

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 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 fluor 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.

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	Glicerina
Capilares	Naftaleno
Vidrio de reloj	Ac. benzónico
Tapón monohoradado	Sustancia problema
Ligas chicas	
Mechero	
Termómetro de 200°C	
Soporte	
Pinzas para soporte	

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 brazolateral 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. Benzóico

Problema

OBSERVACIONES.-

INTRODUCCIÓN

El presente trabajo tiene por objeto estudiar las características de fusión y ebullición de los compuestos orgánicos, así como las condiciones que afectan a estas propiedades. Para ello se han realizado una serie de experimentos que se describen a continuación.

En primer lugar se ha estudiado la fusión de los compuestos orgánicos, observando el cambio de estado al pasar de sólido a líquido. Se ha observado que la temperatura de fusión depende de la naturaleza del compuesto y de la pureza del mismo. Así, los compuestos puros funden a una temperatura constante, mientras que los impuros funden a una temperatura más baja y durante un intervalo de temperatura.

En segundo lugar se ha estudiado la ebullición de los compuestos orgánicos, observando el cambio de estado al pasar de líquido a gas. Se ha observado que la temperatura de ebullición depende de la naturaleza del compuesto y de la presión atmosférica. Así, los compuestos puros ebullicen a una temperatura constante, mientras que los impuros ebullicen a una temperatura más alta y durante un intervalo de temperatura.

Los resultados obtenidos en estos experimentos se resumen en las tablas adjuntas.

Fig. No. 1 P. Fusión y P. Ebullición

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.

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 variable 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	Pinzas para soporte
Capilares	3 tubos de ensayo de 12x75
Tapón monohoradado	Glicerina
Ligas chicas	Metanol
Mechero	2 propanol
Termómetro de 200°C	Sustancia problema
Soporte	

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 sustancias 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.

La cristalización de un compuesto puede ser inducida al añadir cristales del compuesto (siembra). Para acelerar éste proceso, se pueden raspar las paredes del tubo y agitar las soluciones.

MATERIAL Y REACTIVOS.-

3 Tubos de ensayo de 18 x 150	Pipeta de 5 ml.
2 Vasos de precipitado de 250	Ac. benzóico
1 Mechero	Eter de Petróleo
1 Tripié	Cloroformo
1 Tela de asbesto	Acetona
1 Pinzas para tubo	Sustancia problema
1 Agitador de vidrio	Hielo

PROCEDIMIENTO.-

En un tubo de ensayo coloque 0.2 gr. de ácido benzóico y agréguele 5 ml. de agua, caliente en baño maría hasta disolución del ácido, ya disuelto colóquelo en un vaso que contenga hielo para enfriar y observar la cristalización. En otro tubo de ensayo, coloque 0.2 gr. de sustancia problema y agregue 5ml de disolvente, caliente para disolver la sustancia y luego póngala en el vaso con hielo para observar la cristalización. (NOTA: Primeramente use el disolvente de Eter de Petróleo, si no cristaliza, utilice el cloroformo, si no cristaliza utilice la acetona, y por último, si no cristaliza utilice el agua). Repitiendo los pasos, como en el primer caso.

RESULTADOS.-

Solventes/Muestras

	Acido Benzóico	Sustancia Problema
Eter de Petróleo		
Cloroformo		
Acetona		
Agua		

OBSERVACIONES.-

CONCLUSIONES.-

PREGUNTAS.-

- 1.- Indique de que manera se puede aumentar y facilitar el proceso de cristalización.

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.-

SUBLIMACION

Introducción.-

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 ésa sustancia basándose en el punto de fusión obtenido y compárandolo 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.

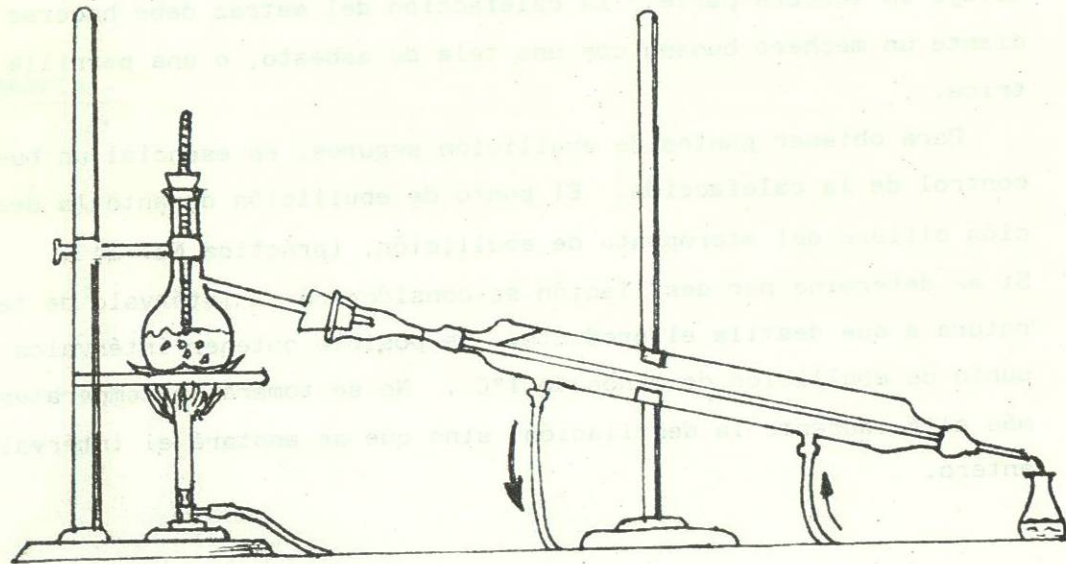
MATERIAL Y REACTIVOS.-

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.-

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