

40



**UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTONOMA DE MEXICO**

Zej

FACULTAD DE QUIMICA

**PROGRAMA DE PRACTICAS DE QUIMICA,
PARA LA LICENCIATURA EN BIOLOGIA**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

QUIMICA FARMACEUTICA BIOLOGA

P R E S E N T A:

MARIA LUISA GARCIA LOPEZ GALVAN



MEXICO, D. F.

1995

FALLA DE ORIGEN

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO SEGUN EL TEMA:

PRESIDENTE: YOLANDA CABALLERO ARROYO
VOCAL: PILAR MONTAGUT BOSQUE
SECRETARIO: HELGI HELEN JUNG COOK
SUPLENTE: ROSA MARIA GONZALEZ MURADAS
SUPLENTE: ELIZABETH NIETO CALLEJA

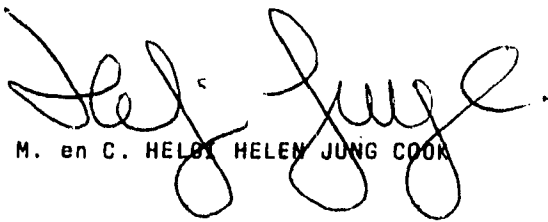
SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA:

Laboratorio de la Facultad de Ciencias, Biblioteca de la Facultad
de Química y Casa.

SUSTENTANTE:


MARIA LUISA GARCIA LOPEZ GALVAN

ASESOR DEL TEMA:


M. en C. HELGI HELEN JUNG COOK

DEDICATORIAS

- A la memoria de mi papá, **Miguel García López V.** quien a pesar de la ausencia, siempre ha estado presente.
- A mi mamá, **María Luisa Galván R.** con inmenso cariño y agradecimiento por ser mi apoyo a lo largo de mi vida.
- A **"Tiki"** con todo mi amor y admiración al hombre, al amigo, al compañero y al padre.
- A **María Luisa:** la niña que trajo el ARCOIRIS a mi casa y a mi vida.
- A **Doña Isabel,** con mucho cariño y reconocimiento como amiga, madre y abuela.
- A **Salvador y Norma** mis hermanos, por su apoyo y cariño.
- A **Susy** mi pequeña hermana a quien quiero mucho.
- A **Helgi,** con cariño como amiga y con admiración como profesional.
- A **Cocoy,** la amiga que apoya, muchas gracias.
- A los **"Laureanos" Rosy y Luis** con cariño por todo lo que ellos y nosotros compartimos.
- A la memoria de mis amigas: **Flor, Maricarmen y Kitty;** las extraño.
- A mis amigos de la Facultad de Ciencias.
- A mis amigos del Colegio de Bachilleres.
- A la Facultad de Química, con gratitud.

I N D I C E

Pág.

CAPITULO I. ANTECEDENTES

Introducción	1
Las Ciencias Químicas en el curriculum de la Licenciatura en Biología, según el Plan de Estudios vigente	2
Las Ciencias Químicas en el curriculum de la Licenciatura en Biología de la Facultad de Ciencias, según el nuevo Plan de Estudios	7
La Química Orgánica en la licenciatura en Biología de la Facultad de Ciencias	10
Organización de las Prácticas	11
Metodología que se deberá seguir para cumplir con el trabajo experimental	13
Temario de las actividades experimentales	14

CAPITULO II. OBJETIVOS DE LA PRACTICA Y ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO

Actividad Inicial: Medidas de Seguridad	15
Actividad Experimental Núm. 1: "Conocimiento y Manejo del Material de Laboratorio"	24
Actividad Experimental Núm. 2: "Destilación Simple"	47
Actividad Experimental Núm. 3: "Destilación por Arrastre de Vapor"	56

	Pág.
Actividad Experimental Núm. 4: "Destilación Fraccionada"	63
Actividad Experimental Núm. 5: "Identificación de una Sustancia"	81
Actividad Experimental Núm. 6: "Métodos de Purificación"	94
Actividad Experimental Núm. 7: "Cromatografía"	113
Actividad Experimental Núm. 8: "Alcaloides"	133
Actividad Experimental Núm. 9: "Macromoléculas"	139
Actividad Experimental Núm. 10: (Investigación) "Caracterización de Compuestos Orgánicos por Métodos Químicos"	146

CAPITULO III. MATERIALES Y TECNICAS

Actividad Experimental Núm. 1: "Conocimiento y Manejo del Material de Laboratorio"	156
Actividad Experimental Núm. 2: "Destilación Simple"	162
Actividad Experimental Núm. 3: "Destilación por Arrastre de Vapor"	168
Actividad Experimental Núm. 4: "Destilación Fraccionada"	177
Actividad Experimental Núm. 5: "Identificación de una Sustancia"	185
Actividad Experimental Núm. 6: "Métodos de Purificación"	199

Pág.

Actividad Experimental Núm. 7: "Cromatografía"	209
Actividad Experimental Núm. 8: "Alcaloides"	218
Actividad Experimental Núm. 9: "Macromoléculas"	222
Actividad Experimental Núm. 10: "Caracterización de Compuestos Orgánicos por Métodos Químicos"	228

CAPITULO IV. CONCLUSIONES Y BIBLIOGRAFIA

Conclusiones	255
Bibliografía	256

APENDICE NUM. 1

ANEXO NUM. 1

MEXICO, 1995

CAPITULO I
ANTECEDENTES

INTRODUCCION

ANTECEDENTES: UNA BREVE RETROSPECTIVA HISTORICA.

En el año de 1938, se creó la Facultad de Ciencias, la que inicia sus actividades el 2 de enero de 1939, con los departamentos de Biología, Astronomía, Física, Geología, Matemáticas y Química. En ese mismo año se aprueba el plan de estudios del Departamento de Biología.

Desde al año de 1939 hasta 1953 el Departamento de Biología funcionó primero en la Casa del Lago de Chapultepec y después en un edificio situado en el número 115 de la Calle de Ezequiel Montes, en la Colonia San Rafael de la Ciudad de México. En el año de 1954, el Departamento de Biología se trasladó a las nuevas instalaciones de la Facultad de Ciencias en Ciudad Universitaria.

En 1966, se modifican y aprueban los planes de estudio de la Facultad de Ciencias en las carreras de actuario, biólogo, físico y matemático. El plan de estudios de la licenciatura en Biología que continúa vigente, sigue un esquema semestral y de créditos. En el año de 1977, la Facultad de Ciencias se mudó al espacio que hoy ocupa, en el circuito exterior de la Ciudad Universitaria.

LAS CIENCIAS QUIMICAS EN EL CURRICULUM DE LA LICENCIATURA EN
BIOLOGIA SEGUN EL PLAN DE ESTUDIOS VIGENTE.

El plan de estudios actual de la licenciatura en Biología consta de 30 asignaturas obligatorias con un valor a créditos de 359 y con asignaturas optativas con un valor a créditos de 45, para dar un total de 404 créditos.

El plan de estudios semestral consta en total de 8 semestres, a continuación se muestran los dos primeros semestres con el valor a créditos por asignatura y al total por semestre.

PRIMER SEMESTRE	CREITOS	49
Matemáticas Generales		10
Física General		18
QUIMICA GENERAL		12
Geología		9
SEGUNDO SEMESTRE		46
Matemáticas Generales II		10
FISICOQUIMICA		12
QUIMICA ORGANICA		12
Biología General I		12

En este plan de estudios las materias básicas se imparten en los dos primeros semestres donde quedan ubicadas las disciplinas de la Química: Química General, Fisicoquímica y Química Orgánica, las tres suman un valor a créditos de 36 que corresponde a 37.89% del total de 95 créditos correspondientes al primer y segundo semestres.

El Departamento de Biología de la Facultad de Ciencias, dió a conocer el 25 de octubre de 1994 a la comunidad en general, la PROPUESTA DEL PLAN DE ESTUDIOS DE LA LICENCIATURA EN BIOLOGIA que dice al calce:

- Aprovechamiento escolar

"El aprovechamiento escolar se define por lo general como un sinónimo de la capacidad o incapacidad del alumno para superar los problemas que se presentan durante su proceso de aprendizaje. Sin embargo, no hay que perder de vista la relación maestro-alumno y el binomio enseñanza-aprendizaje. Es el maestro en su relación cotidiana con el alumno quien en la mayoría de los casos determina la carencia de aptitudes o capacidades necesarias para el buen desempeño del alumno (Castro 1988)".

A continuación se presenta al promedio de alumnos atendidos por semestre y los porcentajes de estudiantes aprobados, reprobados y que desartaron en les asignaturas obligatorias del plan de estudios vigente, durante el período 1989-1 a 1993-1 - (modificado de Rvlla y col. 1993).

ASIGNATURA	PROMEDIO DE ALUMNOS ATENDIDOS/ GRUPO/SENE- TRE	PROMEDIO DE GRUPOS ABIERTOS/ SEMESTRE	PORCENTAJES DE ALUMNOS:		
			APROBADOS	REPROBADOS	DESER- CION
Química General	27	8	51.9	18.8	29.3
Geología	25	7	71.1	10.0	18.9
Química Orgánica	20	8	46.7	26.9	26.4
Biología General I	23	6	75.4	15.8	8.8
Físico- química	19	8	60.1	16.7	23.2
Botánica I	18	8	79.4	7.1	13.5
Zoología I	19	8	75.7	15.6	8.7
B.Celular	19	8	59.4	24.9	15.7
Bioquímica	20	8	56.3	25.6	18.1
Botánica II	20	7	78.0	7.3	14.7
Zoología II	19	7	75.1	12.5	12.4
Histología	16	9	72.8	10.3	16.9
Anatomía	20	7	75.4	14.1	10.5
Botánica III	19	8	72.4	11.6	16.0
Zoología III	20	7	80.0	7.8	12.2
Embriología	21	7	72.2	17.9	9.9
Fisiología Animal	19	9	65.7	15.4	18.9
Botánica IV	20	7	58.3	26.8	14.9
Zoología IV	21	7	83.0	8.3	8.7
Biofísica	22	7	74.3	12.6	13.1
Genética	18	8	68.0	21.2	10.8
Fisiología Animal	18	9	66.2	26.2	7.6
Paleontología	19	8	81.2	11.0	7.8
Ecología	18	8	72.6	12.0	15.4
Biología General II	16	6	70.6	18.2	11.2
Biología Molecular	16	2	64.2	21.1	14.7

Después continúa con un breve análisis de los resultados que dice:

El porcentaje más alto de alumnos aprobados en las asignaturas obligatorias es de 83% para Zoología IV y el más bajo es de 46.7% para Química General. Para alumnos reprobados el porcentaje mayor se encuentra en Química Orgánica (26.9%) y el más bajo en Botánica I (7.1%). En cuanto a la deserción el porcentaje mayor se refleja en Química General (29.3%) y el menor en Fisiología Vegetal (7.6%).

Finalmente, la propueeta del NUEVO PLAN DE ESTUDIOS, tiene la siguiente estructura:

SEMESTRE	ASIGNATURA	CREDITOS
PRIMERO	Biología Molecular de la Célula I	12
	Introducción a la Biodiversidad	
	Virus y Bacterias	12
	Evolución I	12
	Química	9
TOTAL CREDITOS ASIGNATURAS		45
TALLER		0
SEGUNDO	Biología Molecular de la Célula II	10
	Biología Molecular de la Célula III	10
	Patrones del desarrollo en plantas	9
	Biología del Desarrollo Animal	12
	Biodiversidad II Protistas y Algas	12
TOTAL CREDITOS ASIGNATURAS		53
TALLER		0
TERCERO	Biodiversidad III Hongos y Líquenes	12
	Morfofisiología Vegetal Comparada I	12
	Morfofisiología Animal Comparada I	12
	Matemáticas	12
	Física	12
TOTAL CREDITOS ASIGNATURAS		60
TALLERES		4
CUARTO	Morfofisiología Vegetal Comparada II	12
	Morfofisiología Animal Comparada II	12
	Bioestadística	10
	Biodiversidad IV Animales I	12
TOTAL CREDITOS ASIGNATURAS		46
TALLER		11
QUINTO	Genética	12
	Biodiversidad V Animales II	12
	Sistemática	9
	Biodiversidad VI Plantas Vasculares	12
TOTAL CREDITOS ASIGNATURAS		45
TALLER		10
SEXTO	Biogeografía	9
	Ecología	12
	Paleobiología	9
TOTAL CREDITOS ASIGNATURAS		30

Como se pueda observar, las ciencias químicas, casi desaparecen, bajo el argumento de que los alumnos ya saben Química, pues la estudian en secundaria y en bachillerato y que, para aquel alumno que esté deficiente en conocimiento, la Facultad ofrecería "cursos de nivelación" optativos.

Con ello, la impresión generalizada era que la forma de solucionar al hecho de que siendo la materia de Química Orgánica la que tiene al mayor índice de reprobación y Química General la materia con mayor índice de deserción fue; eliminarlas.

Del 14 al 18 de noviembre de 1994, se lleva a cabo el FORO DE DISCUSION EN TORNO A LA MODIFICACION DEL PLAN DE ESTUDIOS; donde se presentó una ponencia denominada: ESTADO ACTUAL DE LOS CONOCIMIENTOS BASICOS DE QUIMICA DE LOS ALUMNOS DE PRIMER INGRESO SEMESTRE 95-1 (Anexo núm. 1). Cabe señalar que en los resultados del examen diagnóstico de Química Orgánica aplicado a 291 alumnos de nuevo ingreso, 139 obtuvieron una calificación de 0.5 ya que se preguntó la fórmula del agua y fue la única respuesta con acierto.

Como resultado de esta foro de discusión realizado, se obtuvo una "Propuesta condensada del plan de estudios de la Licenciatura en Biología", presentada el 27 de enero de 1995 y aprobada internamente en la Facultad de Ciencia en abril de este año, con la pretensión de que entrara en vigor para el semestre 96-1, lo que no fue posible.

LAS CIENCIAS QUIMICAS EN EL CURRICULUM DE LA LICENCIATURA EN BIOLOGIA DE LA FACULTAD DE CIENCIAS, SEGUN EL NUEVO PLAN DE ESTUDIOS.

En la propuesta condensada del 27 de enero de 1995, el plan de estudios de Biología quedó estructurado de la siguiente manera:

I. Enseñanza formal escolarizada que consta de 27 asignaturas agrupadas en: básicas, fundamentales, aplicadas y humanísticas, y de 6 asignaturas optativas.

II. Enseñanza informal no escolarizada vinculada con la especialización a través de un taller.

El plan de estudios está conformado para ser cursado en 8 semestres, distribuyéndose los créditos como a continuación se detalla:

TOTAL DE CREDITOS DE LAS ASIGNATURAS	270
TOTAL DE CREDITOS DE LOS TALLERES	60
TOTAL DE CREDITOS DE LAS OPTATIVAS	60
TOTAL DE CREDITOS DE LA LICENCIATURA	390

Las asignaturas básicas, es decir, las del conocimiento y la cultura científicas, son: Física, Química, Química Orgánica, dos cursos de Matemáticas, Bioestadística y Ciencias de la Tierra.

Las materias de Química y Química Orgánica suman 20 créditos que corresponden al 7.4% del total de las asignaturas. Dentro del marco de las asignaturas básicas, que suman en total 70 créditos le corresponde a las Ciencias Químicas 28.57%, de donde se desprende la influencia que pueden tener este conjunto de disciplinas en la formación del alumno de la licenciatura en Biología de la Facultad de Ciencias toda vez que estará relacionado con esta área un tiempo considerable durante los dos primeros semestres de la carrera.

LA ENSEÑANZA DE LAS CIENCIAS QUIMICAS DENTRO DEL NUEVO PLAN DE ESTUDIOS

PERFIL DEL EGRESADO.

"El egresado de la licenciatura en Biología:

- Es concebido conforme a este proyecto como una persona cuyo bagaje intelectual incluye un espectro de conocimientos básicos desde el nivel molecular y celular, hasta visiones integrativas que le permitan comprender los procesos de cambio de la biósfera en el tiempo y en el espacio.
- Debe contar con los elementos mínimos que le permitan acercarse a los distintos campos de esta disciplina, así como el haber desarrollado la capacidad para incorporarse a equipos multi e interdisciplinarios que le permitan enfrentar y resolver problemas relacionados con su especialidad.
- Debe contar con los elementos académicos que le permitan, si así lo desea, continuar con estudios de posgrado y desen-

volverse en el ámbito de la investigación, o bien que le abran la posibilidad de incorporarse a la docencia o al aparato productivo.

- Debe tener una visión crítica no sólo de los conocimientos, teorías y metodologías de la Biología contemporánea, sino también del papel que desempeña profesionalmente y de su impacto en la sociedad contemporánea tanto nacional como internacional.
- Debe tener criterios tanto a nivel particular como general, y ser capaz de distinguir las distintas metodologías (teóricas, experimentales, de trabajo de campo o de administración) a las que aplica la Biología moderna, así como intentar desarrollar aquella(s) para las que sea más apto.
- Debe haber desarrollado su capacidad de abstracción, una visión integrativa, el manejo de instrumentos teóricos, experimentales y de campo indispensables en el área de su elección".

Los lineamientos generales antes mencionados, indican claramente que la metodología educativa necesaria para satisfacerlos deberá considerar al educando como partícipe activo en el proceso de enseñanza-aprendizaje y no como simple receptor de la información.

LA ENSEÑANZA EXPERIMENTAL

En el caso particular de la Química Orgánica en el plan de estudios de la licenciatura en Biología de la Facultad de Ciencias, podemos llevar el proceso de enseñanza-aprendizaje de acuerdo a los postulados del "perfil del egresado" a través de un modelo que pretenda un aprendizaje significativo, o sea que se desarrolle en los estudiantes el juicio crítico y la capacidad de usar sus propios procesos cognoscitivos para generar nuevas experiencias y cambios. Esto se logra colocando al alumno frente al caso y previa orientación de los elementos necesarios para su observación y análisis; se deja que sea el propio alumno quien extraiga la información del concepto central o contenido principal para el logro del aprendizaje. Por lo anterior vemos que el aprendizaje significativo de la Química Orgánica debe llevarse a través del experimento, adecuadamente planeado y hábilmente aprovechado por el profesor.

LA QUIMICA ORGANICA EN LA LICENCIATURA EN BIOLOGIA DE LA FACULTAD DE CIENCIAS.

Considerando:

1. Los cambios en el nuevo temario de Química Orgánica que enfatizan la necesidad de orientar su aplicación a sistemas biológicos.
2. La reducción de horas para su enseñanza, ya que sólo cuente con 6 horas a la semana para teoría y prácticas.

3. El nivel bajo, y en algunos casos nulo, de conocimientos de Química Orgánica que tienen los alumnos de nuevo ingreso.
4. La falta de habilidades manuales de los estudiantes ya que, en la mayoría de los casos, el laboratorio a nivel medio superior es muy deficiente.
5. La ausencia del gusto por la Química Orgánica, de la mayoría de los estudiantes de la carrera de Biología, aunado a cierta incapacidad por parte de los miembros de la academia de Química de la Facultad de Ciencias, para interesar a los alumnos en esta disciplina tan importante para su carrera.

Era preciso reestructurar las prácticas de Química Orgánica, con el fin de adecuarlas a las necesidades de los estudiantes de Biología al cursar el nuevo plan.

En el presente trabajo se presentan las prácticas propuestas para este nuevo plan, de las cuales se elaborará posteriormente un manual que sirva como instrumento de apoyo, ya que cada práctica contiene todos los elementos básicos de información para que, procesados por el alumno y con la orientación del profesor, produzcan el aprendizaje deseado.

ORGANIZACION DE LAS PRACTICAS

Las actividades experimentales tienen el siguiente diseño:

1.0 Datos de la práctica:

Título

Objetivo(s) de la práctica

2.0 Antecedentes de conocimiento

Datos esenciales de la teoría que apoyan y complementan el trabajo experimental.

3.0 Material y/o equipo

Listado de material y/o equipo necesario para efectuar el experimento, señalando (si es el caso) el material que deberá proporcionar el alumno.

4.0 Sustancias

Listado de sustancias necesarias para la experimentación, marcando la cantidad que se utilizará en el experimento.

5.0 Secuencia de operaciones que seguiré en la experimentación, enfatizando si se corre algún peligro para tomar las precauciones pertinentes; tratando que cada paso de la experimentación sea muy claro, para que el estudiante entienda que tiene que hacer.

6.0 Guía de Observaciones

En este rubro se hacen una serie de preguntas que serán contestadas por el alumno leyendo los antecedentes de conocimiento.

La recopilación de datos que se dirige de manera concreta en la guía, de lo que se va observando durante la experimentación.

7.0 Conclusiones

El estudiante planteará las posibles conclusiones y si se logra o no el objetivo de trabajo

8.0 Nuevos Conceptos

El alumno, como un proceso fundamental en la obtención de conocimientos, anotará si llega a comprender nuevos conceptos después de realizar su práctica.

La metodología que el educando deberá seguir para cumplir con su trabajo experimental será la siguiente:

1. Leer su práctica impresa y completar su marco teórico contestando las preguntas de la guía de observaciones, previamente a la realización del trabajo experimental.
2. Realizar el trabajo experimental.
3. Escribir los informes correspondientes al trabajo experimental (recopilación de datos)

Los experimentos están estructurados de manera que se puedan completar en tres horas, exceptuando la de "Caracterización de compuestos orgánicos por métodos químicos" la que requerirá de más tiempo.

Las prácticas inician con una actividad que es un ejercicio sobre medidas de seguridad, que puede ser resuelto en el aula o como actividad extraculase.

La evaluación del laboratorio queda a criterio del profesor, la calificación corresponde al 50% de la calificación final.

El programa de prácticas comprende: una actividad inicial, nueve actividades experimentales y una investigación de acuerdo al siguiente temario:

Actividad Inicial: SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Actividades Experimentales:

NUM. 1 CONOCIMIENTO Y MANEJO DEL MATERIAL DE LABORATORIO

NUM. 2 DESTILACION SIMPLE

NUM. 3 DESTILACION POR ARRASTRE DE VAPOR

NUM. 4 DESTILACION FRACCIONADA

NUM. 5 IDENTIFICACION DE UNA SUSTANCIA

NUM. 6 METODOS DE PURIFICACION

NUM. 7 CROMATOGRAFIA

NUM. 8 ALCALOIDES

NUM. 9 MACROMOLECULAS

La Investigación:

NUM. 10 CARACTERIZACION DE COMPUESTOS ORGANICOS POR METODOS QUIMICOS

CAPITULO II

**OBJETIVO (S) DE LA PRACTICA Y
ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO**

MEDIDAS DE SEGURIDAD

1.0 OBJETIVO DE LA ACTIVIDAD INICIAL

Respetar las disposiciones mencionadas para la prevención de accidentes en el laboratorio escolar.

I. INTRODUCCION

La actividad experimental constituye un aspecto de primordial importancia en la enseñanza de las ciencias. La realización de experimentos puede resultar muy útil, pero también peligroso, y el personal a cargo de un laboratorio debe asegurarse de que el trabajo se realice de tal manera que no se produzcan accidentes.

Muchas de nuestras actividades diarias son potencialmente peligrosas. Encender fuego, atravesar una calle, conducir un automóvil y hasta tomar un baño, pero no dejamos de hacer estas cosas por el peligro implícito, mas bien, aprendemos el riesgo que involucran dichas actividades para ser capaces de disfrutar de los beneficios de las mismas, evitando los peligros potenciales. Igual filosofía debe aplicarse en las clases de ciencias. El personal involucrado en una clase de laboratorio deberá aprender cuales son los peligros inherentes a cada actividad, y la forma de evitar lo imprevisto.

Los mayores peligros en un laboratorio escolar no son el fuego, las descargas eléctricas o el líquido corrosivo, sino el descuido y la falta de información. Ocasionalmente, se producen accidentes por una falla en el diseño; con frecuencia, por un guardado defectuoso y, en la mayoría de los casos, porque "un operador actúa antes de pensar".

Es necesario que se comprenda la importancia de tomar precauciones en el laboratorio para prevenir accidentes, en lugar de leer un manual de "que hacer en caso de accidentes", puesto que aquel alumno que toma precauciones, difícilmente tiene accidentes.

II. CLASIFICACION DE LOS TIPOS DE ACCIDENTES MAS FRECUENTES EN EL LABORATORIO ESCOLAR

Los accidentes mas frecuentes que se presentan en el laboratorio escolar, se pueden reunir en tres grupos:

- a) Quemadura { Fuego directo
 Sustancias químicas
- b) Cortadura
- c) Intoxicación { Ingestión
 Inhalación

III. MEDIDAS PREVENTIVAS

A continuación se resumen algunas precauciones para evitar accidentes.

a) Quemaduras y fuego

Tal vez el tipo mas común de accidente en el laboratorio es una quemadura.

En su mayoría puede evitarse si los alumnos tienen presente que: "un objeto sometido a la acción del calor, se calienta y permanece caliente durante cierto tiempo". Aunque obvia, esta advertencia por lo general no se tienen en cuenta, porque la mayoría de los objetos calientes no se distinguen a simple vista de los fríos, por su olor o su sonido. Solo el sentido del tacto suministra la prueba y, si el objeto está muy caliente, aún tocándolo con precaución puede producir una quemadura.

Otra sencilla recomendación relacionada con el fuego es: "No poner objetos susceptibles de arder, cerca de las llamas". Es necesario comprender que ropas, cabellos, papel, madera y muchas sustancias químicas comunes, arden con mucha facilidad. Los mecheros que no se usan deben apagarse.

Una precaución en lo referente a las lámparas de alcohol, es que dichas lámparas deberán estar en una superficie que no se caliente, para evitar que el alcohol pueda gasificarse en

el interior de la lámpara, transformándola de suave quemador en soplete muy caliente o explotar por la presión del alcohol en estado gaseoso.

b) Cortaduras y vidrio roto

Las cortaduras menores son un segundo tipo de accidente común. Se debe generalmente a tres causas:

1. Rotura de tubos
2. Caída de recipientes de vidrio
3. Explosión de un equipo generador de gas

Prácticamente todas las cortaduras producidas por tubos de vidrio pueden evitarse si éstos se envuelven en una toalla de papel antes de introducirlos a un tapón. Se puede lubricar el vidrio del tubo con glicerina o agua y tomarlo con la toalla girando al insertar el tapón.

Los extremos de todo tubo de vidrio deben alisarse en la llama, evitando se cierran por completo. Si esto accidentalmente ocurriera y el tubo formara parte de un sistema de suministro de gas, éste no podría pasar a través del mismo, pudiendo producirse una explosión. Es necesario verificar siempre los dispositivos generadores de gases para asegurarse de que no existen obstrucciones. Cuando el gas generado es oxígeno o hidrógeno, dicha precaución debe extremarse, porque las posibilidades

de una explosión accidental son mayores. Para la obtención de dichos gases no se recomienda los procedimientos que requieran el empleo del calor.

Es claro que el riesgo de cortaduras debido a la caída de objetos de vidrio se reducirá mucho, si los recipientes de vidrio se dejan en lugares o estantes donde exista poco peligro de derribarlos accidentalmente. Esto es indispensable en caso de grandes existencias de botallas de ácidos, gases o líquidos inflamables.

Cuando se rompa un vidrio debe ser arrojado a un recipiente que tenga una marca o etiqueta especial y no a basureros normales. Hay que tener consideración con el personal encargado de la limpieza.

c) Calentamiento de sustancias en tubos de ensayo

Al calentar sustancias en tubos de ensayo, deben usar pinzas y moverse el tubo de un lado a otro a través de la llama, y la boca del tubo debe ser orientada alejándola de las personas que estén cerca y de uno mismo.

Los tubos de ensayo nunca deben ser llenados en más de 1/3 a 1/2 de su capacidad, como precaución contra ebulliciones y rebosaduras. Cuando se transfieran materiales de un recipiente a otro, manténgase los recipientes a una distancia prudente.

d) Olfateo y paladeo

La nariz es un órgano delicado que merece protección. Hay que tener cuidado cuando se huelan productos químicos. La técnica correcta es abanicar el gas hacia la nariz y olfatear cautelosamente. Si no se percibe olor, se puede acercarse más y hacer un nuevo intento.

La mejor regla para el paladeo es: NO LO HAGA. Sólo deben ser colocadas en la boca las sustancias que se sabe son absolutamente inofensivas (como sal pura de mesa o el azúcar). Algunos productos químicos son tan tóxicos que una fracción de gramo puede ser mortal.

e) Productos químicos peligrosos

Cualquier sustancia química es potencialmente peligrosa y debe ser tratada como tal (ver Apéndice I).

f) Hábitos recomendables

A continuación se enumeran algunas advertencias y prácticas que deben observarse habitualmente.

1. El uso de la bata es indispensable.
2. Usar anteojos protectores, siempre que exista peligro de que sustancias calientes o cáusticas salpiquen los ojos.

3. Leer siempre dos veces y atentamente las etiquetas de los frascos de reactivos químicos.
4. Los tubos de ensayo o parte del equipo susceptible de expeler gases o líquidos, deben apuntar en dirección opuesta a todas las personas presentes.
5. Antes de usarlos, verificar siempre que los accesorios de vidrio no tengan rajaduras.
6. Los implementos de vidrio de todo tipo deben colocarse en la parte posterior de los anaqueles para protegerlos de roturas. Las botellas de vidrio deben depositarse en el suelo.
7. Toda herida aún insignificante, debe ser sometida de inmediato a una primera atención, y a la atención médica.
8. Cuando se diluyan ácidos, éstos deben agregarse lentamente al agua y no a la inversa.
9. En el laboratorio y zona de almacenamiento el ORDEN y la LIMPIEZA son imperativos. Los vidrios rotos o residuos de metales o sustancias químicas que no se usen, deben guardarse en recipientes apropiados. Cuando una sustancia se vierte por el desagüe es necesario hacer correr agua abundante, previa verificación de su peligrosidad (consultar Apéndice 1).
10. Las sustancias que se estén usando, deben estar en recipientes apropiados y etiquetados.

2.0 SECUENCIA DE OPERACIONES

1. Lea cuidadosamente las disposiciones necesarias para la prevención de accidentes en el laboratorio escolar.

2. Resuelva la guía de observaciones.

3.0 GUIA DE OBSERVACIONES (resuelva en hoja aparte)

1. Describa dos precauciones para evitar accidentes por quemaduras.

2. ¿Cuál es la precaución en lo referente a las lámparas de alcohol?

3. ¿Cómo evitar las cortaduras producidas por tubo de vidrio?

4. ¿Cuáles son las recomendaciones para calentar sustancias en tubos de ensayos?

5. ¿Cuáles son las recomendaciones en lo referente al olfateo y el paladeo en el laboratorio?

6. Enumere las advertencias y prácticas de observancia habitual.

4.0 CONCLUSIONES

Explique con sus propias palabras, si se cumple el objetivo planteado, justificando su respuesta.

Nombre del alumno

Firma del Profesor

Calificación

Observaciones del profesor

CONOCIMIENTO Y MANEJO DEL MATERIAL DE LABORATORIO

1.0 OBJETIVOS DE LA PRACTICA

1. Conocer el manejo de los instrumentos y aparatos empleados en el laboratorio de Química Orgánica.
2. Comprender la importancia del uso correcto del material de vidrio y los cuidados que requiere para su conservación.
3. Utilizar diferentes medidas para la investigación de los cambios que presenta un material biológico.

2. ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO

Material de Vidrio

El uso de vidrio en los diferentes instrumentos que se utilizan en el laboratorio de Química orgánica es muy frecuente. La utilidad del vidrio se debe a sus diferentes características físicas y químicas que no presenta ningún otro material; por ejemplo, si no se fabricara vidrio, las lámparas de luz eléctrica no existirían. Tiene propiedades de transparencia, de resistencia a altas temperaturas y a efectos mecánicos. Es fácil de sellarse con los metales y además es barato. La precisión óptica en la manufacture de lentes para microscopios, telescopios, cámaras fotográficas y en general de todo tipo de lentes, requiere del vidrio.

El vidrio es un material duro y quebradizo, con estructura amorfa sin punto de fusión definido. No es propiamente un sólido, mas bien es una solución líquida extraordinariamente viscosa o sobreenfriada (ejemplo: la viscosidad del agua, a 0° C, es de 0.01793 poises; en la glicerina, a 20° C es de 8.30 poises; el vidrio, a 575° C es de 11×10^{12} poises).

El vidrio no es un compuesto sino una mezcla, cuya composición puede ser muy variada: se utilizan mas de 50 fórmulas para producir vidrios de características muy diversas.

La mezcla de la cual se hace el vidrio contiene fundamentalmente: sílice (arena); óxido de calcio (CaO); óxido de sodio -- (Na_2O) y, en ocasiones, hidróxido de potasio (KOH); óxido de plomo (PbO), boro y otros elementos. El principal factor que interviene a la formación de vidrio es el cuarzo, la forma mas común de la sílice. La resistencia química del vidrio aumenta con mayor contenido en óxido de aluminio (Al_2O_3), a expensas de la de la sílice. Los vidrios ricos en sodio y potasio son ligeramente atacados por el agua de ebullición, con formación de hidróxidos por absorción de parte de los oxhidrilos del agua, de átomos de sodio y potasio de las paredes del vidrio.

Entre los principales tipos de vidrio se encuentran:

Vidrio de Sílice. Al vidrio que se encuentra compuesto única-

mente por sílice, se le llama sílice fundido o vidrio de sílice, el cual es el vidrio mas sencillo, química y físicamente. Es resistente a la deformación a temperaturas de 1000° C, así como al rompimiento por el cambio rápido de temperatura. Es excelente transmisor tanto de la radiación visible como de la ultravioleta por su alta resistencia eléctrica en volumen y superficie; sin embargo, es difícil fundirlo y, por lo tanto, su manipulación para fabricar materiales, además de su alto costo, lo ha restringido a productos especiales, tales como: instrumentos de laboratorio, lámparas de mercurio y componentes ópticos que operan a altas temperaturas.

Vidrio de carbonato de calcio. Es el vidrio ordinario, que usa como materias primas cuarzo (arena o rocas areniscas cuarzosas), carbonato de sodio (Na_2CO_3) o sulfato de sodio (Na_2SO_4); - y, también, carbonato de potasio (K_2CO_3); carbonato de calcio (CaCO_3); desperdicios de vidrio; y sustancias que, si es el caso, le comuniquen adecuado color; u otras para decolorarlo. Cuando los principales productos son óxido de sodio, óxido de calcio y dióxidos de silicio, los vidrios resultantes se llamen sodalime o simplemente vidrios cálcicos, aunque contengan otros materiales.

Vidrio de plomo. El vidrio de plomo se prepara fundiendo el óxido de plomo (PbO) con sílice, un álcali ((sosa (NaOH), o potasa (KOH)) y vestigios de otros óxidos. Estos silicatos de álcali plomo son mas costosos que el vidrio ordinario, pero

es fácil fundirlos y fabricarlos. Permiten altas concentraciones de plomo como óxido y un bajo contenido de álcalis sin dificultad para su fundición. El elevado contenido de óxido de plomo le da un alto índice de refracción y dispersión, propiedades requeridas para ciertas aplicaciones ópticas. Estas características dan a este tipo de vidrio lustre y brillantez, necesarios en los finos objetos de arte vítreo. La mayoría de los cristales cortados son vidrios de plomo.

Vidrio de borosilicato. Los vidrios con un elevado contenido de SiO_2 y bajo en álcali, y con apreciables cantidades de óxido bórico (B_2O_3), se llaman vidrios de borosilicato. El óxido bórico (que es el agente fundidor de la sílice) actúa hasta que se aumenta excesivamente la temperatura.

La compañía norteamericana Corning Glass Works introdujo en 1915 el primer grupo de borosilicatos, bajo la marca Pyrex, con gran resistencia al rompimiento por el calor, que es de dos a cinco veces mayor que la de los vidrios de plomo y calcio comunes. Además son muy superiores en duración química a otros vidrios.

El vidrio comercial no es el único representativo del estado vítreo. Algunos elementos y compuestos pueden transformarse a tal estado: el selenio, el trióxido de arsénico y el óxido bórico por ejemplo.

LIMPIEZA DE MATERIAL DE VIDRIO. La limpieza del vidrio puede determinarse por la uniformidad con que el agua moje la superficie de dicho material. Cuando el vidrio se encuentra sucio, especialmente de grasa, ésta impide que las paredes se mojen uniformemente debido a cambios en la tensión superficial.

Los procedimientos a seguir son los siguientes:

- a) Elimine por métodos mecánicos la mayor cantidad posible de residuos, vertiéndolos en un colector especial para desperdicios, previa reflexión o preguntar al profesor la posible reactividad con sustancias presentes.
- b) Lave sus recipientes tan pronto estén desocupados para evitar que los residuos se sequen y se adhieran fuertemente.
- c) "Lave en la forma más simple y fácil posible". Empiece usando agua, si es posible caliente, enjuague de 3 a 5 veces con agua y, finalmente, lave por dentro y fuera con agua destilada.
- d) Si el agua no lave el material, utilice jabón o detergente en baja concentración, generalmente de 2 a 4%.
- e) Si el material esté sucio por materiales resinosos, añada pequeñas cantidades de acetona comercial para facilitar la disolución y para que el material se afloje, añada pequeñas cantidades de agua para facilitar la limpieza.

- f) Si quedan residuos de carbón o el contaminante proviene de alguna reacción orgánica, antes se usaba la "mezcla crómica" que se preparaba añadiendo a 5 ml de ácido sulfúrico concentrado 1 g de dicromato de potasio, se calentaba el recipiente a limpiar con la mezcla crómica y los resultados eran muy satisfactorios. Esta práctica entró en desuso hace aproximadamente cuatro años, en cuanto se comprobó que el cromo y sus compuestos son sustancias carcinogénicas, por lo que actualmente se recomienda dejar el material de vidrio a limpiar sumergido en acetona en un recipiente cerrado de uno a tres días para ablandecer los residuos adheridos y posteriormente lavar con agua y solución de jabón al 2%. Cuando la acetona está agotada (cambia de color) se recomienda recuperarla por destilación y volver a utilizar.
- g) En sustitución de la mezcla crómica antes se empleaba una mezcla sulfonítrica, que se preparaba añadiendo 5 volúmenes de ácido sulfúrico a 1 volumen de ácido nítrico, esta práctica también entró en desuso en muchas partes, por ser una mezcla muy cáustica.
- h) Los restos de cal, residuos alcalinos, dióxido de manganeso, óxido de hierro y residuos análogos se separaban fácilmente con un poco de ácido clorhídrico comercial. Se puede recuperar y volverlo a usar hasta agotarlo (color amarillo).

Precauciones:

1. Las soluciones alcalinas atacan al vidrio, por lo tanto se recomienda no dejar el material de vidrio mucho tiempo en soluciones de detergentes, ni emplear soluciones muy concentradas.
2. No aplique calor directo al material de vidrio si está vacío, esto provoca daños que afectan su resistencia.
3. Procure no emplear abrasivos en la limpieza del material.

PRINCIPALES INSTRUMENTOS DE VIDRIO Y SU CORRECTO EMPLEO EN EL LABORATORIO

Material volumétrico de vidrio

Para la determinación de volúmenes en forma precisa se dispone en el laboratorio de distintos instrumentos los cuales se calibran según el uso que se destinen.

Pipetas

Este instrumento se utiliza para dosificar pequeñas cantidades de líquido. Se tienen dos tipos principales: las pipetas volumétricas y las graduadas.

Las primeras se encuentran calibradas para entregar un volumen medido constante, tienen una sola marca de referencia que señala el volumen.



Pipeta volumétrica (se encuentran en el comercio pipetas con capacidad para 0,5, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 75, 100 y 200 mL)

Marca de altura

Las pipetas graduadas permiten la dosificación progresiva de volúmenes conocidos a través de una escala marcada en el instrumento.



Pipeta lineal, tipo Mohr (son capacidad para 0,1, 0,2, 1, 2, 5, 10 y 25 mL)

Capacidad total (en mL) que puede medirse con esta pipeta

Volumen (en mL) que existe entre cada marca pequeña

Pipeta serológica (calibrada hasta la punta) se dispone de gran variedad de tamaños y formas



Método para llenar y vaciar

Los resultados obtenidos no dependen tan solo de la exactitud de la calibración del instrumento, sino también del método utilizado durante su empleo. Al respecto cabe señalar que existen dos tipos de calibración: calibración para "contener" y calibración para "entregar".

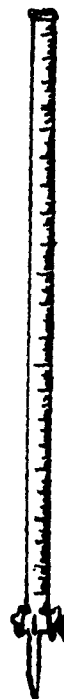
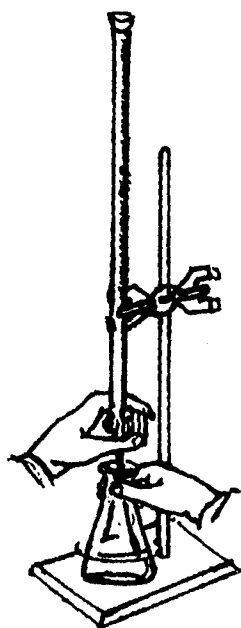
En el último caso la pipeta puede estar calibrada de manera

que en "entrega libre", o sea dejando caer el líquido. Generalmente este tipo de instrumentos tienen en la parte superior alguna marca que los identifique para este efecto.



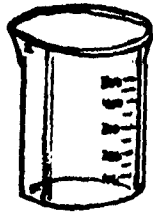
Buretas

Son instrumentos destinados a dosificar con exactitud cantidades variables de un líquido, las cuales se controlan por medio de una llave colocada en la parte inferior.



Vasos graduados

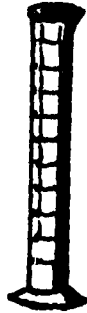
Generalmente este tipo de recipientes está destinado a "contener" líquidos y su escala está calibrada para este fin, por lo que el trasvase de su contenido no "entrega" el volumen exacto.



Vaso de precipitados graduado

Probetas

Las probetas están graduadas, en este caso la calibración es siempre para entrega



Probeta graduada

Matraces aforados

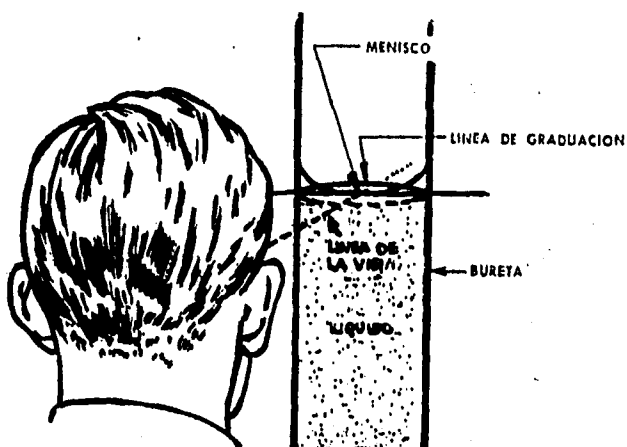
Estos recipientes están específicamente destinados para "contener" un volumen exacto de un líquido y su principal aplicación se encuentra en la preparación de "soluciones valoradas" para el análisis cuantitativo.



Matraz volumétrico

Técnica de lectura

Los líquidos contenidos en un recipiente forman dos tipos de "menisco" según se trate de líquidos "humedecedores" o líquidos "no humedecedores". En ambos casos debe procurarse hacer la lectura evitando el llamado error de "paralaje" que se debe a una posición indebida de la "línea de la vista" y debe tomarse como lo indica la línea de graduación correspondiente.



Otros factores que afectan la exactitud

El principal factor de error en una medición volumétrica puede ser la temperatura, pues se debe considerar el "coeficiente de dilatación" tanto del líquido medido como del vidrio del recipiente, si es que la medición no se realiza a la temperatura a la que el instrumento de medición fue calibrado y que siempre se encuentra señalada con un número. La presión afecta en proporción mínima, sin embargo debe considerarse que por cada 10 mm de variación de presión con respecto a la presión normal de 760 mm de Hg, el error es de 0.014 mL/L

La humedad relativa también afecta la exactitud, sin embargo su influencia entra sólo en el orden de 0.001 mL/L

Técnicas de llenado y trasvase

Para usar la pipeta, se introduce al extremo inferior en el líquido y se aspira con la boca sólo en el caso de que sea agua, de no ser así, deberán usarse propipetas.

Al llegar el líquido un poco arriba de la marca deseada, se tapa con el dedo índice al extremo superior, manteniendo de esta manera al líquido dentro de ella. El vaciado de la pipeta se hace levantando al dedo del extremo superior de la pipeta es conveniente en el vaciado apoyar el extremo inferior de la pipeta contra las paredes del recipiente al cual se trasvase al líquido de manera que éste resbale sobre la pared y se evite pérdida por salpicaduras.

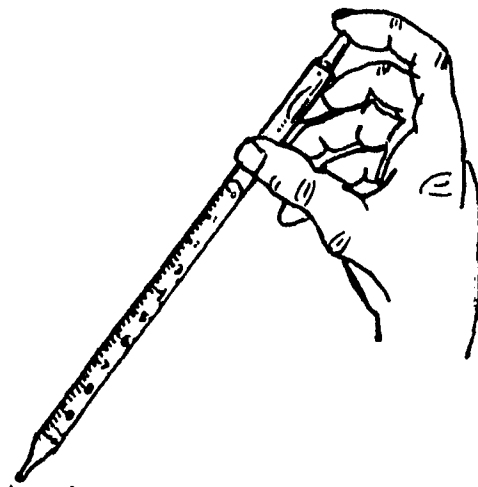
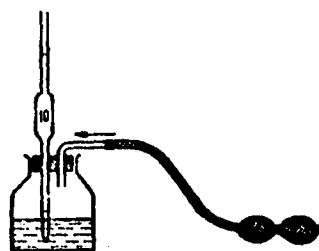


Fig. 12/. Empleo de la pipeta para medir el volumen de una solución.



-- Manera de llenar pipetas

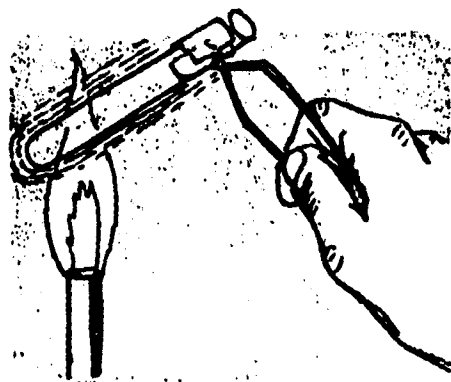
En el caso de matraces aforados la única precaución que se recomienda el cuidado en el aforo, pues de éste depende la exactitud en la medición.

En el uso de las buretas, debe cuidarse que su colocación en

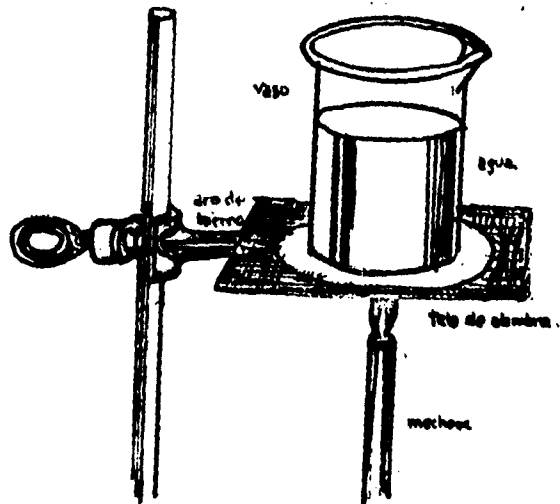
el soporte correspondiente sea perfectamente vertical, y el manejo de la llave se recomienda se haga con la mano derecha con los dedos pulgar, índice y medio cuidando siempre de escurrir en la pared del recipiente, la última gota dosificada y que normalmente quede en la punta de la bureta (ver figura anterior).

A continuación se encontrará algunas técnicas relacionadas con el manejo de líquidos en el laboratorio.

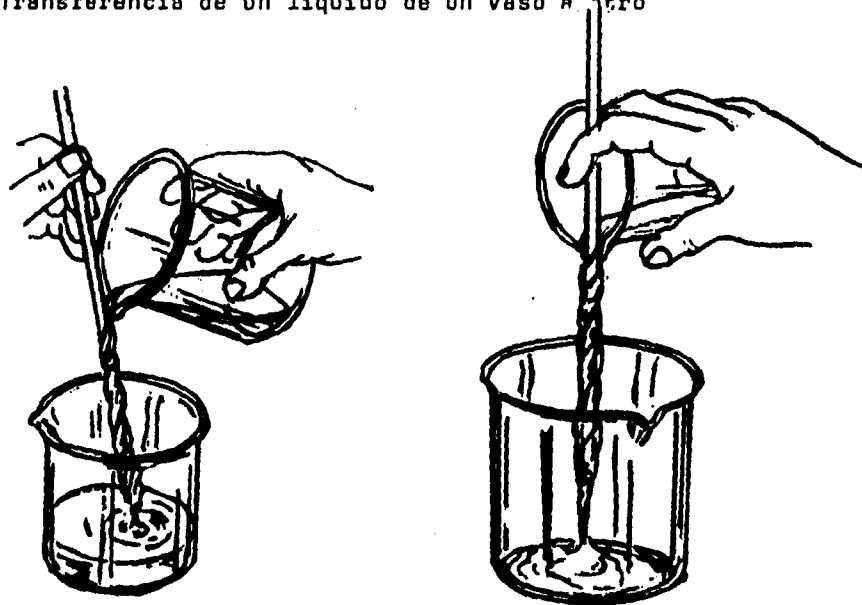
a) Calentar un líquido contenido en un tubo de ensayo



b) Calentamiento de un líquido en un vaso de precipitados



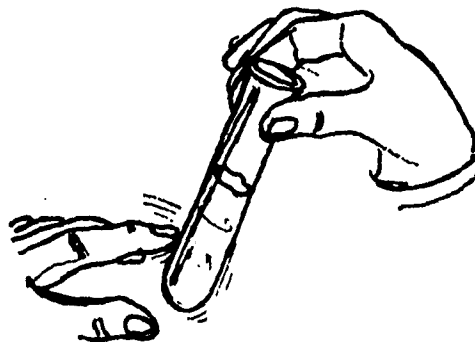
c) Transferencia de un líquido de un vaso a otro



d) Mezclado de líquidos en un matraz



e) Mezclado de líquidos en tubo de ensayo



MEDICIONES GRAVIMETRICAS

La balanza granataria tiene triple brazo que tiene las pesas de diferente denominación, está diseñada para pesar objetos con una aproximación hasta de 0.01 de gramo.

- a) Se coloca el objeto que se desea pesar en un recipiente adecuado, que a su vez tiene que haber sido pesado previamente.
- b) Colocar el recipiente sobre el platillo de la balanza y equilibrar el fiel corriendo las pesas en forma adecuada sobre las tres escalas calibradas.
- c) Cuando la balanza esté en equilibrio, el fiel (puede ser aguja o puntero), oscila por igual de arriba a abajo o de derecha a izquierda del cero.
- d) Leer en la escala el peso resultante. El peso del objeto se calcula por diferencia entre el peso del recipiente previamente determinado y el obtenido ahora.

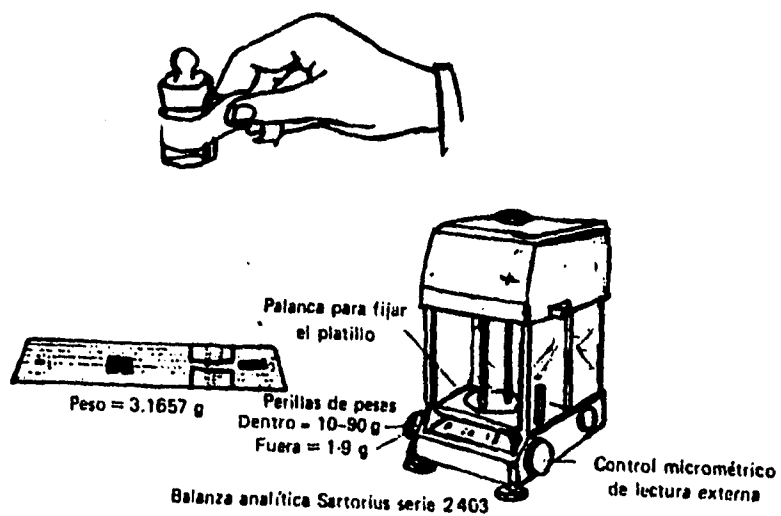
La balanza analítica tiene una combinación de sistemas: mecánico y electrónico, que sirven para pesar hasta 0.0001 de gramo y se puede pesar un máximo de 199.999 gramos.

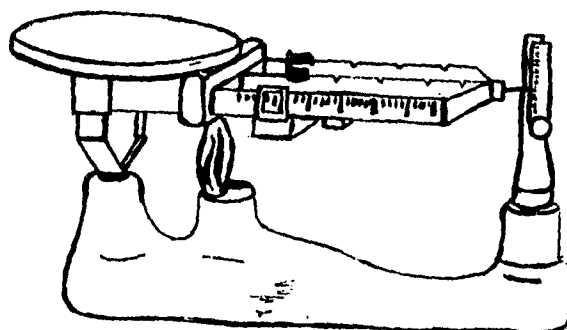
- a) El platillo debe mantenerse limpio de polvo, que se puede quitar con el cepillo que incluye cada balanza.

- b) El platillo no se deberá tocar nunca con las manos ni se pesará jamás una sustancia química directamente sobre él.

El profesor proporcionará los frascos o recipientes (pese filtro) para el producto que se ha de pesar.

- c) Igualmente no se tocarán nunca los frascos con las manos, sino que se manejarán con pinzas o con una tira de papel puesta a su alrededor. Cuando se pesa, la ventanilla de vidrio deberá permanecer cerrada, para impedir corrientes de aire, ya que podrían perturbar el buen funcionamiento.

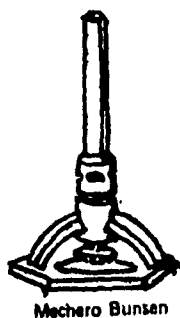




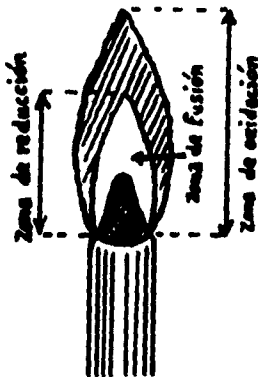
Balanza con plataforma

USO DE TEMPERATURAS ALTAS

En el laboratorio uno de los instrumentos mas usados para lograr temperaturas altas es el mechero de Bunsen. Se verá un breve estudio de la flama de este mechero:



Mechero Bunsen



Cono medio: Es brillante por la incandescencia de las partículas de carbón que aún no entran en combustión (cono de reducción).

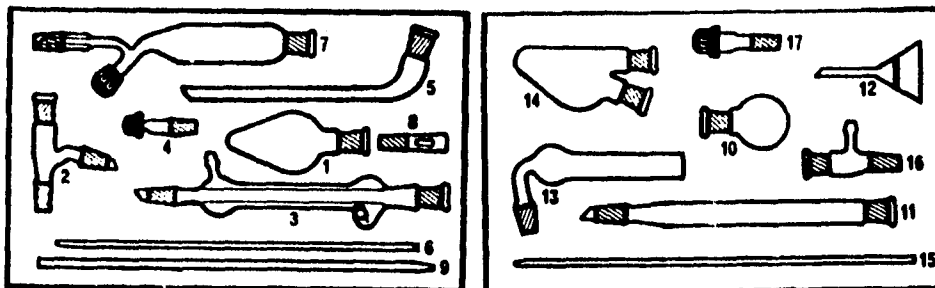
Cono externo: Menos luminoso que el medio, y en él, por la cercanía del aire del ambiente, la combustión ha sido completa (como de oxidación). Identifique en la flama de su mechero los conos que se señalan.

Los conos de reducción y de oxidación se llaman así porque el carbón a alta temperatura en el cono de reducción es un reductor y el oxígeno caliente en el cono de

oxidación es un buen oxidante.

La parte más ancha de la flama es la más caliente y alcanza una temperatura cercana a 2000°C.

El equipo QUICKFIT consta de 14 a 17 piezas según el modelo, es de vidrio de sílice y todas sus uniones son esmeriladas, está distribuido en 2 cajas de cartón de la siguiente manera:

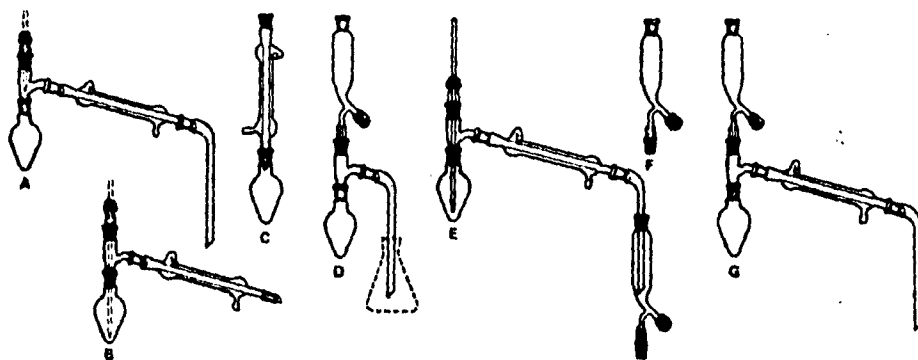


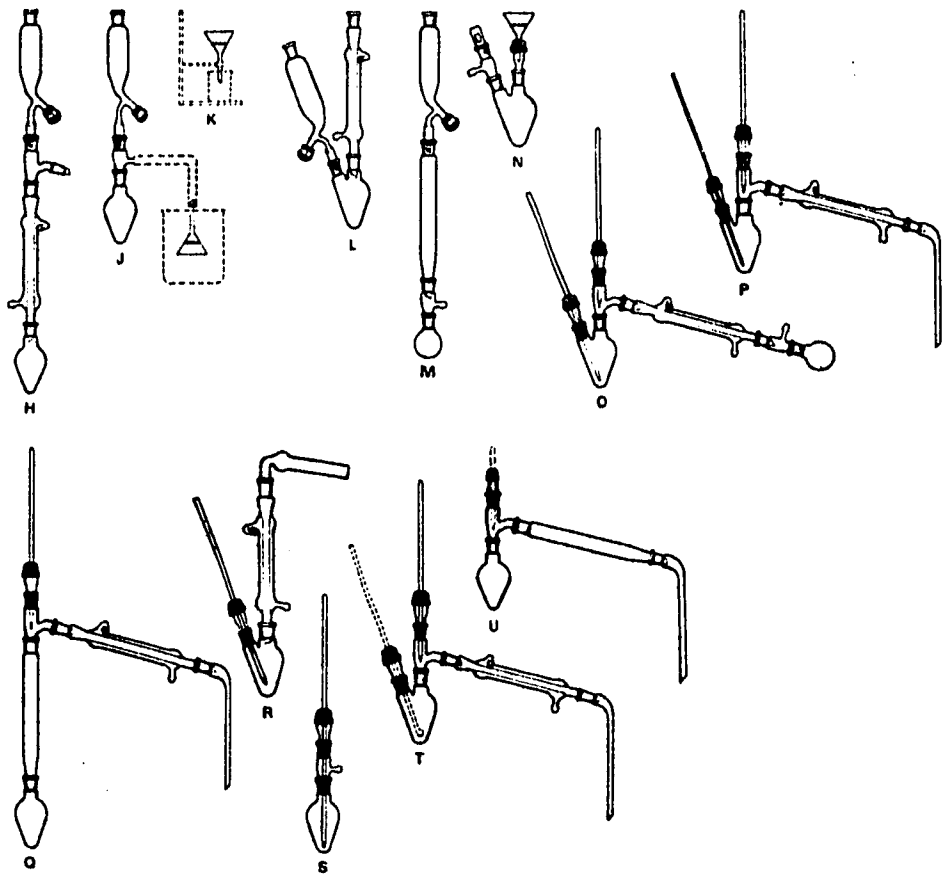
1. Matraz pera de una boca
2. Adaptador
3. Refrigerante de agua o condensador de Liebig
4. Adaptador con tapa de tornillo
5. Recibidor o alargadera
6. Termómetro
7. Embudo de separación
8. Tapón
9. Tubo de entrada de vapor
10. Matraz de bola
11. Condensador de aire
12. Embudo
13. Tubo de secado
14. Matraz pera de dos bocas
15. Tubo con entrada de vapor
16. Adaptador con conexión "T"
17. Adaptador con tapa de tornillo

Las piezas se pueden ensamblar de muchas maneras según la técnica lo requiera. A continuación se muestran esquemas de algunas posibilidades y usos.

- A Destilación simple
- B, E y P Destilación con vapor
- C Reflujo
- D y J Generador de gas

- F Separación
- G Destilación con adición
- H y L Reflujo con adición
- K Filtración
- M Elución Cromatográfica
- N Filtración al vacío
- O Destilación con vacío
- Q Destilación fraccionada
- R Reacción con entrada de gas
- S Absorción de gas
- T Destilación con tubo de seguridad
- U Destilación con condensador de aire





DESTILACION SIMPLE

1.0 OBJETIVO DE LA PRACTICA

Reconocer la importancia de la destilación simple como medio de separación de esencia de trementina y residuo colofonia.

2.0 ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO

Destilación. Se llama destilación a la separación de los componentes de una mezcla de líquidos, basándose en la diferencia de los puntos de ebullición de cada uno, al aplicar energía calorífica.

Existen los siguientes tipos de destilación:

Simple, a presión reducida o al vacío, por adición de vapor o arrastre en corriente de vapor y fraccionada.

La importancia del conocimiento de los métodos de destilación es que representan aún a la fecha, la única forma práctica de separar y purificar volúmenes grandes de líquidos. Estos métodos se emplean por igual para volúmenes pequeños en el laboratorio, que en algunas instalaciones industriales como las plantas y refinerías de petróleo, la industria farmacéutica, textil, alimenticia, etc., así como en los laboratorios de investigación.

La separación de un líquido volátil de una sustancia no volátil o, en ciertas circunstancias, de otro líquido de diferente punto de ebullición, se consigue por destilación simple. Una de las aplicaciones más frecuentes de este método es para separar un disolvente de las impurezas o contaminantes.

El líquido volátil se evapora en un hervidor, calentando exteriormente con un mechero, con vapor o con una manta eléctrica, (la elección depende del punto de ebullición y de la inflamabilidad de la sustancia). El vapor pasa por un condensador, en algunos casos antes del condensador hay un pulverizador o una columna u otro sistema. El condensador puede ser de aire, o enfriado por agua, y se descarga el condensado directamente o a través de un adaptador, al receptor. Reducir la presión a temperatura constante es una forma de efectuar una destilación, pero es más frecuente destilar a presión constante elevando la temperatura a lo que se le llama Destilación Simple.

Principios Generales de la Destilación:

En el proceso de la destilación intervienen dos fenómenos: Evaporación y Condensación.

La evaporación es el paso de una sustancia del estado líquido al estado gaseoso (vapor). La condensación es el paso, del estado gaseoso de una sustancia al estado líquido.

La evaporación está relacionada inseparablemente con el aumento de la energía interna de la sustancia, mientras que la condensa-

ción, se relaciona con la disminución de dicha energía: por consiguiente, la vaporización y la condensación pueden efectuarse a condición de permitir un intercambio de energía entre la sustancia y el medio ambiente, por lo que es importante considerar los siguientes conceptos:

Calor latente: es la cantidad de energía necesaria para provocar un cambio de estado a una unidad de masa, si permanece la temperatura constante. Se subdivide en calor latente de: fusión, de solidificación, de evaporación y de condensación.

Presión de vapor: Es la presión que ejercen las moléculas que se desprenden del seno de un líquido.

Punto de ebullición (P.e): Temperatura a la cual la presión de vapor de un líquido es exactamente igual a la presión atmosférica (760 mm Hg), es decir; temperatura de ebullición a una atmósfera de presión.

Fracción molar: En una solución (solute en un solvente), la fracción molar del solvente, X, es la proporción de los moles del solvente entre el total de moles (del soluto mas el solvente) que estén presentes en la solución:

$$X = \frac{\text{moles del solvente}}{\text{moles de soluto} + \text{moles de solvente}}$$

Ley de Raoult: En una solución binaria ideal, las presiones de vapor de los componentes se relacionan con la concentración de partículas del soluto en el solvente por la Ley de Raoult.

$$P_a = X_a P_a^0$$

$$P_b = X_b P_b^0$$

Donde

P_a^0 = presión de vapor de a puro

P_b^0 = presión de vapor de b puro

X_a = Fracción molar de a X_b = Fracción molar de b

La presión de vapor del disolvente se reduce en una cantidad que es proporcional a la fracción molar del soluto no volátil presente.

Ejemplo: El heptano (C_7H_{16}) y el octano (C_8H_{18}) formen soluciones ideales. ¿Cuál es la presión de vapor a $40^\circ C$ de una solución que contiene 3 moles de heptano y 5 moles de octano? A $40^\circ C$, la presión de vapor del heptano es 0.121 atm y la presión de vapor del octano es 0.041 atm.

El número total de moles es 8. Por lo tanto,

$$X_{\text{heptano}} = \frac{3 \text{ moles}}{8 \text{ moles}} = 0.375$$

$$X_{\text{octano}} = \frac{5 \text{ moles}}{8 \text{ moles}} = 0.625$$

La presión de vapor es:

$$P_{\text{total}} = X_{\text{heptano}} P_{\text{heptano}}^0 + X_{\text{octano}} P_{\text{octano}}^0$$

$$= 0.375(0.121 \text{ atm}) + 0.625(0.041 \text{ atm})$$

$$= 0.045375 + 0.025625 \text{ atm}$$

$$= 0.071 \text{ atm}$$

El descenso de la presión de vapor en las soluciones de solutos

no volátiles afecta los puntos de ebullición y de congelación de estas soluciones.

REGLAS EMPIRICAS IMPORTANTES

- 1) Para que la destilación simple sea eficaz, los puntos de ebullición (p.e.) de los componentes deben diferir un mínimo de 80° C.

En la práctica esto significa que la destilación simple se debe utilizar únicamente para separar una sustancia volátil y bastante pura, de impurezas que tengan un p.e. elevado. (Por ejemplo, para separar un disolvente de impurezas inorgánicas o agentes secantes, o los productos de una reacción de los subproductos poliméricos, etc.). También puede utilizarse para separar todo el disolvente de ciertos productos de la reacción que se encuentren en estado líquido.

- 2) Cuando se tiene una mezcla desconocida que sea térmicamente estable, primero debe destilarse a presión atmosférica (destilación simple). El calentamiento no debe rebasar los 180° C, aún cuando el material no destilable permanezca en el matraz.

A continuación, se deja enfriar el matraz de destilación, se retiran las fracciones colectadas y se continúa la destilación a presión reducida. El material con p.e. alto debe destilarse utilizando una bomba de vacío de aproximadamente 0.1 torr.

((1 atm = 760 Torr (exactamente) = 760 mm Hg (aproximadamente)).
Debe de quedar claro, que los componentes que son sensibles al calor, solamente deba destilarse a presión reducida.

- 3) Como el enfriamiento en un aparato destilador se efectúa mediante el paso de agua fría a través del condensador. Si el destilado se solidifica en el condensador, usar agua tibia (baño de agua con una bomba de circulación), o cambiarlo por un condensador con enfriamiento de aire.

El que la destilación sea de uso cotidiano no quiere decir que cualquier mezcla de líquidos en cualquier proporción que se encuentre puede ser separada, ya que hay casos en que se forma un AZEOTROPO, o sea, en el que el vapor que está en equilibrio con un líquido dado tenga exactamente la misma composición que éste. Por ejemplo, si tenemos una mezcla de dos líquidos en el que sea A mas volátil que B; al iniciar el calentamiento y llegar a la temperatura de ebullición de A, empieza a evaporar, a medida que progresa la evaporación la composición del líquido remanente varía pues empieza a evaporar B aunque aún no destila y llega el momento que el líquido y el vapor tienen la misma composición, y entonces la evaporación tiene lugar sin cambio de composición: la mezcla forma un azeótropo (del griego: "ebullición sin cambio"). Una vez alcanzada la composición azeotrópica, la destilación no puede separar los dos líquidos, ya que el condensado retiene la composición del líquido que está en el matraz de destilación. Un ejemplo de la forma-

ción de ezeótropos es la mezcla HCl/H₂O, que es azeotrópica a una composición del 80% en masa de agua y ebulle sin alterarse a 108.6° C, o bien, al destilar una solución de etanol/agua, llega un momento en que se obtiene una mezcla azeotrópica constituida por un 95% de etanol y 4.5% de agua (en peso) que ebulle como si fuera un sólo compuesto a 78.5° C. Las mezclas cloroformo/acetona, ácido nítrico/agua y dioxano/agua son ejemplos de mezclas azeotrópicas.

Trementina de pino

Es la oleoresina (mezcla de resinas con aceites volátiles) sólida que se obtiene del *Pinus palustris* Miller y de otras especies de *Pinus*, familia de las Pináceas. El rendimiento depende del tratamiento que se le dé a los árboles, se prefieren los grandes cuyos troncos sean de 45 a 50 cm. de diámetro, aunque también se usan los pequeños, los cuales bien explotados pueden producir esta resina durante 15 a 20 años.

La oleoresina se secreta en conductos especiales que se hallan de inmediato por abajo del cambium. En primavera se descortezan el árbol, después se rocía la superficie lesionada con solución de ácido sulfúrico al 50%, éste colapsa las finas paredes de las células parenquimáticas que revisten los conductos de resina, lo cual dilata los canales conductores, provocando un flujo más rápido de la oleoresina, y reduce la posibilidad de que el endurecimiento de la oleoresina bloquee la salida. A medida que fluye la oleoresina se colecta en un recipiente. La época

de recolección de la trementina, dura unas 32 semanas. El producto recogido durante el primer año es de mejor calidad, conocido como "trementina virgen" y al destilarla se obtienen de 15 el 30% de aceite volátil (esencia de trementina) mientras que el producto del segundo o tercer año no producen más del 10% de esencia.

La trementina se presenta en mesas amarillentas, opacas, más claras por dentro, adherentes en caliente y quebradizas en frío. De olor y sabor característico y muy soluble en alcohol, éter, cloroformo y ácido acético glacial.

El residuo filtrado en caliente después de la destilación de la trementina constituye la "colofonia".

Esencia de trementina o aguarrás

La esencia de trementina es un líquido incoloro, de olor y sabor característico, que se hace más penetrante y desagradable cuando se envejece o se expone al aire. Contiene casi exclusivamente PINENO. Es irritante local, se usa como revulsivo y antiséptico débil. En la industria se emplea para preparar insecticidas, disolventes de ceras, lustre para zapatos y muebles y en la producción de alcanfor sintético.

Colofonie

La colofonia varía en el color según sus grados comerciales, de color ámbar claro, la más fina "blanca pura", al casi negro (muy sucia). La colofonia es soluble en alcohol, éter, benceno,

sulfuro de carbono, ácido acético, aceites fijos y volátiles y en solución de hidróxido de sodio o de potasio. Se emplea en medicina veterinaria como diurético, en la elaboración de barnices y pinturas, tintas para imprenta, jabones, lacres, cera para pisos y muchos otros productos.

DESTILACION POR ARRASTRE DE VAPOR

1.0 OBJETIVO DE LA PRACTICA

Realizar la extracción de aceite volátil de un vegetal, por medio de la destilación por arrastre de vapor.

2.0 ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO

Líquidos inmiscibles

La destilación de dos líquidos inmiscibles (Ejem. aceite y agua) presenta la siguiente característica: por ser inmiscibles, se puede considerar que su "mezcla" no está resuelta y que cada componente ocupa un recipiente separado.



Si las presiones de vapor de los dos componentes puros son P_a y P_b , entonces la PV total es $P = P_a + P_b$, y la mezcla ebulle a $P = 1 \text{ atm}$. La presencia del segundo componente significa que la "mezcla" ebulle a una temperatura menor que la de cualquiera de los dos componentes por separado, debido a que la ebullición

comienza cuando la presión total alcanza 1 atm, no cuando cada una de las presiones parciales llega a dicho valor. Este fenómeno se aplica en la destilación por arrastre de vapor, que permite destilar algunos compuestos orgánicos sensibles al calor a temperaturas inferiores a su punto de ebullición normal.

La destilación de dos líquidos inmiscibles puede considerarse como la destilación conjunta de los componentes separados; la ebullición ocurre cuando la suma de las presiones parciales se hace igual a 1 atmósfera.

Aceites volátiles

Los aceites volátiles son los aceites esenciales que representan los principios odoríferos de las plantas. Suelen obtenerse por destilación de las partes de la planta que contienen la esencia, y el método depende de la condición del material vegetal.

Los componentes químicos de los aceites volátiles pueden dividirse en dos grandes clases según su origen biosintético:

- a) Derivados terpénicos
- b) Compuestos aromáticos

Si bien la constitución química de los aceites volátiles es muy variada, todos ellos poseen varias propiedades químicas en común. Cada aceite volátil tiene su olor característico, los índices de refracción son muy elevados, en su mayoría son

ópticamente activos y su rotación específica suele ser un valioso dato para identificarlos (el mentol natural es levógiro, mientras que el sintético suele ser racémico; el alcanfor natural es dextrógiro y el sintético racémico). Por lo general los aceites volátiles no se mezclan con el agua, pero se disuelven en ella lo suficiente como para comunicarle su olor. Son solubles en éter, alcohol y la mayoría de los disolventes orgánicos.

Existen varias diferencias entre los aceites volátiles y los -- aceites fijos. Los volátiles, como su nombre lo indica pueden, por ser volátiles, destilarse partir de sus fuentes naturales; no se saponifican con álcalis ni dejan sobre el papel una mancha de grasa. Los aceites volátiles no se enrancian como los aceites fijos pero, en cambio, por exposición a la luz y al aire se oxidan y resinifican.

Prácticamente todos los aceites volátiles consisten en mezclas de principios químicos que a menudo son muy complejas y varían ampliamente en su composición química. En ellos puede haber casi cualquier tipo de compuesto orgánico (hidrocarburos, alcoholes, ésteres, etc.) y solamente unos pocos poseen un solo componente en porcentaje elevado. La esencia de mostaza contiene no menos del 93% de isocianato de alilo; la esencia de clavo contiene no menos de 85% de sustancias fenólicas, principalmente Eugenol.

La esencia de clavo es el aceite volátil destilado con vapor

a partir de los botones florales secos de *Eugenia Caryophyllus* (familia Mirtáceas). Contiene no menos de 85% en volumen de sustancias fenólicas totales, principalmente Eugenol.



Es un líquido incoloro o amarillo pálido que se oscurece y espesa con el tiempo o por exposición al aire, con olor y sabor característicos del clavo. La esencia del clavo es clasificada como analgésico dental. Para su uso externo se emplea como tópico. Comúnmente se expende como remedio para el dolor de muelas, se use como agente soporífero, antiséptico y carminativo. Las esencias con alto contenido de eugenol se emplean en la industria para la producción de vainillina.

Separaciones por extracción

Las mezclas, especialmente aquellas que son el producto de reacciones o procesos químicos, pueden separarse frecuentemente a un bajo costo por medio de la extracción.

La extracción se puede definir como la transferencia de una sustancia x de una fase líquida, a, hacia otra fase líquida inmisible, b. La distribución de x entre los dos líquidos inmiscibles a y b, está dada por la ecuación de distribución de Nernst.

$$K_T = \frac{C_b(x)}{C_a(x)}$$

Donde $C_a(x)$ y $C_b(x)$ son las concentraciones de x en a y b , respectivamente.

K_T = Coeficiente de distribución de x (solute) considerado en los disolventes a y b , a la temperatura T .

Cuando una cantidad determinada de un soluto originalmente disuelto en un disolvente se equilibra con un segundo disolvente que sea inmisible con el primero, el soluto se distribuye en los dos disolventes, guardando como proporción la relación de sus solubilidades en cada uno de los disolventes. La cantidad total del soluto que se encuentre ahora en cada una de las fases depende por lo tanto de su solubilidad en cada uno de los disolventes y del volumen de cada fase.

Ejemplo: si x es mas soluble en b que en a ($K \geq 100$), serán suficientes de dos e tres extracciones para "remover" x con b . Si $K < 100$, será necesario efectuar la extracción repetidamente con nuevas porciones de b .

El uso de extracciones sucesivas empleando varias veces una cantidad pequeña del disolvente extractor es para completar una buena separación y se prefiere al empleo de una sola extracción usando una cantidad grande del disolvente extractor.

Para ejemplificar adecuadamente estos conceptos, supongamos que se tiene: 1 gramo de x (solute) disuelto en 50 ml de a (disolvente). Esta solución se va a extraer con 50 ml de un

segundo disolvente b, donde x es nueve veces mas soluble en b que en a. Después de la primera extracción quedaron, por lo tanto, 100 mg del soluto x en el disolvente a.

En una segunda extracción con 50 mL del disolvente b, queda tan sólo 10 mg de x en el disolvente original a.

Una tercera extracción dejaré 1 mg y una cuarta 0.1 mg en la fase inicial a.

Por otra parte, si en lugar de hacer tres extracciones con 50 mL cada una, se hace una sola extracción con 150 mL del disolvente b, quedan 83.33 mg en la fase original a.

La fórmula general que relaciona los volúmenes de los disolventes, el peso del soluto que queda sin extraer en función del soluto originalmente presente y el número de extracciones es:

$$M_1 = M_0 \left[\frac{V_a}{K_T V_b + V_a} \right]^n$$

En la que:

M_0 = Peso del soluto (x) original

M_1 = Peso del soluto remanente en el disolvente original (a) después de "n" extracciones.

n = número de extracciones

V_a = Volumen del disolvente a

V_b = Volumen del disolvente b que se emplea en cada extracción

K_T = Coeficiente de distribución o de partición, también llamada

constante de distribución

La transformación de una sustancia en su sal, modifica drásticamente su coeficiente de partición. De este modo, las moléculas orgánicas pueden volverse solubles en agua y separarse por ello fácilmente de otras sustancias neutras (alcoholes, aldehídos, cetonas, etc.) por medio de agitación.

DESTILACION FRACCIONADA

1.D OBJETIVO DE LA PRACTICA

Introducir al alumno en la Química Orgánica con un compuesto tan conocido como el petróleo utilizando un proceso básico de separación y purificación del mismo; la destilación fraccionada.

2.0 ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO

Destilación fraccionada

Como norma general, cualquier mezcla de dos compuestos que hierven con una diferencia de 80° C, puede separarse por medio de "Destilación Simple". El componente con punto de ebullición más bajo, el más volátil, destila con mayor rapidez, y la primera fracción del destilado es muy rica en él. El componente con punto de ebullición más alto, el menos volátil será el componente principal de la última fracción del destilado.

Para sustancias cuyos puntos de ebullición difieran en unos 30° a 80° C todavía es posible su separación por repetición de destilaciones simples. Cuando se destila una mezcla de dos líquidos de estas características, el vapor que destila y el líquido producido al condensarse son siempre más ricos en contenido del componente más volátil. Al avanzar la destilación,

el residuo en el matraz de destilación va enriqueciéndose en el componente menos volátil.

La mezcla puede llegar a separarse en los dos componentes, condensando los vapores de distintas fracciones y redestilándolas repetidas veces. Es claro que este procedimiento sería muy laborioso y aburrido. Estas mezclas pueden separarse en sus componentes de forma más adecuada por medio de la DESTILACION FRACCIONADA, este tipo de destilación es un recurso ingenioso por el cual se realizan una serie de minúsculas separaciones en una única operación continua.

En un principio, una columna de fraccionamiento proporciona una gran superficie para que los vapores ascendentes y el condensado descendente intercambien calor, lo cual hace posible que tengan lugar muchas evaporaciones y condensaciones parciales a todo lo largo de la columna.



Una columna sencilla, como la de la figura número 1 puede rallarse con -- cualquier tipo de sustancia inerte que posea gran superficie, por ejemplo enillos, hélices, pedazos de vidrio, trocitos de arcilla, fragmentos de porcelana o de carborundo (comercial), etc.

Fig. núm. 1

A medida de que los vapores calientes suben a través del relleno se van condensando en todas las zonas de la columna. El condan-

sado gotea a través del relleno, al gotear y descender tiene lugar un intercambio de calor continuo con los vapores calientes, que continúan ascendiendo en toda la superficie del relleno. Si el condensado acepta en algún punto calor de los vapores se re-evapora y el vapor formado será más rico en el componente más volátil. A la vez, el vapor, al haber perdido calor por haberlo cedido al condensado, se condensa parcialmente; este condensado es más rico en el componente menos volátil. Cuando este proceso se repite muchas veces a través de toda la altura de una columna eficaz, acaba por producir vapor puro del componente de menor punto de ebullición, que pasa a través del brazo lateral hacia el refrigerante. El residuo en el matraz de destilación se va enriqueciendo en el componente de mayor punto de ebullición de una manera continua. En toda la columna existe un gradiente de temperatura, que va desde el punto de ebullición del componente más volátil en su parte superior hasta el punto de ebullición de la mezcla en el matraz en su parte inferior.

El componente de menor punto de ebullición continúa pasando a su temperatura de ebullición hasta que se separa completamente de la mezcla. La temperatura de los vapores que destilan se eleva hasta al punto de ebullición del componente menos volátil, de forma que éste empieza a llegar al refrigerante.

Por el método de destilación fraccionada es posible separar una mezcla de líquidos miscibles entre sí, es decir, mezclados en una sola fase homogénea, no importando que la diferencia en los puntos de ebullición de los componentes individuales

sea de unos pocos grados centígrados, con excepción de las mezclas azeotrópicas las cuales no se pueden separar por destilación.

Componentes Básicos Requeridos para la Destilación Fraccionada

Los componentes básicos que se requieren para una destilación fraccionada son: una fuente de calor, un recipiente para efectuar la destilación, una columna de fraccionamiento y un colector que permita separar las diversas fracciones.

Como medio de calentamiento se puede emplear un mechero. Cuando se trate de compuestos inflamables se utilizará un baño María o de aceite que alcance una temperatura un poco mayor que el punto de ebullición del líquido que se pretende destilar. También se usan mantillas o canastas que se calientan por medio de corriente eléctrica. Asociado al problema de calentamiento, hay que cuidar también la ebullición de la solución durante la destilación, por lo que para operaciones que se efectúen a presión atmosférica normal basta agregar una pequeña piedra o cuerpo de ebullición.

Este método no es conveniente para destilaciones al vacío, en las que es más práctico emplear un tubo capilar muy fino para controlar la ebullición. Este capilar generalmente se inserta directamente en el matraz por medio de una junta esmerilada y además se conecta a una manguera de hule provista de una pinza

para controlar la intensidad del burbujeo. También puede emplearse en vez del capilar una barra de agitación que agite a la solución formando turbulencias, con lo que se evita el sobrecalentamiento, controlando de esta manera la ebullición.

Los recipientes para efectuar la destilación pueden ser de muchos tamaños, dependiendo de la cantidad de sustancia por destilar. Tienen varias formas que generalmente han sido diseñadas de acuerdo al tipo de columna de fraccionamiento que se va a emplear. Los recipientes mas frecuentemente empleados son matraces en forma de pera y en forma de bola (Figura Núm. 2), que pueden venir equipados con una junta esmerilada adicional por la que es posible insertar un termómetro o un tubo capilar (destilación a presión reducida).

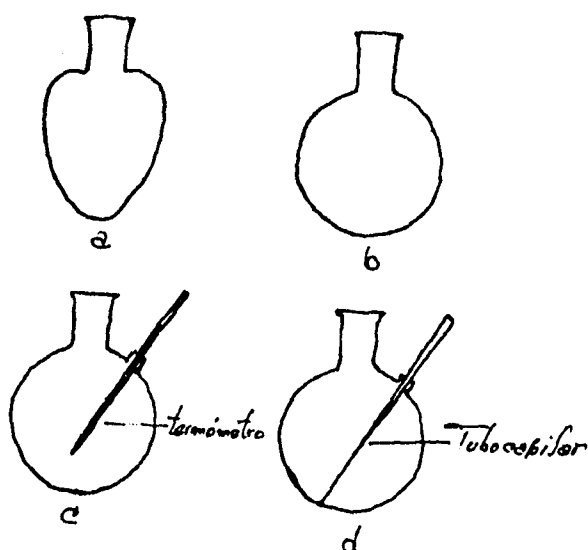


Fig. 2

Para la destilación de cantidades muy pequeñas suele preferirse un matraz en forma de pera .

La columna fraccionadora es, sin duda alguna, la parte mas importante de un sistema de destilación, ya que controla directamente el grado de separación que se pretende obtener. La eficiencia con la que una columna puede operar se expresa como "el número de platos teóricos que puede dar", lo cual significa esencialmente "el número de destilaciones sucesivas a que habría de someter una mezcla dada para lograr el mismo grado de separación". El número de platos teóricos de una columna depende de la forma, tamaño y diseño de la columna; pero también depende de las condiciones experimentales bajo las que se efectúa una destilación dada, ya que la columna opera eficientemente sólo cuando se establece un buen equilibrio vapor-líquido. Mientras mas elevada sea la relación de reflujo, es decir, la cantidad de líquido que se va condensando en la columna y que regresa al matraz de destilación, respecto a la cantidad de destilado que se va separando, mayor será la eficiencia de la columna.

La selección de la columna de destilación depende tanto de la diferencia de los puntos de ebullición de los componentes por separar, que permite a "grosso modo" decidir la altura de la columna, como del volumen del material que se pretende separar, el volumen permite definir el diámetro de la columna y, por último, el grado de pureza que se desea obtener, que, dados los otros dos factores, permite estimar la relación de reflujo con que se debe ejecutar la operación.

El número de platos teóricos para diferentes puntos de ebullición, en casos generales, son los siguientes:

SEPARACION DE MEZCLAS BINARIAS POR DESTILACION

Diferencia de temperaturas (° C)	Número de platos Teóricos
30	8
20	13
10	22
7	35
5	50
4	65
3	80

En los datos anteriores se está asumiendo que el destilado tendrá una pureza aproximada del 99%. Se observa con claridad que, mientras disminuye la diferencia de temperatura entre los componentes, aumenta notablemente el número de platos teóricos que se requieren para una buena separación.

Para las destilaciones fraccionadas que comúnmente se efectúan en el laboratorio, suele usarse la columna de fraccionamiento llamada "columna de Vigreux" que consiste en un tubo de vidrio que tiene hendiduras frecuentes a lo largo de todo el tubo y que son lo suficientemente profundas como para llegar casi hasta la mitad del diámetro, con lo que se incremen



ta notablemente el área efectiva de la superficie interior, permitiendo un mayor intercambio de moléculas entre las fases vapor y líquido. Esto trae por consecuencia que se pueden efectuar mejores separaciones.

Cuando una de estas columnas se opera adiabáticamente, es decir, se aísla térmicamente del exterior, forrándola con lana de vidrio y papel aluminio, su eficiencia sube más, ya que se va formando un gradiente de temperatura mayor abajo que arriba y por ello ayuda al fraccionamiento de los constituyentes de la mezcla.

Cuando las destilaciones fraccionadas se efectúan a presión ambiente, la colección de las diferentes fracciones se efectúa fácilmente cambiando el matraz a la salida del refrigerante en donde va goteando el destilado y el condensado. Sin embargo esto no se puede efectuar cuando la destilación se realiza al vacío, ya que si se desconecta una parte del equipo, cambia la presión que hay en el interior del aparato y se interrumpe bruscamente el equilibrio vapor-líquido necesario para lograr la separación. Para resolver esta dificultad se emplea un dispositivo que permite conectar simultáneamente tres o cuatro matraces para poder recibir sucesivamente otras tantas fracciones del destilado. (Fig. núm. 3)

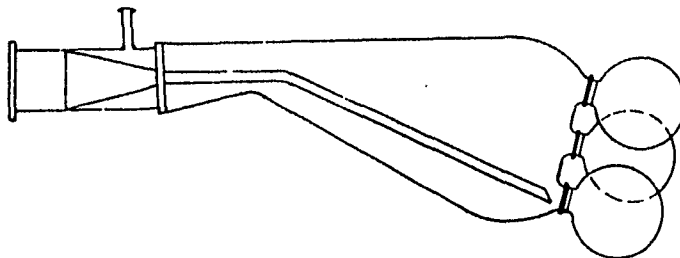


Figura Núm. 3

En el esquema se puede apreciar que al ir girando el dispositivo, un matraz específico queda abajo del tubo de extensión por el que gotea el destilado. Debido a que muchos líquidos tienen puntos de ebullición elevados, las destilaciones se hacen con frecuencia al vacío que proporciona una presión reducida estable, ya que sólo de esta manera será posible lograr un buen equilibrio vapor-líquido.

En la industria se emplean columnas de fraccionamiento muy refinadas, que efectúan lo equivalente a varios centenares de destilaciones sencillas y que se utilizan para separar mezclas complejísimas como el petróleo, en las que los puntos de ebullición de algunos componentes sólo difieren en fracciones de grado.

La Importancia del Petróleo

Las plantas medederas, el carbón, el petróleo y el gas natural constituyen un recurso muy amplio de energía que origi-

nalmente proviene del sol. Mediante el proceso de fotosíntesis las plantas almacenan energía, que es susceptible de recuperarse al quemarlas o, con mas frecuencia al quemar los productos de desecho que se han convertido en combustibles fósiles. Los depósitos de petróleo y gas natural probablemente se formaron a partir de los restos de organismos marinos que vivieron hace aproximadamente 500 millones de años.

La era del petróleo se inició cuando la demanda de aceite para lámparas durante la revolución industrial agotó los recursos tradicionales: las grasas animales y el aceite de ballena. En respuesta a este aumento en la demanda, Edwin Drake perforó el primer pozo petrolero en 1859 en Tituaville, Pennsylvania. El petróleo de este pozo se refinó para producir queroseno (Fracción de C_{10} - C_{18}), que sirvió como excelente aceite para lámparas. La fracción de gasolina (de C_5 - C_{10}) era poco empleada y con frecuencia se desechaba. Sin embargo, la importancia de estas fracciones se invirtió cuando el desarrollo de la luz eléctrica redujo las necesidades de queroseno; y el advenimiento del "carruaje sin caballos" señaló el nacimiento de la edad de la gasolina.

Petróleo es una palabra castellana que viene del latín "petroleum" (petra = piedra y oleum = aceite). Nuestros antepasados lo conocieron como "chapopote", que viene del náhuatl "Chepoctli" (Chihuahuatl = grasa y poctli = humo).

El petróleo es una mezcla natural de numerosos hidrocarburos.

Se le encuentra en el subsuelo de muchas regiones de la Tierra en profundos y extensos yacimientos que se originaron por la lenta descomposición de la materia orgánica acumulada en cuencas oceánicas y lacustres, en otras eras geológicas. El petróleo crudo y bruto es un líquido espeso y oscuro que, tal como se extrae de los yacimientos, no se acostumbra, ni es conveniente utilizarlo, sino que se somete a complicados procesos de refinación para separar sus compuestos, generalmente basándose en sus diferentes puntos de ebullición (Fig. Núm. 4). La explotación adecuada del petróleo determina, en gran parte, la economía de un país.

TORRE DE DESTILACION

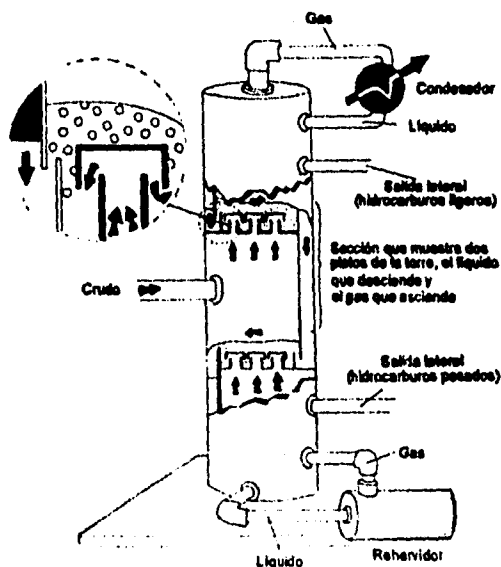


Fig. Núm. 4

Composición del Petróleo

La composición varía según el campo petrolífero del cual se ha extraído. Los constituyentes principales son hidrocarburo-

ros saturados de distintos pesos moleculares; el orden de estos varía desde el metano hasta pequeñas cantidades de aceites muy pesados con un contenido de carbonos que van del orden de C_{50} . Los derivados del ciclopentano y ciclohexano, conocidos como naftenos, se encuentran en distintas cantidades. Algunos depósitos como los de California y Borneo, contienen cantidades sustanciales de hidrocarburos aromáticos. Esta fracción es la base de la industria petroquímica y en México la contiene el petróleo tipo Olmeca (o superligero), que es el de más alta calidad y mayor valor. En México, también existen otros dos tipos de crudos; el Istmo (o ligero) con baja densidad debido a su alto contenido de hidrocarburos ligeros, aunque inferior al del Olmeca, y el Maya (o pesado), con alta densidad y bajo precio. También están presentes, en pequeñas cantidades, compuestos de azufre, nitrógeno y oxígeno. El contenido de azufre de un aceite es particularmente interesante, ya que este elemento debe eliminarse a fin de impedir por oxidación se formen ácidos corrosivos durante su uso. El petróleo contiene también diminutas trazas de otros elementos, como metales (níquel, hierro y vanadio), que comúnmente se consideran sin importancia. Sin embargo, si se encontrasen medidas eficientes para extraer alguno de ellos, por ejemplo, el vanadio, teniendo en cuenta el gran volumen de petróleo que se somete a los distintos procesos, la extracción de esta impureza podría llegar a ser realmente interesante.

Los hidrocarburos volátiles, como el metano, etano, propano

y butano se extraen separadamente como "gas natural" y se consumen en su mayor parte como combustible para calefacción. La "Destilación fraccionada" del gas natural, a bajas temperaturas, separa a sus constituyentes para la venta como compuestos químicos puros. El líquido residual se somete a destilación fraccionada, obteniéndose una serie de productos como son:

FRACCION	Número de Átomos de Carbono	Temperatura de Ebullición (°C)
Gas licuado (gas natural)	1 - 4	- 20
Eter de petróleo (o nafta ligera)	5 - 7	20 a 80
Gasolina para aviación	5 - 11	32 a 150
Gasolina para automóvil	5 - 11	32 a 210
Benceno	6	78 a 82
Gasolvente (nafta)	6 - 12	100 a 163
Gasolina blanca (lavado en seco)	6 - 12	150 a 205
Queroseno (querosina, aviones)	10 - 16	177 a 290
Aceite combustible ligero (Diesel)	15 - 18	205 a 316
Aceites lubricantes	16 - 20	260 a 400
Grasas minerales	18 - 22	350 a 400
Parafinas (velas)	20 - 25	375 a 425
Asfalto (pavimento)	mas de 25	Residuo que puede llegar a 700

Nótese que el punto de ebullición de los alcanos aumenta a medida que las moléculas se van haciendo mas grandes. A medida que el tamaño sigue aumentando, los compuestos se van haciendo cada vez menos volátiles, hasta llegar a ser sólidos.

Refinación del Petróleo

La separación de fracciones útiles de petróleo crudo se conoce como refinación. En primer lugar se separan los sólidos en suspensión, el agua y las sales inorgánicas. Este crudo parcialmente refinado se somete a una destilación fraccionada. Algunas de las fracciones se vuelven a purificar para eliminar compuestos de azufre o parafinas.

Del petróleo crudo se separan varias fracciones por destilación a presión atmosférica o reducida. Cada fracción está formada por una mezcla de hidrocarburos con puntos de ebullición relativamente cercanos. En estas destilaciones no se pretende obtener materiales puros. Por ejemplo; la gasolina es una mezcla compleja de hidrocarburos, constituida en su mayor parte por C_6 a C_9 y cuyo punto de ebullición es alrededor de 100° C. La amplitud de las fracciones depende del mercado que tenga cada una de éstas. El asfalto, aceite combustible, coque de petróleo, parafinas y diversos productos bituminosos, se obtienen del residuo de la destilación que resulta de eliminar las fracciones volátiles.

¿Porqué el uso de las Gasolinas Contamina?

La química de la combustión de la gasolina en el cilindro de una máquina de combustión interna constituye un proceso complicado y delicado. En condiciones ideales, el combustible se oxida completamente a CO_2 y H_2O . En las condiciones normales de la operación, la combustión se aproxima bastante a la teoría,

aunque siempre se encuentran, en la mayoría de los humos evacuados, algo de monóxido de carbono (CO) y otros compuestos no oxidados completamente.

Cuando el pistón desciende, se admite en el cilindro una mezcla de gasolina y aire. La válvula se cierra y el retorno del pistón comprime el combustible. La relación del volumen del vapor antes y después de la compresión se llama "razón de compresión". Cuando el pistón alcanza el tope de la carrera de compresión, una chispa eléctrica que cruza entre los electrodos de la bujía incendia la mezcla, en la que la gasolina está en forma de vapor y parcialmente en forma de pequeñas gotitas líquidas. La mezcla incendiada produce un volumen relativamente grande de gases que se expanden comunicando potencia al pistón, al cual al volver a descender repite el proceso.

Para que el trabajo del émbolo sea eficiente, se requiere que la gasolina tenga dos propiedades particularmente importantes:

PRIMERA.- El combustible debe tener la volatilidad adecuada a fin de producir la pronta ignición con una cantidad mínima de gasolina en estado gaseoso en el tope del ciclo de compresión. Si toda la gasolina estuviera vaporizada, la potencia del impulso, (que depende en gran medida del incremento en el volumen del vapor) disminuiría seriamente.

SEGUNDA.- El encendido de la mezcla de combustible debe ocurrir a una velocidad adecuada (no muy rápida) a fin de

comunicar un impulso suave al pistón que desciende.

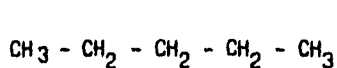
Si la reacción es demasiado rápida, la combustión llega a causar una detonación, resultando una onda de choque que hace oscilar la máquina, disipándose la mayor parte de la potencia a través del conjunto de la misma.

Las gasolinas obtenidas por destilación directa a partir del petróleo crudo, tienen punto de ebullición del orden de 40-200° C, con una gran porción de la mezcla compuesta por hidrocarburos de C₆ a C₉, (P.E. aprox. 100° C). Esta mezcla tiene las características volátiles apropiadas, pero no la característica antidetonante.

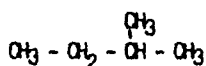
Los hidrocarburos altamente ramificados son mucho menos propensos a detonar que sus isómeros normales.

Se llaman ISOMEROS los compuestos cuyas moléculas tienen la misma fórmula condensada, pero diferente fórmula desarrollada.

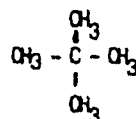
Pentano C₅H₁₂



n-pentano



Isopentano



Neopentano

PROPIEDADES DE LOS TRES ISOMEROS DEL PENTANO				
NOMBRE	TEMPERATURA °C		DENSIDAD g/cm ³	ESTADO DE AGREGACION A 20° C.
	Ebull.	Fusión		
n-pentano	36.1	-129.8	0.63	Líquido
isopentano	27.9	-159.9	0.62	Líquido
neopentano	9.5	- 16.6	0.61	Gas

Los técnicos del petróleo han dado el nombre inadecuado de "Isooctano" al 2, 2, 4 - trimetilpentano, el cual se ha adoptado como compuesto tipo, por su buen comportamiento antidetonante, mientras que el n-heptano (C₇H₁₆) es el compuesto tipo, contrario.



El índice antidetonante de una gasolina determinada, se mide por el porcentaje de 2,2,4-trimetilpentano que se debe mezclar con n-penteno para que tenga las mismas características del combustible ensayado.

INDICE DE OCTANO DE HIDROCARBURS PURDS	
Hidrocarburo	Indice de Octano (Indice antidetonante)
Metano	110
Etano	104
n-Penteno	61
n-Hexano	25
2-Metil-pentano	75
2,2-Dimetil-butano	96
n-Hepteno	0
2,3,3-trimetilbuteno	101
n-Octeno	- 17
Ciclohexeno	77
Benceno	108
Tolueno	104

El uso de combustibles remificados permite ampliar el índice de octano a más de 100, según se observa en la tabla.

El "índice de octano" de una gasolina destilada directamente, es del orden de 20 a 70. Este se puede mejorar, con "aditivos" que inhiben el encendido explosivo de la mezcla fina del gas. El mejor de estos es el "Tetraetilo de plomo". La gasolina etilada es un combustible cuyo índice de octano ha aumentado a 80 por adición de tetraetilplomo en cantidades del orden de 0.75 a 3.0 mL/galón; pero, como se ha observado en los últimos años, los avances tecnológicos han traído serios problemas ambientales y el plomo de las gasolinas provoca dos problemas importantes:

PRIMERO.- "Envenena" los convertidores catalíticos del sistema de escape, que tiene por objeto evitar la contaminación ambiental.

SEGUNDO.- El uso de $(C_2H_5)_4Pb$, ha incrementado en forma considerable la cantidad de este metal en la atmósfera, que al depositarse en cultivos y forrajes, provoca su ingestión por animales y seres humanos.

IDENTIFICACION DE UNA SUSTANCIA

1.0 OBJETIVO DE LA PRACTICA

Identificar una sustancia problema utilizando propiedades físicas específicas.

2.0 ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO

La identificación completa de un compuesto nuevo comprende un análisis elemental, seguido del cálculo de la forma más sencilla de la determinación del peso molecular y del cálculo de la forma molecular. Todo esto no es siempre suficiente, ya que no demuestra la estructura molecular, y muchos compuestos pueden tener la misma fórmula molecular y diferir en la distribución de sus átomos en la molécula. En tales casos se utilizan ensayos químicos complicados, como la identificación de ciertos grupos característicos de átomos (grupos funcionales), ruptura de la molécula y, finalmente, la síntesis de la misma forma tal que uno sepa a donde va a situarse cada átomo. Todo ello constituye un tipo de investigación química.

Uso de las propiedades físicas

Las características de una sustancia que permiten diferenciarla de otras se llaman propiedades. En el siguiente cuadro se muestre una lista de propiedades físicas, divididas en "pro-

propiedades específicas" y en "propiedades evidentes".

PROPIEDADES FISICAS	
Propiedades Específicas	Propiedades Evidentes
Solubilidad	Volumen
Punto de fusión	Peso
Punto de ebullición	Color
Densidad	Forma
Índice de refracción	Sabor
Conductividad eléctrica	Olor

Las propiedades específicas son de utilidad máxima para identificar una sustancia ya que son constantes para una sustancia pura en condiciones fijas de temperatura y presión. Las propiedades evidentes tienen menos valor para identificar una sustancia. En el caso de una sustancia previamente identificada y descrita es suficiente confirmar la identidad de la muestra, determinando sus propiedades físicas. Un compuesto puro se caracteriza por UN PUNTO DE FUSION DEFINIDO y, a una presión determinada, por UN PUNTO DE EBULLICION FIJO. También pueden usarse otras propiedades para caracterizar el compuesto, como la DENSIDAD. Así, si un líquido incoloro presenta un punto de congelación de 0°C y hierve a 100°C (a 760 mm de presión) puede afirmarse con cierta seguridad que se trata de agua, sobre todo, si tiene una densidad de 1 g por centímetro cúbico. Sin embargo, las impurezas disminuyen el punto de fusión y elevan el de ebullición. Por lo tanto, es preciso asegurarse

de que el compuesto está puro antes de confiar exclusivamente en las propiedades. Cuando una sustancia funde completamente en un margen de temperaturas muy pequeño, muy probablemente se trata de un producto puro. Así, si el compuesto empieza a fundir a 38° C y está fundido por completo antes que la temperatura llegue a 39° C, es casi seguro que sea puro, en tanto que si comienza a reblandecerse a 34° C y no funde hasta los 37° C con toda probabilidad es impuro.

Solubilidad

Una solución es una mezcla homogénea cuyo componente que se encuentra en mayor cantidad se llama solvente, el otro u otros que se encuentran en menor proporción se llaman solutos y se disuelven en el solvente.

Existen varias clases de soluciones: gases en gases (aire), líquidos en líquidos (gasolina), sólidos en sólidos (aleaciones), sólidos en líquidos (suspensiones), gases en líquidos (oxígeno en agua), etc.

La concentración de una solución saturada a presión y temperatura determinadas, es una magnitud constante y característica para cada sustancia y se denomina SOLUBILIDAD. Esta se expresa como "el número de partes en peso de la sustancia (solute) disuelta en 100 partes en peso del solvente".

La solubilidad de una sustancia en un disolvente puro a una temperatura determinada es el peso de la sustancia que se disol-

verá en 100 g del disolvente. La solubilidad es una propiedad específica que ayuda a identificar sustancias problema.

Los factores que afectan la solubilidad son: desde el punto de vista físico, la temperatura y el tamaño de la partícula del soluto para tener una mayor superficie de contacto con el solvente. Desde el punto de vista químico, influye el carácter polar o no polar de la sustancia en cuestión.

Densidad

Cuando se hace la pregunta: ¿Qué es mas pesado, un kilo de plomo o un kilo de plumas de pato? y la respuesta es "plomo", es claro que quien responde estaba pensando en la densidad y no en la masa.

La DENSIDAD se define como la cantidad de materia presente en un volumen dado de sustancia. Es decir, la densidad es la masa por unidad de volumen:

$$\text{Densidad} = \frac{\text{masa}}{\text{volumen}}$$

Se requiere un volumen mucho mayor de plumas para alcanzar el peso de un kilo que de plomo para alcanzar el mismo peso. Esto se debe a que el plomo tiene una masa por unidad de volumen mucho mayor, es decir mayor densidad.

El volumen de un objeto sólido suele determinarse de manera indirecta sumergiéndolo en agua y midiendo qué volumen desplaza.

DENSIDADES DE DIVERSAS SUSTANCIAS COMUNES, A 20° C		
Sustancia	Estado Físico	Densidad (g/cm ³)
Oxígeno	Gas	0.00133 a 1 atm.de presión
Hidrógeno	Gas	0.000084 a 1 atm. de presión
Etanol	Líquido	0.785
Benceno	Líquido	0.880
Agua	Líquido	1.000
Magnesio	Sólido	1.74
Cloruro de sodio	Sólido	2.16
Aluminio	Sólido	2.70
Hierro	Sólido	7.87
Cobre	Sólido	8.96
Plata	Sólido	10.5
Plomo	Sólido	11.34
Mercurio	Líquido	13.6
Oro	Sólido	19.32

El punto de fusión (P.F.)

Los sólidos al calentarse progresivamente se vuelvan líquidos. La temperatura que marca el equilibrio entre el estado sólido y el líquido se llama punto de fusión.

El punto de fusión depende de las fuerzas que actúan entre las moléculas (o entre los iones, en el caso de un cristal iónico) de las sustancias sólidas; si están fuertemente unidas se necesita una temperatura elevada para separarlas y distribuir las en la fase líquida formada. Este comportamiento puede considerarse la "tarjeta de identificación" de cada sustancia.

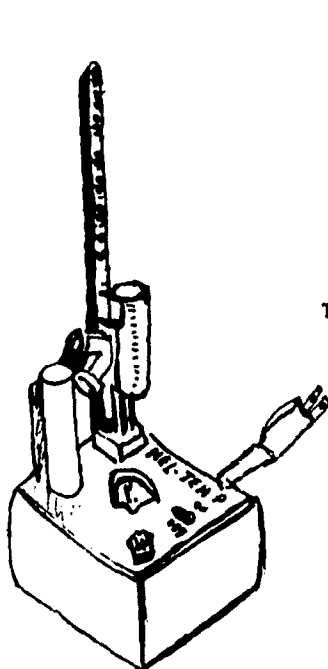
Por ejemplo compuestos orgánicos con propiedades semejantes, como son los hidrocarburos parafínicos, resultan difíciles de distinguir. Tienen propiedades químicas prácticamente idénticas. Sin embargo, sus puntos de fusión no coinciden, y la determinación de éstos sirve para identificar al hidrocarburo y separarlo de los demás. Por eso el P.F. se usa con frecuencia en el análisis de sustancias, sobre todo de las orgánicas, como método de comprobación de una investigación cualitativa.

La pureza de una sustancia también influye en gran medida en su punto de fusión. Un sólido determinado, que contenga diversas sustancias en su retículo cristalino, tiene un punto de fusión que difiere del que caracteriza a la misma sustancia pura: al aumentar la temperatura, la estructura cristalina de aquélla tiende a romperse, preferentemente en las proximidades de las partículas que constituyen la impureza; así es que éstos funcionan como un fundente de la sustancia base, bajando su punto de fusión. En ciertos casos, menos frecuentes, el punto de fusión puede aumentar.

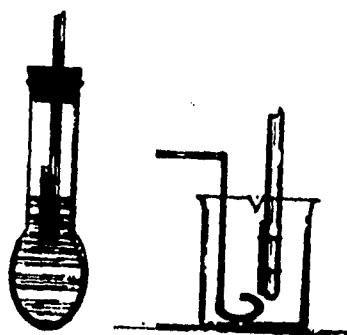
Como vimos a través de la descripción del punto de fusión se pueden separar sustancias y determinar su grado de pureza. Algunas sustancias no funden, sino que se descomponen antes de licuarse. Esto ocurre, por ejemplo, con la madera; si se calienta no se funde, se carboniza. La celulosa y la lignina, constituyentes principales de la madera, se transforman en sustancias volátiles.

Cuando se trata de acelerar la fusión, una exigencia básica consiste en que el calentamiento se haga rápidamente. Esto originará una diferencia relativamente grande entre el punto de fusión y la temperatura del líquido; como el termómetro está sumergido en el líquido se hace necesario tomar precauciones adicionales para determinar el P.F. Ordinariamente esta determinación se efectúa introduciendo un poco de la sustancia en el interior de un tubo capilar cerrado por un extremo. El capilar se une al bulbo de un termómetro y ambos se colocan en un baño, el cual puede ser de aceite, nujol, ácido sulfúrico, glicerina, ácido fosfórico, parafina, ftalato de butilo (para determinaciones arriba de 150° C), silicones, agua, etc. El líquido del baño se calienta lentamente hasta que la sustancia que contiene el capilar empieza a fundirse; la temperatura que, en estas condiciones registra el termómetro y la que se lee cuando la sustancia fundió completamente, constituyen los "límites de fusión". Estos límites para una sustancia pura no deben variar más de 1° C. Los puntos de fusión obtenidos por este procedimiento se llaman "puntos de fusión capilares" y generalmente son un poco más altos que los "puntos de fusión verdaderos" que se determinan por métodos más precisos. Para los fines ordinarios de laboratorio, los puntos de fusión obtenidos en capilares son satisfactorios. Los puntos de fusión determinados en una platina Kofler, o de Fisher, u otro tipo de instrumento similar pueden diferir en varios grados de los obtenidos en un capilar. Por ello, siempre debe indicarse en qué aparato se obtuvo el punto de fusión.

En los esquemas siguientes se muestran algunos de los equipos que se utilizan para la determinación del punto de fusión, que van desde un vaso de precipitados, hasta el aparato "Mel-temp" que permite la determinación automática de punto de fusión y ebullición.



Tubo de Thiele



Sustitución del tubo de Thiele.

Cuando la fase líquida de una sustancia se enfría, solidifica a la misma temperatura a la que funde la fase sólida. Para una sustancia pura son idénticos, por lo tanto, los puntos de fusión y de solidificación.

Punto de ebullición

El punto de ebullición es una constante física que, al igual que las demás, sirve para la identificación de la misma. Además si se conoce esta constante se puede determinar el tipo de dispositivo de destilación que se utilizará cuando se trate de separar líquidos puros que se encuentran en una mezcla. La ebullición es un proceso de evaporación intensa de un líquido en toda su masa, es decir no sólo se lleva a cabo en su superficie libre, sino también en el seno del líquido, formándose burbujas de vapor en los espacios intermoleculares.

El punto de ebullición normal de un líquido es la temperatura a la cual su presión de vapor es igual a 1 atm, así pues, la temperatura de ebullición aumentará o disminuirá al hacerlo la presión externa. Todos los líquidos puros que no se descompongan antes que sus presiones de vapor alcancen 1 atm (760 mm - de Hg) poseen puntos de ebullición característicos.

Considerando que el punto de ebullición está en función de la presión externa, cuando ésta no es igual a 1 atm (760 mm de Hg) se efectúa la corrección de la temperatura de ebullición utilizando la siguiente fórmula:

$$T = T' + 0.0375 (P_n - P')$$

Donde:

T = Punto de ebullición normal

T' = Punto de ebullición en el lugar que se realice el experimento

P_n = Presión normal (760 mm de Hg)

P' = Presión en el lugar que se realiza el experimento

Por ejemplo el punto de ebullición normal de agua es 100° C. En la Ciudad de México es de 93° C, la presión atmosférica es de 585 mm Hg.

Si se tiene un líquido incoloro e inodoro desconocido, cuyo punto de ebullición en la Ciudad de México es de 93.4° C, al suatituir los datos en la fórmula, tenemos:

$$T = 93.4 + 0.0375 (760 - 585)$$

$$T = 93.4 + 0.0375 (175)$$

$$T = 93.4 + 6.5625$$

$$T = 99.9625^{\circ} \text{ C}$$

Al utilizar tablas de puntos de ebullición normal como referen--
cia, se puede identificar que el líquido desconocido es: agua.

Como norma se deben emplear correcciones para los puntos de ebullición, si el laboratorio se encuentra por encima de 150 m -
de altitud sobre el nivel del mar. La Ley de Boyle Mariotte que rige el punto de ebullición nos da tres consideraciones importantes:

- a) Si el líquido hierve a presión constante, su temperatura permanece constante.
- b) Mientras dura la ebullición, la temperatura permanece constante, a una misma presión.

c) Cuando un líquido se calienta aumenta su volumen.

PUNTOS DE EBULLICION DE LIQUIDOS COMUNES EN °C Y 760 mm Hg	
Sustancia	Temperatura
Acido sulfúrico	332
Glicerina	240
Agua de mar	103
Agua pura	100
Acido nítrico	86
Benceno	80
Alcohol etílico absoluto	78.3
Eter sulfúrico	35

Para determinar el punto de ebullición de una sustancia, se utiliza un baño María que debe reunir las siguientes características:

- a) Transparente
- b) Estable
- c) No debe ser inflamable
- d) No debe desprender vapores
- e) Que su punto de ebullición sea mayor que el de la sustancia por determinar. Por lo que según las características del problema se seleccionará el baño de calentamiento, pudiendo ser: aceite mineral, vaselina líquida, glicerina, etc.

PUNTOS DE EBULLICION DEL AGUA EN DIVERSOS LUGARES		
Lugar	Metros por arriba del nivel del mar	Punto de ebullición (°C)
Parte superior del Everest, Tibet	8847.5	70
Parte superior del McKinley, Alaska	6157.5	79
Parte superior del Whitney, Calif.	4392	85
Leadville, Colorado	3075	89
México, D.F. México	2180	93
Boulder, Colorado	1645	94
Ciudad de Nueva York, U.S.A.	3	100
Valle de la Muerte, California	- 85.4	100.3

PROPIEDADES FISICAS DE SUSTANCIAS PURAS

Símbolos: S=soluble; AS=algo soluble; I=insoluble
 El punto de ebullición es a 760 mm de Hg

SUSTANCIAS	Densidad (g/mL)	P.F. (°C)	P.E. (°C)	SOLUBILIDAD		
				Agua	Hexano	Alcohol
Acetona	0.79	-95	56	S	S	S
Benceno	0.88	5.5	80	I	S	S
Benzofenona	1.15	48	306	I	S	S
Nitrato de cadmio	2.46	59	132	S	I	S
Tetracloruro de carbono	1.60	-22.6	77	I	S	S
Acetamida	1.16	81	222	S	I	S
Cloroformo	1.49	-63.5	61	I	S	S
Ciclohexano	0.78	6.5	81.4	I	S	S
P-Dibromobenceno	1.83	86.9	219	I	S	S
P-Diclorobenceno	1.46	53	174	I	S	S
Difenilo	0.99	70	255	I	S	S
Difenilamida	1.16	53	302	I	S	S
Difenilmetano	1.00	27	265	I	S	S
Eter, etilpropílico	1.37	-79	64	S	S	S
Hexano	0.66	-94	69	I	S	S
Alcohol isopropílico	0.79	-98	83	S	S	S
Acido láurico	0.88	43	225	I	S	S
Alcohol metílico	0.79	-98	65	S	S	S
Cloruro de metileno	1.34	-97	40.1	S	S	S
Naftaleno	1.15	80	218	I	S	AS
~Naftol	1.10	94	288	S	S	S
Fenilbenzoato	1.23	71	314	I	S	S
Propionaldehido	0.81	-81	48.8	S	I	S
Acido esteárico	0.85	25.5	291	I	S	AS
Timol	0.97	52	232	AS	S	S
P-toluidina	0.97	45	200	AS	S	S

METODOS DE PURIFICACION

1.0 OBJETIVO DE LA PRACTICA

Utilizar varios métodos comunes para separar mezclas y aislar las sustancias que la formen.

2.0 ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO

En la naturaleza se encuentran muchas mezclas de sustancias. Para obtener una sustancia pura es necesario, a menudo, separar los componentes de tales mezclas. En el laboratorio se utilizan varios métodos de separación y purificación de mezclas como son: CRISTALIZACION, FILTRACION, CENTRIFUGACION, EVAPORACION, SUBLIMACION, DECOLORACION Y DECANTACION.

Son muchas las clasificaciones que se pueden efectuar para los métodos de separación en química, sin que ninguna de ellas sea totalmente adecuada. Sin embargo desde un punto de vista muy general, se puede pensar que existen métodos físicos, métodos fisicoquímicos y métodos químicos, aunque siempre se encontrarán métodos que incluyen a más de uno de ellos. Aún así, podremos encontrar ejemplos que entren exclusivamente dentro de uno de ellos. En los métodos físicos la separación se puede llevar

a cabo por otros medios como cuando se separa una mezcla de limadura de hierro combinada con polvo de madera empleando un imán, el que atraerá a las partículas metálicas sin ejercer efecto alguno sobre la celulosa de la madera. También separación de sólidos de diferentes tamaños por tamizado empleando cribas metálicas de mallas de diferentes diámetros. Método fisicoquímico: una mezcla formada por una sustancia sólida que esté disuelta en un líquido, podrá separarse por medio de una evaporación del disolvente que, para recuperarse y tenerse separado, deberá de ser condensado nuevamente. De esta manera el sólido quedará en el fondo del recipiente (destilación).

Podemos clasificar como métodos de separación química todos aquellos procesos en los que por medio de una reacción química se logra simultánea o posteriormente una separación de componentes. Un método en el que simultáneamente se efectúa una separación puede ser: una reacción química en la que se forma un gas que se desprende. Un método químico en el que posteriormente se efectúa la separación será una reacción en la que se forme un precipitado, que se filtrará y con ello quedarán separados el sólido por un lado y por el otro la solución.

Se puede observar que los ejemplos anteriores son muy simples, lo que nos lleva a la conclusión de que no se puede postular una clasificación precisa de las técnicas de separación.

Por otro lado, también es muy importante reconocer que no se puede hacer una distinción precisa entre lo que es un método de separación y lo que se considera como técnica de purificación, ya que en este respecto habrá que considerar cada caso en particular. Por ejemplo, si tenemos una mezcla de tres sustancias en la que una de ellas se encuentra en 98% y las otras dos en 1% cada una. Si la sustancia en mayor porcentaje es la que interesa, se estará considerando una purificación, y por lo tanto los otros dos constituyentes se consideran impurezas. Si se da el caso contrario, que la sustancia que interesa sea la que está al 1%, entonces pensaremos en una separación de los tres componentes de la mezcla. El caso anterior es muy frecuente en Biología para la obtención de productos naturales.

Cada método de separación que se piense utilizar, tiene sus ventajas y sus inconvenientes, y su selección muchas veces se hace en función de la pureza que se desea tener. El concepto de pureza en un sentido práctico, no debe ser considerado como una medida absoluta, así cuando se hace una síntesis química de muchos pasos, y un intermediario contiene una impureza para la cual habría que invertir mucho trabajo y tiempo, con la consecuente pérdida de parte del material deseado, si dicha impureza no interfiere considerablemente en el siguiente paso de la síntesis, (si éste es el caso) habrá que seguir adelante y separar después, aunque esta decisión requiere expe-

riencia para ser tomada.

En algunos casos la decisión va en el sentido de que hay que purificar completamente, como en el caso de que se efectúe un estudio muy detallado en cinética y se sospeche que la impureza puede tener un efecto catalítico importante sobre la reacción, o la obtención de sustancias que van a ser utilizadas como medicamentos, resulta muy importante cerciorarse de la pureza. Es evidente que, independientemente de los procesos de purificación y separación que se empleen, es necesario contar con un método de análisis que permita evidenciar qué tan eficiente ha sido la operación que se ha realizado. A este respecto resulta también difícil distinguir claramente los métodos de separación de los métodos de análisis, ya que existen técnicas que pueden ser consideradas en ambas categorías o que, dicho en otras palabras, pueden servir simultáneamente como método de separación y como técnica de análisis, por ejemplo; las técnicas de cromatografía.

Cristalización

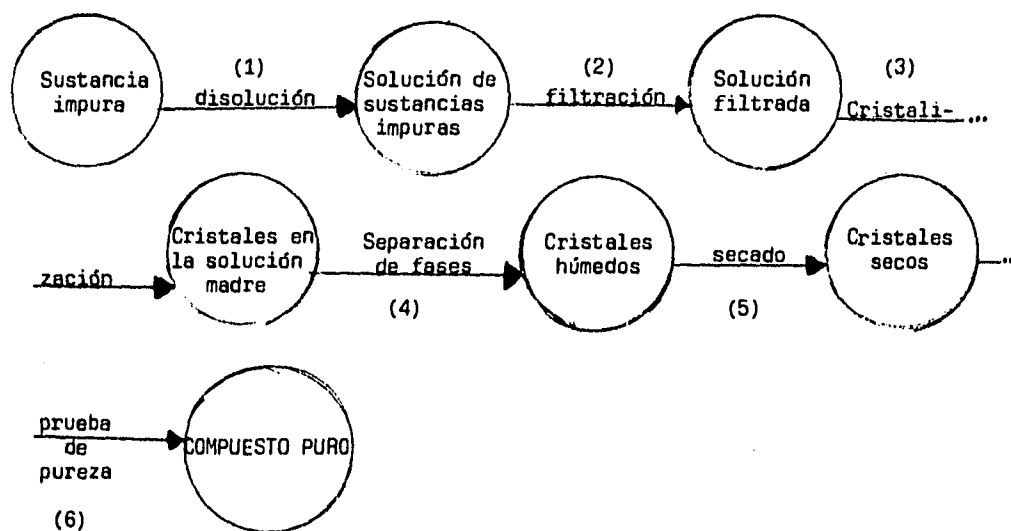
En el trabajo con compuestos orgánicos, las mezclas se pueden separar por cristalización, pero se destaca como un método de gran eficacia en la purificación de una sustancia sólida. Cuando se efectúa una separación de una mezcla de dos o más sustancias, se dice que se ha efectuado una cristalización fraccionada. Lo común es

que por cristalizaciones sucesivas se efectúe una purificación de un compuesto y en este caso se habla de recristalizaciones.

a) Los inconvenientes de la cristalización son la pérdida considerable del material deseado, que se queda disuelto en la solución de la cual se forman los cristales y que la facilidad de cristalización de las moléculas decrece rápidamente conforme aumenta la complejidad de la mezcla en que se encuentran.

b) Las ventajas de la cristalización son: el grado de pureza que se alcanza es en general muy superior al que proporcionan algunos otros métodos clásicos, (como la evaporación, decantación, centrifugación, etc.) además estas técnicas de cristalización, son fácilmente adaptables a escalas grandes o pequeñas y la determinación del punto de fusión de cada cosecha individual de cristales es directamente indicativa de la pureza del compuesto que se está obteniendo. Las muestras siempre deban recristalizarse a punto de fusión (p.f.) constante. Los productos que no incrementan fácilmente su pureza requerirán de otros métodos (como la cromatografía, la extracción, etc.).

PLAN DE TRABAJO PARA LLEVAR A CABO UNA CRISTALIZACION




El problema más crítico en las cristalizaciones es la selección del disolvente adecuado. Desde un punto de vista ideal, el disolvente debe retener en solución todas las impurezas y permitir únicamente la cristalización del material deseado, o, por el contrario, disolver únicamente lo que se desea cristalizar sin que las impurezas se disuelvan, con lo cual se pueden eliminar antes de cristalizar.

Se pueden efectuar pruebas preliminares de solubilidad en tubos de ensayo pequeños, utilizando poca cantidad de material y del disolvente, primero en frío y luego en caliente. Para la cristalización siempre se deben

utilizar disolventes redestilados. Algunos de los disolventes comúnmente empleados se encuentran resumidos en el siguiente cuadro, de acuerdo, a su polaridad que va en forma creciente de arriba hacia abajo en la tabla.

DISOLVENTES COMUNMENTE USADOS

Compuesto	p.f.	p.e. (a 1 atm)	
Pentano	- 130	36	polaridad creciente 
Ciclohexano	7	81	
Dioxano	12	101	
Benceno	6	80	
Eter etílico	- 116	35	
Cloroformo	- 64	61	
Cloruro de metileno	- 97	41	
Acetona	- 95	56	
Etanol	- 117	78	
Metanol	- 98	65	
Agua	0	100	

La selección adecuada para cada caso específico deberá de hacerse por pruebas experimentales, aunque un buen punto de partida es la antigua y válida regla de que: "Lo mismo disuelve a lo mismo", lo que se interpreta pensando que las sustancias polares son solubles en disolventes polares, y las no polares en disolventes no polares.

TIPO DE SUSTANCIA		DISOLVENTES EFICACES
Hidrocarburos	Hidrofóbicos (lipofílicos) no polares	Pentano, hexano, éter de petróleo, benceno
Esteres	↓ polaridad creciente ↓ ▼	Eter dietílico, cloruro de metileno
Hidrocarburos halogenados		cloroformo
Aminas terciarias y ésteres		acetone
Cetonas, aldehídos y fenoles		acetato de etilo (o meti- lo)
Alcoholes		etanol
Ac. carboxílicos		metanol
Ácidos sulfónicos y Sales orgánicas		agua
	Hidrofílicos polares	

Es frecuente que después de haber efectuado una serie de pruebas de solubilidad empleando disolventes, se llegue a la conclusión de que ninguno de ellos reúne los requisitos necesarios para una cristalización determinada. En dichos casos puede recurrirse al uso de mezclas de disolventes, en donde el único requisito adicional que hay que tener presente, es que los disolventes que se emplean deben de ser miscibles entre sí.

PARES DE DISOLVENTES

Metanol - Agua	Eter - Acetona
Etanol - Agua	Eter - Eter de petróleo
Ac. Acético - Agua	Benceno - Ligroína
Acetona - Agua	Cloruro de Metileno - Metanol
Eter - Metanol	

Etapas de la Recristalización

La recristalización consta de tres etapas principales:

1. Disolución y clarificación de la solución.
 2. Inducción a la cristalización.
 3. Filtrado, lavado y secado de los cristales purificados
1. Disolución y clarificación de la solución.

La sustancia sólida a purificar se disuelve en un disolvente adecuado, a la temperatura de ebullición, filtrando la disolución en caliente para separar cualquier partícula insoluble en suspensión. Para evitar la separación de cristales antes de que toda la disolución haya pasado a través del papel filtro, es conveniente determinar el volumen mínimo de disolvente necesario para disolver el sólido y añadir deliberadamente un exceso aproximadamente 10 ml por gramo del sólido como máximo. El papel filtro se lava después de la filtración con un poco más del disolvente caliente. El filtrado se evapora entonces

al volumen óptimo original y se deja entrar en reposo, el fenómeno de la sobresturación es el que hace de la cristalización un método de purificación notablemente eficaz.

Las muestras a purificar contienen frecuentemente sustancias extrañas coloreadas solubles que hacen que las disoluciones (y cristales) que deberían de ser incoloros o de un color puro definido, tengan un tono amarillento o sucio. Algunos de los pigmentos solubles se eliminan por adsorción con carbón finamente dividido, las finas partículas de carbón presentan una gran superficie activa para la adsorción de sustancias disueltas. El carbón activado se añade a la disolución caliente antes de la filtración, se mantiene la disolución caliente por un tiempo breve, se agita y se filtra. Es un error utilizar más carbón que el necesario, pues un exceso de éste pueda adsorber parte de la muestra y causar pérdidas. El uso de carbón activado para la decoloración adecuada debe ser producto de pruebas preliminares un g de la muestra se disuelve en 25 ml a ebullición del disolvente, se toman alícuotas de 3 ml y se colocan en 4 tubos de ensayo, que se introducen en un baño de agua caliente. Cada parte alícuota se ensaya con una cantidad diferente de carbón pesado con precisión: 1 g, 0.5 g, 0.25 g y 0.12 g. La disolución se hierve brevemente para mezclar el adsorbente con el soluto, se filtra en un tubo de ensayo limpio

y se observa que filtrado es incoloro. El siguiente paso es calcular la cantidad de carbón que se requiere según la cantidad de sólido a recristalizar.

2. Inducción a la Cristalización.

La disolución filtrada en caliente debe dejarse en reposo, es decir, que se deja transcurrir la cristalización sin mover el matraz, procurando no hacer vibrar la mesa en la que se apoya y, desde luego, no se ha de introducir en él ni un termómetro ni una varilla agitadora. La cristalización no empieza inmediatamente, sino después de un período de inducción que oscila de varios minutos a una hora o dos. La sustancia que esté en mayor abundancia forma el primer cristal y éste actúa como semilla o cebo que induce la separación de más cristales, mientras que las impurezas que están en menor cantidad quedan en la disolución (aguas madres). La sobresaturación de una disolución caliente puede romperse por enfriamiento rápido, agitando o aún por un ligero movimiento del matraz, y entonces puede ocurrir que ambas sustancias (el sólido a purificar y las impurezas) comiencen a cristalizar juntas, estropeando la operación de purificación. Las aguas madres se deben colocar en baño de hielo para posteriores recristalizaciones. También se puede inducir la cristalización añadiendo un cristal (si es posible) como siembra, en el caso donde no se ha obtenido ningún cristal. Si fallan estos métodos de inducción de la

recristalización será probablemente porque hay demasiado disolvente; se eliminará este exceso mediante un baño de agua caliente y la repetición de los pasos anteriores.

Existen casos en los que se obtienen cristales adecuados en cuanto a forma y tamaño y cuyo punto de fusión indica que se trata de una sustancia bastante pura, pero que están coloreados o teñidos por la presencia de una pequeña impureza. Cuando éste es el caso, es suficiente volver a disolver, hervir la solución con una pequeña cantidad de carbón activado, en el que generalmente se adsorbe el material colorido. El tamaño de los cristales que se forman depende primordialmente de la velocidad de la cristalización y, como regla general conviene recordar que mientras más lentamente se enfríe o evapore una solución, más grandes serán los cristales que se obtengan.

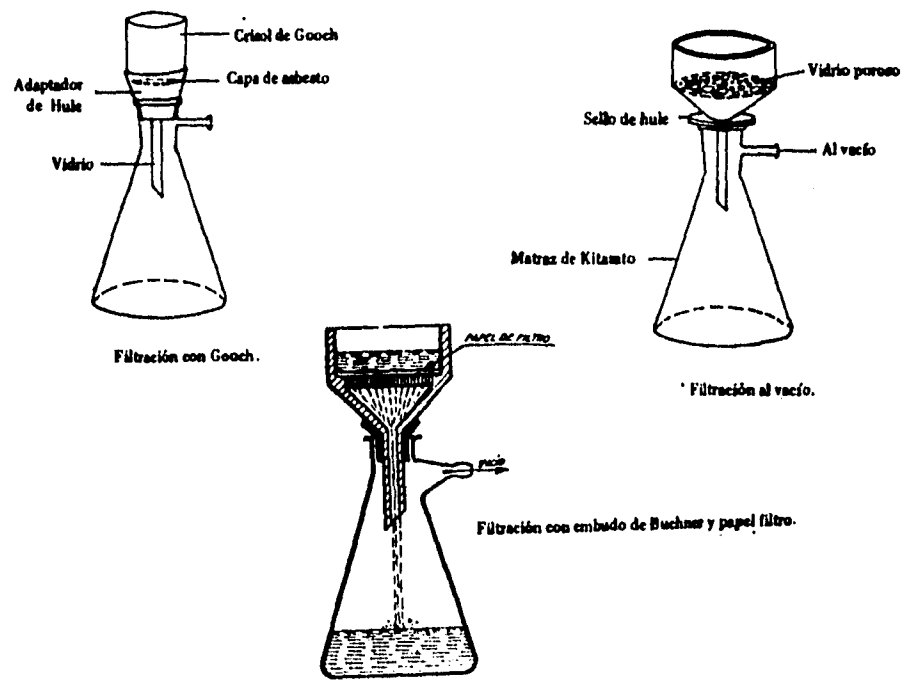
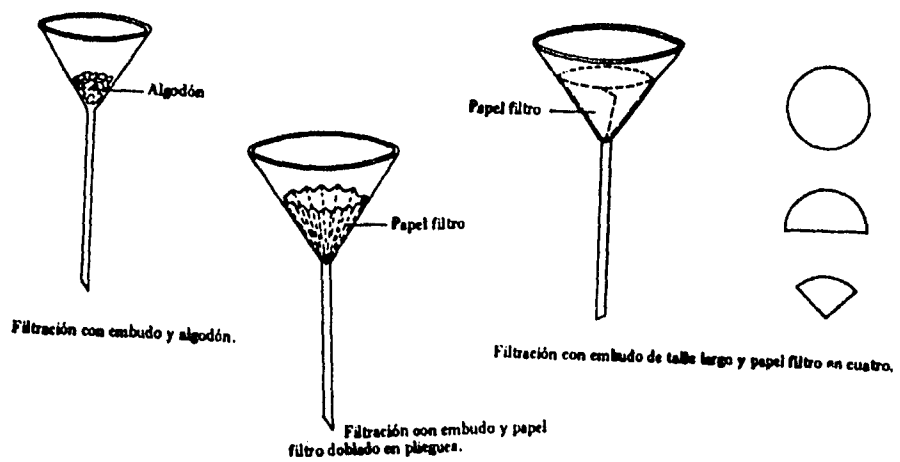
3. Filtrado, lavado y secado de los cristales purificados.

Existen dos tipos de métodos para efectuar la separación de los cristales y el sobrenadante: el que se efectúa a presión ordinaria y aquel que se realiza con la ayuda del vacío, aunque desde luego la separación más simple es la decantación. Este sólo tendrá éxito si la densidad del sólido es mucho mayor que la del líquido, ya que de esta manera el sólido se asentará fácilmente en el fondo del recipiente y no será arrastrado por el líquido que se va decantando.

Hay varias formas de efectuar filtraciones a presión normal, se mencionan las más frecuentes.

Cuando se trata de separar cristales relativamente grandes que no van a ser utilizados posteriormente, como en el caso del sulfato de sodio que se usa para eliminar parte de la humedad de algunos disolventes no miscibles con el agua, basta colocar un pedazo de algodón en un embudo y efectuar ahí la filtración. Cuando se desea efectuar una eliminación del carbón activado empleado para una decoloración, conviene usar papel filtro doblado en pliegues sobre un embudo, ya que de esta manera hay una mayor superficie de filtración, con la que la operación se efectúa con mayor rapidez.

Los casos descritos corresponden a situaciones en las que el sólido no interesa, ya que sólo se está separando de la solución que se va a emplear posteriormente. Cuando el precipitado, y a veces también la solución son de interés, se coloca un papel filtro doblado en cuatro en el embudo de tallo largo para filtración. El objeto del tallo largo es que la columna de líquido que va descendiendo por él, ayuda a "jalar" el líquido para que éste pase por el papel filtro y la operación sea más rápida. Dabe tomarse la precaución de que si se va a filtrar la disolución en caliente, se corre el riesgo de que la sustancia cristalice a lo largo del tallo.



DISOLVENTES DE USO CORRIENTE: DENSIDAD, MISCIBILIDAD CON AGUA
E INFLAMABILIDAD

Disolvente	Densidad	Miscibilidad con H ₂ O	Inflamabilidad
Agua	1.0	+	o
Metanol	0.79	+	+
Etanol 95%	0.81	+	++
Acido acético	1.05	+	+
Acetona	0.79	+	+++
Eter	0.71	-	++++
Eter de petróleo	0.64	-	++++
Ligroína	0.67	-	+++
Benceno	0.88	-	++++
Cloruro de metileno	1.34	-	o
Cloroformo	1.48	-	o
Tetracloruro de carbono	1.59	-	o

En lo que respecta a las filtraciones con ayuda de vacío, lo común es emplear algún dispositivo de porcelana (embudo Büchner) o vidrio (embudo de Hirsch) montado en un matraz de filtración Kitasato.

Una vez que la operación de filtración se ha completado, es importante lavar el sólido que se encuentra sobre el embudo para eliminar algunas de las impurezas que quedan en el líquido que humedece al sólido. Para ello se agregan sucesivamente pequeñas porciones del disolvente en el que se obtuvo el sólido, hasta que éste esté totalmente lavado. El disolvente de los lavados y el líquido sobrenadante de la cristalización se unen y evaporan

para posteriores cristalizaciones y un máximo de rendimiento. Algunas veces la filtración es lenta debido a que al embudo ajusta demasiado a la boca del matraz, produciendo una sobrapresión. Si se observa que al levantar el embudo aumenta el flujo del filtrado, se coloca entre el embudo y el matraz una pequeña tira de papel filtro doblada tres o cuatro veces. Si después de vaciados los cristales al embudo quedan cristales pegados en el matraz Erlenmeyer, pueden utilizarse pequeñas porciones de filtrado para lavarle. El disolvente puro se debe usar siempre en el lavado final. Para secar, bastará hacer pasar aire en el embudo por breves momentos o calentar por un espacio corto de tiempo a una temperatura baja. Si el disolvente es inflamable deberá realizarse a baño María.

Un método alterno de lavar precipitados o cristales consiste en suspenderlos en un disolvente en el que sean insolubles, pero en el que el contaminante sea soluble y en volver a filtrarlos. Esto es particularmente útil cuando se ha efectuado una cristalización de un disolvente de muy alto punto de ebullición, que difícilmente se puede eliminar completamente por secado.

A medida que se separan los cristales se anota la forma cristalina y cualquier otra característica que les distinga.

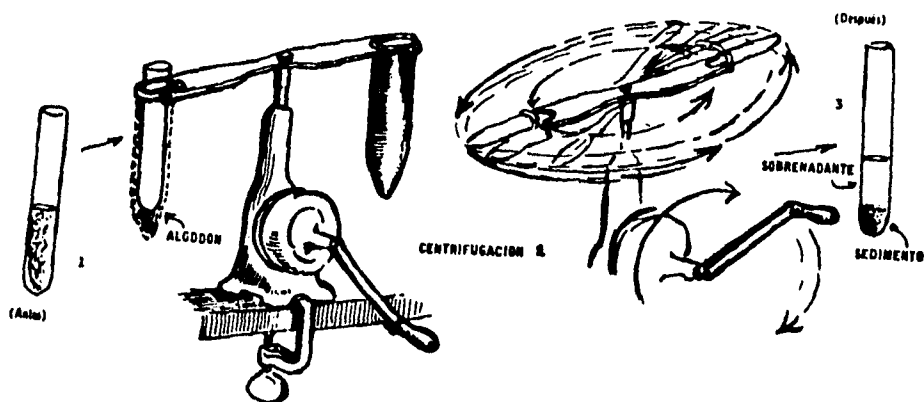
Centrifugación, Decantación, Sublimación

Un sólido que esté mezclado con un líquido en el cual no se disuelve, se puede separar por FILTRACION. Si no se requiere una separación cuantitativa, el proceso más rápido es una CENTRIFUGACION seguida por una DECANTACION.

La CENTRIFUGACION de una mezcla de un sólido y un líquido consiste en la rotación a alta velocidad, de un tubo de ensayo que contiene dicha mezcla. Esta rotación se hace con un dispositivo impulsado por un motor, que se llama centrífuga debido a que la fuerza centrífuga que se desarrolla tiende a romper el fondo de los tubos, se utilizan tubos especiales de forma cónica, llamados tubos de centrífuga.

Después de la CENTRIFUGACION, el sólido insoluble queda como masa compacta en el fondo del tubo. Al sólido insoluble se le llama "precipitado", mientras que a la fase líquida se le llama "líquido sobrenadante", o simplemente "sobrenadante". La operación que consiste en eliminar el sobrenadante vertiéndolo cuidadosamente fuera del tubo, se conoce como DECANTACION. Este procedimiento puede utilizarse cuando el sólido está perfectamente compactado en el fondo y no hay peligro de perder una parte al decantar el líquido. Si se necesita una operación cuantitativa, es preferible separar las dos fases

por filtración.



Los sólidos no volátiles (ejem. NaCl) pueden separarse del líquido en el cual están disueltos EVAPORANDO el líquido, en el caso de que el sólido fuera volátil (ejem. yodo o mentol), el sólido se evaporaría junto con el líquido, y un calor excesivo para evaporar el líquido podría llegar a descomponer a algunos sólidos, por lo que las evaporaciones deben efectuarse con un calentamiento que sea lo "más ligero" posible, especialmente cuando el sólido esté ya casi seco.

La SUBLIMACION, es una técnica utilizada principalmente para separar un sólido volátil de pequeñas cantidades de impurezas no volátiles.

Algunos sólidos que tienen presiones de vapor bastante altas pueden evaporarse gradualmente manteniéndolos en recipientes abiertos a una temperatura ligeramente inferior al punto de fusión. Al colocar una superficie fría sobre el sólido que se esté evaporando, al vapor se condensa sobre ésta en forma de cristales. Este proceso de evaporación de un sólido y la subsecuente condensación del vapor, se le llama SUBLIMACION.

CRDMATOGRAFIA

1.0 OBJETIVO DE LA PRACTICA

1. Aplicar la técnica de cromatografía en columna para separar los pigmentos clorofilicos.
2. Aplicar la técnica de cromatografía en papel para separar e identificar los ácidos orgánicos contenidos en el jugo de frutas.

2.0 ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO

Introducción

La palabra cromatografía se deriva de los vocablos griegos Khromatos = color y graphos = escritura, por lo que cromatografía textualmente significa la escritura del color. Esta técnica, fue introducida por primera vez por el botánico ruso Miguel Tsweet en 1906, quién utilizando una columna larga de vidrio rellena de sulfato de calcio finamente dividido y provista de una llave en el extremo inferior, observó que cuando una mezcla de pigmentos de plantas se pone en la parte superior de la columna y a continuación se agrega éter de petróleo, aparecen una serie de bandas horizontales de distintos colores

que corresponden a cada uno de los pigmentos de la mezcla y además demuestran que ha habido una separación a lo largo de la columna. La separación en realidad no tiene nada que ver con el color de los compuestos, ya que se pueden separar mezclas no coloridas. Lo que realmente permitió la separación es la diferencia de afinidad de los diferentes compuestos con el adsorbente, en este caso, el sulfato de calcio, de tal manera que aquellos que son más adsorbidos se desplazan menos que los que se adsorben poco. Este tipo de cromatografía, llamada de adsorción, quedó olvidada hasta 1931 en que cobró importancia al ser aplicada en la obtención de caroteno puro. Diez años más tarde fue ideada la cromatografía de reparto que, como su nombre lo indica, implica el reparto de los constituyentes de una mezcla entre dos líquidos, uno de ellos adsorbido en un sólido. De ahí en adelante el auge de los métodos cromatográficos es un proceso de los últimos 50 años, en los que se ha desarrollado una gran variedad de métodos que van desde los procedimientos más simples, que pueden efectuarse fácilmente con escasos medios, hasta los procedimientos cromatográficos instrumentales en los que se emplea equipo muy costoso que se conectan a computadoras para efectuar análisis de mezclas complejas de forma rutinaria.

Todos los métodos cromatográficos tienen como fin último la separación de una mezcla en sus constituyentes individuales, en la cromatografía analítica se determina el grado de pureza de una sustancia, por la presencia o ausencia de otras sustan-

cias, aunque se encuentren en muy bajas proporciones.

Técnicas cromatográficas

Las técnicas de cromatografía son las más utilizadas en la separación y purificación de una mezcla de biomoléculas. Dichas técnicas pueden utilizarse para obtener, desde pequeñas cantidades (picogramos, $1 \text{ pg} = 10^{-12} \text{ g}$) a grandes cantidades (gramos) de dichos compuestos. Existen varias clases de cromatografía y la selección de la más adecuada depende de la naturaleza de la sustancia que se quiere aislar.

Se puede decir de manera general que todos los tipos de cromatografía contienen básicamente dos fases: una fase estacionaria, que puede ser sólida, líquida o una mezcla de sólido/líquido, y una fase móvil, que puede ser líquida o gaseosa y fluye a través de la fase estacionaria y que se suele denominar eluyente. La separación de los compuestos se logra debido a que algunas sustancias son retenidas más fuertemente en la fase estacionaria que otras que, por lo tanto, tienen mayor tendencia a desplazarse en la fase móvil. En el siguiente esquema se presenta la clasificación de los métodos cromatográficos.

CLASIFICACION DE LOS METODOS CROMATOGRAFICOS

Fase móvil	Fase estacionaria	Técnica cromatográfica
Vapor	Sólida	Cromatografía de gases (cromatografía gas - sólido)
	Líquida	Cromatografía de gases (cromatografía gas - líquido, CGL)
Líquida	Sólida	Cromatografía de adsorción (partición líquido-sólido, cromatografía líquido-sólido, CLS)
	Líquida	Participación líquido-líquido (cromatografía de partición, cromatografía líquido-líquido, CLL)

Además, de acuerdo con los mecanismos de retención, le cromatografía se puede clasificar en los siguientes tipos: Cromatografía de:

- Adsorción (normal, de fase reversa)
- Partición líquido-líquido
- Intercambio iónico
- Permeación sobre gel
- Afinidad

Varias clases de cromatografías se basan en el principio de partición, reparto o distribución que dice: " cuando se distribuye un soluto (S) entre dos líquidos inmiscibles A y B, la relación de las concentraciones del soluto entre las dos fases en equilibrio a una temperatura dada, es una cantidad constante". Esta cantidad se denomina Coefficiente de partición, reparto o distribución:

$$\text{Coeficiente de partición} = \frac{\text{Concentración de S en el disol. A}}{\text{Concentración de S en el disol. B}}$$

La distribución de un compuesto puede realizarse no solamente en términos de distribución entre dos disolventes, sino también entre dos fases: sólido y líquido, gas y líquido y gas y sólido.

Coeficiente de distribución efectiva. Es "la cantidad de sustancia que se encuentra en una fase, dividido por la cantidad de sustancia en la otra fase".

El coeficiente de partición K de una sustancia en un sistema de dos fases está dado por:

$$K = C_s/C_m$$

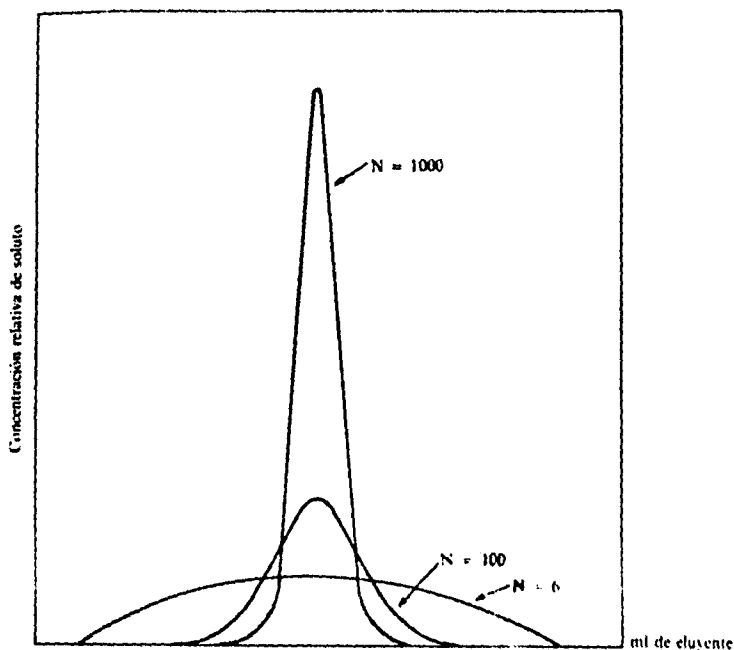
Donde C_s = Concentración de la sustancia en su fase estacionaria.

C_m = Concentración de la sustancia en su fase activa.

A mayor coeficiente de partición de una sustancia, mayor es su concentración en la fase estacionaria y más lento su avance a lo largo del sistema cromatográfico.

Existen dos factores importantes que intervienen en la separación de los compuestos mediante cromatografía: el valor del coeficiente de distribución efectiva y el número de etapas de equilibrio que tiene lugar en la columna. En realidad el número de etapas de equilibrio es muy elevado (hasta cientos

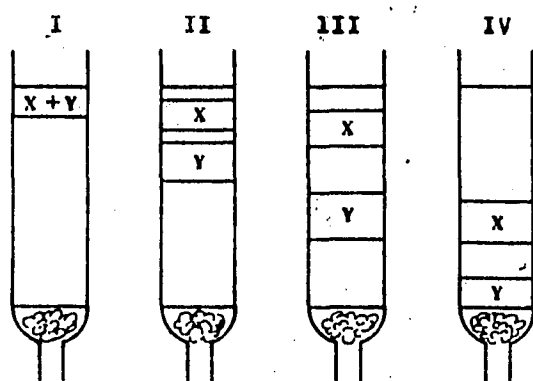
de veces) y que la fase móvil se añade de forma continua por la parte superior de la columna. El número de etapas de equilibrio se refiere como "número de platos teóricos". Este término se utiliza para describir la eficacia de las columnas de destilación (Práctica núm. 3 "Destilación Fraccionada") y también se aplica para describir el número de etapas de equilibrio en los procesos cromatográficos. Naturalmente, una columna será más efectiva, cuanto mayor número de platos teóricos tenga y en un proceso cromatográfico esto se refleja porque la separación de los compuestos que forman la muestra es más nítida, es decir, el compuesto sale de la columna en un menor volumen de eluyente, porque se distribuye en una franja más estrecha de la columna (observar el gráfico).



Efecto del número de platos teóricos (N) de una columna de cromatografía.

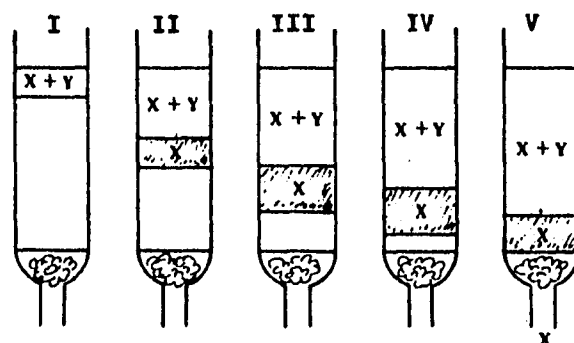
Existen fundamentalmente tres técnicas para efectuar separaciones cromatográficas que se conocen como: elución, análisis frontal y desplazamiento. Estas técnicas se pueden aplicar en principio a cualquier método cromatográfico, aunque su comprensión es más sencilla cuando se analiza la cromatografía en columna.

La técnica de Elución: Es la más empleada en los distintos métodos cromatográficos y representa realmente el fenómeno básico de las separaciones. Para explicar adecuadamente lo que sucede, por ejemplo, se tiene una mezcla por separar que contenga sólo dos sustancias que se introducen en el extremo superior de la columna adsorbente y que se van separando en zonas, conforme se pasa un disolvente. Cuando más disolvente pase, las zonas irán separándose más, hasta que la zona que contiene la sustancia más móvil sale por la parte inferior de la columna. Después de pasar más disolvente, saldrá la banda debida al segundo compuesto.



Cromatografía por elución; en condiciones ideales.

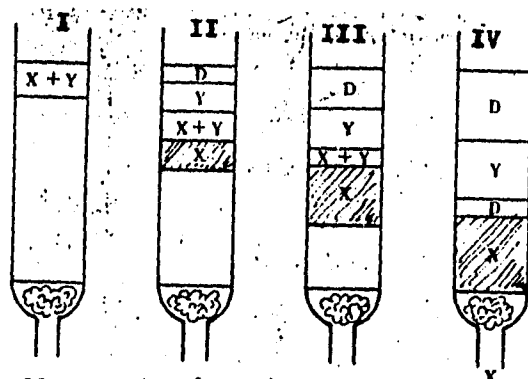
La técnica de análisis frontal: consiste en la aplicación continua de una mezcla de componentes, de tal manera que uno de ellos se ve adsorbiendo fuertemente en la parte superior de la columna, mientras que el otro prácticamente no es retenido por lo que fluye a lo largo de la columna, saliendo por el extremo opuesto. El límite de esta técnica está dado por la capacidad del adsorbente para retener a uno de los compuestos, ya que se irá saturando paulatinamente conforme se va agregando más mezcla. Los primeros volúmenes de disolvente que salgan contendrán sólo el material deseado, hasta ahí se podrá hacer el experimento ya que, las últimas cantidades de disolvente contengan el otro componente de la mezcla.



Cromatografía por análisis frontal.

La técnica de desplazamiento: consiste en agregar un disolvente que se adsorba más fuertemente que los constituyentes de la mezcla por separar, para que éstos se vayan desplazando a lo largo de la columna. Como uno de los constituyentes tendrá más tendencia a adsorberse que el otro, ambos se irán desplazan-

do con velocidades distintas e lo lergo de le colonne, por lo que si le colonne es lo suficientemente lerge y el disolvente se seleccionó de tel menere que sólo adsorbe ligeremente más que la sustencie mejor edsorbida de le mezcla, se puede lograr une buene separación crometográfica. Si alguno de los dos factores mencionados no es óptimo, no se podrá lograr le sepe-ración; ya que un disolvente que se edsorba fuertemente causará que casi tota le sustencie tienda e eluirse rápidamente a través de la columna, en tanto que le columna demasiado corta causará que no dé tiempo de que ocurra le separación. Esta técnica ea la que reúne las condiciones teóricas ideales para une buena aeparación, aunque en le práctica resulta muy difícil establecer laa condiciones experimentales adecuadas para lograrlo, como la cantidad de austancia por seperar en relación al tamaño de la columna, así como el poder adsorbente del disolvente en relación a los compueatos de la mezcla, para tener un tiempo óptimo de separación. Por ello, en la práctica muchas veces ae hace inicialmente crometografie por el método de elución, y ya que el experimento ha avanzado un porcentaje razonable, que depende en cada caso en particular, se cambie el disolvente para que la técnica se transforme en la de desplazamiento. Por la parte del método de cromatografía de análisis frontal ea el menos uaado, ya que su uso en general está restringido e aeparacionea preliminares.



Cromatografía por desplazamiento.

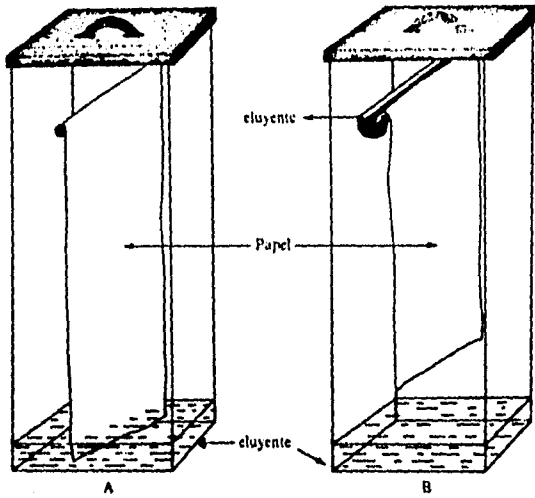
Cromatografía de Reparto: en la cromatografía de reparto la fase estacionaria es un líquido que se mantiene fijo por adsorción sobre un sólido inerte y poroso, en tanto que la fase móvil es un gas o un líquido. En este tipo de cromatografía la fase estacionaria está permanentemente saturada con la fase móvil. La separación de compuestos en este tipo de cromatografía se basa en el principio de reparto y se consigue mediante el elevado número de etapas, de reparto o distribución, que tienen lugar entre los gránulos microscópicos de una sustancia inerte, insoluble e hidratada como el almidón o celulosa, y el eluyente, que suele ser un disolvente no acuoso y generalmente inmisible en agua. El proceso que se verifica en cada gránulo es similar a cada etapa de reparto que hemos visto anteriormente. En realidad, en cada uno de ellos no se alcanza el estado de equilibrio, pero el número total de etapas de reparto es tan elevado que los compuestos se separan según sus diferentes coeficientes de reparto.

Cromatografía de papel: se basa en el principio del

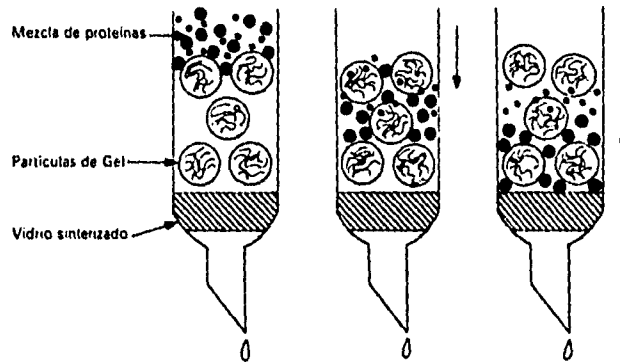
reparto. El papel es celulosa casi pura y sus fibras están hidratadas. La muestra se deposita sobre el papel laminado (Whatman No. 1 y 3) y se introduce en un recipiente de vidrio con forma de paralelepípedo (cámara cromatográfica) que cierra herméticamente y en el que previamente se ha introducido la fase móvil. La cromatografía de papel puede realizarse de dos maneras: ascendente y descendente. En el primer caso el eluyente se encuentra en el fondo de la cámara y en el segundo en un pequeño recipiente situado en la parte superior de la cámara. El eluyente se mueve a través de la lámina de papel por capilaridad arrastrando los compuestos de la muestra según su solubilidad en ambas fases.

Cromatografía de adsorción: en esta clase de cromatografía la fase estacionaria es sólida, generalmente en forma de polvo fino, que tiene la propiedad de unir o ligar moléculas en la superficie. Cada componente de una mezcla será adsorbido con diferente fuerza por la fase estacionaria y al pasar el eluyente irá arrastrando los componentes sucesivamente, dependiendo de su fuerza de unión a la fase estacionaria y de su solubilidad en el eluyente.

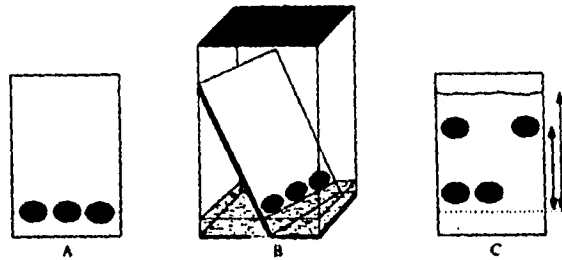
La fase estacionaria se puede colocar en una columna (cromatografía en columna) o adherirse sobre la superficie de un cristal o una lámina de aluminio (cromatografía en capa fina). Esta última técnica es particularmente útil para separar pequeñas cantidades de sustancias. El tipo de adsorbente y de eluyente



Equipos para cromatografía de papel. A) Ascendente. B) Descendente.



Separación de dos componentes de una mezcla mediante cromatografía de filtración en gel.



Cromatografía en capa fina. La muestra y el estándar se depositan cuidadosamente sobre la placa (A), y ésta se introduce en la cámara (B). Los componentes de la mezcla se identifican comparándolos con los del estándar o mediante su R_f (C).

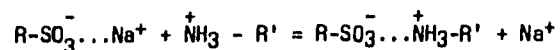
depende de la naturaleza de las sustancias que se deseen separar, generalmente como eluyente se utiliza una mezcla de dos disolventes. La muestra en la cromatografía en capa fina (que abreviadamente se indica por TLC de "Thin layer chromatography") se deposita sobre la placa y una vez seca la muestra, la placa se introduce en un recipiente de vidrio que cierra herméticamente (cámara cromatográfica), la placa se sumerge en el eluyente hasta una altura por debajo del punto de aplicación de la muestra y el eluyente asciende por capilaridad arrastrando los componentes de la mezcla, según su fuerza de unión a la fase estacionaria y su solubilidad en el eluyente. Cuando el eluyente ha llegado a la parte superior de la placa, ésta se saca de la cámara, se seca, y las manchas se hacen visibles revelando la placa con un reactivo apropiado o exponiéndola a la luz ultravioleta, si, como suele suceder, el adsorbente contiene una sustancia fluorescente. Las sustancias se pueden identificar por comparación con otras patrón que se depositan en la misma placa o por las condiciones utilizadas y el factor R_f que se define como:

$$R_f = \frac{\text{Distancia recorrida por la sustancia}}{\text{Distancia recorrida por el frente del eluyente}}$$

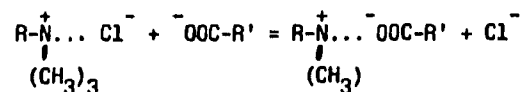
Cromatografía de intercambio iónico: en este tipo de cromatografía las moléculas se separan basándose en sus diferencias de comportamiento ácido-base. La fase estacionaria es una resina sintética que contiene grupos cargados fijos; intercambiadores catiónicos e intercambiadores aniónicos. Los

compuestos se eluyen con una fase móvil que va modificando el pH o la fuerza iónica. El principio de separación es muy sencilla y se puede esquematizar de la siguiente forma:

Intercambiador catiónico



Intercambiador aniónico



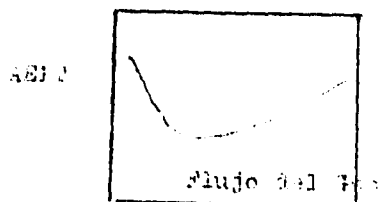
Cromatografía de filtración en gel. Esta clase de cromatografía también se denomina de exclusión molecular o de tamiz molecular y la separación de los componentes se basa en el tamaño. Es una técnica que se utiliza mucho en la separación de proteínas y en la determinación de sus pesos moleculares. La fase estacionaria, que consiste en gránulos muy finos de un material polimérico inerte, muy hidratado, se empaqueta en una columna de vidrio. Los materiales que se utilizan con más frecuencia son derivados de polisacáridos como la agarosa y derivados de poliácridamida y se preparan con diferente grado de poroidad. En el comercio se encuentran con nombres registrados como Shephadex, Sephacel y Bio-Gel seguidos de un número que indica al usuario los pesos moleculares de las partículas en que la separación es más efectiva.

Cromatografía de afinidad: la purificación o separación de una macromolécula de origen biológico por cromatografía de afinidad se basa en su especificidad biológica. Esta técnica se usa en la purificación de enzimas, antígenos, anticuerpos, vitaminas, hormonas, receptoras de drogas, proteínas de transporta, complejos polirribosomales, multienzimáticos y sustancias repressoras.

Cromatografía de gases: esta técnica está basada en la distribución de los compuestos entre un líquido y un gas; es un método muy utilizado para el análisis de compuestos por su rapidez y su alta sensibilidad. La fase estacionaria "líquida" puede depositarse, bien sobre gránulos de un soporte sólido inerte, o bien directamente sobre el material inerte, que constituya las columnas capilares y que pueda ser sílice fundida. Las fases estacionarias más ampliamente utilizadas son las de polisiloxeno (gomas y aceites de silicona), el material se empaqueta en una delgada columna de vidrio o de acero (en las columnas convencionales) y se introduce en un horno que alcance temperaturas de hasta 400° C, a través de la columna se hace fluir un gas inerte como nitrógeno o argón. La separación de los componentes depende de los coeficientes de partición del compuesto que se quiere analizar, volatilizado entre las fases líquidas y gas. A medida que los compuestos de una mezcla salen por la columna van pasando a un detector, el cual se encuentra conectado a un registrador que va registrando en forma de picos los diferentes compuestos. El cromatógrafo

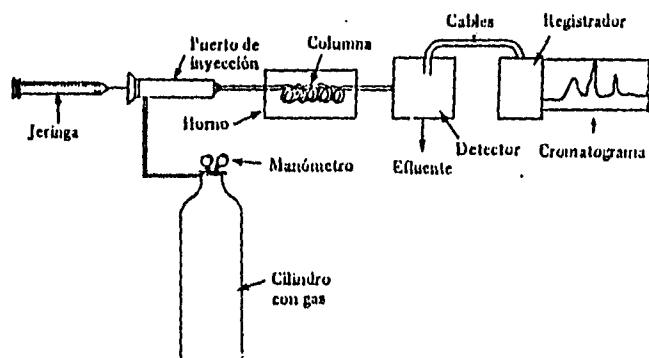
suele llevar incluido un integrador que determina el área de cada pico, el cual es proporcional a la cantidad de compuesto analizado.

El flujo del gas acarreador debe de ser escogido adecuadamente, ya que la eficiencia de la columna depende notablemente de este parámetro, ya que cuando el flujo es muy elevado los componentes se separan tan poco que salen casi juntos, y cuando el flujo es demasiado bajo, como los componentes están mucho tiempo en la columna, por el fenómeno de difusión de bandas se van haciendo muy anchas. La determinación del flujo óptimo para una separación cromatográfica determinada se logra construyendo una Gráfica de Van Deemter en la que en las abscisas se coloca el flujo del gas acarreador y en las ordenadas el alto equivalente de un plato teórico (AEPT).



Gráfica de Van Deemter

Esta gráfica tiene un mínimo, que es el flujo ideal al cual conviene trabajar el problema concreto, sobre todo en los casos en los que se desean hacer muchas determinaciones sucesivas.

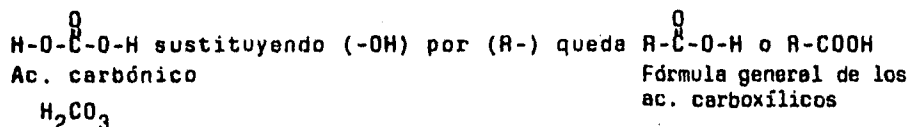


Representación esquemática de un cromatógrafo de gases.

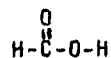
Un breve bosquejo de los ácidos carboxílicos, dado que la cromatografía -- en papel que se realiza en la parte experimental, es separación de éstos y su identificación.

Los ácidos carboxílicos se definen como: Compuestos orgánicos que contienen el grupo funcional $-COOH$, unido a un hidrocarburo.

Los ácidos carboxílicos pueden considerarse como derivados del ácido carbónico (H_2CO_3) por sustitución de uno de los grupos $(-OH)$ por un radical orgánico $(R-)$



sóloamente en el caso del ácido metanóico el grupo $(-OH)$ del ácido carbónico se sustituye por un hidrógeno, quedando:



ACIDOS CARBOXILICOS

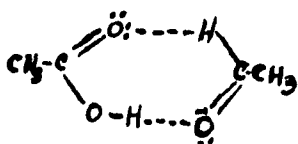
Nombre	Fórmula	
Metanoico	HCOOH	HCO ₂ H
Etanoico	CH ₃ COOH	CH ₃ CO ₂ H
Propanoico	CH ₃ CH ₂ COOH	CH ₃ CH ₂ CO ₂ H
Butanoico	CH ₃ (CH ₂) ₂ COOH	CH ₃ (CH ₂) ₂ CO ₂ H
Pentanoico	CH ₃ (CH ₂) ₃ COOH	CH ₃ (CH ₂) ₃ CO ₂ H

NOMBRES TRIVIALES O COMUNES DE LOS 10 PRIMEROS
ACIDOS CARBOXILICOS

Núm.de Carbonos	Estructura	Nombre trivial	Ocurrencia y derivación del nombre
1	HCO ₂ H	Fórmico	Hormigas (latín, formica)
2	CH ₃ CO ₂ H	Acético	Vinagre (latín, acetum)
3	CH ₃ CH ₂ CO ₂ H	Propiónico	Leche, mantequilla y queso (Gr. protos = primero; y pion = grasa)
4	CH ₃ (CH ₂) ₂ CO ₂ H	Butírico	Mantequilla (latín, butyrum)
5	CH ₃ (CH ₂) ₃ CO ₂ H	Valérico	Raíz de valeriana (latín, valere, ser fuerte)
6	CH ₃ (CH ₂) ₄ COOH	Caprónico	Cabra (latín cabra = caper)
7	CH ₃ (CH ₂) ₅ COOH	Enántico	Gr. Aenanthe, flores de enredadera
8	CH ₃ (CH ₂) ₆ COOH	Caprílico	Cabra
9	CH ₃ (CH ₂) ₇ COOH	Pelargónico	Su éster se encuentra en Pelargonium roseum, un geranio
10	CH ₃ (CH ₂) ₈ CO ₂ H	Cáprico	Cabra

Propiedades físicas de los ácidos carboxílicos: El grupo carboxilo está idealmente estructurado para formar dos puentes de hidrógeno entre un par de moléculas. Un par de moléculas

de ácido carboxílico, unidas por enlace de hidrógeno, se llama con frecuencia Dímero de Acido carboxílico. A causa de la fuerza de estos enlaces de hidrógeno, los ácidos carboxílicos se encuentran como dímeros en proporción baja aún en fase de vapor.



Un dímero de ácido carboxílico

Enlace de hidrógeno con agua

Las propiedades físicas de los ácidos carboxílicos reflejan la fuerte asociación por hidrógeno entre las moléculas de ácido carboxílico. Los puntos de fusión y ebullición son relativamente altos.

PROPIEDADES FÍSICAS DE ALGUNOS ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

Nombre	Estructura	p.f.° C	p.e.° C	Solubilidad en agua a 20° C
Fórmico	HCO ₂ H	8	100.5	∞
Acético	CH ₃ CO ₂ H	16.6	118	∞
Propiónico	CH ₃ CH ₂ COOH	-22	141	∞
Butírico	CH ₃ (CH ₂) ₂ COOH	- 6	164	∞
Valérico	CH ₃ (CH ₂) ₃ COOH	-34	167	3.7 g/100 mL
Caprónico	CH ₃ (CH ₂) ₄ COOH	- 3	205	1.0 g/100 mL
Ciclohexanocarboxílico	C ₆ H ₁₁ COOH	31	233	0.2 g/100 mL
Benzóico	C ₆ H ₅ COOH	122	250	0.3 g/100 mL

Una propiedad notable (no sólo física, sino fisiológica) de los ácidos carboxílicos de bajo peso molecular es su olor. Los ácidos fórmico y acético tienen olores picantes. El ácido propiónico tiene un olor picante que recuerda el olor de las grasas rancias. El olor rancio de la mantequilla se debe en parte al ácido butírico. El ácido caprónico huele a cabra (el sudor de la cabra contiene ácido caprónico). El ácido valérico (del latín valere, "ser fuerte") no es un ácido fuerte, pero tiene un olor fuerte, intermedio entre el de la mantequilla rancia y el sudor de cabra. (Muy interesante es el hecho de que el ácido valérico es el atrayente sexual del gusano de la remolacha azucarera). Los perros pueden diferenciar los olores de los seres humanos por las diferentes proporciones de ácidos carboxílicos que contiene el sudor humano. Los ácidos carboxílicos de 10 y más átomos de carbono disminuyen su olor, probablemente por su falta de volatilidad.

Los ácidos carboxílicos también llamados ácidos orgánicos se distribuyen ampliamente en la mayor parte de los alimentos que ingerimos. Pueden provenir de los vegetales en que están contenidos originalmente o de una adición durante el proceso de elaboración para su conservación, en algunos casos se ha considerado una adulteración, pero en cualquiera de los fines que se pretenda (conservación o adulteración), sus beneficios son muy discutibles.

ALCALOIDES

1.0 OBJETIVO DE LA PRACTICA

Obtener un alcaloide (cafeína) por la técnica de la sublimación y emplear técnicas químicas para su identificación.

2.0 ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO

Alcaloides

Son sumamente difíciles de definir porque no son un grupo de compuestos homogéneos, sea desde el punto de vista químico bioquímico o fisiológico. Por lo tanto, toda definición general debe formularse con reservas, excepto cuando se señala el hecho de que todos son compuestos nitrogenados.

Se trata de productos vegetales, aunque algunos se encuentran en los animales, y prácticamente todos se han podido sintetizar.

La mayoría posee propiedades básicas por la presencia del nitrógeno de un amino, y muchos, especialmente los usados en medicina y en farmacia, tienen una evidente actividad fisiológica. No obstante las dificultades que encierra una definición precisa, el término alcaloide se aplica a: compuestos nitrogenados básicos de origen vegetal que son fisiológicamente activos.

Los alcaloides al parecer, tienen una distribución restringida - en el reino vegetal. Dicha observación se funda en investigaciones incompletas efectuadas sobre plantas hasta el presente; aún falta una investigación exhaustiva para tener una idea definida de su distribución en el reino vegetal.

Entre los angiospermas se destacan algunas familias que incluyen especies productoras de alcaloides: leguminosas, papavaráceas, ranunculáceas, rubiáceas, solanáceas y berberidáceas. Las labiadas y rosáceas están libres de ellos; las gimnospermas solamente en reros casos los contienen (taxáceas). Aunque se ha dicho que las monocotiledóneas no suelen producir alcaloides, investigaciones indican que las amarilidáceas y liliáceas son 2 de las familias más importantes de una lista de 11, en lo que respecta a producción de alcaloides.

Los alcaloides pueden presentarse en distintas partes del vegetal; en el fruto (pimienta negra, cicuta), en semillas (nuez vómica, areca), en hojas (hoje de belladona, beleño), en los tallos subterráneos (sanguinaria, corydalis), en las raíces (acónito, raíz de belladona), en los rizomas (hidrastis, ipecacuana) y en las cortezas (quina, granado). También se hallan presentes en los hongos (cornezuelo, amanita citrina).

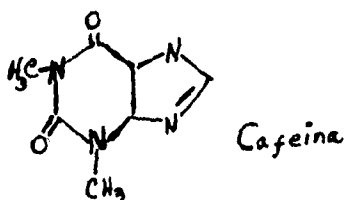
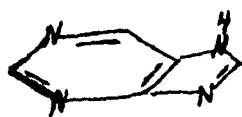
Las reglas químicas establecidas en diversos acuerdos, determinan que el nombre de todos los alcaloides deben terminar en INA.

Química de los Alcaloides

Los alcaloides contienen generalmente un átomo de nitrógeno, aunque algunos de ellos, como la ergotamina, pueden tener hasta 5.

El nitrógeno puede formar parte de una amina primaria (RNH_2), de una amina secundaria (R_2NH) o de una amina terciaria (R_3N). Todos estos compuestos son básicos, pero el grado de basicidad varía mucho según la estructura de la molécula, y según la presencia y ubicación de otros grupos funcionales.

Los compuestos de amonio cuaternario $[\text{R}_4\text{N}^+ \text{X}^-]$, como el clorhidrato de tubocurarina o el clorhidrato de muscarina, técnicamente no son alcaloides porque sus propiedades químicas son diferentes, sin embargo por conveniencia suelen agruparse junto con los alcaloides y se estudian con ellos. De la misma manera se consideran alcaloides otros compuestos nitrogenados fisiológicamente activos, como las bases púricas (constituyentes de la estructura del ADN y ARN).



A pesar de las dificultades para definir con precisión las características de los alcaloides, éstos muestran un número sorprendente de propiedades físicas y químicas que les son

comunes. La mayor parte de los alcaloides son insolubles o poco solubles en agua, pero reaccionan con los ácidos para formar sales generalmente muy solubles en agua. Los alcaloides libres suelen ser solubles en éter, cloroformo y otros solventes relativamente no polares, pero sus sales alcaloídicas no son solubles en ellos. La mayoría de los alcaloides son sólidos - cristalinos, aunque existen algunos amorfos y otros (coniina, nicotina, esparteína) que carecen de oxígeno en sus moléculas y son líquidos. Las sales de los alcaloides son cristalinas, y su morfología suele permitir una identificación microscópica.

Los alcaloides, como otras aminas, forman sales dobles con los compuestos de mercurio, oro, platino y otros metales pesados. Estas sales dobles normalmente se obtienen como precipitados, y muchas son características desde el punto de vista microcristalográfico. Entre los reactivos comunes de los alcaloides figuran el de Wagner (I en KI), el de Mayer (yoduro mercuríco potásico) y el de Dragendorff (yoduro de Bi y K).

Acción farmacológica

La acción farmacológica de los alcaloides es sumamente variada: algunos (morfina, codeína) son analgésicos y narcóticos, mientras que otros (estricnina, brucina) son estimulantes centrales. Otros (atropina, homatropina) son midriáticos. Algunos (fisostigmina, pilocarpina) son mióticos, otros (efedrina) provocan una elevación de la presión sanguínea, mientras que otros (reserpina), la disminuyen en los casos de hipertensión.

sión excesiva. Por lo tanto, los alcaloides son capaces de ejercer una actividad fisiológica muy variada.

Cafeína

Se deriva de una base purínica: La 1, 3, 7, trimetilxantina y posee acción psicoanaléptica (reconstituyente) intensa. La cafeína, se encuentra en una serie de plantas que desde hace mucho tiempo son utilizadas como estimulantes: *cofea arábica*, *thea sinensis*, *cola-vera*, *illex paraguayensis* (mate). Además, actualmente la cafeína es sintetizada en forma industrial. Se emplea también para la elaboración de bebidas refrescantes.

La cafeína actúa principalmente sobre la corteza cerebral. En la experimentación animal, mediante dosis letales o subletales de cafeína, se pueden demostrar las convulsiones características de los analépticos así como la acción de la cafeína a dosis terapéuticas (0.5 a 0.2 g por vía oral) sobre la corteza cerebral que depende de la "situación en que se halle el individuo": el cansancio desaparece, aumentando la percepción psíquica, la atención y capacidad de razonamiento. Si por el contrario el individuo se encuentra en plena actividad mental, apenas se puede observar un aumento de rendimiento mental o corporal tras la administración de cafeína. Las dosis mencionadas, que se hallan comprendidas en 1 ó 2 tazas de café o de té, impiden también conciliar el sueño. Dosis más elevadas de cafeína dan lugar a fuga de ideas, inquietud y temblor. Tras

los efectos excitantes de las dosis normales de cafeína aparece una fase depresiva de carácter compensador. No se ha podido demostrar la aparición de trastornos orgánicos por la administración crónica de cafeína (ingestión de café o té); únicamente en caso de ingestión exagerada o de hipersensibilidad aparezcan; nerviosidad, insomnio y síntomas semejantes. Si se suspende repentinamente su administración, no se observan síntomas de abstinencia.

La cafeína a dosis elevadas, excita los centros vasculares y respiratorios. A pesar de ello la presión arterial no aumenta, por causa de su acción periférica.

Reacciones químicas de la cafeína

La cafeína es oxidada por el ácido nítrico, formando un compuesto amarillo, cuya sal de amonio tiene un color rojo violáceo (reacción de la murexida). La disolución en hexano caliente de cafeína y ácido salicílico (mol a mol) forman al añadirle éter de petróleo, un precipitado de salicilato de cafeína.

MACROMOLECULAS

1.0 OBJETIVO DE LA PRACTICA

Obtención de polímeros por condensación Nylon 6-10 y -
Bakelita.

2.0 ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO

El término MACROMOLECULA, o polímero, se aplica a las sustancias de peso molecular elevado que están compuestas por un gran número (normalmente y como mínimo, 100) de unidades de peso molecular pequeño, enlazadas mediante enlaces covalentes. Si las unidades de bajo peso molecular que forman las macromoléculas están unidas por sus extremos dando una cadena larga sin que se formen enlaces covalentes entre las cadenas, las macromoléculas se denominan polímeros lineales. Tales polímeros, salvo que su peso molecular sea extraordinariamente alto (1 000 000), suelen ser solubles y al calentarlos se ablandan o se funden, por lo cual pueden sacarse en forma de fibras o moldearse como se desee. Se dice de estos polímeros que son "termoplásticos". Por el contrario, los polímeros cuyas cadenas están entrelazadas en numerosos puntos forman moléculas tridimensionales y grandes; no tienen punto de fusión y son insolubles. Estos polímeros se denominan polímeros entrecruza-

dos debiéndose el entrecruzamiento a los enlaces que unen las cadenas. Ciertos polímeros lineales, conocidos como "termoes-
tablas", contienen algunos grupos que, al calentarlos, reaccio-
nan convirtiéndolos en polímeros entrecruzados.

El proceso por el que las moléculas pequeñas experimentan una combinación múltiple para formar macromoléculas se llama POLIME-
RIZACION. Las moléculas de pequeño tamaño a partir de las cuales se puede formar una macro-molécula o polímero se denomi-
nen monómeros. Tenemos dos clases de polimerización:

- 1) Polimerización por condensación.
2. Polimerización por adición.

La adición de un radical, un catión o un anión a una molécula olefínica origina, evidentemente, otro radical, catión o anión, que, a su vez, se adicione a otra molécula etilénica como se indica en las ecuaciones dadas más adelante. El proceso conti-
núa más adelante de esta forma hasta que el crecimiento de la cadena termina por interacción con alguna sustancia que le haga perder su carácter iónico o de radical.

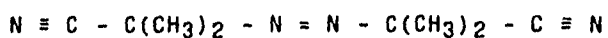
Podría esperarse que los compuestos insaturados se polimericen espontáneamente si se mantienen en un comportamiento caliente durante cierto tiempo, y así ocurre con muchos, pero el único monómero para el que este procedimiento produce una polimeriza-
ción satisfactoria es el estireno. En los demás casos hay que añadir un iniciador que produzca radicales "in situ". Las

sustancias útiles, es decir, las que producen una concentración de radicales libres significativa al calentarlas, son:

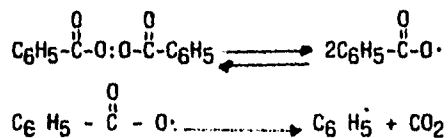
Peróxido de benzoflora

Peróxido de terbutilo (y otros peróxidos orgánicos)

azobisisobutironitrilo:



Estas sustancias proporcionan, por disociación a temperaturas entre 50 - 150° C, una concentración de radicales suficiente para iniciar la reacción. El radical benzoato origina un radical fenilo por pérdida de dióxido de carbono (CO₂). Cualquiera de ellos, designado por Z en las fórmulas de más adelante, puede actuar como iniciador.



Polimerización por condensación. Cuando en la reacción de formación de un polímero se elimine una molécula pequeña, como el agua.

Polimerización por adición. Cuando se adicionan recíprocamente moléculas cíclicas o insaturadas sin eliminar ninguna porción del monómero.

Las reacciones capaces de formar macromoléculas por adición o por condensación tienen que ser funcionalmente capaces de continuar indefinidamente. Siempre que reaccionen dos moléculas del monómero, el producto ha de contener un grupo funcional capaz de reaccionar con otra molécula del monómero. En la polimerización por condensación cada unidad de monómero tiene que poseer por lo menos dos grupos funcionales. En la polimerización por adición el monómero sólo necesita tener un grupo funcional; la presencia de dos o más grupos funcionales conduce a la formación de un polímero entrecruzado.

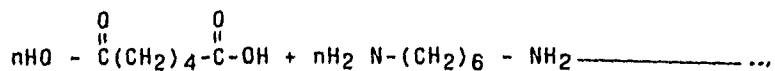
Polímeros por condensación

Las poliamidas y Nylon son ejemplos típicos de polímeros de condensación formados por la reacción de un diácido con una diamina. El Nylon 66 (polihexametilenadipamida) se forma al calentar una mezcla equimolecular de ácido adípico y hexametildiamina a una temperatura de 215° C - durante varias horas, posteriormente a 270° C, y después a

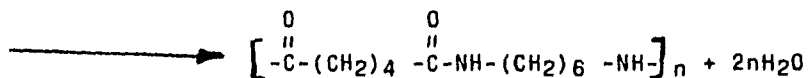
vacío durante una hora.

Ac. Adípico

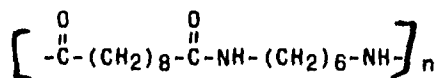
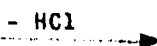
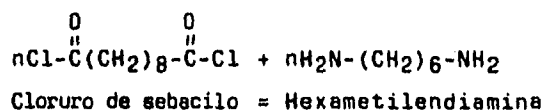
Hexametilendiamida



Nylon 66



En el laboratorio escolar es más conveniente obtener Nylon mediante una reacción de polimerización realizada en una interfase. La reacción transcurre entre un cloruro de un diácido disuelto en un disolvente orgánico inmiscible con el agua y una solución acuosa de la diamina. La reacción tiene lugar aparentemente en la interfase de las dos soluciones.



Nylon 6-10

Polímeros por adición

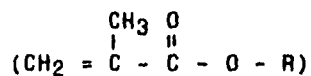
La experiencia de polimerización del estireno ilustra la -

polimerización por adición de los monómeros etilénicos de fórmula general:

$$R_1-C = \overset{\overset{R_2}{|}}{C} - \overset{\overset{R_3}{|}}{C} - R_4$$

en que R puede ser H o cualquier otro grupo.

Dentro de este grupo se encuentran las polimerizaciones del etileno, del cloruro de vinilo ($CH_2 = CHCl$), de los ésteres vinílicos ($CH_2 = CH-O-CO-R$) y del estireno ($C_6H_5CH=CH_2$), así como de los dienos conjugados que incluyen el 1,3 butadieno ($CH_2=CH-CH=CH_2$) y los ésteres acrílicos:



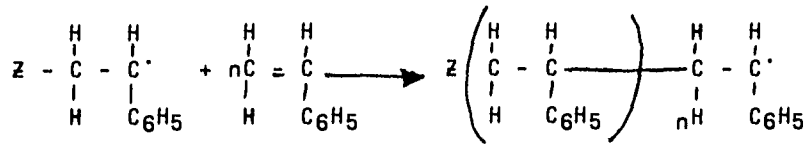
La iniciación de la reacción de adición en los compuestos de este tipo puede efectuarse por:

1. Radicales libres
2. Cationes
3. Aniones
4. Iniciadores de coordinación (Ejem. compuestos orgánicos de titanio, aluminio y/o litio).

La polimerización de un compuesto olefínico sencillo, como el estireno, es en esencia un proceso en tres etapas: iniciación, propagación y terminación del crecimiento de la cadena.



Propagación



Terminación. El crecimiento del polímero puede finalizar por combinación de dos radicales, por eliminación de un átomo de hidrógeno del penúltimo eslabón de la cadena, que produce un alqueno de elevado peso molecular o por combinación del radical grande en crecimiento con uno de los radicales iniciadores.

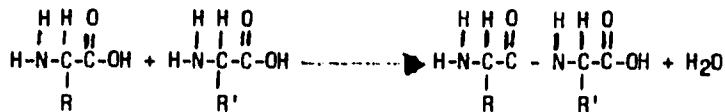
Los polímeros en los Seres Vivos

Las macromoléculas o polímeros están ampliamente distribuidas en los seres vivos.

$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$	$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$	$(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11})_n$
Monómero Glucosa	Dímero Sacarosa	Polímero Almidón

Polímeros de nucleótidos: ADN y ARN

Polímeros de aminoácidos: Proteínas



Enlace peptídico

CARACTERIZACION DE COMPUESTOS ORGANICOS POR METODOS QUIMICOS

1.0 OBJETIVO DE LA PRACTICA

1. Diferenciar e identificar grupos funcionales en una sustancia problema asignada por el profesor.
2. Determinar el material, equipo y sustancias que requerirá para la identificación de la sustancia problema.

2.0 ANTECEDENTES DE CONOCIMIENTO

Grupos funcionales

Los grupos funcionales comunes se pueden agrupar en trece clases:

Aminas	Eteres
Acidos Carboxílicos	Alquenos
Fenoles	Alcanos
Esteres	Hidrocarburos aromáticos
Aldehidos	Haluros de alquilo
Cetones	Haluros de arilo
Alcoholes	

Por las reacciones de clasificación y confirmación que a continuación se detallan, serán suficientes para diferenciar

e identificar los grupos funcionales comunes.

Resumen de clasificación

Propiedades físicas generales:

1. Propiedades evidentes: color, olor, estado físico.
2. Punto de fusión (sólidos) o punto de ebullición (líquidos).
3. Solubilidad en agua; acidez o basicidad.
4. Elementos presentes (N, Cl, Br, I) además C, H y O.

Secuencia de clasificación.

1. Solubilidad en ácido mineral diluido; reprecipitación por álcali; clasificación de base orgánica.
2. Solubilidad en hidróxido de sodio diluido; reprecipitación por ácido; clasificación de sustancia ácida (ácido, fenol).
3. Hidrólisis por álcali cáustico caliente; clasificación de éster.
4. Precipitación con reactivo 2,4-dinitrofenilhidracina; clasificación de aldehído o cetona.
5. Reacción con sodio metálico; clasificación de alcohol.
6. Reacción con ácido sulfúrico concentrado y frío; reprecipitación al diluir con agua; diferenciación entre alcohol o alqueno, éter e hidrocarburo o hidrocarburo halogenado.

7. Combustión; diferenciación entre sustancia alifática y aromática.

Confirmación de Grupos Funcionales

Reacciones de confirmación.

1. AMINAS

- a) Reacción con ácido nitroso; diferenciación entre amina alifática y aromática y entre amina primaria, secundaria y terciaria.
- b) Reacción de Hinsberg; diferenciación entre amina primaria, secundaria y terciaria.

2. ACIDOS CARBOXILICOS Y FENOLES

- a) Liberación de dióxido de carbono a partir de bicarbonato de sodio; diferenciación de ácidos carboxílicos de la mayor parte de los fenoles.
- b) Solubilidad en disolución de carbonato de sodio; diferenciación de ácidos carboxílicos de la mayoría de los fenoles.
- c) Color con cloruro férrico acuoso; la mayoría de los fenoles.
- d) Color con cloruro férrico/piridina en cloroformo. Casi todos los fenoles.

3. ESTERES

- a) Reacción coloreada hidroxamato - cloruro férrico.

4. ALDEHIDOS Y CETONAS

- a) Reacción de Tollens, aldehidos.
- b) Reacción yodofórmica; metil cetonas.

5. ALCOHOLIOS

- a) Reacción con cloruro de acetilo.

6. ALQUENOS

- a) Decoloración de bromo en tetracloruro de carbono.
- b) Reacción de Baeyer.

7. ESTERES

- a) Reacción coloreada Ferrox.

8. COMPUESTOS HALOGENADOS

- a) Movilidad de halógeno.

Reacciones de Clasificación y de Confirmación

Las diferentes finalidades y aplicaciones de las reacciones de CLASIFICACION Y CONFIRMACION deben apreciarse muy clara-

mente.

Las REACCIONES DE CLASIFICACION forman una SECUENCIA de experimentos ideados para determinar la ausencia y sugerir la presencia de grupos funcionales particulares. Deben efectuarse en el orden especificado debido a que los grupos funcionales ensayados primero en la secuencia pueden, si están presentes, dar resultados falsos en reacciones posteriores. Por ejemplo, muchas aminas dan precipitados rojos con el reactivo dinitrofenilhidracina (reactivo para el ensayo de aldehídos y cetonas); simplemente, neutralizan el ácido del reactivo y así dan lugar a que se separe de la disolución la base libre 2,4-dinitrofenilhidracina. Por esto debe demostrarse que no hay aminas antes de que puedan ensayarse así aldehídos y cetonas. Similarmente, muchos ácidos interfieren con las reacciones para ésteres, aldehídos, cetonas, alcoholes, etc. Los ésteres interfieren con las reacciones aldehído-cetona y así otros. En el trabajo elemental, normalmente sólo estará presente un grupo funcional, de manera que una caracterización puede detenerse con la primera indicación positiva.

Las REACCIONES DE CONFIRMACION están diseñadas para confirmar o negar la presencia de un grupo funcional sugerida por la secuencia de reacciones de clasificación. Aunque algunas reacciones de confirmación son totalmente específicas, la mayoría darán resultado positivo no solamente con el grupo buscado sino también con otros varios.

En ningún caso, se usará una reacción de confirmación como un atajo para la clasificación de un grupo funcional.

Usualmente no tiene duda una reacción de confirmación negativa; esto indica, en efecto, que está ausente el grupo sugerido por la reacción de clasificación. Por otra parte, una reacción de confirmación positiva, confirma solamente que pueda estar presente el grupo sospechado.

La probabilidad se convierte virtualmente en certeza si:

- 1) Coinciden varias reacciones de confirmación con la presencia de la función indicada por la secuencia de clasificación.
- 2) Son negativas las reacciones de clasificación para todas las funciones que pueden interferir con las reacciones de confirmación.
- 3) Son negativas las reacciones de confirmación para todas las funciones que pueden interferir.

Obviamente, se puede gastar considerable tiempo en reacciones cualitativas para llegar la probabilidad lo más cerca posible de la certeza, sin embargo pronto se alcanza un grado de seguridad conveniente.

La seguridad de las reacciones

La caracterización de grupos funcionales en la experimen-

tación esté basada en la premisa de que en un grupo funcional dado, exhibirá su comportamiento típico independientemente del esqueleto orgánico al cual esté unido. Esta premisa simplemente no es válida. Aunque una gran proporción de compuestos orgánicos sencillos se comporta típica y predeciblemente, se puede decir con seguridad que es imposible una reacción absoluta de grupo funcional; esto es, (sea cual fuere la reacción o el grupo), hay sustancias que contienen el grupo y dan reacciones negativas y sustancias que no contienen al grupo que darían resultados aparentemente positivos. Las sustancias dadas como problemas son escogidas muy cuidadosamente para que se comporten "normalmente" pero incluso algunas de éstas puedan presentar comportamiento anómalo, usualmente por razones muy claras, por ejemplo; la amina sencilla p-toluidina, no se disuelve fácilmente en ácido sulfúrico diluido y frío, y no es porque no reaccione, sino porque el sulfato es insoluble en agua. La base se disuelve fácilmente en ácido clorhídrico diluido (2-5%) pero no en ácido concentrado e causa de que una alta concentración del ión cloruro rebaja la solubilidad de la sal (afecto del ión común). Similarmente, un número bastante grande de ácidos aromáticos, no se disolverá en hidróxido de sodio diluido porque sus sales de sodio son sólo ligeramente solubles, y muchos más no se disuelven en álcali concentrado. La solución de estas anomalías particulares es totalmente sencilla; usar base o ácido diluido y ensayar la solubilidad en varios ácidos diferentes (HCl, H₂SO₄, HNO₃, CH₃COOH, H₃PO₄) y bases o álcalis (NaOH, KOH,

Ba(OH)₂, Ca(OH)₂, NH₄OH). Otras aparentes anomalías son total--
mente resueltas de manera fácil y lógica. Como regla general;
usar más de un reactivo o innecesariamente un reactivo más con-
centrado no mejorará una reacción y usualmente la empeorará.
La capacidad para reconocer y desenvolverse con situaciones
anómalas es una gran parte del "arte de la Química Orgánica
Experimental".

Pureza de las sustancias

Las sustancias suministradas como problemas son ordinari--
mente muestras comerciales. La mayoría de éstas son razonable--
mente puras, pero muchas contienen cantidades importantes de
impurezas. Esto puede presentar una trampa para el estudiante
irreflexivo o poco cuidadoso. Por ejemplo, el benzaldehído
comercial contiene casi siempre un poco de ácido benzóico y
por lo tanto libera dióxido de carbono gaseoso de la disolución
de bicarbonato de sodio. Sin embargo, no se disuelve complete--
mente en álcali diluido frío, aunque se disolverá en álcali
cáustico concentrado en caliente ya que con él es convertido
en ácido benzoico y alcohol bencílico (reacción de Cannizaro).
En este ejemplo se encuentren dos excelentes lecciones prácti--
cas; el estudiante que toma el atajo y se confía en una reacción
de confirmación (CO₂ a partir de bicarbonato) pero ignora la
reacción de clasificación (disolución completa en álcali diluí--
do) se equivocará, como también lo hará el estudiante que use
reactivos o condiciones de reacción innecesariamente poderosos
(álcali concentrado caliente).

Consideraciones Generales

No pueda sobreestimarse la importancia crucial de una identificación segura de los grupos funcionales. Los minutos escatimados en una clasificación poco cuidadosa pueden transformarse en horas malgastadas en reacciones de confirmación de un grupo funcional que nunca estuvo presente.

Cada reacción necesita muy poco tiempo si se está adecuadamente preparado y equipado, y se mantiene bien organizada al área de trabajo. No es una mala idea realizar cada reacción dos veces. Esto es aún más importante cuando se obtiene una indicación positiva (es decir, una indicación de la presencia de un grupo funcional) o cuando dependen del resultado una gran inversión del tiempo y de material.

Al lado de cada reacción debe realizarse siempre un ensayo en blanco, esto es, una reacción realizada bajo idénticas condiciones usando todos los reaccionantes con excepción de uno; el problema, de manera que pueda compararse al comportamiento de la muestra con este punto de referencia. A su vez, especialmente con reacciones de importancia crítica, vale la pena realizar la reacción sobre una muestra de una sustancia conocida que contenga al grupo funcional particular que deba identificar la reacción. Por ejemplo, si se está ensayando la acidez por observación de la reacción de una sustancia con solución de bicarbonato de sodio, determinar simultáneamente sobre porciones

separadas de solución de bicarbonato el efecto de una sustancia neutra (azúcar o etanol) y de un ácido conocido (benzoico o acético). Las sustancias de referencia deben ser tan similares al problema como sea posible. De esta manera un sólido que se sospeche es ácido puede ser comparado con azúcar y ácido benzoico; un líquido con etanol y ácido acético.

CAPITULO III
MATERIALES Y TECNICAS

CONOCIMIENTO Y MANEJO DEL MATERIAL DE LABORATORIO

3.0 MATERIAL Y/O EQUIPO

Regla métrica (el alumno la debe traer)

Balanza Granataria

Probeta de 10 mL

Tres vasos de precipitado de 100 mL

Hoja de afeitar (el alumno la debe traer)

Papel filtro

Sacacorchos de 6 a 10 mm de diámetro

Etiquetas

Aguja de disección

Papel aluminio o encerado

4.0 SUSTANCIAS

Una papa grande (el alumno la debe traer)

50 mL de solución de azúcar al 10%

50 mL de solución de azúcar al 20%

50 mL de agua destilada



5.0 SECUENCIA DE OPERACIONES

MEDICIONES

1. Cortar con el horador o sacacorchos tres piezas cilíndricas de papa.
2. Partir con la hoja de afeitar, segmentos de 30 e 40 mm de largo, los tres segmentos deben de ser del mismo tamaño, uno es la muestra X, el segundo la muestra Y, y el tercero la muestra Z.
3. Medir los tres segmentos; su longitud y diámetro en milímetros lo mas exacto posible. (Anotar)
4. Pesar cada uno de los segmentos de papa con una aproximación de centésimos de gramo. Anotar los resultados en el cuadro.
5. Medir el volumen de los tres segmentos (X, Y, Z), de la siguiente manera: verter en la probeta de 10 mL aproximadamente 5 mL de agua, sostener con una aguja de disección la muestra X, e introducir completamente dentro del agua, saque la aguja de disección y leer la diferencia entre los dos volúmenes de agua que es el volumen de la muestra en mL. Repetir la misma operación para la muestra Y y la Z.
6. Colocar cada muestra en un envase aparte y marcarlos con X, Y, Z, como corresponde a cada segmento de papa.

Poner agua destilada en la muestra X, hasta cubrir el segmento, en el envase Y cubrir el segmento con solución de azúcar al 10% y el segmento Z cubrirlo con solución de azúcar al 20%. Tape el recipiente con papel aluminio o encerado y guardar al día siguiente.

7. Sacar al día siguiente cada segmento de papa y repetir los pasos de medición, de longitud, volumen diámetro y peso, anotar los resultados en el cuadro.

MEDICIONES	MUESTRA X (100% de agua)			MUESTRA Y (90% de agua)			MUESTRA Z (80% de agua)		
	1er. Día	2o. Día	Diferencia (+ó-)	1er. Día	2o. Día	Diferencia (+ó-)	1er. Día	2o. Día	Diferencia (+ó-)
Longitud (mm)									
Diámetro (mm)									
Volumen (mL)									
Peso (g)									

6.0 GUIA DE OBSERVACIONES

(Resuelva en hoja aparte)

1. Describa; cuáles son las características y propiedades del vidrio.
2. ¿Qué es el vidrio? Explíquelo con sus propias palabras.
3. ¿Cuál es el problema de los vidrios ricos en sodio y potasio?
4. ¿Qué tipo de vidrio es el que resiste las más altas temperaturas? ¿Porqué?
5. ¿Cuáles son las características del cristal cortado?
6. ¿Qué tipo de vidrio es el Pyrex?
7. ¿A qué vidrio se le llama Sodalima?
8. ¿Porqué las soluciones alcalinas atacan al vidrio?
9. ¿Porqué los cambios en la tensión superficial impiden que las paredes del material de vidrio se mojen uniformemente?
10. Explique brevemente, cómo se hace la limpieza del material de vidrio.
11. Explique brevemente qué es calibrar y aforar.
12. Qué se entiende por: calibración para "contener" y

calibración para "entregar".

13. Describa con sus propias palabras la "técnica de lectura" en un instrumento de medición.
14. ¿Cómo se forma el menisco en una pipeta con agua y en una pipeta con aceite?
15. ¿Cómo afecta la presión a la medición de volúmenes? ¿y la temperatura?
16. Explique con sus propias palabras cómo usar la pipeta.
17. ¿Cómo se usan correctamente las buretas?
18. Represente en un gráfico los cambios en peso de las tres muestras de papa.
19. Las diferentes concentraciones en las soluciones añadidas a las muestras de papa ¿afectan las mediciones?
20. De la respuesta anterior ¿porqué?
21. ¿En qué medición de la papa nota más cambio? Explique el por qué del cambio.

7.0 CONCLUSIONES

- a) ¿Se cumplen los objetivos planteados? Justifique su respuesta.
- b) Escriba su conclusión acerca del cuadro de mediciones de la papa.

8.0 NUEVOS CONCEPTOS

Anote los nuevos conceptos que aprendió en esta práctica.

Nombre del Alumno

Firma del Profesor

Calificación

Observaciones del Profesor

DESTILACION SIMPLE

3.0 MATERIAL Y/O EQUIPO

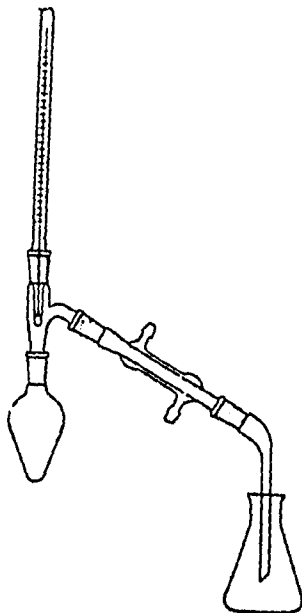
Equipo Quickfit
Piedras de ebullición
Dos soportes universales
Dos pinzas universales
Una resistencia eléctrica
Un baño María
Un termómetro de -10 a 120° C
Dos vasos de precipitados de 150 mL
Un anillo de hierro
Una tela de esbeto
Un matraz Erlenmeyer de 150 mL
Un mortero y pistilo
Papel filtro
Un embudo de filtración
Un frasco con tapón de rosca

4.0 SUSTANCIAS

Trementine cruda 50 g
Agua destilada

5.0 SECUENCIA DE OPERACIONES

1. Montar el aparato como se indica en el dibujo



Todo el aparato debe sujetarse firmemente a dos soportes mediante pinzas, las cuales deben ir recubiertas de goma para protección del aparato puesto que los choques mecánicos o incluso técnicos, pueden romper el vidrio. Si se van a destilar líquidos inflamables debe calentarse el matraz mediante el empleo de un baño de agua caliente (baño María).

El bulbo del termómetro debe quedar justo por debajo de la rama lateral, de manera que esté completamente bañado por la corriente de vapor, para que la lectura que tomemos sea la del vapor exclusivamente.

Casi todos los líquidos tienden a sobrecalentarse (calentarse por encima de la temperatura de ebullición) y así el estado estable de equilibrio entre el líquido y el vapor se interrumpe periódicamente porque se emiten vapores repentinamente y bruscamente vomitándose con pérdida del líquido. Cuando esto ocurre también los vapores salen sobrecalentados y el punto de ebullición observado puede ser demasiado alto e inexacto, para evitar esto basta añadir 2 ó 3 "piedras de ebullición". Estas piedras de ebullición bien pueden ser trozos de un plato poroso, perlas de vidrio, piedras de ebullición comercial, porcelana dura u otras adecuadas para esta finalidad (como pedazos de roca volcánica que hay en los alrededores de la zona escolar de la Ciudad Universitaria). Los poros de todas estas piedras de ebullición proporcionan sitios donde se pueden formar muchas burbujas que inducen así la ebullición uniforme. Si la temperatura desciende por debajo del punto de ebullición en cualquier instante, el líquido llena los poros del cuerpo que regulaba la ebullición y pierde toda eficacia. Debe dejarse enfriar el líquido a una temperatura inferior a la de ebullición antes de añadir una piedra nueva; si se añade a un líquido sobrecalentado se puede desencadenar la ebullición de una manera violenta.

La conexión que hay entre el refrigerante y el matraz en que se recibe el destilado tiene posibilidad de conexión con una manguera al vacío, pero aún en los casos en que la destilación se efectúe a presión ordinaria, cumple con el cometido de que no se tenga un sistema de destilación completamente cerrado.

Este punto es particularmente importante, en el sentido de que nunca se debe de tener un sistema de destilación de laboratorio totalmente cerrado, ya que, al inicio de una destilación, tanto los gases como el aire que también están en algunas partes del aparato, se van a calentar, con lo que tienden a aumentar su presión, lo que trae por consecuencia que un sistema de destilación totalmente cerrado pueda explotar.

2. Poner en el matraz de pera 50 g. de trementina cruda previamente pulverizada en el mortero.

3. Añadir suficiente agua destilada hasta $3/4$ partes del volumen del matraz y añadir las piedras de ebullición.

4. Calantar a baño María hasta que toda la materia volátil se condense, si observa que falta agua en la pera, añadir con mucho cuidado previa suspensión del calentamiento. Recibir el condensado en un matraz.

5. El residuo insoluble en agua que queda en la pera debe ser filtrado en caliente, secar entre papel secante y pasar.

6. Guardar el condensado en un frasco con tapón de rosca.

6.0 GUIA DE OBSERVACIONES

1. ¿A qué se le llama destilación?
2. ¿Cuándo se recomienda el uso de la destilación simple?
3. Explique brevemente los principios generales de la destilación.
4. ¿Qué es un azeótropo?
5. ¿Cómo se forma una mezcla azeotrópica?
6. ¿Qué es una oleoresina?
7. Describa brevemente como se obtiene la trementina.
8. ¿Qué es la esencia de trementina y para qué se usa?
9. ¿Cuál es la colofonia y para qué se use?
10. Describa brevemente las medidas de seguridad que requiere al montar un operato de destilación simple.
11. ¿Cómo funcionan las piedras de ebullición?
12. ¿A qué temperatura empezó a destilar la esencia de trementina?
13. ¿Para qué utiliza usted el aguarrás?

7.0 CONCLUSION

7.1 Escribir su conclusión con base en la experimentación.

8.0 NUEVOS CONCEPTOS

Anote los nuevos conceptos que aprendió en esta práctica.

Nombre del alumno

Firma del profesor

Calificación

Observaciones del profesor

DESTILACION POR ARRASTRE DE VAPOR

3.0 MATERIAL Y/O EQUIPO

Quickfit
Tubo de vidrio de 50 a 75 cm de longitud
Tubo de vidrio para doblar
Tres soportes universales
Dos anillos de hierro
Dos telas de asbesto
Mechero Bunsen
Mangueras de hule latex
Tapón bihoradado (para el matraz bola)
Matraz bola de fondo plano de 1 lt
Termómetro graduado en 0.1 de °C
Mortero y pistilo
Lupa
Porta y cubreobjetos
Frasco opaco con tapón de rosca
Probata de 25 mL
Embudo de separación
Matraz Erlenmeyer de 150 mL
Pipeta de 5 mL
Vaso de precipitado de 100 mL

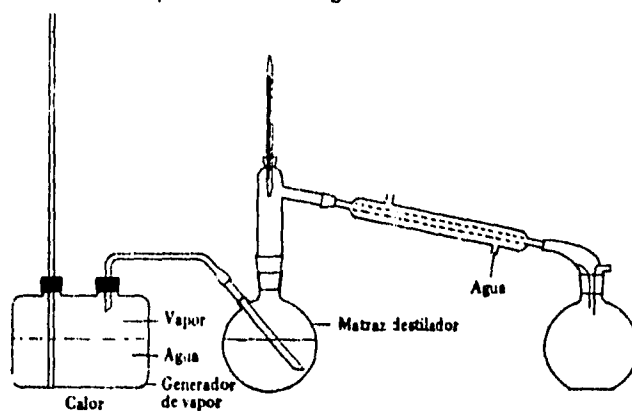
4.0 SUSTANCIAS

5 g de clavo (espacia)
Piseta con agua destilada
Solución acuosa al 10% de hidróxido de sodio
30 mL de éter etílico o isopropílico
Gotas de ácido sulfúrico

Gotas de solución acuosa de hidróxido de sodio al 3% (saturada con bromuro de sodio)
20 g de cloruro de sodio

5.0 SECUENCIA DE OPERACIONES

Un aparato típico que se utiliza para efectuar una destilación por arrastre de vapor es el siguiente:



Destilación por arrastre con vapor.

La parte izquierda del equipo sirve para generar vapor que burbujea en el matraz de destilación. Esta parte consta de un matraz con agua y un tubo de vidrio largo para seguridad, cuando el sistema adquiere suficiente presión, el vapor burbujea adecuadamente en el matraz de destilación. Es conveniente calentar el matraz de destilación por un medio externo, para evitar al máximo que se ocurran condensaciones que van dificultando la operación.

El vapor que pasa por el matraz arrastra a los compuestos volátiles.

tiles que junto con él pasan al refrigerante en donde se condensan y gotean al matraz en el que se recibe el destilado. El final de la destilación se logra cuando las gotas de condensado dejan de estar turbias, ya que en la condensación se forman dos fases líquidas. Como residuo quedan en el matraz de destilación, aquellas sustancias que no son volátiles mezcladas con algo de agua. Para eliminar el agua de ambas fracciones se tiene que efectuar un proceso de extracción, ya que en la práctica estas sustancias quedan tan íntimamente mezcladas con el agua que forman, en algunos casos, verdaderas emulsiones, por lo que su separación espontánea en dos fases líquidas resulta muy difícil y tardada.

Dabido a que las sustancias que se puedan arrastrar con vapor de agua, son en su mayoría volátiles, cabe señalar que en el proceso de extracción comúnmente se emplea éter como disolvente, ya que su punto de ebullición permite efectuar la evaporación a temperaturas lo suficientemente bajas, como para que no ocurran pérdidas significativas del material extraído por la volatilización parcial que puede ocurrir simultáneamente a la evaporación del disolvente.

Procedimiento

1. Añadir 500 mL de agua a un matraz de bola de fondo plano de 1 litro, colocar en el tapón bihoradado un tubo de vidrio de 50 a 70 cm de largo e introducirlo bajo la superficie del agua (sirve de tubo de seguri-

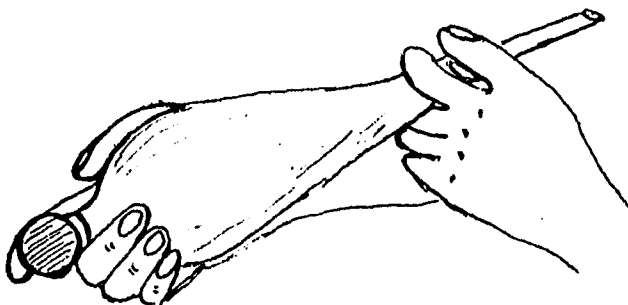
dad). Este matraz es el generador de vapor.

2. Colocar en la pera de dos bocas el clavo previamente molido, agregar 20 mL de agua destilada y conectar el matraz de bola con el tubo de vidrio doblado adecuadamente de manera que el tubo que va del matraz balón a la pera se introduzca por debajo de la superficie del macerado del clavo.
3. Colocar el refrigerante en la otra boca de la pera, con su alargadera y un matraz para recibir el condensado.
4. Calentar el matraz balón y calentar un poco la pera para evitar la condensación del vapor de agua que se genera en el matraz balón.
5. Verificar que se esté llevando a cabo el proceso. Recoger el condensado en un matraz Erlenmeyer de 150 mL.
6. Para interrumpir la destilación basta con suprimir el calentamiento.

Extracción

1. Dividir el destilado en dos porciones iguales medidas con una probeta.
2. Verter una de las porciones del destilado en un embudo de separación, añadir 20 g de NaCl, agitar como lo

indica la figura.



Abrir la llave del embudo de separación, después de agitar, para evitar que se acumulen los gases dentro del embudo.

3. Remover la capa aceitosa de la parte inferior del embudo. La capa aceitosa es el aceite esencial de clavo. Medir la cantidad obtenida y guardar en un frasco opaco con tapa de rosca.
4. Verter la otra parte del destilado nuevamente en el embudo de separación y añadir 10 ml de éter etílico o isopropílico y agitar.
5. Repetir la operación anterior dos veces más, separando en cada extracción la fase de éter. Las tres porciones se juntan en un matraz.
6. Recuperar el éter por destilación simple utilizando baño María y resistencia eléctrica para calentar. El residuo es el aceite esencial o Eugenol (4-alil-2-meta-

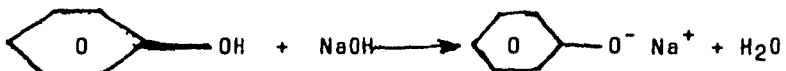
xifenol). El éter recuperado se entrega al laboratorista.

7. Medir la cantidad obtenida y guardar junto con la otra porción en el mismo frasco.

Transformación del Eugenol en su sal

La reacción que se lleva a cabo es la siguiente:

Reacción de los fenoles con NaOH



1. Verter la mitad del Eugenol obtenido en un embudo de separación, al que previamente se le ha colocado el doble (en volumen) de NaOH al 10% de la cantidad de Eugenol.
2. Agitar vigorosamente para formar eugenolato de sodio.
3. Lavar la mezcla con éter, separar el eugenolato de sodio y ponerlo en un vaso de precipitado de 100 mL.
4. Añadir al eugenolato de sodio gotas de ácido sulfúrico y observar.

Ensayo microquímico para determinar Eugenol en los aceites volátiles

1. Colocar una gota de la esencia que se obtuvo por destilación en un portaobjetos, agregar una gota de la solu-

ción acuosa de hidróxido de sodio al 3% saturada con bromuro de sodio y colocar un cubreobjetos, observar con una lupa.

6.0 GUIA DE OBSERVACIONES

(Resolver en hoja aparte)

1. ¿Qué fenómeno se aplica en el método de destilación por arrastre de vapor?
2. Explique cuál es el problema para los aceites de volatilidad baja el uso del método de destilación por arrastre de vapor.
3. Si usted tiene un aceite de baja volatilidad y el calor lo descompone en su punto de ebullición, ¿Qué procedimiento recomendaría? Justifique su respuesta.
4. ¿Cuáles son las propiedades químicas en común de los aceites volátiles?
5. Explique las diferencias entre los aceites volátiles y los aceites fijos.
6. ¿Qué entiende usted por extracción?
7. Explique, con sus palabras, la utilidad de la Ecuación de Nernst.
8. Supongamos que tiene 1 g de soluto x disuelto en 50 mL de disolvente a ; la solución se va a extraer con 50 mL

de un segundo disolvente b, donde x es siete veces mas soluble en b que en a; ¿Cuántas extracciones con el disolvente b y en qué cantidad recomendaría para obtener una alta pureza de x?

9. ¿Cuándo es conveniente usar la destilación por arrastre de vapor?
10. ¿A qué temperatura se obtuvo el destilado?
11. ¿Qué cantidad de destilado obtuvo?
12. ¿Para qué es el tubo de seguridad?
13. ¿Qué finalidad tiene usar sal en el embudo de separación?
14. ¿En qué fase, la superior o la inferior del embudo de separación, se encuentra el aceite esencial? Justifique su respuesta.
15. Explique las diferencias en rendimiento entre un método de extracción y otro.
16. Al lavar la mezcla con éter, ¿en qué fase se encuentra el eugenolato de sodio dentro del embudo de separación; en la orgánica o en la acuosa?
17. ¿Porqué el eugenolato de sodio se encuentra en esa fase?
18. ¿Qué observó al agregar ácido sulfúrico?

19. ¿Químicamente qué pasa en la reacción anterior?

20. Dibuje lo que observó en el ensayo microquímico.

7.0 CONCLUSION

1. ¿Es la destilación por arrastre de vapor un buen método para extraer los principios odoríferos de las plantas?
2. Para separar sustancias por el método de extracción; ¿es útil transformarlas en sus sales?
3. ¿Se cumplió el objetivo de la práctica? Justifique su respuesta.
4. Exprese su propia conclusión respecto a todo el trabajo experimental efectuado.

8.0 NUEVOS CONCEPTOS

Anote los nuevos conceptos que aprendió en esta práctica.

Nombre del alumno

Firma del profesor

Calificación

Observaciones del profesor

DESTILACION FRACCIONADA

3.0 MATERIAL Y/O EQUIPO

Quickfit
Dos metraz Kitasato
Cinco tubos de ensayo
Gradilla
Mechero de Bunsen
Baño de hielo
Tapón de hule horadado (para el Kitasato)
Tela de alambre
Dos probetas de 10 mL y 25 mL
Termómetro (0 - 400° C)
Tubos de hule (para el refrigerante)
Dos pinzas para soporte
Dos soporte universal
Anillo de hierro
Cinco vidrios de reloj de 7 cm
Cerillos (el alumno los traerá)
Algodón

4.0 SUSTANCIAS

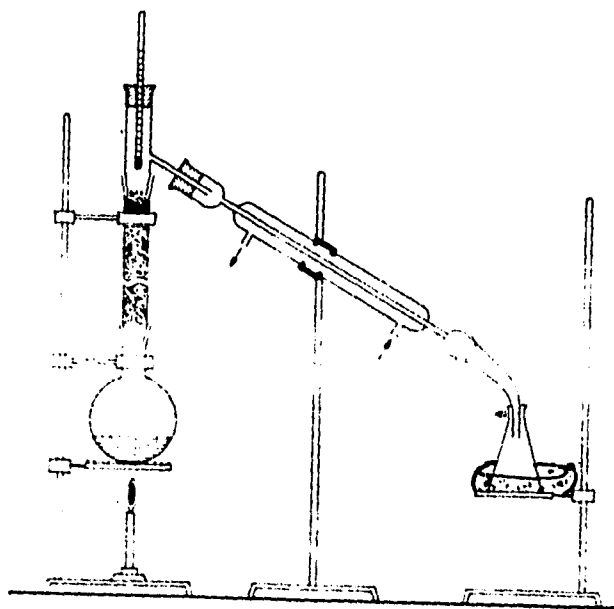
Hielo
30 mL de petróleo crudo
Si no es posible disponer de petróleo crudo, se puede preparar una mezcla artificial, mezclando las siguientes sustancias:

Agua salada (a saturación)	15%
Hexano	20%
Petróleo diáfano comercial	20%
Parafina líquida	25%
Parafina sólida	20%

Calentar suavemente el agua salada y adicionar el resto de las sustancias, agitar y disolver la mezcla, si tiene una densidad entre 0.850 y 0.950 se tendrá una mezcla apropiada.

5.0 SECUENCIA DE OPERACIONES

1. Rellene el refrigerante de aire con pedazos de vidrio, porcelana o de plomo poroso, poniendo previamente en la parte inferior un tapón de algodón.
2. Monte un aparato de destilación fraccionada como el de la figura. Lubrique todas las juntas esmeriladas con grasa.



Aparato de destilación fraccionada.

3. Añadir a la pera de una boca 30 mL de petróleo crudo, o la muestra artificial, agregar 2 ó 3 piedras de ebullición y proceder a calentar lenta y uniformemente.
4. Recoger el condensado en un matraz Kitasato y cada fracción verterla en tubos de ensayo debidamente etiquetados, por lo menos 4 fracciones diferentes, anotando las temperaturas registradas en el preciso momento que se colecten las primeras gotas de cada una de ellas, considerando las indicaciones que se encuentran en el cuadro de destilación fraccionada del líquido residual.

Para recoger las fracciones en forma adecuada, observar que la temperatura se mantiene constante; en el momento que empieza a subir, cambiar el matraz Kitasato para recibir la fracción siguiente. Medir en una probeta cada fracción y anotar.

5. Colocar los tubos de ensayo con la fracción, en un baño de hielo.
6. Suspender el calentamiento después de la fracción cuya temperatura se tome alrededor de 220° C, ya que es necesario un mechero mas grande, para expulsar las fracciones de punto de ebullición mas alto.
7. Apagar el mechero y, con cada uno de los tubos de

ensayo que contienen los productos obtenidos a partir del petróleo, realizar las siguientes operaciones:

- a) Verter lentamente una pequeña cantidad del contenido de cada tubo de ensayo en vidrios de reloj separados y comparar la facilidad con que fluyen las distintas muestras.
 - b) Tratar de encendar con cerillos los líquidos en los vidrios de reloj.
8. Efectuar los pasos anteriores (a y b) con el residuo que queda en la pera.

6.0 GUIA DE OBSERVACIONES (Contestar en hoja aparte)

1. ¿En qué principio se basa la destilación fraccionada?
2. Enliste los componentes básicos que se requieren para efectuar una destilación fraccionada.
3. ¿Qué se recomienda para controlar la ebullición, cuando la destilación fraccionada se hace al vacío?
4. Explique por qué, para destilaciones de cantidades pequeñas suele preferirse un matraz en forma de pera.
5. ¿Cómo se expresa la eficiencia con la que una columna puede operar?
6. ¿De qué depende el número de platos teóricos?
7. ¿A qué se le denomina REFLUJO y REFLUJO TOTAL?
8. ¿De qué depende la selección de la columna de destilación?
9. ¿Cómo funciona la columna de Vigraux?
10. ¿Cuál es la ventaja de que la columna opere adiabáticamente?
11. Explique con sus propias palabras, el origen del petróleo.
12. ¿Qué son los naftenos y cuál es su importancia?

13. ¿Porqué el contenido de azufre en un aceite es importante?
14. ¿Qué es el gas natural?
15. ¿A qué se denomina refinación del petróleo?
16. Explique brevemente cómo funcionan las máquinas de combustión interne.
17. ¿Qué propiedades debe tener la gasolina para que el trabajo del émbolo del pistón sea eficiente?
18. ¿Cuál es el problema de que la reacción de combustión de la gasolina llegue a producir una detonación?
19. ¿Qué es un isómero?
20. ¿Qué es el isoctano y cuál es su importancia?
21. ¿A qué se le llame "índice de octano"?
22. ¿Cómo se usa el tetraetilplomo?
23. ¿Cuál es el problema del uso de gasolina con plomo?
24. Describa brevemente sus observaciones, cuando se empieza a calentar la pera, que ocurre en la parte alta y en la parte baja de la columna de fraccionamiento.
25. ¿Porqué supone usted que el condensado se recibe en un baño de hielo?

26. Llene el siguiente cuadro con los resultados obtenidos

FRACCION	Temperatura (°C)	Cantidad en mL	Núm.de Átomos de C
I			
II			
III			
IV			

27. De la sección 7a de la secuencia de operaciones ¿cuál fracción tarda mas tiempo en fluir?

28. ¿Porqué no todas fluyen igual?

29. De la sección 7b de la secuencia de operaciones ¿Qué sucede?

30. ¿Qué sucede con el residuo de la pera? ¿Porqué?

7.0 CONCLUSIONES

1. ¿Se cumple el objetivo de la práctica?

Justifique su respuesta

2. Escriba sus conclusiones sobre la información del cuadro de la pregunta 26.

8.0 NUEVOS CONCEPTOS

Anote los nuevos conceptos que aprendió en la práctica

Nombre del alumno

Firma del profesor

Calificación

Observaciones del Profesor

IDENTIFICACION DE UNA SUSTANCIA

3.0 MATERIAL Y/O EQUIPO

Seis tubos de ensayo
Tres pipetas graduadas de 5 ml
Probeta calibrada de 25 ml
Balanza granataria
Oos vidrios de reloj da 7 cm de Ø
Agitador de vidrio recto
Agitador de vidrio en forma de L
Dos vasos de precipitados de 50 y 600 mL
Pipeta volumétrica de 10 ml
Cuatro tubos capilares o tubo de vidrio de 8 mm de Ø
Dos ligas de hule pequeñas
Mechero Bunsen
Mortero y pistilo
Tapón monohoradado para tubo de Thiele
Tubo de Thiele
Tubo de ensayo grande (100 x 20 mm)
Tapón bihoradado para tubo de ensayo grande (20 mm)
Soporte universal
Anillo de hierro con tela de asbesto
Pinzas universales
Gradilla
Dos piedras de ebullición
Codo de vidrio en ángulo recto con manguera de hule latex
Lima metálica triple
Piseta con agua destilada
Platina de Fisher
Gotero
Bulbo propipeta

4.0 SUSTANCIAS

1 g de naftaleno

15 mL de hexano

15 mL de alcohol etílico

5 mL de xileno

Agua destilada

Petrolato líquido (nujol) para el tubo de Thiele

Sustancia problema (se escogerá alguna sustancia que esté en el cuadro de propiedades físicas de sustancias puras)

5.0 SECUENCIA DE OPERACIONES

Solubilidad

1. Añadir unos cristales de naftaleno en tres tubos de ensayo limpios y secos, tratando de poner la misma cantidad en cada uno de ellos.
2. Añadir al tubo 1, 3 mL de agua; al tubo 2, 3 mL de hexano y al tubo 3, 3 mL de alcohol etílico. Agitar brevemente cada tubo, para ello tomar el extremo superior fuertemente con tres dedos de una mano y golpear con suavidad el extremo inferior del tubo con el dedo índice de la otra mano. La turbiedad indica insolubilidad. Anotar los resultados en la guía de observaciones.
3. Poner 3 mL de los mismos disolventes en 3 tubos de ensayo limpios y secos y repetir las pruebas de solubilidad, utilizando en esta ocasión 2 gotas de xileno

en lugar de naftaleno, y anotar en la guía de observaciones los resultados obtenidos.

4. Realizar las mismas pruebas de solubilidad para la sustancia problema que proporciona el profesor.

Densidad

Estimar la densidad de la sustancia problema:

Si se trata de un líquido:

1. Pesar cuidadosamente un vaso de precipitados seco y limpio de 50 mL hasta centésimas de gramo (0.01 g) - en la balanza.
2. En un tubo de ensayo limpio y seco verter 15 mL del líquido problema e introducir el extremo delgado de una pipeta volumétrica de 10 mL limpia y seca, hasta la parte inferior del tubo de ensayo.

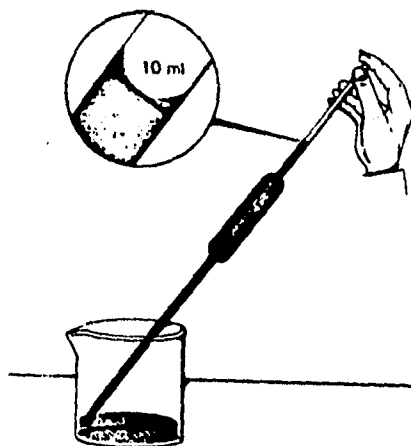


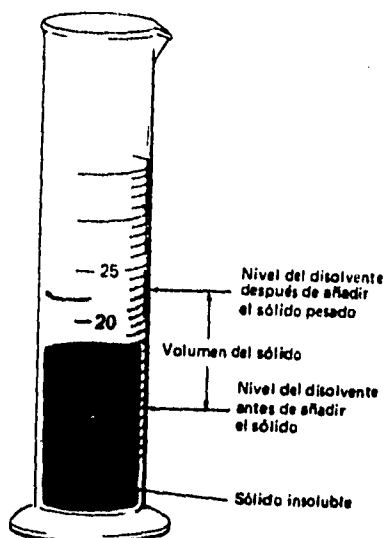
Fig. Núm. 1

3. Tomar con una propipata suavemente y con cuidado. - Hágese ascender al líquido en la pipeta hasta que el nivel esté aproximadamente 2 cm por arriba de la marca de 10 cm; sostener la pipeta verticalmente y soltando ligeramente, permitir que descienda el nivel del líquido hasta que la parte inferior del menisco esté exactamente sobre la marca de 10 cm (ver figure núm. 1), quitar las gotas que estén adheridas a la punta de la pipeta tocando con ésta la pared del tubo de ensayo y sosténgase en posición vertical sobre el vaso pesado dejando que el líquido escurra en él. Permita que la pipeta escurra 10 segundos después que ha cesado el flujo del líquido, y después tóquese con la punta el lado del vaso de precipitados para quitar las gotas que puedan haberse adherido a ella. No se trata de expulsar la última parte del líquido, la pipeta está construida para proporcionar exactamente 10 ml exclusivamente por acción de la gravedad.
4. Pesar al vaso de precipitados y su contenido inmediatamente. (Responder la guía de observaciones)

Si se trata de un sólido:

1. Pesar en la balanza, sobre un vidrio de reloj previamente pesado, aproximadamente 8 g del sólido problema. Si la sustancia problema es muy voluminosa, puede utilizarse menos cantidad.

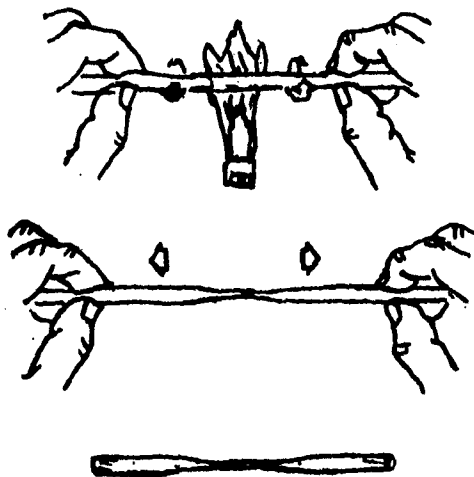
2. Llenar aproximadamente a la mitad una probeta calibrada de 25 mL con un líquido en el que la sustancia problema sea insoluble, y leer el volumen al 0.1 mL mas cercano. Añadir el sólido pesado al líquido cuidando no perder material, compruebe que todo el sólido esté debajo de la superficie del líquido y leer el nuevo volumen. La diferencia en las dos lecturas de volumen corresponde al volumen del sólido (responder la guía de observaciones).



Si la sustancia problema es un sólido, determinar el punto de fusión, pero si es un líquido, determinar el punto de ebullición.

Determinación del Punto de Fusión

1. Preparar varios tubos capilares de paredes finas, calentando un trozo de vidrio blando de 8 mm de diámetro en la llama del mechero, retirando el tubo del mechero, y estirando inmediatamente.

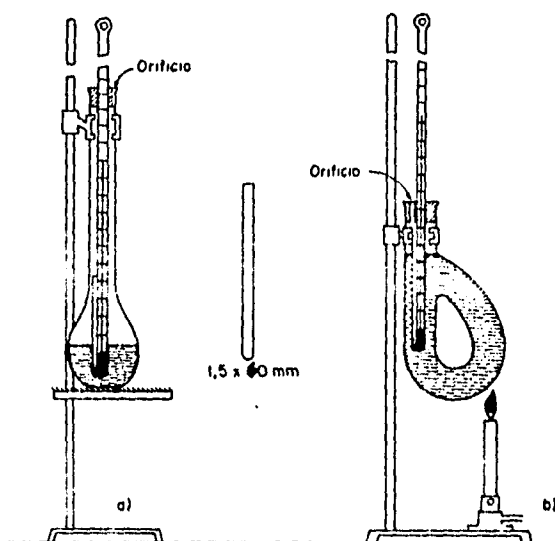


El capilar puede cortarse en varios trozos de unos 6 cm de longitud. Todos se cierran por un extremo, en la llama del mechero (manteniéndolos durante un corto tiempo o se deforman). También se pueden usar tubos capilares comerciales.

2. Introducir una pequeña cantidad de sólido pulverizado en un tubo capilar hasta formar un espeor de 1 cm de longitud. Golpear al tubo suavemente contra una superficie metálica, o raspar cuidadosamente con una

lima las paredes del capilar para hacer bajar el polvo hacia el fondo. El tubo se sujeta a un termómetro con una banda de hule que los mantenga firmemente unidos.

3. Sumergir ambos en un baño de Nujol sin que éste llegue al nivel de la banda de hule. En las figuras, se muestran dos tipos de baños.



Dos clases de baños para puntos de fusión. a) Matraz de Kjeldahl; b) aparato de Thiele.

4. Calentar. Cuando se usa un vaso de precipitados es importante agitar el Nujol constantemente para asegurar un calentamiento uniforme del termómetro y la muestra. Debe estar bien sujeto el conjunto (con pinzas de teniendo al tapón que tiene introducido el termómetro),

para que no haya vibración durante la agitación. Por otra parte, el tubo de Thiele está diseñado para que las propias corrientes de convección agiten el Nujol, eliminando la necesidad de un agitador (esto sólo es válido cuando se calienta lentamente).

Si se tiene una idea aproximada del punto de fusión de la muestra, calentar el baño rápidamente hasta llegar a 10 ó 15° C debajo del punto de fusión supuesto, después lentamente (2 ó 3° C por minuto) en el intervalo de temperatura donde ocurre la fusión. Si no se tiene esta idea preliminar, calentar una muestra rápidamente para determinar la temperatura aproximada y utilizar una segunda muestra para la determinación del punto de fusión en la forma anteriormente descrita. El punto de fusión se registra como un intervalo de temperaturas que cubre desde el momento en que se comienza a observar la fusión, hasta que la muestra está totalmente fundida, esto es, totalmente líquida.

4. Se recomienda el uso del aparato de fisher para determinar el punto de fusión y comparar los resultados por el método del capilar.

Determinación del Punto de Ebullición

1. En un tubo de ensayo grande (100 X 20 mm) añadir 3 mL del líquido problema y colocar el tapón bihoradado (que contiene en un orificio un termómetro y en el otro, el tubo de vidrio doblado en ángulo recto con manguera de hule, observe la Figura núm. 2). Antes de tapar, agregar 2 piedras de ebullición, para asegurar que la ebullición sea uniforme.
2. Ajustar el termómetro de manera que el bulbo quede 1 cm por arriba de la superficie del líquido. Sujeter el tubo de ensayo al soporte colocando la manguera de hule (del codo de vidrio) al vertedero.
3. Poner un vaso de precipitado de 600 mL lleno de agua sobre el anillo con tela de asbesto e introducir el tubo de ensayo en el agua, cuidando que no toque las paredes del vaso.
4. Calentar gradualmente el agua y observar los cambios.

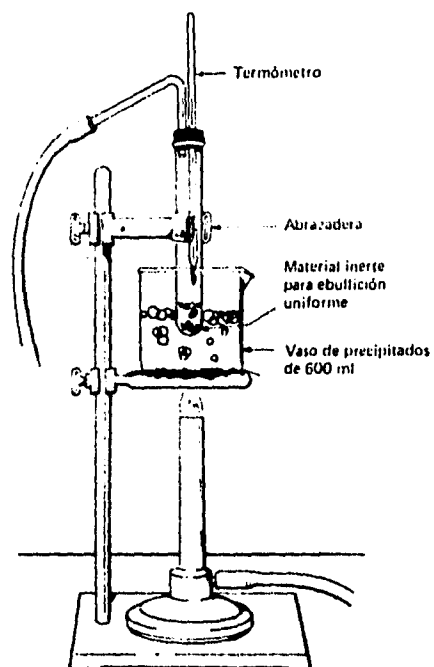


Figura No. 2

Identificación de la sustancia problema

Reunir todos sus datos experimentales: solubilidad, densidad, punto de fusión o ebullición y consultar la tabla de propiedades físicas de sustancias puras.

6.0 GUIA DE OBSERVACIONES (Resolver en hoja aparte)

1. Explique brevemente, qué entiende como propiedad física.
2. ¿Cuáles son los factores que afectan la solubilidad?
3. Defina con sus propias palabras qué es densidad.
4. Se desea conocer el componente principal de un limpiador comercial. Se observa que 35.8 mL del limpiador pesan 28.1 g. De las siguientes posibilidades, determine cuál es el componente principal del limpiador.

SUSTANCIA	Densidad, g/mL o g/cm ³
Cloroformo	1.483
Eter etílico	0.714
Alcohol isopropílico	0.785
Tolueno	0.867

5. ¿Qué es lo que entiende como punto de fusión?
6. ¿Porqué algunas sustancias sólidas no tienen punto de fusión?
7. ¿A qué se le llama "calor latente de fusión"?
8. Explique brevemente: ¿cómo se efectúa la determinación del punto de fusión por el método del capilar?

9. ¿A qué se denominan "límites de fusión" y cómo varían?
10. ¿Porqué para una sustancia pura son idénticos los puntos de fusión y de solidificación?
11. Defina punto de ebullición normal.
12. Anote las tres consideraciones que se obtienen de la ley de Boyle Mariotte que rigen el punto de ebullición.
13. Anotar los resultados experimentales de la solubilidad en el siguiente cuadro:

	AGUA	HEXANO	ALCOHOL
Naftaleno	_____	_____	_____
Xileno	_____	_____	_____
Problema	_____	_____	_____

14. Anotar los resultados experimentales obtenidos al determinar la densidad, para los sólidos problema:
- Volumen final del líquido en la probeta _____
- Volumen inicial del líquido en la probeta _____
- Volumen del líquido desplazado por el sólido _____
- Peso del problema _____
- Densidad del sólido _____
15. Cuando se está determinando la densidad de un sólido

y se sumerge en el líquido, es probable que queden burbujas atrapadas en el sólido por debajo del líquido, ¿cuál sería el efecto del error sobre la densidad calculada?

16. Anotar los resultados experimentales que obtuvo de densidad para líquidos problema:

Peso del vaso de precipitados y el problema _____
Peso del vaso de precipitados vacío _____
Peso del líquido _____
Densidad del problema _____

17. ¿Cuál fue el punto de fusión del sólido utilizando ambos aparatos?

18. ¿Cuál fue el punto de ebullición del líquido?

19. ¿Cuáles fueron las posibles fuentes de error en la estimación del punto de ebullición?

20. ¿Qué identificó usted en su sustancia problema?

7.0 CONCLUSIONES

¿Se cumple el objetivo de la práctica?

Justifica su respuesta

8.0 NUEVOS CONCEPTOS

Anote los nuevos conceptos que aprendió en esta práctica

Nombre del alumno

Firma del profesor

Calificación

Observaciones del profesor

METODOS DE PURIFICACION

3.0 MATERIAL Y/O EQUIPO

Dos cápsulas de porcelana
Agitador de vidrio
Soporte univarsal
Anillo de hierro y tela de asbesto
Mechero de Bunsen
Embudo Büchner o Hirsch
Matraz Kitasato con alargadera y manguera de hule
Tras pipetas graduadas de 5 mL
Espátula
Centrifuga de mano y tubos de centrifuga
Papel filtro
Vaso de precipitados de 250 mL
Cristalizador
Probeta de 100 mL
Dos matraces Erlenmeyer de 150 mL
Mortero y pistilo
Algodón
Balanza granataria
Piseta
Dos vidrios de reloj de 7 cm de diámetro
Aparato de Fisher
Lupa

4.0 SUSTANCIAS

20 Aspirinas (conteniendo 500 mg de ácido acatíl salicli-
co c/u) (El alumno las traará)

Etanol
5 g Azúcar
2 g Cloruro de sodio
0.1 g Carbón activado
Agua destilada (en piseta)
Hielo
2 g de cristales de mentol, alcanfor o naftaleno

5.0 SECUENCIA DE OPERACIONES

Cristalización, recristalización y evaporación

1. Pesar las 20 tabletas de aspirina, molarles en el mortero y colocar el polvo en un matraz Erlenmayer de 150 ml. Por otro lado, en una cápsula de porcelana, calentar los 5 g de azúcar, hasta que ésta se caramelicé, dejar enfriar la cápsula y disolver parte del caramelo en 5 ml de agua destilada, agregar esta solución al matraz Erlenmayer donde están las tabletas molidas.
2. Disolver el contenido del matraz, agregando poco a poco etanol y calentar a baño María (cuidado, recordando que el etanol es inflamable) para disolución completa agregar un poco de agua caliente.
3. Deja enfriar ligeramente y agregue 0.1 g de carbón activado. Nunca se debe añadir el carbón cuando la disolución esté a temperatura de ebullición, pues el fino pulverizado del carbón hace que burbujee violentamente la disolución y pueda derremersa, con la consecuaente pérdida de crista-

les. Hervir brevemente la disolución para mezclar.

4. Agitando el matraz circularmente, cubra la mano con un paño doblado para verter el contenido en un embudo de Büchner o de Hirsch (previamente preparado con papel filtro doble) y filtrar en caliente con vacío; hay que tener la precaución de verter las primeras porciones del líquido sobre la parte central del papel, para disminuir la posibilidad del paso de las partículas de carbón a través del mismo, en el caso de que el líquido filtrado contenga carbón, retirarlo del matraz Kitasato, vaciar en el mismo matraz Erlenmeyer, calentar y volver a filtrar.
5. Retirar el filtrado del Kitasato y ponerlo en un matraz Erlenmeyer limpio y dejarlo que empiece a enfriarse.
6. Lavar el primer matraz Erlenmeyer con 5 ml de mezcla Etanol-Agua (1:1) y filtrar en el Büchner, repetir la operación dos veces más, los líquidos filtrados se reúnen con el primero y se deja enfriar para que cristalice el ácido acetil salicílico. Una vez fría la solución, es conveniente ponerla en un cristizador con hielo, raspando con un agitador las paredes del vaso para inducir la cristalización, o de ser posible, añadir un pequeño cristal de ácido acetil salicílico como siembra. Mientras espera la cristalización, continúe con la otra parte de la práctica.

7. Una vez cristalizado, filtrar los cristales utilizando vacío y lavarlos con 5 ml de mezcla etanol-agua caliente, repetir la operación tres veces más. Los filtrados o "aguas madres" se concentran por evaporación en baño María y recrystalizar utilizando un cristal de la primera cristalización como siembra, recrystalice una vez más y reúna todos los cristales obtenidos.
8. Secar los cristales entre dos papeles filtro limpios, pesar y determinar el punto de fusión con el aparato de Fisher. El punto de fusión del ácido acetyl salicilico es de 128 - 129° C.
9. Observar los cristales a través de una lupa.

Entregar los cristales en una bolsita de plástico o de celofán junto con su reporte.

Sublimación y Centrifugación

1. Pesar exactamente 0.1 g del sólido sublimable que le haya tocado (mentol, alcanfor o naftaleno) y depositarlo en un vaso de precipitados de 250 ml, tapar el vaso con una cápsula de porcelana conteniendo hielo y calentar el vaso colocado sobre tela de alambre con asbesto, hasta que se convierta en vapor y se deposite en la cápsula.
2. Recoger los cristales y secarlos entre papel filtro.

3. Pesar los cristales y determinar el porcentaje de recuperación.
4. Hacer una segunda determinación usando 1.0 g de muestra, repetir todo lo anterior y comentar lo observado en la guía de observaciones.
5. Mezclar en un vaso de precipitados de 250 ml, 15 ml de agua destilada, 0.5 g del sólido sublimable que le tocó más 2 g de cloruro de sodio. Separar la mezcla aplicando centrifugación, evaporación y sublimación a juicio propio, entregar, los productos sólidos, separados y pesados en bolsitas de plástico junto con el reporta.
6. Determinar el porcentaje de recuperación.

6.0 GUIA DE OBSERVACIONES (Conteste en hoja aparte y engrápela a su reporte)

1. ¿Porqué considera usted que es un método físico de separación el usar un imán para separar limadura de hierro de aserrín?
2. Explique usted brevemente: ¿porqué la destilación es un método fisicoquímico de separación?
3. ¿Qué es un método de separación químico?
4. ¿Qué diferencia hay entre un método de separación y una técnica de purificación? Justifique su respuesta.
5. ¿Porqué están unidos los métodos de separación y las técnicas de análisis?
6. ¿Cuál es la diferencia entre cristalización y recristalización?
7. ¿Cuáles son los inconvenientes y las ventajas de la técnica de la cristalización?
8. Describa brevemente el plan de trabajo para llevar a cabo la cristalización.
9. ¿Cuál es la función del disolvente en la cristalización?

10. ¿Qué se debe hacer, si ningún disolvente sirve para cristalizar?
11. ¿Porqué el fenómeno de la sobresaturación hace de la cristalización un método de purificación muy eficaz?
12. ¿Qué se hace cuando las muestras a purificar contienen sustancias coloridas?
13. ¿A qué se denominan "aguas madres"?
14. ¿Porqué cree usted que se induce la cristalización cuando se "siembra" un cristal?
15. ¿Porqué se induce la cristalización cuando se raspan las paredes de vidrio del matraz, donde se hace la cristalización?
16. ¿Cómo se separan los cristales y el sobrenadante con la ayuda del vacío?
17. ¿Cuándo se puede usar la decantación?
18. ¿Cuándo se usa la filtración normal en una cristalización?
19. ¿Cuál es la ventaja y la desventaja del uso del embudo de tallo largo para la filtración?

20. ¿Para qué se lava el sólido filtrado?
21. ¿Cuál es el método alternativo de lavado cuando se tiene un disolvente de alto punto de ebullición y es difícil de eliminar por secado?
22. ¿Qué es adsorción?
23. ¿Para qué se le añade agua de azúcar quemada a las aspirinas molidas?
24. ¿Qué punto de fusión obtuvo?
25. ¿Los cristales fundieron en un rango mayor de 1° C?
26. ¿Cuánto ácido acetil salicílico tenían las 20 tabletas?
27. ¿Cuánto ácido acetil salicílico obtuvo?
28. Dé su rendimiento en porcentaje.
29. Dibuje los cristales de ácido acetil salicílico que observó bajo la lupa ¿qué forma tienen?
30. ¿Cuál es el % de recuperación de cristales sublimados de la primera muestra?
31. ¿Cuál es el % de recuperación de cristales sublimados de la segunda muestra?

32. De los resultados anteriores: ¿cuál es su comentario?
33. Describa con detalle, los pasos que realizó para separar la mezcla agua-cloruro de sodio - sólido sublimable.
34. ¿Cuál es el % de recuperación del NaCl que obtuvo?
35. ¿Cuál es el % de recuperación de sólido sublimable que separó?
36. En base a sus resultados, ¿cuál método es más eficiente, la centrifugación o la sublimación? Justifique su respuesta.

7.0 CONCLUSIONES

¿Se cumple el objetivo de la práctica? Justifique su respuesta.

8.0 NUEVOS CONCEPTOS

Anotar los nuevos conceptos que aprendió en esta práctica.

Nombre del alumno

Firma del profesor

Calificación

Observaciones del profesor

CROMATOGRAFIA

3.0 MATERIAL Y/O EQUIPO

Quickfit

Balanza Granataria

Probeta de 50 mL

Frasco de boca ancha con tapón de rosca

Dos vasos de precipitados de 100 mL

Soporte universal

Triple y triángulo de porcelana

Pinzas para bureta

Embudo de filtración

Papel filtro

Dos pipetas de 5 mL y 10 mL

Papel Whatman No. 1

Tijeras y lápiz (los traerán los alumnos)

Tubos capilares

Cámara cromatográfica

Mortero y pistilo

Seis tubos de ensayo

Seis frascos ámbar con tapón esmerilado

Embudo de separación de 250 mL

Manguera de hule para vacío

Pistola de aire caliente para secar el pelo (los alumnos la traerán)

4.0 SUSTANCIAS

10 g de vegetal fresco (alfalfa, espinaca, acelga o brócoli) (El alumno lo deberá traer)

100 mL de metanol (solvente)
 50 mL de éter de petróleo (solvente)
 200 mL de agua saturada con cloruro de sodio comercial (salmuera)
 Alúmina (Al_2O_3)
 Carbonato de calcio ($CaCO_3$)
 Sacarosa ($C_{12}H_{22}O_{11}$)

} Adsorbentes

Solución al 0.5% de n-propanol en éter de petróleo (eluyente)
 Tres jugos de frutas naturales o procesados (limón, piña, naranja, toronja, uva, lima, etc.) (El alumno lo traerá)
 Agua destilada (en piseta)
 70 mL de alcohol isopropílico al 10% en agua destilada (para preparar las soluciones patrón de cada ácido orgánico)
 30 mg de ácido cítrico
 30 mg de ácido tartárico
 30 mg de ácido málico
 30 mg de ácido oxálico
 30 mg de ácido succínico

Fase móvil (eluyente): a 60 mL de formiato de n-butilo --
 agregar 35 mL de ácido fórmico y 5 mL de agua destilada. Se
 debe agregar además el reactivo revelador.

Reactivo revelador: a 100 mL de fase móvil agregar 0.05 gr
 de formiato de sodio y 0.02 g de azul de bromo fenol.

6.0 SECUENCIA DE OPERACIONES

Extracto metanólico: Material a preparar antes de la sesión
 práctica.

a) Pesar de 8 a 10 g de vegetal fresco, machacarlo en un

mortero y agregar 100 ml de metanol, ponerlo en un fresco de boca encha con tapón de rosce y dejar reposar mínimo durante toda la noche. (El extracto dura perfectamente de 3 a 4 días, después de este tiempo se recomienda hacer otro).

- b) Soluciones patrón de cada ácido orgánico: se pesan 30 mg de cada ácido: cítrico, tartárico, mélico, oxálico, succínico y disolver cada uno por separado en 10 ml de solución de alcohol isopropílico el 10%. Colocar cada solución patrón en frescos ámbar con tapón esmerilado y etiquetar.
- c) Preparar la fase móvil y el reactivo revelador como arriba se indica, en cantidad suficiente que dependerá de la capacidad de la cámara de cromatografía (aproximadamente 150 ml).

Cromatografía en columna

1. Decantar el extracto metanólico (que contiene los pigmentos vegetales) que previamente está preparado, filtrar si es necesario, sin olvidar mojar el papel filtro para evitar pérdida de los pigmentos vegetales y transferir a un embudo de separación de 250 ml.
2. Añadir al embudo de separación 50 ml de éter de petróleo (cuidado, es muy inflamable) y mezclar enseguida, después sin agitar y resbalando por las paredes (para evitar formar

emulsionea), adicionar al embudo 50 ml. de agua saturada con cloruro de sodio (salmuera). La capa inferior contiene una mezcla agua-metanol (con un poco de clorofila que no pasó al éter de petróleo) y la capa superior contiene el éter y el extracto. Eliminar la capa inferior y repetir la adición de 50 ml. de salmuera dos veces más. Si la capa superior se muestra turbia, dejar reposar la muestra algunos minutos hasta que los glóbulos de agua sedimenten, poner el embudo de separación sobre un triángulo de porcelana colocado en la parte superior de un tripie.

Con el equipo Quickfit montar un aparato como el de la figura:



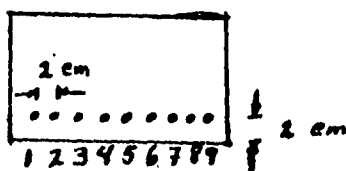
4. Preparar la columna cromatográfica de la siguiente manera: el refrigerante de aire se le añade alúmina hasta cubrir unos 5 cm aproximadamente, seguida de carbonato de calcio hasta cubrir otros 5 cm y terminar con unos 15 cm de azúcar (sacarosa). Comprimir el contenido de la columna dando

ligeros golpes a lo largo de la columna y unir a un sistema de filtración al vacío.

5. Aplicar al vacío y verter 20 mL del extracto para que éste sea adsorbido en la columna, quitar el vacío y eluir el extracto con una solución al 0.5% de n-propanol en éter de petróleo; de ésta solución añadida a la columna 2 mL cada 2 minutos y observe, usar el criterio en cuanto al número de aplicaciones de eluyente, para una buena separación.
6. Poner cada fracción de la mezcla, en tubos de ensayo.

Cromatografía en papel

1. Filtrar el jugo de tres frutas diferentes y colocar en tubos de ensayo 4 mL de cada uno de ellos, a cada tubo adicionar 1 mL de alcohol isopropílico más 5 mL de agua destilada y agitar.
2. Recortar una tira de papel Whatman núm. 1 de aproximadamente 20 cm por lado, marcar con lápiz una línea a una distancia de 2 cm de uno de los extremos del papel. Dividir esta línea en 9 partes (dejando 2 cm entre cada una) de acuerdo a la figura.



3. Aplicar con un tubo capilar las soluciones patrón de cada ácido orgánico (usar un capilar por ácido) en las marcas indicadas en el papel con 1, 2, 7, 8 y 9.
4. Aplicar los jugos con el tubo capilar en las marcas 3, 4 y 6 (cada marca un jugo diferente), esperar a que seque y repetir la aplicación.
5. Aplicar en la marca número 5 una mezcla patrón formada por la aplicación con un tubo capilar de los 5 ácidos, uno por uno, dejando secar se aplica 2 veces más.
6. Secar las aplicaciones de ser posible con aire caliente (usar pistola de aire) y colocar el papel en la cámara de cromatografía. Al principio el papel debe dejarse suspendido por encima de la fase móvil (eluyente), la fase móvil dentro de la cámara tendrá un espesor de 1 cm. Tapar la cámara de 5 a 8 min., para que el papel se equilibre con el vapor del eluyente; enseguida se baja el papel de tal manera que el extremo inferior penetra 0.5 cm en la fase móvil y se deja correr durante 2 a 3 horas.
7. Sacar el cromatograma y marcar con un lápiz la altura alcanzada por el eluyente y dejar secar durante una noche. El ácido orgánico aparecerá amarillo sobre un fondo azul.
8. Medir el Rf que presentó cada ácido patrón; observar las

separaciones obtenidas en la mezcla patrón y en los jugos de frutas.

9. Determinar por comparación los ácidos orgánicos presentes en los jugos analizados. Se deberá entregar el cromatograma junto con el reporte.

6.0 GUIA DE OBSERVACIONES

1. ¿De dónde se deriva la palabra cromatografía?
2. ¿Cuál es el objetivo de las técnicas cromatográficas?
3. ¿En qué consisten, de manera general todos los tipos de cromatografía?
4. Explique con sus propias palabras el principio de partición, reparto o distribución.
5. Se coloca en una columna una muestra de 32 mg, el compuesto tiene un coeficiente de distribución efectivo mayor de 1 respecto a dos fases, ¿cómo se distribuye la muestra después de 5 etapas de equilibrio? Dibuje la explicación.
6. ¿En qué consiste la cromatografía de reparto?
7. ¿En qué consiste la cromatografía de adsorción?

8. ¿Qué es y para qué sirve el factor Rf?
9. ¿En qué se base la cromatografía de filtración en gel?
10. ¿Cómo se definen los ácidos carboxílicos, y cuál es su fórmula general?
11. Interprete el cuadro de propiedades físicas de algunos ácidos carboxílicos.
12. ¿Qué entiende usted por solución patrón?
13. Hacer un diagrama que muestre las coloraciones y el número de bandas observadas en la cromatografía en columna.
14. ¿Cuántas aplicaciones de eluyente puso en la columna de cromatografía y porqué lo estableció así?
15. De la pregunta anterior ¿qué resultado obtuvo?
16. ¿Porqué el ácido orgánico apareció amarillo sobre un fondo azul en el papel cromatográfico?
17. Rf del ácido cítrico _____
Rf del ácido tartárico _____
Rf del ácido málico _____
Rf del ácido oxálico _____
Rf del ácido succínico _____

18. ¿Qué ácidos orgánicos se encontraron en cada fruto?

19. ¿Le pareció correcta la distribución de muestras de ácidos y muestras de jugo en el papel de cromatografía? Justifique su respuesta.

7.0 CONCLUSIONES

¿Se cumple el objetivo de la práctica? Justifique su respuesta.

8.0 NUEVOS CONCEPTOS

Anotar los nuevos conceptos que aprendió en esta práctica.

Nombre del alumno

Firma del profesor

Calificación

Observaciones del profesor

ALCALOIDES

3.0 MATERIAL Y/O EQUIPO

Dos cápsulas de porcelana de 7 cm de diámetro
Vidrio de reloj de 10 cm de diámetro
Tripie
Tela de asbesto
Mechero Bunsen
Lupa
Platina de Fisher
Pipeta de 5 mL
Vaso de precipitados de 600 mL
Embudo de filtración
Papel filtro
Balanza analítica
Tubo de ensayo
Pinzas para tubo
Tapón munohoradado con tubo de vidrio para tubo de ensayo
Gotero

4.0 SUSTANCIAS

3 g de té negro
2 mL de ácido nítrico
Hidróxido de amonio (gotas)
Eter de petróleo
5 mL de hexano
1.5 g de ácido salicílico
Hielo

5.0 SECUENCIA DE OPERACIONES

1. Colocar 3 g de té negro en una cápsula de porcelana y tapar con un vidrio de reloj que contenga hielo arriba.
2. Colocar en un tripie sobre tela de asbesto la cápsula y proceda a calentar. La cafeína sublimada se deposita en el vidrio de reloj. Recoger con cuidado los cristales y pesarlos en un vidrio de reloj previamente pesado.
3. Observar con lente de aumento (lupa) los cristales formados.
4. Determine el punto de fusión en platina de Fisher.
5. Reacción de la Murexida.

Colocar en una cápsula 0.05 g de cafeína, agregar 2 mL de ácido nítrico y evaporar utilizando baño María en un vaso de precipitados de 600 mL. La evaporación es en la campana. Al residuo amarillo, se le añade una gota de hidróxido de amonio, poniéndose inmediatamente de color rojo que es prueba positiva de presencia de cafeína.

Formación de salicilato de cafeína.

6. En un tubo de ensayo, colocar 5 mL de hexano, agregar 2.1 g de cafeína y 1.5 g de ácido salicílico, colocar el tapón y calentar durante 3 minutos. Dejar enfriar

el tubo de ensayo y añadir 3 ml de éter de petróleo. La aparición de un precipitado indica la formación de salicilato de cafeína. Filtrar el precipitado y pesarlo (seco), obtener el punto de fusión.

6.0 GUIA DE OBSERVACIONES

1. ¿Por qué no se puede dar una definición precisa de alcaloides?
2. ¿Cuáles son las propiedades físicas de los alcaloides?
3. ¿Cuáles son las propiedades químicas que caracterizan a los alcaloides?
4. ¿Cómo actúa la cafeína a dosis de 0.5 a 0.2 g por vía oral?
5. Dibuje los cristales que observó.
6. ¿Cuál es el punto de fusión de los cristales que se obtuvieron por sublimación?
7. En relación a los 3 g de té de los que se partieron, ¿cuánto en peso se obtuvo de cafeína? Expréselo en por ciento.
8. ¿Cómo se observaron los cristales de salicilato de

cafeína?

9. ¿Cuánto se obtuvo de salicilato de cafeína? (en peso)
y ¿cuál fué su punto de fusión?

7.0 CONCLUSIONES

¿Se cumple el objetivo totalmente? Justifique su respuesta.

¿Los alcaloides tienen interés biológico? Justifique su respuesta.

8.0 NUEVOS CONCEPTOS

Anote los nuevos conceptos que aprendió en la práctica.

Nombre del alumno

Firma del profesor

Calificación

Observaciones del profesor

MACROMOLECULAS

3.0 MATERIAL Y EQUIPO

Vaso de precipitados de 250 mL
Dos agitadores de vidrio
Tres vasos de 50 mL
Dos pipetas de 5 mL
Embudo de filtración de tallo largo
Triángulo de porcelana
Pinzas de cejas (el alumno deberá traerlas)
Guantes de hule látex (cada alumno los traerá)
Piaeta
Espátula metálica
Lámpara de alcohol
Probeta de 25 mL
Vidrio de reloj de 10 cm de diámetro
Tubo de ensayo de 13 x 100 mm
Tapón para tubo de ensayo
Mechero Bunsen
Tripie y tela de alambre con asbesto
Pinzas para tubo de ensayo
Moneda de 10 centavos o un ejemplar biológico pequeño
(una pequeña hoja de planta) (el alumno deberá traerlo)

4.0 SUSTANCIAS

100 mL de tetracloroetileno
3 mL de cloruro de sebacilo
Solución de 2,2 g de hexametildiamida y 1.5 g de hidróxido de sodio en 50 mL de agua

20 mL de solución acuosa de acetona al 50%
5 mL de formol
5 g de ácido fénico o fenol
3 g de Na_2SO_3 (catalizador)

5.0 SECUENCIA DE OPERACIONES

Obtención de Nylon 6-10 (polihexametilen sebasamida)

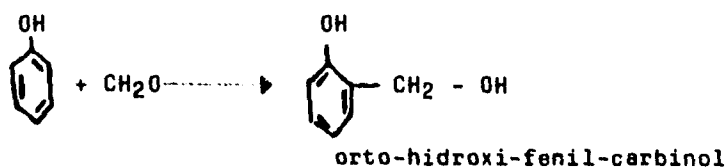
Use guantes todo el tiempo de la experimentación:

1. Poner en un vaso de precipitados de 250 mL, 100 mL de tetracloroetileno y añadir con una pipeta 3 mL de cloruro de sebacilo.
2. Verter con cuidado sobre la solución, 50 mL de la solución de hexametilendiamina en hidróxido de sodio a través de un embudo colocado sobre un triángulo de porcelana encima de un tripie, de tal forma que el extremo del tallo del embudo esté justo por encima de la superficie de la solución inicial.
3. Tomar con unas pinzas (de cejas) la película de polímero que se forme en la interfase de las dos soluciones y sacar del vaso lentamente de manera que obtenga una tira continua con el polímero que se sigue formando, enrollar en el agitador y ponerlo horizontal sobre el vaso, girando lentamente de manera continua hasta que se acabe uno de los monómeros reaccionantes.

4. Lavar el polímero con abundante agua y finalmente con la solución de acetona al 50%.
5. Dejar secar el polímero al aire sobre un vidrio de reloj.
6. Poner una pequeña porción (0.1 g) sobre la espátula y calentar en lámpara de alcohol teniendo cuidado de no quemar el polímero, tocar con una varilla de vidrio el polímero reblandecido y tire lentamente para obtener una fibra.

La porción de la mezcla de polimerización que no se utilice, no deba verse en la tarja, sino que hay que agitarla hasta que ya no se formen más polímeros, y desecharse donde le indique el profesor.

PREPARACION DE BAKELITA



1. Mezclar en un tubo de ensayo de 13 x 100 mm, 5 mL de formol, 5 g de ácido félico y 0.3 g de Na_2SO_3 .

(Cuidado: el ácido félico o fenol es muy corrosivo).
2. Tapar el tubo con un tapón (no muy apretado) y colocarlo en un vaso con agua hirviendo. A medida que se lleva

a cabo la polimerización, la viscosidad del líquido aumenta gradualmente, es el momento de introducir en la resina un objeto pequeño, como una moneda, un ejemplar biológico el cual quedará incluido en la resina, dejar en reposo el tubo en estufa a 130° C y solidificará pasada la noche.

5.0 GUIA DE OBSERVACIONES

1. ¿Qué es una macromolécula?
2. Explicar la diferencia entre un polímero lineal y un entrecruzado.
3. ¿Qué es polimerización?
4. ¿En qué consiste la polimerización por condensación?
5. ¿En qué consiste la polimerización por adición?
6. ¿Porqué en la polimerización por condensación, cada unidad de monómero tiene que tener por lo menos dos grupos funcionales?
7. ¿Cómo se inicia la reacción de polimerización por adición?
8. ¿Cuáles sustancias son las que producen concentraciones considerables de radicales libres?
9. ¿Qué es un catalizador?

10. ¿En qué tiempo empezó a hacerse espesa la mezcla del tubo de ensayo?
11. ¿Cuáles son las coincidencias y las diferencias entre la reacción del Nylon 66 y la de las proteínas?
12. Explique con detalle cómo empezó a formar la película de polímero en la interfase.
13. ¿Logró una tira continua con el polímero que se sigue formando?
14. ¿A qué se debe, que no se puede verter en la tarja la mezcla de polimerización?
15. ¿Dónde se usa la bakelita?
16. Observe la fórmula de la sacarosa que es un dímero y deduzca si es por adición o por condensación.

6.0 CONCLUSIONES

¿Se cumplió el objetivo de la práctica? Justifique su respuesta.

¿Le encuentra alguna aplicación útil a la Biología lo que vio en esta práctica?

7.0 NUEVOS CONCEPTOS

Anote los nuevos conceptos que aprendió en la práctica.

Nombre del alumno

Firma del profesor

Calificación

Observaciones del profesor

CARACTERIZACION DE COMPUESTOS ORGANICOS POR METODOS QUIMICOS

3.0 MATERIAL Y/O EQUIPO

Por medio de la lectura de la práctica escrita deberá elaborar la lista de material y equipo que requerirá para realizar su experimentación.

4.0 SUSTANCIAS

Elaborar la lista de sustancias y reactivos que se necesitan. Sustancia problema asignada por el profesor.

5.0 SECUENCIA DE OPERACIONES

Propiedades físicas generales

1. Observar cuidadosamente y anotar en la guía de observaciones tan exactamente como le sea posible el color, olor, estado físico, aspecto general y cualquier otra característica aparente de la sustancia problema.

Este sencillo examen, considerado cuidadosamente, sirve para eliminar de la consideración un vasto número de posibilidades. Por ejemplo, si la sustancia es líquida, inmediatamente son descartados todos los sólidos, y viceversa.

- La mayoría de los alcanos, alquenoa, éteras, aldehidos, cetonaa, haluros de alquilo, ácidos alifáticos y aminas alifáticas son líquidos. Los bencenoides son sólidos.
- Los ácidos alifáticos, las aminas alifáticas y los ácidos bencenoides; todos los compuestos de estos tres grupos son incoloros cuando están puros. Algunos, especialmente las aminas, fenoles y compuestos de yodo están a menudo coloreados (pardo) por impurezas.
- La mayoría de los compuestos volátiles tienen olores que se pueden decir son característicos;
- Los hidrocarburos e hidrocarburos halogenados recuerdan a la gasolina, petróleo o nafta.
- Las aminas huelen a pescado y amoníaco.
- Los fenoles tienen un olor a desinfectante.
- Los ácidos alifáticos y aldehidos son de olor fuerte, picante y a menudo rancio.
- Los ésteres tienen olores agradables a frutas muy característico (muchos son usados como perfumes y condimentos artificiales).
- Los ésteres y las cetonas huelen menos a frutas pero son todavía agradables.

Puntos de fusión o ebullición aproximados

2. Determinar aproximadamente el punto de fusión y/o el punto de ebullición. No gastar tiempo y energía determinando estas propiedades exactamente en esta etapa, ya que la muestra suministrada es probablemente impura y las propiedades físicas de sustancias impuras son de poco valor para una identificación exacta. Sin embargo los valores aproximados sirven para perfilar las conclusiones sugeridas por las propiedades físicas evidentes (color, olor, estado físico, etc.), especialmente eliminando posibles grupos, así:

- Ninguna sustancia bencenoide tiene punto de ebullición por debajo de 80° C, ningún alcohol por debajo de 65° C, ningún ácido por debajo de 100°C y ningún haluro de arilo por debajo de 130° C.
- La mayoría de los fenoles y aminas son líquidos o sólidos que funden fácilmente y ninguno ebulle por debajo de 180° C.
- Todos los ácidos aromáticos son sólidos y virtualmente todos funden por encima de 100° C.
- Los alcanos, alquenos, aldehídos alifáticos, cetonas, ésteres, éteres, aminas y compuestos halogenados comunes son líquidos de puntos de fusión (solidificación) bajos o moderados.

3. Estudiar las tablas de propiedades físicas y utilizar los propios hallazgos par confirmar y suplementar las generalizaciones anteriores.

Solubilidad en agua

La importancia principal de una determinación cuidadosa de la solubilidad en agua es para la comparación y contraste con la solubilidad en ácidos y álcalis minerales diluidos.

4. Añadir en un tubo de ensayo dos gotas de agua a una pequeña porción (una gota de un líquido, 20-30 mg de un sólido) de la sustancia problema. Agitar bien la mezcla y dejarla en reposo de 2 - 5 minutos, para que tenga lugar la disolución. Los líquidos, si son solubles, usualmente se disuelven rápidamente, pero muchos sólidos solubles se disuelven lentamente. Las sustancias que en estas condiciones se disuelven por completo son consideradas muy solubles, o miscibles, en agua. Con frecuencia es difícil la observación visual de dos fases líquidas en unas cuantas gotas de muestra. Si hay duda, vaciar la mezcla por la parte superior de una pipeta Pasteur de pico largo, si existe se observará fácilmente la interfase entre los dos líquidos.

Si no tiene lugar la disolución en frío, calentar la mezcla en un baño de agua caliente, dejando de nuevo amplio tiempo para la disolución. Si la sustancia se disuelve,

enfriar completamente y observar si la sustancia se separa de nuevo. Hay que tener especial cuidado con los sólidos fácilmente fusibles pues fundirán al calentar con agua; realmente, algunos sólidos especialmente los fenoles, se licúan incluso en agua fría pero no se disuelven, no a notar tal comportamiento como disolución a menos que en efecto resulte una fase líquida homogénea.

5. Si la muestra no se disuelve en dos gotas de agua, añadir sucesivamente, una tercera más, cinco y diez gotas, agitando y calentando la mezcla dejando amplio tiempo para la disolución después de cada adición. Las sustancias que se disuelven en tales condiciones son consideradas como moderadas o ligeramente solubles, mientras que aquellas que no se disuelven en un total de 20 volúmenes de agua son considerados insolubles. La mayoría de los compuestos orgánicos son ligeramente solubles o insolubles en agua. Por ello al determinar la solubilidad en agua se restringe a un grupo más bien pequeño de compuestos, aquellos que tienen una proporción importante de grupos polares (alcoholes, aminas y carboxilos) unidos al esqueleto no polar (hidrocarburo). De este modo, los hidrocarburos, hidrocarburos halogenados, y la mayoría de los éteres, ésteres y fenoles, son ligeramente solubles o

insolubles. Los alcoholes monofuncionales, ácidos, aldehidos y cetonas conteniendo de 3-5 átomos de carbono son totalmente solubles, con frecuencia miscibles en todas proporciones, y aquellos que contienen de 5-8 átomos de carbono son ligeramente solubles. Por encima de 8 átomos de carbono predomina el carácter de hidrocarburo y los compuestos son insolubles e menos que estén presentes dos o más grupos polares.

Acidez o basicidad

6. Ensayar la disolución (o suspensión) acuosa de la muestra problema con papel tornasol azul y rojo. Si se obtiene reacción ácida al tornasol, añadir una gota de disolución de indicador de fenolftaleína y enseguida, añadir gota a gota y agitando una solución de hidróxido de sodio al 5%. Si son necesarias varias gotas de la base para hacer virar el indicador, entonces la sustancia es un ácido. Si sólo son necesarias una o dos gotas la acidez es debida probablemente a trazas de impurezas. De manera similar, si la sustancia es básica al tornasol, determinar su capacidad para neutralizar una solución de ácido clorhídrico al 5% usando rojo congo o rojo de matilo como indicador. Este ensayo es particularmente seguro con sustancias solubles o moderadamente solubles para las cuales reemplaza a las reacciones de clasificación 1 y 2 que están más adelante.

Análisis elemental orgánico

Identificación de Carbono e Hidrógeno.

7. Colocar 0.5 g de óxido cúprico, en un tubo de ensayo seco, cubrir con 0.5 g de sustancia problema y ésta, a su vez, cubrir con 0.5 g de óxido cúprico, tapar con un tapón monohoradado que tenga un tubo de desprendimiento doblado en ángulo recto el cual se introduce en un tubo de ensayo con agua de barita (Ba(OH)_2) al 10%. Calentar fuertemente, si la sustancia contiene hidrógeno se observará la formación de gotas en las partes frías del tubo de ensayo. Si la sustancia contiene carbón se obtiene un precipitado blanco en el tubo de ensayo que contenía el agua de barita.

Identificación de nitrógeno, azufre y halógenos, por el método de fusión alcalina.

8. Colocar en un tubo de ensayo perfectamente seco 0.5 g de sustancia problema, agregar 0.5 g de sodio metálico y calentar fuertemente hasta que se observe la ignición total del sodio.
- Dirigir la boca del tubo hacia la pared y usar anteojos de seguridad. No tocar el sodio con la mano.

Los elementos que constituían la materia orgánica se com-

binaron con el sodio. Enfriar el tubo de ensayo, agregar agua gota a gota para prevenir algún problema con el sodio que posiblemente no reaccionó, agregar agua hasta llenar el tubo, agitar y filtrar, dividir el filtrado en tres tubos de ensayo.

9. Identificación de azufre.

- a) A uno de los tubos que contiene el filtrado, agregar unas gotas de solución acuosa de acetato de plomo al 10% y observar.

Identificación de nitrógeno.

- b) A otra porción del filtrado, agregar unas gotas de solución de sulfato ferroso al 10%, calentar ligeramente, añadir unas gotas de solución acuosa de cloruro férrico y de ácido clorhídrico al 10% en agua, observar. Se recomienda efectuar paralelamente ensayos positivos con sustancias que tengan nitrógeno, para conocer la reacción de identificación.

- c) Identificación de halógenos.

Agregar a la tercera porción del filtrado 2 mL de ácido nítrico al 10% en agua, hervir para desprender ácido sul-

clorhídrico cuando no se note desprendimiento de este gas.
Agregar unas gotas de solución acuosa de nitrato de plata
al 1% y observar.

Secuencia de clasificación

1. Solubilidad en ácido mineral diluido (HCl, H₃PO₄, HNO₃, ---
H₂SO₄, 2-5%): Clasificación de base orgánica.

Este ensayo se aplica únicamente a sustancias que son
insolubles o ligeramente insolubles en agua.

- a) Añadir ácido clorhídrico (2-5%) gota a gota, con agita-
ción, a unos pocos mg o una gota de muestra. Dejar repo-
sarse un tiempo para permitir la disolución, especialmente
con sustancias sólidas. Si la sustancia se disuelve,
observar si se reprecipita al neutralizarla por cuidadosa
adición, gota a gota, de álcali diluido (5%). Si la re-
precipitación no tiene lugar es probable que la sustancia
simplemente se disuelve en el agua; comparar cuidadosamen-
te con la solubilidad en agua sola. Si la sustancia pro-
blema no se disuelve en ácido clorhídrico, repetir el
ensayo con uno o más de los otros ácidos.

Las sustancias que son insolubles (o ligeramente solubles)
en agua, pero que se disuelven en los ácidos diluidos

obviamente son bases. La mayor parte de las bases orgánicas tienen nitrógeno y las únicas bases son aminas. El ensayo debe ser realizado incluso con sustancias en las cuales no se encontró nitrógeno. Si es positivo debe repetirse más cuidadosamente al ensayo del nitrógeno.

Las sales resultantes de la reacción de las aminas con los ácidos son totalmente solubles, pero algunas no lo son. Por esto, si la sustancia no se disuelve en ácido clorhídrico diluido, deberá también probarse con los otros ácidos minerales. Es muy improbable que las sales de cualquier amina dada sean insolubles con los cuatro ácidos minerales.

2. Solubilidad en álcali diluido (NaOH , KOH , Ca(OH)_2 , Ba(OH)_2 , NH_4OH 2 - 5%): Clasificación de sustancias ácidas.

Este ensayo se aplica solamente a sustancias que son insolubles o poco solubles en agua.

- a) Añadir gota a gota, con agitación, disolución diluida de hidróxido de sodio (2-5%) sobre unos pocos mg o una gota de la muestra problema. Dar amplio tiempo después de cada gota para que tenga lugar la disolución. Si la sustancia se disuelve, observar cuándo es reprecipitada mediante neutralización con ácido diluido. Si la sustancia no se disuelve en hidróxido de sodio, repetir el ensayo con una o más de las otras bases.

Las sustancias que se disuelven en álcali diluido pero no en el agua son clasificadas como ácidas. De ordinario, solamente son encontradas dos clases, ácidos carboxílicos y fenolas. Estos son confirmados y diferenciados por reacciones de confirmación.

3. Reacción con álcali alcohólico caliente: Clasificación de éster.

- a) Colocar una porción (10-20 mg ó 1 gota) de la sustancia problema en uno de dos tubos de ensayo. Añadir a cada tubo dos gotas de etanol, una gota de fenolftaleína (disolución) y solamente una gota de hidróxido de sodio diluido (2%). El contenido de ambos tubos debe ser rosa brillante (a menos que la sustancia sea un ácido o un fenol); si no lo fuese, añadir, gota a gota, más hidróxido sódico y etanol (volúmenes iguales) hasta conseguirlo.
- b) Tapar ligeramente ambos tubos y calentarlos a 100° C (baño de agua hirviendo) durante treinta minutos, y observar cualquier cambio de color. Si desaparece el color del ensayo problema pero no el del blanco está presente un grupo funcional éster, el cual se hidroliza lentamente y neutraliza al álcali. Si el blanco se decolora, añadir otra gota de solución de fenolftaleína a ambos tubos y continuar calentando.

Ciertos aldehídos dan positivo el ensayo para éster y

algunos ésteres dan precipitados con la 2,4-dinitrofenilhidracina. Por lo tanto, es asunto discutible si el ensayo del éster o el ensayo de aldehído-cetona debe ser realizado primero. No obstante, raramente hay dificultad en la diferenciación, ya que la mayoría de los ésteres reaccionan muy lentamente (si es que lo hacen) con la dinitrofenilhidracina, y las reacciones de confirmación del hidroxamato y de Tollens invalida con seguridad al éster y al aldehído respectivamente.

- c) Si el ensayo es positivo, debe de llevarse la hidrólisis hasta el final. Añadir 5 gotas de hidróxido de sodio al 20% y cinco gotas de etanol al tubo que contiene la muestra parcialmente hidrolizada. Calentar a 100° C durante 30 a 60 minutos. Debe desaparecer completamente el olor a frutas (si lo había) del éster.
- d) Enfriar la disolución y diluirla con agua (1 ml). No debe separarse ningún precipitado ni aceite a menos que el éster esté hidrolizado incompletamente o dé lugar a un alcohol insoluble en agua. La acidulación (HCl al 20%) del hidrolizado diluido puede generar el olor característico de un ácido volátil (acético, butírico) o dar un precipitado insoluble.

Estas observaciones son de gran valor en la elección de reacciones para la caracterización final del éster. Continuar los ensayos durante la hora requerida para la hidrólisis.

4. Reacción con 2,4-Dinitrofenilhidracina: Clasificación de aldehídos y cetonas.

e) Añadir 2-3 mL de reactivo 2,4 -dinitrofenilhidracina a una pequeña gota de la muestra, agitar perfectamente. Si no resulta un precipitado dentro de 2 ó 3 minutos, dividir la solución y calentar una porción en un baño caliente (50-80° C; no hervir) durante 5 minutos, enfriar, agitar y frotar el interior del tubo en la superficie del líquido con una varilla de vidrio. Finalmente si no se observa precipitado, dejar ambos tubos a un lado durante 30 minutos.

La mayoría de los aldehídos y muchas cetonas sencillas dan precipitados naranja o rojo dentro de los diez minutos a la temperatura ambiente. Aldehídos menos reactivos y la mayoría de las cetonas reaccionan tras calentamiento; el derivado con frecuencia permanece disuelto pero cristaliza tras enfriamiento y frotamiento. Si el reactivo es hervido, a menudo resultan pequeñas cantidades de un precipitado rojo debido a la evaporación del disolvente (metanol). No usar demasiado problema o resultará un líquido naranja brillante que flote sobre la disolución del reactivo. Este es indistinguible del resultado observado con casi todas las sustancias insolubles en agua.

Los compuestos de carbonilo saturados dan típicamente derivados amarillos o naranja. Los no saturados dan pro-

ductos naranja, rojo-anaranjados o rojos. El producto debe aislarse por cristalización a pureza como un derivado cristalino de la sustancia problema.

Si se hace adecuadamente el ensayo es totalmente específico, la razón más común de interferencia es trabajar demasiado problema.

5. Ensayo con sodio metálico: Clasificación de alcohol inferior. Este ensayo se aplica solamente a líquidos.

a) Añadir en un tubo de ensayo (perfectamente seco) un minúsculo trozo de sodio limpio recién cortado (del tamaño de una cabeza de alfiler) añadir una gota de la sustancia líquida. Si la sustancia es un alcohol inferior, se desprenderá rápidamente hidrógeno hasta que el sodio esté completamente disuelto.

Debe descontarse una breve efervescencia que desvanece ya que la mayoría de las sustancias líquidas contienen trazas de agua las cuales reaccionan, evidentemente hasta que se consumen.

Las aminas, ácidos carboxílicos y fenoles reaccionan como los alcoholes, así que el ensayo no debe ser aplicado a sustancias que contienen estas funciones. También reaccionan de manera análoga a los alcoholes muchos ésteres, aldehídos y cetonas.

6. Solubilidad en ácido sulfúrico concentrado frío: Diferenciación de alcoholes y alquenos de ésteres y de hidrocarburos e hidrocarburos halogenados.

a) Enfriar bien en un baño de agua helada un tubo de ensayo con dos gotas (10 mg de un sólido) del problema. Añadir diez gotas de ácido sulfúrico concentrado, dejando resbalar lentamente cada gota por la pared interna del tubo enfriado y disipando cualquier calor desprendido moviendo el tubo en el baño antes de adicionar la próxima gota. Observar cuándo se disuelve la sustancia. Con sólidos la disolución pueda tardar algunos minutos; con líquidos puede ser difícil distinguirla, en cuyo caso la mezcla debe de ser introducida en una pipeta (seca), con lo cual será claramente visible, si es que existe, la interfase entre dos capas.

c) Si la sustancia se disuelve, diluir la disolución fría en agua helada (0.5 ml) y observar si es reprecipitada. No dejar que la mezcla se caliente o invalidarán el ensayo reacciones secundarias y coloraciones.

Se disuelven en el ácido los alcoholes sencillos, alquenos y ésteres. No se disuelven los alcanos, hidrocarburos bencenoides sencillos y haluros de alquilo y de arilo (a menos que contengan también funciones alcohol, alquino o éter). Los éteres son reprecipitados al diluir. Los alcoholes y los alquenos no, ya que se convierten en los hidrogenosulfatos de alquilo solubles. Los alcoholes

son diferenciados de los alquenos por medio de reacciones de confirmación (reactivos de Baeyer), los haluros de los hidrocarburos por la composición elemental y los compuestos alifáticos de los aromáticos mediante la combustión con llama sin humo o con humo y las propiedades físicas generales.

7. Combustión: Diferenciación de compuestos bencenoides de no bencenoides.

- a) Prender fuego a una porción (2 gotas o 20 mg) de la sustancia problema sobre una cápsula de porcelana. Observar si arde o no con llama carbonosa. Comparar con sustancias conocidas (hexano, etanol, benceno, naftaleno, etc.). Generalmente, las sustancias que contienen muchos carbonos y relativamente poco hidrógeno, más típicamente los compuestos bencenoides, producen mucho humo cuando se queman; las sustancias con más hidrógenos no los producen, hay algunas excepciones; los fenoles polihídricos arden sin humo mientras que los compuestos alifáticos altamente insaturados (alquinos inferiores, dienos) y sustancias altamente saturadas (ácido esteárico) arden con humo, pero el ensayo es muy sencillo, útil y usualmente no es ambiguo en unión de otras observaciones.

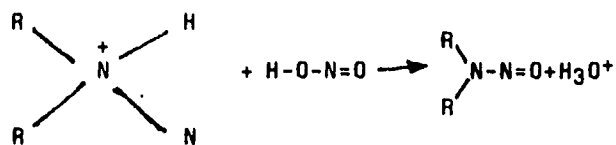
Reacciones de Confirmación

1. AMINAS.

Reacción con ácido nitroso:

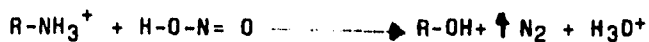
1. Disolver una porción (20 mg o una gota) de la sospechada amine en ácido clorhídrico 2-5% o ácido fosfórico (2-4 mL). Enfriar la disolución en un baño de hielo. La sal de amine puede cristalizar a partir de la disolución. Añadir a la mezcla enfriada 2-3 mL de disolución de nitrito de sodio el 1% ó 20-30 mg de nitrito de sodio sólido.

- a) Separación de un aceite amarillo pálido o de un sólido de bajo punto de fusión (N-nitrosoamina) indica una amina secundaria.



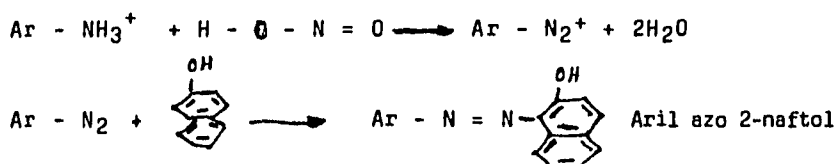
N - nitrosamina

- b) Desprendimiento vigoroso de gas (nitrógeno) indica una amina primaria alifática.



Es esencial la verificación al vacío ya que los reactivos sólo desprenden algo de gas. Un ensayo más seguro es el desprendimiento de nitrógeno mediante mezcla de disoluciones de la amina y de nitrito sódico en ácido sulfúrico del 80%.

- c) Añadir la disolución de reacción fría a una disolución de 2-naftol (10-20 mg) en hidróxido de sodio al 10% (4 mL).



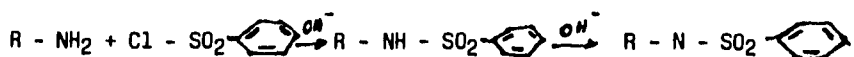
La formación de un colorante azóico naranja o rojo indica una amina aromática primaria.

- d) Ninguna reacción indica que la sustancia sea una amina terciaria o no era una amina.

Reacción de Hinsberg

Suspender la supuesta amina (20 mg o una gota) en NaOH al 20% (1-2 mL) y añadir dos gotas de cloruro de benceno sulfonilo (o 50 mg de cloruro de p-toluensulfonilo). Tapar el tubo y agitar vigorosamente la mezcla hasta que haya desaparecido el olor de cloruro de sulfonilo de 5 a 10 minutos.

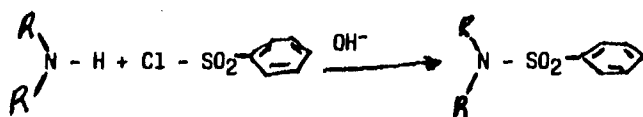
- a) Las amidas primarias forman sulfonamidas, las cuales permanecen disueltas en la disolución fuertemente alcalina.



al acidular precipita la sulfonamida sólida de color blanca. Precaución: A partir de disoluciones tan concentradas, al acidular puede separarse cloruro de sodio. Assegurar que cualquier precipitado sólido blanco es, en reali-

dad, insoluble en agua y ácido diluido y soluble en álcali del 10 al 20%.

- b) Las aminas secundarias forman sulfonamidas las cuales no quedan en disolución sino que se precipitan directamente como sólidos blancos a partir de la mezcla reaccionante alcalina, son insolubles en agua, álcali y ácidos diluidos.



Precaución: Si el hidróxido de sodio es demasiado diluido o si se usa demasiado haluro de sulfonilo, puede precipitar una sulfonamida primaria; si es demasiado concentrado, puede precipitar la sal de sodio de una sulfonamida primaria, o incluso cloruro de sodio. Asegúrese de que cualquier precipitado que se forme a partir de la mezcla de reacción alcalina, es insoluble en agua, álcali diluido y concentrado.

- c) Las aminas terciarias no reaccionan, permanecen sin disolver y se disuelven al acidular.

Si es obtenido un producto sólido a partir de una amina primaria o secundaria, aislarlo y guardarlo para purificarlo por cristalización como un derivado.

Ácidos carboxílicos y fenoles. Liberación de dióxido de carbono a partir de bicarbonato de sodio

1. Disolver 50 mg de bicarbonato de sodio en 1 ml de agua. Si el sospechado ácido es soluble en agua o moderadamente soluble, añadir suavemente la disolución sobre una gota ó 20 mg y agitar suavemente. Si la muestra problema es insoluble o poco soluble en agua, disolverla en 1 ml de etanol o de acetona y añadir la disolución de bicarbonato a esta disolución. Cualquier precipitación que ocurra debe ser ignorada. Observar una vigorosa eferescencia o un rápido desprendimiento de gas.

Los ácidos carboxílicos y unos pocos fenoles son ácidos y liberan CO₂. Sin embargo la mayoría de los fenoles no.

Solubilidad en disolución diluida en carbonato de sodio.

El ensayo se realiza de la misma forma que el de la solubilidad en agua, ácido o álcali diluido que como se describió anteriormente, utilizando una solución de carbonato de sodio del 2-5%. La mayoría de los ácidos carboxílicos son solubles, al igual que lo son en hidróxido de sodio. La mayoría de los fenoles no (excepto algunos fuertemente ácidos).

Color en cloruro férrico acuoso.

Añadir 1 ml de disolución diluida (2-5%) de cloruro férrico

co a 0.5 ml si el problema es líquido, o a una disolución de 5 mg de problema sólido en dos gotas de etanol. Agitar la muestra con los reactivos vigorosamente. La mayor parte de los fenoles da disolución vivamente coloreada (azul, verde, violeta, etc.). Los ácidos no (excepto los fenólicos), aunque algunos dan soluciones o precipitados amarillentos.

Color con cloruro férrico-piridina en cloroformo.

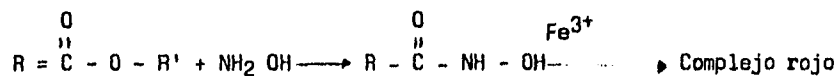
Disolver una gota ó 5 mg del problema en 1 ml de una solución al 0.1% de piridina en cloroformo. Añadir un mililitro de solución (2-5%) de cloruro férrico en cloroformo y agitar la mezcla. Virtualmente todos los fenoles dan disoluciones coloreadas y especialmente aquellos que no la dan con cloruro férrico acuoso.

ESTERES

Reacción coloreada hidroxamato-cloruro férrico.

Disolver 50 mg de KOH en una gota de agua, añadir 1 ml de etanol, 20-30 mg de clorhidrato de hidroxilamina y una gota del sospechado éster. Calentar la disolución en baño María hirviendo durante 3 a 5 minutos, si es necesario añadir etanol para reponer cualquier pérdida por evaporación. Enfriar, acidular la disolución con HCl diluido (2-5%), y añadir dos gotas de cloruro férrico acuoso.

El desarrollo de un brillante color rojo-rosado confirme éster.



ALDEHIDOS Y CETONAS

La reacción de clasificación con dinitofenilhidracina, - adecuadamente realizada, es tan segura que raramente - necesita la confirmación. Ocasionalmente son útiles las siguientes reacciones.

Reacción de Tollens

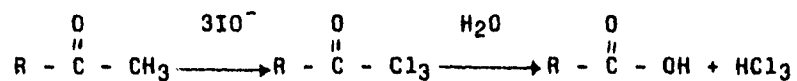
Añadir gota a gota amoníaco diluido (5%) a 0.5 ml de nitrato de plata en un tubo de ensayo limpio hasta que justamente se redisuelva el precipitado pardo oscuro de óxido de plata inicialmente formado. No usar exceso de amoníaco. Añadir a la solución la menor cantidad posible de un problema líquido (especialmente si es insoluble en agua) ó 5 mg de un problema sólido, agitar bien y calentar la solución a 50 - 60° C no más caliente durante varios minutos en baño de agua. La formación de un espejo de plata sobre la pared interior del tubo indica aldehído. Exceso de amoníaco, problema y calor, o un tubo sucio, darán malos resultados.

Terminando el ensayo arrastrar la mezcla reaccionante con agua abundante ya que con el tiempo o al secarse puede

dar depósitos explosivos. El espejo se elimina con HNO₃ caliente.

Reacción Yodofórmica

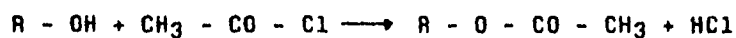
Triturar yodo (100 mg) y disolverlo en un poco de hidróxido de sodio acuoso diluido (2.5%). A la disolución incolora, añadir dos gotas de sustancia problema. Calentar la mezcla durante varios minutos en un baño de agua caliente. La separación de cristales de yodoformo amarillo pálido y el olor muy característico de esta sustancia indice una metil cetona. Como experiencia ensayar la reacción con una auténtica metil cetona (acetona o acetofenona).



ALCOHOLES

Reacción del cloruro de acetilo

Esta reacción es particularmente útil para confirmar alcoholes alifáticos de cadena corta los cuales, siendo solubles en agua, no son clasificados por reacción con ácido sulfúrico concentrado en frío.



Colocar 3-4 gotas de cloruro de acetilo en un tubo de ensayo seco. Dejar que se disipe cualquier humo resultante de la reacción del cloruro de ácido con la humedad atmosférica, y entonces añadir, una a una, tres gotas del sospechado alcohol. Una indicación positiva es dada por:

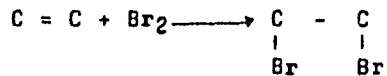
- a) Una reacción vigorosa; la mezcla hierve espontáneamente.
- b) Calor de reacción; la mezcla se temple o calienta.
- c) Desprendimiento de HCl gaseoso; se detecta manteniendo cerca de la boca del tubo de ensayo un papel empapado en amoníaco concentrado, con lo que resultarán densos humos de cloruro de amonio. (Precaución el cloruro de acetilo puede dar humos blancos). Enfriar la mezcla en hielo, añadir gotas de agua y agitar la mezcla para destruir cualquier cloruro de acetilo no consumido. Alcalinizar la muestra con disolución diluida de hidróxido de sodio y observar si la mezcla tiene el olor agradable a frutas de un éster volátil.

ALQUENOS

Decoloración de bromo

A dos gotas del sospechado alqueno en un tubo de ensayo, añadir gota a gota disolución al 1% de bromo en tetraclo-

ruro de carbono. Un alqueno decolorará rápidamente por lo menos 10 gotas de solución de bromo.



También decolorarán el bromo sustancias tales como: fenoles, ésteres fenólicos, algunos alcoholes, aldehídos, cetonas, y unos pocos hidrocarburos aromáticos, pero todos ellos producen HBr ácido bromhídrico (probar con el papel empapado en hidróxido de amonio). Los alquenos cuando reaccionan con bromo, no dan HBr.

Reacción de Baeyer

Añadir gota a gota disolución acuosa de permanganato de potasio al 0.1% a dos gotas del sospechado alqueno, agitando la mezcla vigorosamente. Un alqueno eliminará el color púrpura de por lo menos 1 ml de disolución de precipitado, y resultará un precipitado pardo de dióxido de manganeso.

ESTERES

Reacción coloreada Ferrox

Añadir 2 ó 3 gotas de la sustancia a un pequeño pedazo de papel Ferrox en un tubo de ensayo seco. Si el líquido es un éster se volverá rojo debido al tiocianato férrico

liberado del papel. Un éster sólido puede disolverse en la mínima cantidad de benceno seco y proceder como anteriormente.

6.0 GUIA DE OBSERVACIONES

Explicar detalladamente lo que hizo para identificar la sustancia problema.

La sustancia problema es: _____

7.0 CONCLUSION

8.0 NUEVOS CONCEPTOS

Anote los nuevos conceptos que aprendió durante esta investigación. _____

Calificación

Firma del profesor

Nombre del alumno

Observaciones del profesor

CAPITULO IV
CONCLUSIONES Y BIBLIOGRAFIA

CONCLUSIONES

Las prácticas fueron probadas con alumnos de la Facultad de Ciencias en la Carrera de Biología. Se observó que su desarrollo se efectúa en tres horas.

Los temas que se abordan son las técnicas y métodos que utilizan los biólogos en su vida profesional, evitando las síntesis orgánicas (que incluye el plan vigente) ya que comprobaron no tener ninguna utilidad práctica para el alumno de la Facultad de Ciencias que cursa la carrera de Biología.

La idea de proporcionarle toda la información a través de los antecedentes de conocimiento, es no abrumar al alumno con investigaciones en la teoría y además en la práctica.

En la práctica uno se incluye la información sobre el vidrio en respuesta a una reiterada inquietud, observada a través de varios años, de saber ¿Qué es el vidrio? ¿Por qué Pyrex?, etc., Por la misma razón también se proporciona la información sobre petróleo-gasolina y su relación con la contaminación.

Como resultado de la experiencia, se ha observado que los alumnos que después de terminada su actividad experimental recapitulan sobre los nuevos conceptos aprendidos y los colocan en un listado, encuentran que los objetivos de las prácticas son de gran utilidad y reconcilia al alumno de Biología, en la mayoría de los casos, con la Química Orgánica.

B I B L I O G R A F I A

- AHUJA, José. Prácticas de Química, Compañía Editorial Continental, 1969, México.
- ATKINS, P. W. Fisicoquímica, Adison-Wesley Iberoamericana, 1991, Wilmington, Dalaware, E.U.A.
- BERNAL, Sahagún Alfonso. Prácticas de Química, Limusa, 1972, México.
- BRESCIA, Frank y Otros. Fundamentos de Química (Métodos de Laboratorio Químico), C.E.C.S.A., 1979, México.
- BREWSTER, R. Q. y Otros. Curso de Química Orgánica Experimental, Ed. Alhambra, 1974, Madrid.
- BUCHLER, Sydney S. El Comportamiento de la Materia: Introducción a la Experimentación Química, PCSA, 1971, México.
- DAVIS, Joseph E. Manual de Laboratorio para Química (Experimentos y Teoría), Reverté, 1975, Barcelona.
- DAWSON, John W. Manual de Laboratorio de Química, Nueva Editorial Interamericana, 1971, México.
- DICKSON, T. R. Introducción a la Química (Laboratorio), PCSA, 1975, México.
- DDMINGUEZ, Xorge A. Experimentos de Química Orgánica, Limusa Wiley, 1973, México.
- DDMINGUEZ, Xorge Alejandro. Química Orgánica Experimental, Limusa, 1982, México.
- DDMINGUEZ, Xorge Alajandro. Métodos de Investigación Fitoquímica, Limusa, 1973, México.
- EDWARD, George. Farmacognosia, Ed. Continental, 1984, México.
- FESSENDEN, Ralph J. Química Orgánica, Grupo Editorial Iberoamericano, 1983, México.
- FIESER, Louis F. Experimentos de Química Orgánica, Reverté, 1967, Barcelona.
- GARRIDO, Armando. Fundamentos de Química Biológica, Interamericana Mc.Graw-Hill, 1991, Madrid.
- GARRITZ, A. Química. Addison-Wesley Iberoamericana, 1994, Wilmington, Delaware, E.U.A.

- GAVIÑO, de la Torre Gonzalo y Otros. Técnicas Biológicas Selectas de Laboratorio y Campo, Limusa, 1975, México.
- GRAY, Harry B. Principios Básicos de Química, Reverté, 1972, Barcelona.
- HESLOP, R. B. Química Inorgánica en Unidades SI, Ed. El Manual Moderno, 1975, México.
- HOLUM, John R. Prácticas de Química General. Química Orgánica y Bioquímica, Limusa Wiley, 1972, México.
- HOLUM, John R. Principios de Fisicoquímica, Química Orgánica y Bioquímica, Limusa, 1973, México.
- JACOBS, Thomas L. y Otros. Laboratory Practice of Organic Chemistry, Macmillan, 1974, New York.
- JOSEPH, Pedro. Métodos Clásicos de Separación, ANUIES, 1976, México.
- JOSEPH, Pedro. Separaciones Cromatográficas. ANUIES, 1975, México.
- KEESE, R. y Otros. Métodos de Laboratorio para Química Orgánica, Noriega-Limusa, 1990, México.
- MORRISON, Robert T. Química Orgánica. Addison-Wesley Iberoamericana, 1990, Wilmington, Delaware, E.U.A.
- MUÑOZ, Cuauhtémoc. Métodos de Separación (Prácticas de Instrumentación Analítica), Limusa, 1990, México.
- MUÑOZ, Eugenio. La Experimentación en Química Orgánica (Guía de Laboratorio), PCSA, 1975, México.
- NUFFIELD Foundation. Química (Curso Modelo), Reverté, 1970, Barcelona.
- NUFFIELD Foundation. Química, Investigación de Laboratorio, Fasa II (Programa Nuffield de Química), Reverté, 1972, Barcelona.
- NUFFIELD Foundation. Química, Manual para Profesores, Reverté, 1972, Barcelona.
- PARRY, Robert W. y Otros. Química, Fundamentos Experimentales, Reverté, 1973, Barcelona.
- PECSOK, Robert L. Métodos Modernos de Análisis Químicos (Experimentos), Limusa-Wiley, 1973, México.
- RODRIGUEZ, Eduardo. Técnica Química de Laboratorio, Gustavo Gili, 1972, Barcelona.

- ROJAS, Manuel. Fisiología Vegetal Aplicada, Interamericana McGraw-Hill, 1993, México.
- SUMMERS, Donald B. Manual de Química, Grupo Editorial Iberoamericana, 1983, México.
- VILLARREAL, Fidel y Otros. Experimentos de Química (Partes I, II y III), ANUIES, 1974, México.
- ZUMDAHL, Steven S. Fundamentos de Química, McGraw-Hill, 1992, México.

PAGINACION VARIA

COMPLETA LA INFORMACION

APENDICE NUM. 1

SUSTANCIAS QUIMICAS CARCINOGENICAS

La transformación de una célula normal en una célula cancerosa parece ser un proceso irreversible y considerando la carcinogénesis, se necesita tomar en cuenta cada contacto con una sustancia química que sea carcinógeno. El período de latencia entre el contacto químico inicial y la manifestación de los síntomas malignos puede ser muy largo, alcanzando hasta cuarenta años en el ser humano. Esto significa que, en contraste con los venenos más peligrosos, puede no ser evidente la relación entre la causa y el efecto por no presentarse en forma inmediata o bien definida. Por consiguiente, es indispensable tener extremo cuidado cuando se trabaje con sustancias carcinogénicas. Se deben observar las siguientes medidas:

- Trabajar con sustancias carcinogénicas sólo si esto es inevitable, pues a menudo en las reacciones químicas, los reactivos o disolventes carcinogénicos pueden ser substituidos por otros menos peligrosos.
- Procurar elegir prácticas en las que se eviten los reactivos carcinogénicos.
- El riesgo puede reducirse por medio del uso de una técnica cautelosa y equipo de protección y seguridad; trabajar bajo

una campana de extracción de gases, usar máscara contra el polvo y guantas desechables, además de cubrir la mesa de trabajo con papel aluminio.

- Trabajar con carcinógenos sólo en aparatos cerrados.
- Destruir de inmediato los reactivos que sobren y si es apropiado, entregar los residuos de la reacción al profesor para que sean desechados en forma adecuada.

Algunas clases de compuestos en los que se han encontrado sustancias carcinogénicas son:

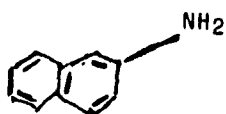
- a) Las que se sabe que en el ser humano produce tumores malignos.



4-aminobifenilo



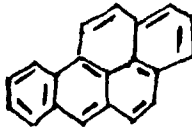
Benzidina



2-naftilamina



Benceno



3,4-benzopireno



Tetracloruro de carbono

Compuestos Inorgánicos:

- Compuestos de arsénico
- Niquel y sus compuestos
- Berilio y sus compuestos
- Cromato de cinc

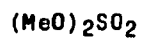
Otros:

- Asbestos
- Alquitrán mineral
- Betún

b) Los que sin duda son carcinogénicos en animales



Deizometano



Sulfato de metilo



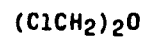
Aziridina



Yodometano
(Yoduro de metilo)



β-propiolactona



Diclorometiléter

NH_2NH_2
Hidrazina


2-nitronaftaleno

$(\text{CH}_3)_2\text{N-NO}$
N,N-dimetilnitrosamina

Compuestos Inorgánicos

Cromatos

- c) Los que son probables carcinógenos de acuerdo a los resultados más recientes

PhNHNH_2
Fenilhidrazina

Compuestos Inorgánicos

Cadmio y sus compuestos
Trióxido de antimonio
Trióxido de cromo
Carbonilo de cromo

Debemos tener presentes que aún no se han identificado todas las sustancias y reactivos carcinogénicos. Por ello se deben desarrollar buenos hábitos para llevar a cabo un trabajo con higiene y seguridad.

A continuación en un cuadro de 4 columnas se encuentran algunas sustancias químicas comúnmente empleadas en el laboratorio de química orgánica, donde en cada columna encontraremos:

I. Nombre (s) de la sustancia.

II. Característica de peligrosidad.

III. Medidas de seguridad durante su manejo.

IV. Efectos tóxicos por:

a) Inhalación

b) Contacto

c) Ingestión

TESIS SIN PAGINACION

COMPLETA LA INFORMACION

I NOMBRE (S) DE LA SUSTANCIA	II CARACTERISTICAS	III MEDIDAS DE SEGURIDAD	IV EFECTOS TOXICOS POR: a) Inhalación b) Contacto c) Ingestión
1 ACETONA (Dimetilcetona) 2-propanona	Altamente inflamable. Tóxico	Ventilar al trasvasar. Proteger de fuentes de ignición. No tirar residuos en el desagüe.	a) Disnea, narcosis, coma. b) Irrita los ojos. c) Irritación estomacal, narcosis, coma.
2 ACETALDEHIDO (Etanol)	Inflamable. Irritable. Muy reactivo.	Ventilar al trasvasar. Proteger de fuentes de ignición. No tirar residuos en el desagüe.	a) Irrita los ojos y el sistema res- piratorio, produce dolor de cabe- za, delirio, alucinaciones, dismi- nución de la inteligencia. c) Grave irritación de los órganos digestivos
3 ACIDO ACETICO (Acido etanoico)	Flamable. Produce quemaduras. Tóxico.	Ventilar al trasvasar. Usar mascarilla antiáci- dos, goggles, guantes, mandil y botas de neopre- no.	a) Irrita el sistema respiratorio y los ojos. b) Causa quemaduras. c) Corrosión interna, vómitos y colapso.
4 ACIDO CLORHIDRICO	Produce quemaduras. Tóxico	Ventilar al trasvasar. Usar mascarilla antiáci- dos, goggles, guantes, mandil y botas de hule (neopreno) Sol. NaHCO ₃	a) Irrita el sistema respiratorio, edema pulmonar, espasmo laríngeo, neumonía, muerte. b) Causa quemaduras. c) Quemaduras en la boca, irritación gastrointestinal muy severa, co- rrosión, vómito, diarrea, acide- mia, convulsiones, shock.

I NOMBRE (S) DE LA SUSTANCIA	II CARACTERISTICAS	III MEDIDAS DE SEGURIDAD	IV EFECTOS TOXICOS POR: a) Inhalación b) Contacto c) Ingestión
5 ACIDO FOSFORICO (orto)	Tóxico Causa quemaduras	Usar guantes, goggles, man dil y botas al trasvasar.	a) Produce quemaduras graves en los ojos y causa irritación en la piel. c) Grave irritación gastrointestinal, náusea, vómito, diarrea clara, aci- demia, convulsiones, colapso, muer- te.
6 ALCOHOL ISOPRO- PILICO (2-propanol)	Altamente inflamable. Tóxico	Proteger de fuentes de ignición. Para trasvasar mucho ventilación. Mascari- lla para solventes.	a, c) La inhalación de altas concentra- ciones o la ingestión producen dol- lor de cabeza, diarrea, depresión mental, náusea, vómito, narcosis o anestesia, coma.
7 ALCOHOL METILICO (metanol)	Altamente inflamable Tóxico Efectos crónicos	Proteger de fuentes de ignición. Usar mascarilla contra solventes. Guantes y goggles. Ventilación.	a) Oisnea, estupor y disturbios diges- tivos, dolor de cabeza, vómito e irritación de las membranas. b) El vapor y el líquido son peligro- sos para los ojos. c) Daño al sistema nervioso central y en especial del nervio óptico, pue- de producir ceguera y muerte.
8 BENCENO	Inflamable Tóxico Cancerígeno	Proteger de fuentes de ignición. Usar mascarilla contra solventes. Mucha ventilación. Usar guantes y goggles.	a) Oisnea, dolor de cabeza, excita- ción en altas dosis, inconciencia. b) Irrita los ojos y membranas. Se ab- sorbe a través de la piel. Vene- noso. c) Extremadamente venenoso. Si es in-

I. NOMBRE (S) DE LA SUSTANCIA	II CARACTERISTICAS	III MEDIDAS DE SEGURIDAD	IV EFECTOS TOXICOS POR: a) Inhalación b) Contacto c) Ingestión
			gerido presenta efectos crónicos.
9 BENCIDINA	Cancerígeno	Evitar contacto con la piel.	
10 BUTANAL	Altamente inflamable Irritante	Proteger de fuentes de ignición. Manejar con guantes, goggles y mascarilla contra solventes.	a) El vapor irrita los ojos y el sistema respiratorio. b) El líquido irrita los ojos y la piel. c) Irritación gastrointestinal y narcosis.
11 CLOROFORMO	Inflamable Tóxico	Usar lugar muy ventilado para trasvasar. Proteger de fuentes de ignición. Usar guantes, goggles y mascarilla contra solventes.	a) Disnea, náusea, dolor de estómago, confusión, inconciencia. Propiedades anestésicas. c) Irrita los ojos el vapor. Conjuntivitis. c) Es venenoso si se ingiere.
12 ACIDO NITRICO	Tóxico Produce quemaduras graves Oxidante	Ventilar al trasvasar. Mascarilla antiácidos. Guantes, goggles, mandil y botas de hule. Sol. NaHCO_3	a) Grave irritación de todo el sistema respiratorio y ojos con el vapor. b) Graves quemaduras color amarillo. c) Causa gravísimas quemaduras en boca, garganta y gastrointestinales, pulso acelerado, convulsiones, colapso, shock y muerte.

I NOMBRE (S) DE LA SUSTANCIA	II CARACTERISTICAS	III MEDIDAS DE SEGURIDAD	IV EFECTOS TOXICOS POR: a) Inhalación b) Contacto c) Ingestión
13 ACIDO PERCLORICO	Tóxico Produce quemaduras Oxidante	Ventilar al trasvasar. Mascarilla antiácidos. Guantes, goggles, mandil y botas de hule.	a) Irritación del sistema respiratorio. b) Quemaduras graves en ojos y piel. c) Gravísima irritación interna que puede ocasionar la muerte.
14 ACIDO SULFURICO	Quemaduras graves	Utilizar durante el trasvasado guantes, goggles, mandil y botas de hule.	b) Quema los ojos y la piel gravemente. c) Causa gravísimas quemaduras internas que pueden causar la muerte.
15 ALCOHOL AMILICO (PENTANOL)	Inflamable Tóxico	Mascarilla contra solventes. Guantes. Proteja de fuentes de ignición; mucha ventilación al trasvasar.	a) Los vapores irritan el sistema respiratorio y los ojos. b) Irrita la piel. c) Dolor de cabeza, vértigo, náusea, vómito, delirio, coma. Daño a la médula ósea.
16 ALCOHOL ETILICO (ETANOL)	Inflamable Un poco tóxico	Proteger de fuentes de ignición.	c) Náusea, vómito, vértigo, pocos reflejos, ataxia, delirio, edema cerebral, disnea, cianosis, colapso circulatorio, coma y posible muerte por depresión respiratoria.
17 CROMATO Y DICROMATO DE POTASIO	Tóxico Oxidante	Mascarilla contra polvos.	a) Por inhalación de polvos grave irritación. b) Graves daños e irritación si se in-

I NOMBRE (S) DE LA SUSTANCIA	II CARACTERISTICAS	III MEDIDAS SEGURIDAD	IV EFFECTOS TOXICOS POR: a) Inhalación b) Contacto c) Ingestión
			giere. Efectos crónicos.
18 ETER ETILICO	Extremadamente inflamable. Tóxico Explosivo Efectos crónicos	Ventilar al trasvasar. Usar mascarilla contra solventes. Proteger de fuentes de ignición. No almacenar mucho tiempo.	a) Produce anestesia. (Rara vez la muerte) c) Vómito, náusea, falta de reflejos en la córnea, acidosis, apnea, coma, depresión respiratoria, paro respiratorio, muerte.
19 FENOL ACIDO FENICO	Tóxico Produce quemaduras	Lugar ventilado para trasvasar. Guantes y goggles.	a) El vapor irrita los ojos y el sistema respiratorio, efectos crónicos. b) Quemaduras en la piel, dermatitis. c) Quemaduras graves en sistema digestivo, dolor, vómito, colapso y coma. Precipita las proteínas envenenando directamente a las células.
20 FORMALDEHIDO	Tóxico Efectos crónicos Inflamable	Ventilar al trasvasar. Usar guantes y goggles. Proteger de fuentes de ignición.	a) Irrita gravemente el sistema respiratorio, neumonía. b) Irrita los ojos y la piel. c) Vómito, náusea, irritación, diarrea, edema, convulsiones, coma y muerte.

I NOMBRE (S) DE LA SUSTANCIA	II CARACTERISTICAS	III MEDIDAS DE SEGURIDAD	IV EFECTOS TOXICOS POR: a) Inhalación b) Contacto c) Ingestión
21 HIDROXIDO DE AMONIO (Sol. de aproximadam.35% de NH ₃ en agua)	Inflamable Irritante Tóxico	Ventilar al trasvasar, o usar campana de extracción. Usar goggles y guantes.	a) Irritación grave de todo el sistema respiratorio, espasmo de la glotis. Asfixia. c) Grave irritación gastrointestinal, náusea, vómito, diarrea, escalofrío, convulsiones, coma, muerte.
22 HIDROXIDO DE SODIO E HIDROXIDO DE POTASIO	Tóxico Cáustico	Usar guantes	b) Irrita o corre la piel. c) Corrosión e irritación gastrointestinal grave, náusea, mareo, vómito, dolor, pulso lento, inflamación de garganta, asfixia, shock.
23 HIPOCLORITO DE SODIO (5% de cloro activo en solución)	Irritante	Usar guantes y goggles al manejarlos.	b) Irrita gravemente la piel y causa quemaduras.
24 MAGNESIO	Altamente inflamable		
25 MERCURIO	Tóxico Efectos acumulativos	Usar guantes al trasvasar	a) Por inhalación de vapores: náusea, vómito, diarrea, dolor abdominal, y de cabeza. Efectos crónicos con el tiempo disturbios nerviosos, pérdida de la memoria, psicosis. b) Dermatitis, se absorbe a través de la piel.

I NOMBRE (S) DE LA SUSTANCIA	II CARACTERISTICAS	III MEDIDAS SEGURIDAD	IV EFECTOS TOXICOS POR: a) Inhalación b) Contacto c) Ingestión
			c) No es muy tóxico. En forma metálica reacciona formando sales tóxicas.
26 MERCURIO SALES (Cloruro, Nitrato, etc.)	Tóxicas Efectos acumulativos	Usar guantes	a) Muy tóxicas por inhalación de sus polvos. b) Tóxicas por contacto por la piel. c) Tóxicas si se ingieren. Efectos: náusea, vómito, diarrea, cefálea, trastornos nerviosos, convulsiones, coma.
27 METALES ALCALINOS: LITIO, SODIO Y POTASIO.	Peligro de incendio. Reductor Quemaduras	Usar para manejarlo guantes, espátula y pinzas.	b) Pueden causar quemaduras a la piel por contacto con agua o humedad. c) Quemaduras graves si se ingiere e intoxicación cáustica.
28 NAFTALENO	Tóxico		a) Cefálea, confusión mental, trastornos visuales. c) Náusea, vómito, diarrea, oliguria, hematuria, anemia, dolor al orinar. Casos graves: convulsiones y coma.
29 NAFTIL AMINA	Tóxico Efectos acumulativos	Usar mascarilla contra polvos y guantes al trasladar	a) Peligroso por inhalación. Causa tumores. b) Se absorbe a través de la piel, causa tumores vesicantes. (Puede ser cancerígeno)

I NOMBRE (S) DE LA SUSTANCIA	II CARACTERISTICAS	III MEDIDAS SEGURIDAD	IV EFECTOS TOXICOS POR: a) Inhalación b) Contacto c) Ingestión
			c) Tóxico, produce anemia hemolítica y opacidad en los cristalinos.
30 NITRATO DE AMONIO	Peligro de incendio en contacto con combustibles.	Evitar cualquier contacto con las sustancias antes mencionadas. Usar guantes.	
31 NITRATO DE COBALTO II	Tóxico	Usar mascarilla contra -- polvos y guantes para -- trasvasar.	a) Por aspirar polvos asma y neumonía. b) Erupciones en la piel, irritaciones en los ojos. c) Vómito, diarrea, sensación de calentura, convulsiones.
32 NITRATO DE COBRE II	Tóxico	Para trasvasar goggles, guantes y mascarilla contra polvos.	a) Congestión de la mucosa, ulceración y perforación del hueso nasal. b) Irritación de la piel, dermatitis y decoloración del pelo. c) Irritación gastrointestinal, salivación, vómito, diarrea, gastritis hemorrágica, colapso.
33 NITRATO DE PLATA	Tóxico Quemaduras Oxidante	Usar guantes	b) Quemaduras y Argiria (coloración azul de la piel). c) Grave irritación gastrointestinal, vómito, diarrea, quemaduras amarillas en boca, piel y mucosas, mareo, parálisis y coma.

I NOMBRE (S) DE LA SUSTANCIA	II CARACTERISTICAS	III MEDIDAS DE SEGURIDAD	IV EFECTOS TOXICOS POR: a) Inhalación b) Contacto c) Ingestión
34 NITRITO DE SODIO	Tóxico Fuerte oxidante higroscópico	Usar guantes al manejarlo	Se usa médicamente para dilatar los vasos coronarios. c) Dilatan todos los vasos sanguíneos del cuerpo causando metahemoglobinemia, cefálea, enrojecimiento, vómito, parálisis respiratoria, colapso, coma.
35 OXALATO DE SODIO	Tóxico Reductor	Usar guantes	b) Tóxico, se absorbe a través de la piel. c) Ingerido.- Quemaduras en boca, garganta, y estómago, náusea, vómito, diarrea, dolor de cabeza, anuria, edema, fallas respiratorias y de circulación, coma.
36 PARADICLOROBENCENO	Tóxico	Trasvasar en lugar muy ventilado. Usar goggles, guantes y mascarilla contra solventes.	a) Irritación mucosas, pulmón y córnea b) Puede causar dermatitis. c) Irritación y depresión del sistema nervioso central.
37 PERMANGANATO DE POTASIO	Tóxico Oxidante	Tener precaución en su manejo, no tocarlo con los dedos, usar guantes.	c) Destruye las células de las mucosas. En caso grave: edema de las mucosas pulso lento, caída de presión y -- muerte.

I NOMBRE (S) DE LA SUSTANCIA	II CARACTERISTICAS	III MEDIDAS DE SEGURIDAD	IV EFECTOS TOXICOS POR: a) Inhalación b) Contacto c) Ingestión
38 PLOMO (SALES DE Acetato, carbonato, cloruro, nitrato, tetraetil, etc.)	Tóxicos Efectos acumulativos		a) Los polvos de las diferentes sales pueden causar graves intoxicaciones si se inhalan. Efectos acumulativos c) Las sales solubles ingeridas son sumamente tóxicas y con efectos acumulativos. Síntomas: cefálea, vómito, diarrea, colapso.
39 TETRACLORURO DE CARBONO	Muy tóxico Cancerígeno Efectos crónicos	Ventilar muy bien al trasvasar. Usar mascarilla contra solventes, guantes, goggles, mandil y botas.	a) Cefálea, confusión, depresión, fatiga, náusea, vómito, coma. b) Irrita los ojos, se absorbe a través de la piel, produce los mismos síntomas. c) Deprime el sistema nervioso central acción sobre el miocardio, vasodilatador. Mismos síntomas, efectos acumulativos.
40 TETRABORATO DE SODIO	Tóxico	Usar guantes	Ataca directamente a todas las células. b, c) Por absorción cutánea o a través de mucosas o ingestión produce: vómito, espasmos, cianosis, caída de presión arterial, coma y muerte. En la piel, ampollas, espasmos faciales, convulsiones.
41 TIOCIANATO DE AMONIO	Tóxico	Usar guantes al manejarlo	c) Deprime las actividades metabólicas de todas las células y en especial

I NOMBRE (S) DE LA SUSTANCIA	II CARACTERISTICAS	III MEDIDAS DE SEGURIDAD	IV EFECTOS TOXICOS POR: a) Inhalación b) Contacto c) Ingestión
SULFOCIANURO DE AMONIO			de cerebro y corazón. Síntomas: comportamiento psicótico, desorientación, irritabilidad, espasmos musculares, convulsiones y muerte.
42 TRIOXIDO DE CROMO	Causa quemaduras Poderoso oxidante	Trasvasar en lugar muy ventilado. Usar goggles, mascarilla contra polvos, guantes y mandil de hule.	a) Los polvos irritan todo el sistema respiratorio. b) Sólido o en solución causa graves quemaduras a ojos y piel. c) Si se ingiere, grave irritación y daño interno, dolor, choque y muerte por uremia.
43 XILENOS (Orto, meta y para)	Tóxicos Inflamables	Usar mascarilla contra solventes, guantes y goggles. Ventilar al trasvasar.	a) Disnea, cefálea, náuseas y confusión mental. Irrita las mucosas y los ojos. b) Dermatitis. c) Deprime el sistema nervioso central
44 YODO	Tóxico	Ventilar bien al trasvasar usar guantes y goggles.	a) Los vapores irritan el sistema respiratorio y los ojos. b) Irritación de los ojos y piel. c) Gravisima irritación interna y daños; vómito, evacuaciones líquidas frecuentes, dolor abdominal, delirio, estupor y muerte por uremia.

ANEXO 1

**ESTADO ACTUAL DE LOS CONOCIMIENTOS BASICOS DE QUIMICA DE LOS ALUMNOS
DE PRIMER INGRESO SEMESTRE 95-1 .**

**PONENCIA PRESENTADA AL FORO DE DISCUSION DE LA PROPUESTA DE PLAN DE
ESTUDIOS DE LA LICENCIATURA EN BIOLOGIA, FACULTAD DE CIENCIAS.**

PROFESORES COORDINADORES DE LA ACADEMIA DE QUIMICA.

**PROF. LEOBARDO CALZADA SANCHEZ
PROFA. MA. LUISA GARCIA-LOPEZ GALVAN
PROFA. PATRICIA GUEVARA FEFER.**

Noviembre de 1994.

Considerando: Primero, los resultados obtenidos en nuestro examen diagnóstico y segundo, que el desempeño profesional del Biólogo a nivel institucional o industrial, así como a nivel de investigación, requiere de conocimientos de Ciencias Básicas,

PROPONEMOS: Realizar una reevaluación de las modificaciones al programa académico en cuanto a la exclusión de las asignaturas de Química orgánica y Química General de la propuesta actual de reestructuración del Plan de Estudios de la Licenciatura en Biología. Considerando una necesidad inminente el cambio de los contenidos temáticos asignados del Plan de Estudios vigente para que este acorde a las necesidades del Biólogo.

Cabe mencionar que los contenidos temáticos de la asignatura, Química del Plan de Estudios propuesto corresponden a Físicoquímica.

NOTA. Se anexan gráficas de los resultados obtenidos por asignatura.

Teniendo en consideración la Propuesta de Reestructuración del Plan de Estudios de la Licenciatura en Biología, las asignaturas de Química Orgánica, Fisicoquímica y Química General, que en los programas vigentes a partir de 1966 requerían para su enseñanza de 27 horas semanales, fueron sustituidas por una sola asignatura denominada Química, a la cual se le asignaron 6 horas semanales. Esto implica una reducción del 78% del tiempo dedicado a la enseñanza de la Química, teniendo como resultado una reducción drástica en la adquisición por parte del alumno de los conocimientos básicos de la Química, que lo llevan a tener menor cantidad de elementos para la interpretación de los fenómenos biológicos.

Estas medidas serían adecuadas en el caso de que los alumnos de nuevo ingreso a la carrera de Biología tuvieran la totalidad de conocimientos que estipulan los Planes de estudio a nivel Bachillerato. Por lo tanto se plantea como Objetivo: Conocer el estado actual de los conocimientos básicos de la Química en los alumnos de nuevo ingreso a la licenciatura en Biología de la Facultad de Ciencias de la UNAM.

Con la finalidad de evaluar los conocimientos elementales con que ingresan los alumnos a la Facultad de ciencias, se aplicó un examen diagnóstico a 291 alumnos de primer ingreso en septiembre de 1994, el cual incluyó tres secciones dedicadas a Química general, Fisicoquímica y Química Orgánica. El examen incluyó 60 preguntas, 20 para cada sección. Las preguntas fueron formuladas de acuerdo a los programas de la Escuela Nacional Preparatoria, del Colegio de Ciencias y Humanidades y del Colegio de Bachilleres.

Resultados: Se encontró que del análisis global el 87.62% obtuvo una calificación menor a 5 en una escala de 0 a 10.

Los resultados obtenidos indican que el nivel de conocimientos en el área de las ciencias químicas que tienen los alumnos es muy inferior al esperado para un egresado del Nivel de Educación Media Superior. Nuestra experiencia en el campo de la enseñanza nos indica que la cantidad de conocimientos con que cuentan los alumnos de primer ingreso no es suficiente para que puedan comprender el contenido de asignaturas posteriores tan complejas como son: Biología Celular y Molecular, Bioquímica, Biotecnología, por mencionar solo algunas.

Fig. 1 Resultados del Examen Diagnóstico de Química General

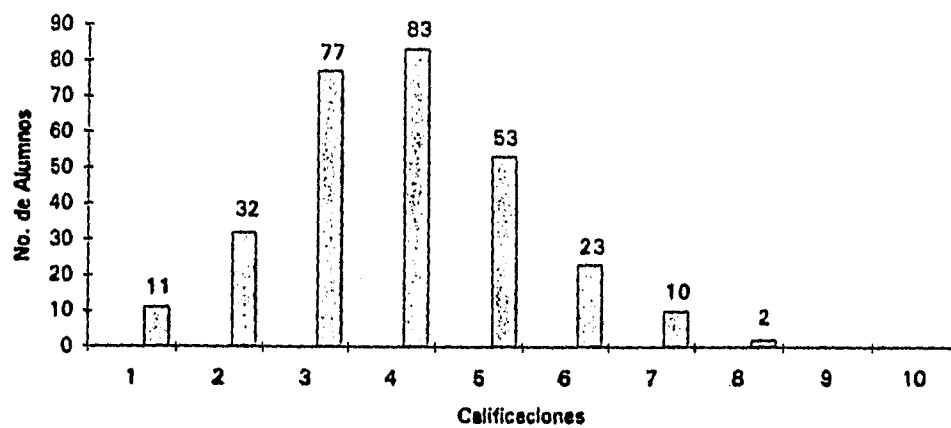


Fig. 2. Resultados del Examen Diagnóstico de Físicoquímica

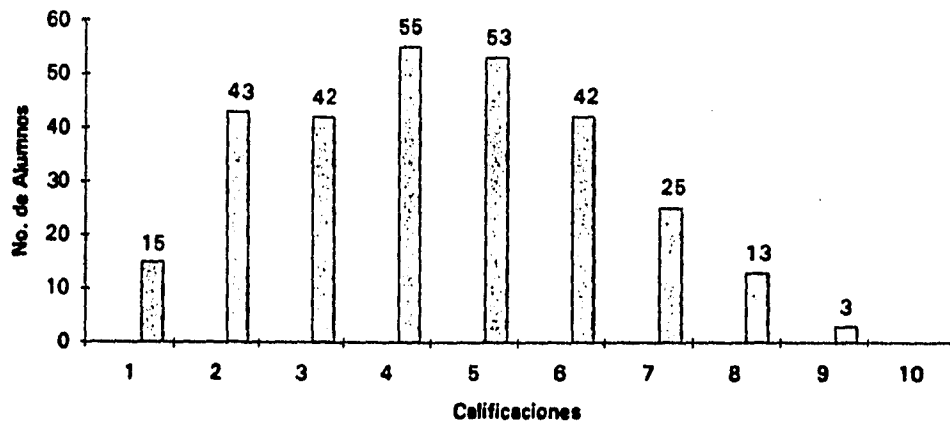


Fig. 3 Resultados del Examen Diagnóstico de Química Orgánica

