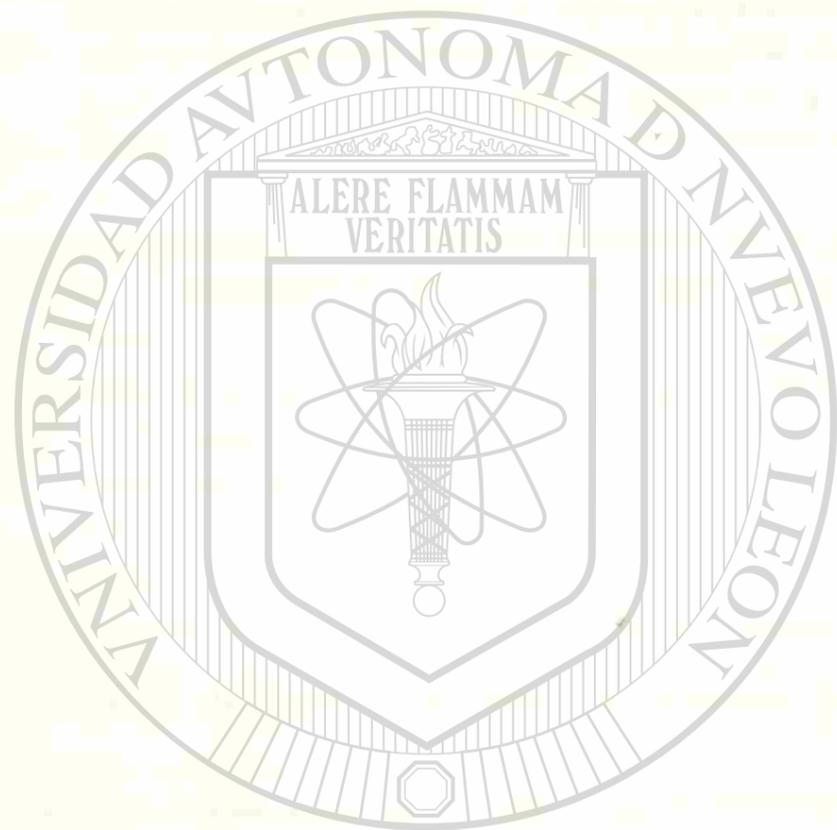
1.- Mídase el R_f de las diferentes manchas.

CONCLUSIONES.-PREGUNTAS.-

- 1.- Compárense los valores R_f calculados con los reportados en la tabla 2
- 2.- ¿Qué otras sustancias se pueden separar por Cromatografía en papel?
- 3.- Señale las ventajas y desventajas de éste método.

BIBLIOGRAFIA.-

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



CROMATOGRAFIA EN CAPA FINA

La separación de mezclas es una de las más importantes operaciones en el laboratorio de Química Orgánica; y la Cromatografía es probablemente el método más versátil para efectuar estas separaciones.

La Cromatografía en Capa Fina involucra:

- (1) La preparación de una placa con un material adsorbente en una capa delgada sobre un vidrio.
- (2) Cargar la placa con una pequeña cantidad de muestra que va a ser separada con un disolvente apropiado.
- (3) El desarrollo del Cromatograma y
- (4) La coloración del cromatograma y observando los componentes separados.

La separación Cromatográfica, depende de la partición o distribución de una sustancia entre dos fases. La partición se efectúa cuando una fase es un sólido o un líquido disperso sobre un material sólido. Es conveniente dividir la Cromatografía en dos áreas: Cromatografía de partición y de Adsorción.

En la Cromatografía de capa delgada una pequeña cantidad de un material disuelto apropiado cerca de los bordes con una placa cubierta de una fina capa de adsorbente.

La muestra es separada en sus componentes cuando se desarrolla con el solvente por la ascensión capilar sobre el adsorbente desde un borde de la placa.

Después de poco tiempo, la placa se remueve del solvente se seca y se examina.

Esta técnica de separación desarrollada ampliamente desde 1958, es más sensitiva que el papel cromatográfico. El equipo necesario, es simple e inespecífico y dá muy buenos resultados.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

MATERIAL Y REACTIVOS:

6	Portaobjetos	Silica Gel
	Capilares	Metanol
2	Vasos de precipitado	Pentano ó hexano
1	Agitador	Cloroformo
1	Probeta	Etanol

TECNICA DE CAPA DELGADA

La mayoría de los sólidos absorbentes frecuentemente usados en TLC son sílica gel ($\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$), frecuentemente llamado ácido silícico y el óxido de aluminio. Cuando se usa sílica gel una mezcla de adsorbente en un líquido orgánico o agua, es distribuida sobre una placa de vidrio para obtener una capa uniforme delgada.

La placa puede ser deshidratado añadiéndole -- un fijador -- (usualmente CaSO_4) para asegurar que se fije a la superficie de la placa.

Aplique una solución de la mezcla, cual debe ser colocada cerca de 3/4 de pulgada del borde. El número de muestras aplicadas a los cromatogramas es fundamental en la cromatografía de capa delgada.

En este experimento la solución de pigmentos es suficientemente diluída para ser aplicada directamente a la placa, siempre que se separen mezclas orgánicas o en la determinación de la pureza de un

compuesto sencillo una solución diluída de la sustancia debe ser preparada usando un solvente tal como el benceno o cloroformo.

La mancha de la solución aplicada a el cromatograma debe ser lo más pequeño posible, si la solución es concentrada o si la mancha es muy grande, los componentes de la muestra pueden ser acomodadas pero no separadas. Una gota de un tubo capilar (5ml) es usualmente una aplicación suficiente de una solución aproximadamente un volumen de 1%.

Al aplicar la solución, el diámetro de la mancha no debe tener más de 0.5cm de diámetro. Después de secar la muestra, el cromatograma se coloca en la cuba cromatográfica. La cámara debe ser apropiada

damente saturada con los vapores del solvente para asegurar una buena solución cromatográfica.

La pureza del solvente, es un factor importante en la cromatografía, por ejemplo: Los hidrocarburos no polares pueden ser eluidos con solvente hidrocarbonados, pero una mezcla de un alcohol y un Eter pueden ser eluidos con una mezcla de benceno y cloruro de metileno.

Después que el solvente se ha movido sobre la placa aproximadamente 3 pulgadas, retírese la placa de la cuba y marque hasta donde llegó el solvente. Cuando los compuestos orgánicos son incoloros, se pueden utilizar métodos de visualización o revelado.

La placa seca, puede ser colocada en un baño de vapor de yodo, se prepara colocando 0.5 gr. de cristales de yodo en un frasco de 250 ml. Las manchas aparecen gradualmente al reaccionar los compuestos con el yodo. Después de 10 min. la placa se remueve de la cámara de yodo. Las manchas coloreadas desaparecen rápidamente y deben ser delineadas rápidamente con un lápiz. Las manchas re aparecen si las placas se colocan nuevamente en el yodo. La evaluación del cromatograma se hace usando un número llamado valor del R_f . El valor del R_f es característica de un compuesto específico bajo condiciones específicas (adsorbente y eluyente), y es definido por la ecuación NO. 1. Los datos implantados que se deben considerar en la cromatografía son: Los adsorbentes usados, su espesor y las condiciones de activación, el eluyente, el tamaño de la muestra, el método de visualización y el valor del R_f , incluyendo el valor del R_f de un estandar.

$$R_f = \frac{\text{Distancia recorrida por cada una de las muestras recorridas por el eluyente.}}{\text{Distancia recorrida por el eluyente.}}$$

La cromatografía en capa delgada, es ampliamente utilizada en separaciones cualitativas rápidas de mezclas orgánicas.

PROCEDIMIENTO: Objetivo .- Separación de pigmentos vegetales mediante TLC.

Preparación de placa.- Separarán mezclas complejas de pigmentos obtenidos por extracción de las hojas de espinacas o acelgas. Los pigmentos incluyen carotenos, clorofila y xantófilas. Se usarán portaobjetos, como placas; un frasco erlenmeyer como cubo y como absorbente sílica gel.

Preparación de la placa TLC:

Prepare 6 portaspor el siguiente procedimiento, lávelas con jabón y agua, enjuáguelas bien, con abundante agua y séquelas. Se escogerán solo las que tengan bordes regulares no se debe -- tocar la superficie.

Agite una suspensión de 4 gr. de sílica gel en 10 ml. de una mezcla de dos partes de cloroformo y una parte de metanol por volumen por un minuto. Introduzca dos portaobjetos empalmados, dentro de la -- suspensión de sílica gel; lentamente sepárelas y deje que el sol--vente se evapore. La suspensión debe ser almacenada, perfectamen--te cerrada. Cuando se hacen cromatografías en placas más grandes, --ésto método no dá muy buenos resultados.

PREPARACION DE LA MUESTRA:

Muela 15 gramos de espinacas o acelgas en un mortero y agregue 40ml de metanol y deje la extracción durante 3-4 y agite de vez en cuan--do. Filtre el extracto lo más posible de metanol y descártelo.

Extraiga nuevamente por 2 veces con 50 ml. de una mezcla de pentano (o) Hexano-Metanol.

Filtre ambos extractos al vacío. Lave los extractos combinados con 50ml. de H₂O para eliminar el metanol evapore la solución de -- Pentano de color verde, hasta un volumen de 5ml. a baño maría o -- una parrilla eléctrica. Aplique la muestra en la placa de sílica gel con una micropipeta.

La muestra se coloca a 1.5cm. del borde inferior de la placa, corra la cromatografía hasta que el eluente llegue aproximadamente a 1.5cm

del borde superior.

Las placas pueden correr con cloroformo o bien una mezcla de clo--roformo-etanol 97:3. El eluente se coloca minutos antes en el fras--co para que se sature completamente.

Observe los pigmentos siguientes:

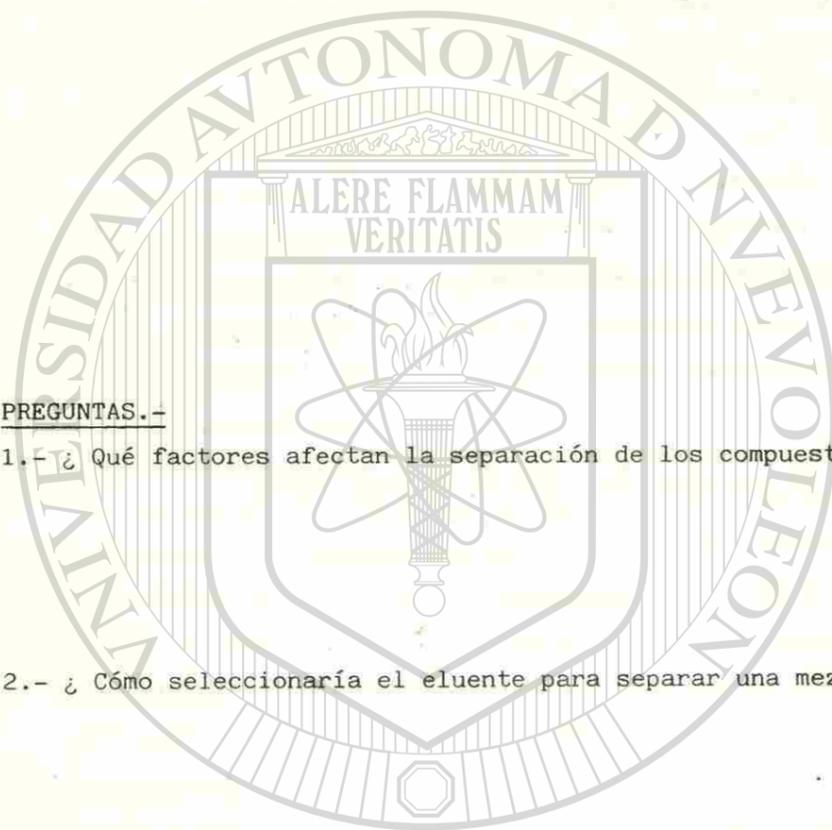
Verdes = Clorofilas
Naranjas = Carotenos
Grisos = Feofitinos

RESULTADOS.-

Dibuje la placa obtenida y los Rf de cada mancha.

OBSERVACIONES.-

CONCLUSIONES.-PREGUNTAS.-

- 
- 1.- ¿ Qué factores afectan la separación de los compuestos de una muestra ?.
 - 2.- ¿ Cómo seleccionaría el eluente para separar una mezcla determinada?.
 - 3.- ¿ Cómo cuantificaría las muestras obtenidas?
 - 4.- ¿ Cómo determinarías muestras no coloreadas?

BIBLIOGRAFIA.-

CROMATOGRAFIA EN COLUMNA

INTRODUCCION.- Este tipo de cromatografía se caracteriza porque la fase estacionaria se coloca en una columna vertical; generalmente es un material inerte finalmente dividido y húmedo. La muestra es separada cuando es llevada hacia abajo de la columna por el eluente, o sea la fase móvil. El coeficiente de distribución, con respecto a las dos fases es diferente para cada componente de la muestra, por lo tanto, cada uno viaja independientemente a través de la columna, separándose en tiempos relativamente cortos. Si la mezcla contiene sustancias coloreadas, los compuestos aparecen en el empacado de la columna, como bandas de diferentes colores. La adición continua del eluente, finalmente fluye cada uno de los componentes, quedando como soluciones coloreadas, la recuperación de los compuestos puros solo es posible, por simple evaporación del solvente. Este tipo de cromatografía se cataloga dentro de la CROMATOGRAFIA DE PARTICION.

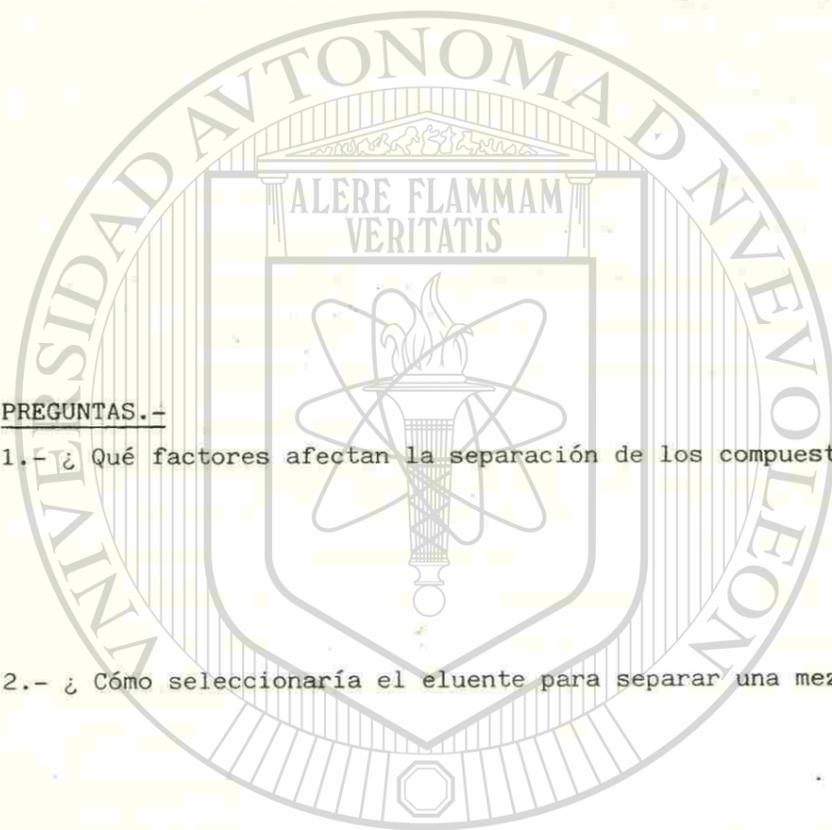
Cuando la columna se empaca con el material de soporte humedecido con el mismo eluente, se incluye en el tipo de cromatografía de adsorción. La velocidad de separación en éste caso depende del grado de adsorción que tengan los compuestos con el soporte. En ambos casos, las propiedades de solubilidad de adsorción están en función de la estructura molecular de los diferentes compuestos por separado.

OBJETIVO.- Separar dos pigmentos o colorantes de una mezcla de Sudan III y azul de metileno. ®

MATERIAL:

- | | |
|------------------------|----------------------------------|
| 1 Soporte | 2 Pinzas para soporte |
| 1 Embudo de separación | 3 Vasos de precipitado de 150ml. |
| 1 Agitador | 1 Espátula |

CONCLUSIONES.-PREGUNTAS.-

- 
- 1.- ¿ Qué factores afectan la separación de los compuestos de una muestra ?.
 - 2.- ¿ Cómo seleccionaría el eluente para separar una mezcla determinada?.
 - 3.- ¿ Cómo cuantificaría las muestras obtenidas?.
 - 4.- ¿ Cómo determinaría muestras no coloreadas?.

BIBLIOGRAFIA.-

CROMATOGRAFIA EN COLUMNA

INTRODUCCION.- Este tipo de cromatografía se caracteriza porque la fase estacionaria se coloca en una columna vertical; generalmente es un material inerte finalmente dividido y húmedo. La muestra es separada cuando es llevada hacia abajo de la columna por el eluente, o sea la fase móvil. El coeficiente de distribución, con respecto a las dos fases es diferente para cada componente de la muestra, por lo tanto, cada uno viaja independientemente a través de la columna, separándose en tiempos relativamente cortos. Si la mezcla contiene sustancias coloreadas, los compuestos aparecen en el empacado de la columna, como bandas de diferentes colores. La adición continua del eluente, finalmente fluye cada uno de los componentes, quedando como soluciones coloreadas, la recuperación de los compuestos puros solo es posible, por simple evaporación del solvente. Este tipo de cromatografía se cataloga dentro de la CROMATOGRAFIA DE PARTICION.

Cuando la columna se empaca con el material de soporte humedecido con el mismo eluente, se incluye en el tipo de cromatografía de adsorción. La velocidad de separación en éste caso depende del grado de adsorción que tengan los compuestos con el soporte. En ambos casos, las propiedades de solubilidad de adsorción están en función de la estructura molecular de los diferentes compuestos por separado.

OBJETIVO.- Separar dos pigmentos o colorantes de una mezcla de Sudan III y azul de metileno. ®

MATERIAL:

- | | |
|------------------------|----------------------------------|
| 1 Soporte | 2 Pinzas para soporte |
| 1 Embudo de separación | 3 Vasos de precipitado de 150ml. |
| 1 Agitador | 1 Espátula |

PROCEDIMIENTO.-

- 1.- Prepare una mezcla de 20gr. de sílica gel para columna con 50ml. de Etanol.
- 2.- Agite perfectamente.
- 3.- Vacíe a la columna.
- 4.- Golpée ligeramente las paredes del tubo, para una mejor distribución del soporte (sílica).
- 5.- Coloque un disco de papel filtro en la parte superior de la sílica en la columna.
- 6.- Sobre el papel filtro coloque 5 gotas de la mezcla de colorantes.
- 7.- Coloque el embudo con el eluyente (1 propanol-acetona-H₂O-4:1:1) en la parte superior de la columna.

NOTA: **NO** deje secar la sílica de la columna.

RESULTADOS.-

Dibuje el cromatograma obtenido.

CONCLUSIONES.-PREGUNTAS.-

- 1.- ¿ Cuántas variantes hay de la cromatografía en columna?
- 2.- ¿ Para qué tipo de muestras es adecuado éste método ?.
- 3.- ¿ Cómo cuantifica las muestras por éste método?

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

BIBLIOGRAFIA.-

OBSERVACIONES:-

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



APENDICE B.

PREPARACION DE REACTIVOS USADOS EN LAS PRACTICAS:

Reactivo de Schiff.- Disuelva 0.2gr. de clorhidrato de p-rosalina (fushina) en 100 ml. de agua. Añádale 2gr. de bisulfito de sodio y luego 2ml. de ácido clorhídrico concentrado. Afore la mezcla a 200ml. usando agua destilada.

Reactivo de Fehling.- Solución A.- Disuelva 34.64 gr. de sulfato de cobre pentahidratado en agua y aforado a 500ml.
Solución B.- Disuelva 60 gr. de hidróxido de sodio y 173 gr. de -- tartrato de sodio y potasio en agua y aforado a 500ml.

Reactivo de Tollens.- (Este reactivo no debe conservarse más de 10 horas después de preparado, ya que forma compuestos explosivos). Disuelva 3 gr. de nitrato de plata en 30ml. de agua destilada, por separado disuelva 1.5 gr. de hidróxido de sodio en 30ml. de agua. Mezcle estas dos soluciones y se formará un precipitado al cual se le agrega hidróxido de amonio diluido (1:1), hasta que se disuelva el precipitado.

Reactivo de Lucas.- Disuelva 136 gr. de cloruro de zinc anhidro en 105 gr. de ácido clorhídrico concentrado.

Hidróxido de sodio al 10%.- Disuelva 10 gr. de hidróxido de sodio en agua fría y afore a 100ml.

TABLA No. 1

AGENTES DESHIDRATANTES.

COMPUESTOS	EFICIENCIA	VELOCIDAD	CAPACIDAD
MgSO ₄	Buena	Rápida	Moderada
a) Na ₂ SO ₄	Pobre	Lenta	Muy alta
b) K ₂ CO ₃	Mediana	Rápida	Moderada
c) CaCl ₂	Mediana	Lenta	Alta
CaSO ₄	Muy buena	Rápida	Limitada
a)	Inservible arriba de 32°C		
b)	Reacciona con compuestos ácidos		
c)	Reacciona con alcoholes, aminas y derivados de ácidos.		

TABLA No. 2

SOLUBILIDAD DE ALGUNOS GRUPOS ORGANICOS.

	AGUA	ETER	H ₂ SO ₄	NaOH 8%	HCl 5%
Alcoholes	+ con menos de 6 C.	+	+	-	-
Alcanos	-	+	-	-	-
Haluros de Alquilo	-	+	-	-	-
Alquenos	-	+	+	-	-
Arenos y Haluros de Arilo	-	+	+	-	-
Acidos	+ con menos de 5 carbonos	+	+	+	-
Aminas	+ con menos de 6 carbonos	+	-	- ^(R)	+
Amidas	-	+	+	-	-
Cetonas	+ con menos de 5 carbonos	+	+	-	-
Aldehídos	+ con menos de 5 carbonos	+	+	-	-
Fenoles	+ Un poco	+	+	+	-
Anhídridos Reacciona		+	+	+	-
Esteres	-	+	+	-(frío)	-

TABLA No. 3

PUNTOS DE EBULLICION DE COMPUESTOS ORGANICOS COMUNES.

	P. Eb. °C
Metanol	66
Etanol	78
2 Propanol	83
A. Terbutílico	83
Alcohol alílico	97
Propanol	97
2 Butanol	99
A. teramilico	102
A. Isobutílico	108
1 Butanol	116
2 Pentanol	119
Alcohol Isoamílico	130
A. N. Amílico	138
Hexanol	156
Ciclohexanol	160
Heptanol	176
Octanol	192
Etilenglicol	197
Alcohol bencílico	205
Glicerol	290
Formaldehído	-21
Acetaldehído	21
Isobutroaldehído	64
Benzaldehído	179
Pentano	36
Ciclopentano	49
Hexano	69
Ciclohexano	80
Heptano	98
Octano	126
Benceno	80
Tolueno	111
Ac. Formico	101
Ac. Acético	108

PUNTOS DE EBULLICION DE LOS COMPUESTOS ORGANICOS COMUNES

	P. EB. °C
Ac. Propionico	140
Acetona	56
Fenol	182

TABLA No. 4

PUNTOS DE FUSION DE ALGUNOS COMPUESTOS ORGANICOS

	P. fusión
Ac. Succinico	188
Naftaleno	80
Ac. Ftalico	230
Ac. Benzoico	122

TABLA No. 5

LOS DISOLVENTES MAS USADOS PARA CRISTALIZACION.

Disolvente	P. Eb.	P. de Conge- lación °C	Densidad	Polaridad.
** Eter etílico	35	-116	0.71	Intermedio
Cloruro de metileno (diclorometano)	41	- 97	1.34	"
** bisulfuro de carbono	46	-111	1.22	No polar
** acetona	56	- 95	0.79	Polar
cloroformo	61	- 64	1.48	Intermedio
metanol	65	- 98	0.79	Polar
** Hexano	68	- 95	0.66	No polar
** Eter isopropílico	68-69	- 60	0.72	Intermedio
** Eter de petróleo	30-60	0	0.63	No polar
acetato de etilo	77	-184	0.90	Intermedio
tetracloruro de carbono	77	- 23	1.59	No polar

LOS DISOLVENTES MAS USADOS PARA CRISTALIZACION

Disolvente	P. Eb.	P. Congela- ción °C	Densidad	Polaridad
Etanol	78	-117	0.81	Polar
** benceno	80	5.5	0.88	No polar
** ciclohexano	81	6.5	0.72	No polar
acetonitrilo	82	-44	0.71	Polar
Agua	100	0	1.0	Polar
** dioxano	101	12	1.03	Polar
** tolueno	111	-95	0.87	No polar
ácido acético	118	16	1.05	Polar
dimetilsulfóxido	189	18.5	1.10	Polar

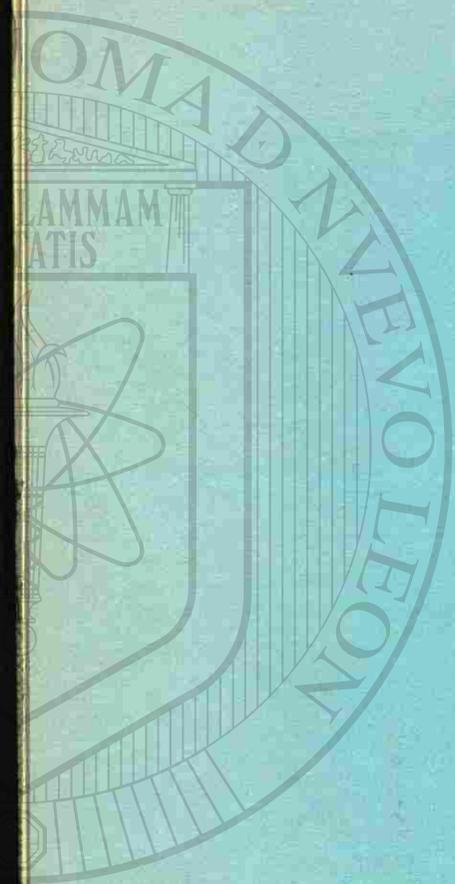
* Con excepción del agua, todos los disolventes son tóxicos, algunos son potencialmente cancerígenos, son inflamables, por lo que deben usarse con precaución y buena ventilación.

** Muy inflamable.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
CAPILLA ALFONSINA
BIBLIOTECA UNIVERSITARIA

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECA