

Manual de Prácticas: Laboratorio Fundamentos de Química Orgánica

Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería
Ingeniería Química

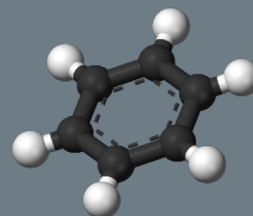
Elaborado por:

M.C. Mario Alberto Ramírez Cruz

Dr. Eduardo Rogel Hernández

Dr. José Heriberto Espinoza Gómez

M.C. Ruben Rodriguez Jimenez



	Índice	Página
	Índice	1
	Introducción	2
	Medidas de seguridad	3
	Prácticas de laboratorio	5
Practica 1		6
Practica 2		7
Practica 3		8
Practica 4		9
Practica 5		10
Practica 6		11
Practica 7		12
Practica 8		13
Practica 9		14
Practica 10		15
Practica 11		16
Practica 12		17
Practica 13		18
Practica 14		19
Anexos		20
	ANEXO 1	21
	ANEXO 2	22
	ANEXO 3	
	ANEXO 4	
	ANEXO 5	
Bibliografía		31

Introducción

El manual de prácticas de laboratorio Fundamentos de Química Orgánica, tiene como propósito que los alumnos de Ingeniería química, conozcan los principios y bases de algunas de las técnicas más utilizadas en la preparación y modificación de diversas sustancias orgánicas. Con estas herramientas se busca que los integrantes del laboratorio conozcan las medidas de seguridad y responsabilidad para elaborar estos experimentos.

Medidas de seguridad

Portar bata de laboratorio, durante todo momento de la práctica.



Portar lentes de seguridad, durante el transcurso de la práctica.



De ser necesario utilizar guantes de nitrilo, al momento de manipular sustancias que sean del tipo tóxicas, corrosivas, irritantes o materiales peligrosos. Una vez terminada la sesión deberán de ser desechados en las áreas y contenedores asignados.



Utilizar calzado cerrado y cómodo. Queda prohibido cualquier calzado abierto (sandalias) o zapatillas con tacón.



Por seguridad de los alumnos y demás personal que labora en las instalaciones, quedan prohibidas las siguientes actividades:

- Introducir comida ni bebidas al laboratorio.



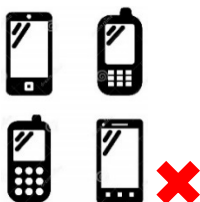
- Correr en el laboratorio.



- Usar audífonos durante la sesión.



- Utilizar aparatos electrónicos cerca de sustancias inflamables.



- Dejar las pertenencias sobre la mesa de trabajo, ubicar mochilas y demás artículos en el área designada.



Prácticas de laboratorio

Práctica 1: Análisis de ingrediente activo de analgésicos

Fundamentos de la práctica

Los analgésicos como la aspirina, ibuprofeno, paracetamol y cafeína, se pueden aislar de presentaciones comerciales tales como tabletas, mediante cromatografía en columna. Las tabletas según su uso, contienen una gran variedad de excipientes o ingredientes inertes además del ingrediente activo. Este experimento tiene la finalidad de demostrar el uso de una técnica de laboratorio a nivel micro escala, para separar el ingrediente activo de un analgésico de los demás componentes de una tableta.

Material:

- 1 Espátula
- 1 Pipeta pasteur
- 1 pinza de extensión (3 dedos)
- 2 vasos de precipitado de 100 mL
- 1 soporte universal
- 1 tubo capilar

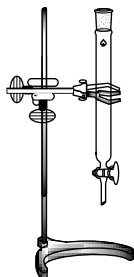
Reactivos:

- Silica gel
- Una pieza de algodón
- Metanol
- Tableta de aspirina

Parte experimental

Procedimiento

- Prepare una columna como indica la figura
- Colocar un trozo de algodón.
- Agregar a la columna, aproximadamente 1.5 cm de sílica gel (fase estacionaria).
- Fijar la columna en el soporte con la pinza.
- Triturar la pastilla en pequeños pedazos, y utilizar $\frac{1}{4}$ de la pastilla.
- Pesar la muestra, registrar el peso e introducirla a la columna.
- Agregar de 1.5 mL de Metanol 3 veces (cada adición será hasta que el líquido haya abandonado la columna) a esto se le denomina como la fase móvil; colectar el líquido en un vaso.
- Evaporar el solvente y pesar lo que este adherido al vaso (siguiente sesión ya que la fase móvil tarda de 2 a 3 días en evaporarse completamente).
- Determine el punto de fusión (siguiente sesión).



Reportar:

- Obtener experimentalmente el punto de fusión del analgésico utilizado y buscar el punto de fusión (teórico) del analgésico
- principales usos de la cromatografía en columna
- Usos y contraindicaciones de los analgésicos
- Hojas de seguridad de los reactivos utilizados
- Buscar el punto de fusión (teórico) del analgésico

*****Disposición de residuos líquidos:***

Líquidos: contenedor de disolventes polares

Práctica 2: Obtención de Aspirina “verde”**Fundamentos de la práctica**

El ácido acetilsalicílico es un fármaco utilizado por excelencia debido a sus propiedades. Se utiliza ampliamente como analgésico (para disminuir el dolor) y como antipirético (para bajar la fiebre). También reduce la inflamación y aún es capaz de prevenir ataques cardíacos. La química verde, es la que se encarga de obtener compuestos de manera eficiente y reduciendo las emisiones de contaminantes al medio ambiente.

Material por equipo:

- 1 Espátula
- 3 Pipetas de 5 mL
- 2 vasos de precipitado de 50 mL
- 1 mechero bunsen
- 1 agitador o varilla de vidrio
- 1 tubo capilar
- 1 termómetro
- Fusiónómetro

Reactivos:

- Anhídrido Acético
- Ácido Salicílico
- NaOH
- HCl
- H₂O desionizada

Parte experimental**Procedimiento**

- Pesar 250 mg de Ácido Salicílico.
- Agregar 1 mL de Anhídrido Acético.
- Agitar la mezcla 20 minutos hasta obtener una pasta homogénea.
- Agregar 250 mg de NaOH, molerlo y mezclar todo.
- Agitar durante 5 minutos (continuos).
- Agregar 1 mL de Agua, y agitar durante 5 minutos.
- Agregar 0.5 mL de HCl concentrado.
- Enfriar en baño de Hielo 10 minutos.
- Filtrar por succión.

No desechar la muestra, ya que es parte del experimento 4

****Disposición de residuos:***

Líquidos: contenedor de disolventes polares

Reportar:

- El punto de fusión de la aspirina experimental y teórico.
- Calcular el porcentaje de rendimiento.
- Buscar dos técnicas relacionadas con la química verde para sintetizar compuestos.
- Dibujar el mecanismo de reacción para la síntesis de aspirina.
- Agregar las hojas de seguridad de los reactivos.

Práctica 3: Cromatografía de pigmentos

Fundamentos de la práctica

Los carotenoides son pigmentos liposolubles de color rojo, anaranjado o amarillo que se encuentran en todos los organismos fotosintéticos, al igual que las clorofilas. Los carotenoides que no contiene oxígeno son llamados carotenos, y los que si tienen se llaman xantofilas. Dado que los pigmentos fotosintéticos presentan distintas solubilidades y peso molecular diferente, es posible separarlos mediante la técnica de cromatografía. Para realizarla primero se debe obtener un extracto de pigmentos fotosintéticos, destruyendo el tejido y los colorantes en presencia de un disolvente orgánico.

Material:

- 1 probeta de 50 mL
- 1 sujeta papeles (clip)
- 1 pipeta pasteur de vidrio
- 1 vaso de precipitado de 100 mL
- 1 tapon de hule mono horado (para la probeta)
- 1 lapiz
- 1 mortero con pistilo

Reactivos:

- 2 hojas de espinaca o unos trozos de repollo morado
- Etanol o Acetona
- Tolueno
- Carbonato de Calcio o Potasio

Procedimiento:

- Macerar las hojas de espinaca en un mortero con Etanol o Aceona. Agregar una pizca de CaCO_3 o K_2CO_3 para mantener el pH. Cortar una tira de papel de manera que al quedar colgada quede del largo del tubo de la probeta. Insertar el clip en el tapon y dóblelo para dejar colgando la tira de papel cromatográfico. Marcar con un lapiz a 2 cm del extremo inferior del papel (no utilizar pluma ya que esta se correrá sobre el papel junto con la muestra, estropeando el experimento). En el centro de la línea de la tira de papel aplique una gota del extracto de espinacas, seque y agregue otra gota del extracto en el mismo punto, trate de mantener constante el diámetro de la gota. Repita este hasta completar 10 gotas.
- ES IMPORTANTE QUE SEQUE BIEN ENTRE CADA APLICACIÓN.
- Prepare la cámara cromatográfica colocando 3 mL de Tolueno en el tubo o hasta que la punta del papel toque el líquido, ponga inmediatamente el tapon. Deje reposar el sistema 10 minutos.
- Coloque la tira de papel del clip e introduzca en el tubo, cuidando que no toque las paredes y que la mancha no entre en contacto con el tolueno.
- Deje el sistema cerrado y observe la migración de los pigmentos.
- Una vez lograda la separación, saque la tira de papel y marque el lugar alcanzado por el disolvente. Seque el papel y marque el centro de la mancha correspondiente a cada pigmento e identifíquelo.
- Mida la distancia recorrida por cada pigmento.

Reportar:

- Asignar la mancha dependiendo del color a los compuestos ya mencionados.
- Buscar los usos y aplicaciones en la industria de la cromatografía en papel.
- Dibujar las estructuras de los compuestos observados (carotenoides, xantanos, licopenos).
- Agregar las hojas de seguridad de los reactivos.

***Disposición de residuos:**

Tolueno: contenedor de disolventes

No polares

**Acetona o etanol:*

*Líquidos: contenedor de disolventes **polares***

Práctica 4: Análisis de Analgésicos por cromatografía de capa fina (TLC)**Fundamentos de la práctica**

Los analgésicos tales como aspirina, ibuprofeno, paracetamol y cafeína, se pueden identificar por cromatografía en capa fina (TLC), comparando con patrones de las sustancias puras.

Material por equipo:

- 1 Espátula
- 1 Pipetas de 5 mL
- 1 vaso de precipitado de 100 mL
- 2 vasos de 50 mL
- 1 vidrio de reloj
- 1 lápiz
- 1 regla
- Lámpara de UV

Reactivos:

- Placas de Cromatografía
- Hexano
- Acetato de Etilo
- Metanol

Procedimiento:

1. Tomar 1/8 parte de una pastilla de aspirina (de cualquier marca comercial).
2. Triturar bien (envolviendo la pastilla en una hoja y aplastarla con ayuda de la espátula).
3. Introducir el polvo en un vial.
4. Con una pipeta agregar 1 mL de Metanol (MeOH) al vial con el analgésico y agitar vigorosamente por 2 minutos y dejar reposar.
5. En la placa de TLC trazar una línea con lápiz a 0.5 cm por encima del borde inferior y otra por debajo del borde superior.
6. Sobre una de las líneas hacer 2 marcas equidistantes.
7. En cada una de las marcas aplicar con un capilar la aspirina que se trituro y con la aspirina que se utilizo en el experimento 2.
8. A continuación, colocar el eluyente en el vaso de precipitados (mezcla de **3:7 Acetato de Etilo:Hexano**) en el vaso de precipitados que emplearemos como cámara de cromatografía. **NOTA:** Se debe considerar que, el nivel del eluyente tiene que ser menor a la distancia entre el borde inferior de la placa de cromatografía y los puntos donde se aplicaron las sustancias **X** y **Y**.
9. Introducir cuidadosamente la placa en la cámara y taparla con el vidrio de reloj. Una vez que el eluyente alcance la marca superior, sacar la placa y permitir que el eluyente se evapore.
10. Visualizar las manchas con una lámpara de UV y marcar los contornos de las manchas con un lápiz. (Revisar el Anexo 1 para instrucciones adicionales).

Reportar

- Un dibujo de la placa de TLC con las manchas que se revelan por UV.
- ¿Por que una de las sustancias se recorre a diferencia de la otra?
- Donde se utilizan estas técnicas en la industria.
- Hojas de seguridad de los reactivos utilizados.

***Disposición de residuos:**

*Acetato de etilo con hexano: contenedor de disolventes **No polares***

*Metanol: contenedor de disolventes **Polares***

Práctica 5: Destilación de una mezcla

Fundamentos de la práctica

La **destilación** es un proceso ampliamente utilizado para la separación de mezclas, por lo que es de suma importancia calentar, pero a determinadas temperaturas, esto dependerá de los componentes de la mezcla. Para separar una mezcla de líquidos, si se conocen cuales son, se puede localizar los puntos de ebullición o p.e. (en inglés boiling point = b.p.); el calor que se aplica obliga a la separación de los componentes ya queda uno tiene su p.e. específico, por lo que se debe tener atención a la temperatura a la que comienza a salir el destilado del sistema. Debido a que es un sistema donde se aplica calor, siempre deberá existir una salida para liberar la presión.

Materiales y reactivos

- 2 Soportes universales
- Anillo de hierro
- Condensador (19/22)
- Mangueras de latex (2)
- Adaptador T (19/22)
- Tela de asbesto
- 2 Pinzas universales o pinzas de extension
- Adaptador para termómetro (19/22)
- Probeta de 50 o 100 mL
- Termómetro, Adaptador para termómetro (19/22)
- Mechero bunsen
- Matraz de destilación de 250 mL de 1 o 2 bocas (19/22)
- Pipeta graduada de 10 mL
- Vino (El encargado del laboratorio se los proporcionara, 100 mL por equipo)
- Perlas de ebullición
- Picnómetro
- Refractómetro de Abbe

Procedimiento

- Monte el equipo de destilación (ver Figura X) .
- Vierta 100 mL del líquido (Vino tinto, el responsable del laboratorio deberá entregárselo) al matraz de destilación, coloque el termómetro procurando que el bulbo de mercurio esté a la altura de la entrada de vapor en el condensador y comience a hacer fluir el agua de manera lenta. Asegúrese que esté bien sellado el sistema.
- Caliente suavemente el matraz con el mechero hasta que el líquido comience a hervir.
- Cuando el líquido comience a gotear en el recipiente ajuste la flama de tal manera que el goteo sea constante de una gota cada dos segundos, dejando al final del sistema la probeta para conocer el volumen destilado de la muestra.
- Registre la temperatura del vapor cuando la primera gota del destilador caiga en el recipiente.
- Continúe recolectando el líquido hasta que quede 1 ó 2 mL del líquido en el matraz de destilación.
- Determine la densidad del alcohol destilado y compárelo con la literatura.

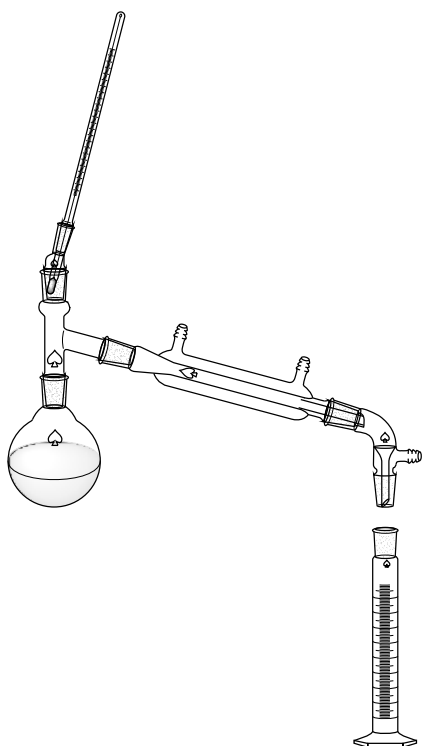


Figura: Diagrama de un sistema de destilación simple.

Reportar

- La densidad del agua, etanol puro, etanol destilado.
- Medir el grado de alcohol con el densímetro.
- Determinar el índice de refracción de todas las sustancias mencionadas anteriormente.
- Buscar cual es la aplicación industrial de la destilación.

****Disposición de residuos:***

Destilado del vino: contenedor de disolventes

Polares

Práctica 6: Extracción de cafeína

Fundamentos de la práctica

Se considera a la **cafeína** como un alcaloide debido a su acción estimulante, es sólido cristalino, blanco y de sabor amargo. La cafeína fue aislada en 1819 por el químico alemán Friedrich Ferdinand Runge: fue él quien acuñó el término *Kaffein*. La cafeína activa el sistema nervioso central (SNC) a niveles altos, incrementa el estado de alerta y vigilia, un aumento de la atención y una mejora de la coordinación corporal.

Material:

- 1 vaso de pp. de 100 mL
- 1 probeta de 100 mL
- 1 pipeta graduada de 10 mL
- 1 soporte universal
- 1 pinza de extensión o anillo de hierro
- Embudo de separación de 250 mL
- Rotaevaporador

Procedimiento:

- Recolectar una muestra de 100 mL en una probeta, de la bebida cafeinada, preferente con bajo contenido en azúcar y a temperatura ambiente (Te, Café, Refresco de Cola, bebidas energizantes).
- Desgasificar la muestra si esta carbonatada.
- Agregar la muestra al embudo de separación, y adicionar 5 mL de CH_2Cl_2 (diclorometano o también conocido como cloruro de metileno), agitar suavemente y entonces dejar reposar hasta ver las 2 fases (figura X).
- Separar el líquido de la parte baja, que será donde se encuentre la cafeína.
- Repetir el paso 3 y 4, hasta haber recolectado 25 mL.
- En el recipiente donde se recolecto el CH_2Cl_2 con la cafeína, agregar sulfato de magnesio (MgSO_4), hasta que la solución se aclare lo mas posible.
- Pesar el matraz que se pondrá en el rotaevaporador.
- Llevar al rotaevaporador, hasta ver la presencia de la sustancia.
- Dejar enfriar y secar el matraz, pesarlo y hacer la resta con el matraz sin muestra, con el fin de conocer la cantidad de cafeína en 100 mL, de la bebida comercial.

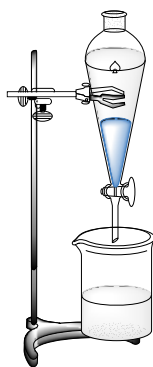


Figura: Diagrama del sistema para la extracción de cafeína.

Reportar

- ¿En que industrias se utilizan las extracciones líquido-líquido?
- ¿En que industrias se utiliza la extracción de la cafeína y que metodos se realizan para obtener esos productos?
- ¿Cuales son los usos y aplicaciones de los rotaevaporadores?
- Calcular cuanta cafeína se encontró en 100 mL, y extrapolar al contenido total de la bebida.
- Hojas de seguridad de los reactivos utilizados.

***Disposición de residuos:** Diclorometano: contenedor de disolventes **Halogenados**

Práctica 7: Obtención y Recristalización de acetanilida

Fundamentos de la práctica

La acetanilida es una sustancia química sólida e inodora con apariencia de copo. También es conocida como N-fenilacetamida y antiguamente era conocida por el nombre de marca antifebrin. Este compuesto es soluble al calentarse. Tiene la capacidad de autoinflamarse si alcanza una temperatura de 545 °C, pero de lo contrario es estable bajo la mayoría de condiciones. Los cristales puros son de color blanco. También se han encontrado usos en la intermediación como acelerador de la síntesis del caucho, tintes y síntesis intermedia de tinte y síntesis de alcanfor. La acetanilida fue usada como un precursor en la síntesis de la penicilina y otros medicamentos y sus intermedios.

Material:

- 1 matraz erlenmeyer de 125 mL
- 2 Vasos de precipitado de 250 mL
- 2 agitadores
- 1 tripie y tela de asbesto
- Mechero bunsen
- Probeta de 25 mL
- Embudo sin tallo, papel filtro

Procedimiento:

- Agregar al matraz Erlenmeyer 1 mL de anilina y 1.5 mL de anhídrido acético, mezclar hasta homogenizar.
- Verter 20 mL de agua y calentar el matraz.
- Agregar aproximadamente 1 gramo de acetanilida y una punta de espátula de carbon activado.
- Sostener el matraz con la pinza, llevar a ebullición procurando agitar en todo momento por 3 minutos.
- Filtrar por gravedad en CALIENTE, esperar que cristalice.

NOTA: si el filtrado no cristaliza, usted debera de realizar cualquiera de las siguientes opciones para completar la cristalización;

- ✓ Raspar la pared del vaso.
- ✓ Agregar un cristal pequeño de acetanilida pura.
- ✓ Enfriar al chorro de agua el recipiente.
- ✓ Evapóre la mitad del volume (esta debera de ser la ultima opcion ya que se puede perder material al calendar o podría proyectarse por el calentamiento excesivo)

Reportar:

- ¿Cuales son las aplicaciones de la acetanilida?
- Hojas de seguridad de los reactivos utilizados.

***Disposicion de residuos:**

Acido nítrico y sulfurico: contenedor de disolventes **Acidos**

Agua de filtración: : contenedor de disolventes

Polares

Práctica 8: Síntesis de un ácido carboxílico

Fundamentos de la práctica

El uso del sistema de reflujo como técnica general para realizar una reacción, al llevar a la temperatura de ebullición de una determinada sustancia. De este experimento se obtendrá un ácido carboxílico a partir de un ester, a este procedimiento se le conoce como hidrólisis. Los ácidos carboxílicos son utilizados como emulsificantes, aditivos en alimentos, espesantes en pinturas, entre otras.

Material:

- Matraz bola de 100 mL (19/22)
- Condensador o refrigerante (19/22)
- 2 Mangueras latex
- Soporte universal
- Anillo de hierro, Mechero bunsen, Tela de asbesto
- Equipo de filtración al vacío.
- Varilla de vidrio
- 2 Pipetas graduadas de 5 mL
- 2 vasos de pp. de 100 mL

Procedimiento

En un matraz bola de 100 mL (19/22) colocar 10 mL de NaOH al 10%, y 1 mL de benzoato de metilo, fijar el condensador para someter a reflujo, el tiempo de reacción será de 35 min. Enfriar la mezcla de reacción a temperatura ambiente y transferir a un vaso de precipitados de 100 mL. Enfríe en baño de hielo y adicione 5 mL de HCl concentrado (puede agregar más si no se forma el precipitado). Una vez que se forme el sólido blanco, filtrar por succión, lavar con agua fría y dejar que se seque al aire. Puede realizar una cromatografía de capa fina de los reactivos y el producto final. Guarde el sólido para la siguiente sesión para determinar el punto de fusión.

Reportar:

- Cantidad de producto obtenido.
- Punto de fusión del ácido benzoico (este es el nombre del producto final), teórico y experimental
- ¿Cuáles son algunas aplicaciones de los ácidos carboxílicos en la industria?
- Hojas de seguridad de los reactivos utilizados

***Disposición de residuos:**

Agua de filtrado: contenedor de sustancias

Ácidos.

Práctica 9: Síntesis de ésteres**Fundamentos de la práctica**

Se realizará una de las reacciones para formar las moléculas denominadas Ésteres uno de los 5 derivados de los Ácidos Carboxílicos. La reacción se lleva a cabo por el método de condensación es aquel donde se libera una molécula de peso relativamente bajo, generalmente agua, por medio de la combinación de un Ácido Carboxílico, un Alcohol y un catalizador (generalmente un ácido fuerte) para acelerar la reacción. Una característica de los ésteres es que se pueden identificar por su aroma, que generalmente son dulces y frutales.

Material:

- 6 tubos de ensaye
- Espátula
- 1 gradilla
- goteros de vidrio (para todo el grupo, Preferente 1 por cada sustancia)
- 1 parrilla
- 1 vaso de precipitado de 100 mL

Parte Experimental

1. Se rotularan los tubos de la A a la F, y los goteros conforme a cada sustancia, como lo indica la siguiente tabla.
2. Agregar el ácido carboxílico correspondiente a cada uno de los tubos (Si la sustancia es sólida agregar aproximadamente 0.2 g, si es líquido 4 gotas).
3. Añadir el alcohol correspondiente a cada tubo, de 8 a 9 gotas.
4. Adicionar de 2 a 3 gotas de ácido Sulfúrico a cada tubo.
5. Someter a Baño María durante 3 minutos exactamente.
6. Transcurrido el tiempo agregar de 15 a 20 gotas de agua desionizada.
7. agitar cada tubo e identificar el olor correspondiente.

TUBO	Acido Carboxílico	Alcohol	Catalizador
A	Ácido Salicílico	Metanol	H ₂ SO ₄
B	Ácido Acético	Isoamilo	H ₂ SO ₄
C	Ácido Acético	Octanol	H ₂ SO ₄
D	Ácido Butírico	Butanol	H ₂ SO ₄
E	Ácido Butírico	Etanol	H ₂ SO ₄
F	Ácido Butírico	Metanol	H ₂ SO ₄
G	Ácido Benzoico	Metanol	H ₂ SO ₄

Reportar:

- Nombrar los producto obtenidos, buscar nomenclatura de ésteres.
- Una tabla con los olores percibidos y los reales.
- Hojas de seguridad de los reactivos utilizados.

***Disposicion de residuos:**

Se agregan el contenido de todos los tubos en un vaso grande de precipitado, de 250 mL y agregar Bicarbonato de sodio, agitar con cuidado y esperar a que se detenga la efervescencia, disponer al drenaje común ya que con esto se neutralizan los residuos. De no tener disponible el NaHCO₃, verter en contenedor de ácidos.

Práctica 10: Sustitución Aromática Electrófila

Fundamentos de la práctica

Una de las reacciones más importantes en los compuestos aromáticos es la sustitución electrofílica aromática (SEA por sus siglas). Esto es, cuando un grupo electrófilo (E^+) reacciona con un anillo aromático y sustituye uno de los hidrógenos. Mediante este tipo de reacción pueden agregarse distintos sustituyentes al anillo aromático. Se puede Halogenar, Nitrar, Sulfonar, Alquilar, etc.

Material:

- 3 pipetas graduadas de vidrio (no desechables)
- 2 Perillas
- Embudo Buchner
- Matraz kitazato de 250 mL, manguera de vacío
- 3 tubo de 13 x 150 sin rosca
- 2 vasos de precipitado de 250 mL
- Hielo

Parte Experimental

1. Enfriar en un baño de hielo, colocar en un tubo 0.5 mL de HNO_3 y 0.6 mL de H_2SO_4 , por 7 minutos
2. Cuando estén fríos, adicionar el HNO_3 al tubo que contiene el H_2SO_4 , a esta se le denomina mezcla sulfonítrica.
3. En el otro tubo, se agrega 1 mL de H_2SO_4 a 0.5 g de acetanilida y agite hasta que se disuelva, posteriormente enfrie en el baño de hielo.
4. A continuación agregue la mezcla sulfonítrica sobre la acetanilida y coloque en el baño de hielo por 30 minutos.
5. Verter la mezcla en un vaso con hielo picado hasta que se forme un precipitado de color amarillo intenso.
6. Filtrar por succión, lavar con agua destilada (fría), para remover los ácidos. Dejar que se evapore todo el líquido, esto puede tomar más de 2 días, por lo que se realizará el punto de fusión hasta la siguiente sesión, determine el porcentaje de rendimiento.

Reportar:

- Cual es el mecanismo de la reacción
- Cuales son algunos productos comerciales que utilizan los grupos nitro.
- Hojas de seguridad de los reactivos utilizados

***Disposición de residuos:**

Ácido sulfúrico, Ácido nítrico: contenedor de disolventes Ácidos

Agua para los lavados: contenedor de disolventes Ácidos

Práctica 11: Extracción de Aceite de almendras o aguacate

Fundamentos de la práctica

El aceite esencial se suele extraer de la flor, hoja, raíz, semilla, tallo y corteza. El Aceite de Almendras, es un maravilloso aceite vegetal, que proviene de las Almendras dulces las cuales son ricas en aceites, proteínas, sales minerales y vitaminas A, B y E. El proceso de obtención de aceites, se realiza de dos maneras, por presión al frío y por extracción o refinamiento, como se conoce más comúnmente.

Material:

- Mortero con pistilo
- Espátula
- 1 matraz Erlenmeyer de 250 mL
- 1 tapon para el matraz Erlenmeyer
- 1 probeta de 50 mL
- 1 pipeta graduada de 10 mL

Reactivos:

- Almendras (que no tengan aditivos como sal, sabores, azúcar, etc) se les recomienda ya llevar el producto sin cascara (para reducir los tiempos).
- También se puede utilizar la mitad aguacate .
- Hexano.

Procedimiento

1. Pesar 20 g de Almendras (sin la cáscara) o aguacate.
2. Moler los 20 g de Almendras o aguacate
3. Agregar hexano (C_6H_{14}) en un matraz Erlenmeyer con tapón hasta cubrir el macerado (aprox. 10 mL).
4. Agitar el matraz Erlenmeyer tapado por 15 a 20 minutos.
5. Agregar 10 mL adicionales y agitar 5 minutos más.
6. Llevar al rotaevaporador.
7. Obtener el porcentaje de rendimiento.

Reportar:

- ¿Cuántos miligramos de producto final se obtuvieron?
- Desarrollar un diagrama del proceso industrial para la extracción de aceites esenciales
- Diagrama de un rotaevaporador
- Aplicaciones para estos equipos
- Hojas de seguridad de los reactivos utilizados

***Disposición de residuos:**

Hexano: contenedor de disolventes **No polares**

Práctica 12: Elaboración de crema Base

Fundamentos de la práctica

Una crema es un producto cosmético, para aplicar los principios activos de una planta, disueltos en una base aceitosa mezclada en agua. Los ingredientes que se pueden agregar: salvia, avena, etc. Con el fin de mejorar las propiedades organolépticas e hidratantes.

Material:

- 2 vasos de precipitado de 50 mL
- Espátula
- 6 goteros de vidrio (El responsable del Lab. se los proporcionara)
- 2 agitadores o varillas de vidrio
- 1 parrilla
- 1 baño maria
- 1 recipiente con tapa

Reactivos:

- Aceite de almendra o Benzaldehido
- Tri etanol amina (TEA)
- Carbomer
- Aceite mineral
- Acido Estearico
- Tween 20
- Glicerina
- Agua

Procedimiento

1. Agregar 4 g de ácido esteárico y el aceite esencial de la práctica anterior, colocar a baño maría y agitar hasta que se fundan (rotular como vaso 1).
2. En otro vaso adicionar: 1 g de Tween 20, 0.5 g de Carbomer, 0.7 g de TEA, y 20 mL de agua. Llevar ambas mezclas a baño maría con el fin de tener la misma temperatura (rotular como vaso 2).
3. Verter del vaso 1 al 2 sin dejar de agitar vigorosamente hasta que tenga la consistencia deseada. Colocar la mezcla en un frasco y guardarla en el refrigerador por 2 semanas.

Reportar:

- Gramos de producto final.
- Diagrama del proceso industrial para la fabricación de este producto.
- Cuales son los subproductos en la fabricación de los productos cosméticos y cuales son sus aplicaciones en la industria.
- Hojas de seguridad de los reactivos utilizados.

***Disposición de residuos:**

Crema: contenedor de sustancias sólidas.

Práctica 13: Elaboración de Jabón

Fundamentos de la práctica

La fabricación de jabones puede hacerse por etapas o por método continuo. La elección del procedimiento y de las materias primas depende de la calidad que se quiera obtener, de la instalación para el manejo y tratamiento de las materias primas, además de los medios para producir el jabón y recuperar la glicerina, el cual es un subproducto que también se utiliza en la industria.

Material:

- Parrilla o mechero (preferente la primera opción)
- 2 vasos de precipitado de 50 mL y 1 de 100 mL
- Agitador de vidrio
- Molde para galletas (ya sea de plástico o metal)
- Toallas de cocina

Procedimiento

- Calentar 12.5 mL de agua.
- Disolver 4.67 g de NaOH en el agua.
- Disolver 25 g de manteca agitando a temperatura constante.
- Agregar NaOH a la Manteca.
- Adicionar el colorante o aroma.
- Agitar vigorosamente, evitando la ebullición.
- Vaciar la mezcla en un molde y dejar enfriar.
- Colocar la toalla en la superficie del molde.

Reportar:

- Gramos de producto final.
- Diagrama del proceso industrial para la fabricación de este producto.
- Cuales son los subproductos en la fabricación del jabon y cuales son sus aplicaciones en la industria.
- Hojas de seguridad de los reactivos utilizados.

***Disposición de residuos:**

Agua: *contenedor de disolventes* **Básicos o alcalinos**

Anexos

ANEXO 1: Calculo del porcentaje de rendimiento

$$\%Rendimiento = \frac{n_{exp}}{n_{teorico}} = \frac{\frac{\text{Peso del producto (gramos)}}{\text{Peso molecular del prod. } (\frac{\text{gramos}}{\text{mol}})}}{\frac{\text{Peso del Reactivo limitante (gramos)}}{\text{Peso molecular del Reactivo } (\frac{\text{gramos}}{\text{mol}})}}$$

Por ejemplo

Para sintetizar aspirina (ácido acetilsalicílico), se requiere del peso obtenido del producto (por ejemplo 400 mg, y se utilizaron 500 mg del reactivo limitante (ácido salicílico)

$$\%Rendimiento = \frac{n_{exp(producto)}}{n_{teorico(reactivo)}} = \frac{\frac{\text{Aspirina (gramos)}}{P.M. aspirina (\frac{\text{gramos}}{\text{mol}})}}{\frac{\text{Peso Ac. Salic. (gramos)}}{P.M. Ac. Salic. (\frac{\text{gramos}}{\text{mol}})}}$$

Utilizando los datos del ejemplo:

$$\%Rendimiento = \frac{\frac{400 \text{ mg} = 0.4 \text{ gr}}{180 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}}}{\frac{500 \text{ mg} = 0.5 \text{ gramos}}{138 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}}} = \frac{0.00222 \text{ mol}}{0.00362 \text{ mol}} = 0.61 \times 100 = 61\%$$

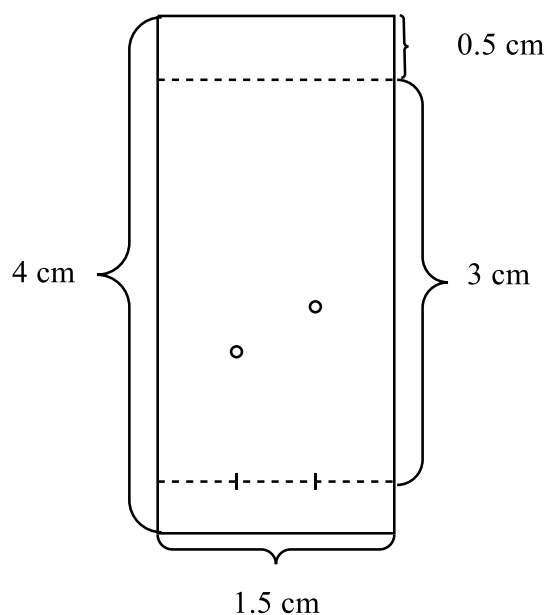
* Hacer la conversión de miligramos (mg) a gramos (gr).

$$1000 \text{ mg} \rightarrow 1 \text{ gr}$$

ANEXO 2: Cromatografía en placa

La cromatografía de capa fina o TLC (por sus siglas en inglés Thin Layer Chromatography), es una de las pruebas típicas del laboratorio de orgánica, para identificar y la pureza de los reactivos, el avance de reacción, entre otras. El procedimiento es el siguiente:

11. Tomar una muestra tanto del reactivo como del producto.
12. Disolver ambas muestras 1 mL de Metanol (MeOH) en un vial o un vaso de precipitado (rotular ambos recipientes), y agitar vigorosamente.
13. En la placa de TLC, de 4 cm de largo y 1.5 de ancho, trazar una línea con lápiz a 0.5 cm por encima del borde inferior y otra por debajo del bode superior.
14. Sobre una de las líneas hacer 2 marcas equidistantes.
15. En cada una de las marcas aplicar con un capilar el reactivo y el producto.
16. A continuación, colocar el eluyente en el vaso de precipitados (mezcla de 3:7 Acetato de Etilo:Hexano) en el vaso de precipitados que emplearemos como cámara de cromatografía.
NOTA: Se debe considerar que, el nivel del eluyente tiene que ser menor a la distancia entre el borde inferior de la placa de cromatografía y los puntos donde se aplicaron las sustancias el reactivo y el producto.
17. Introducir cuidadosamente la placa en la cámara y taparla. Una vez que el eluyente alcance la marca superior, sacar la placa y permitir que el eluyente se evapore.
18. Visualizar las manchas con una lámpara de UV y marcar los contornos de las manchas con un lápiz.



ANEXO 3: Determinación del punto de fusión

El punto de fusión se define como la temperatura a la cual el sólido se encuentra en equilibrio a la presión de una atmósfera. El punto de fusión, al contrario que el punto de ebullición de un líquido, es prácticamente independiente de cualquier cambio de presión ordinario. Como el punto de fusión de un sólido se puede determinar fácilmente y con precisión con pequeñas cantidades de sustancia, es la propiedad física que más se utiliza para la identificación y caracterización de los sólidos (figura 1).



Figura 1: Equipo para determinar el punto de fusión (Fusionometro)

Procedimiento:

Sellar un tubo capilar, con un mechero bunsen, ya que se encuentre frío, agregar una mínima cantidad (por el lado sellado, procure no tomar pequeños granos de la muestra), colocar el tubo en el equipo, se pueden colocar hasta 3 muestras simultaneas, deberá de observar por el lente magnificador hasta que el sólido que se encuentra en el tubo capilar, comience a derretirse, entonces deberá de observar el termómetro y registrar la temperatura en la que se funde el sólido. Procure que su muestra se encuentre seca, esto ocurre regularmente de dos a tres días a que el agua o demás disolventes orgánicos, se evaporen totalmente, de lo contrario registrara una temperatura errónea.

ANEXO 4 Índice de refracción

Es la razón de la velocidad de la luz en el vacío sobre la velocidad de la luz en la sustancia. Frecuentemente se mide haciendo uso del hecho de que el ángulo crítico de refracción de la luz pasando de un medio a otro es función de los índices de refracción de los dos medios.

El refractómetro de Abbe (Figura 4) en efecto mide el ángulo crítico de refracción de la luz que pasa de un líquido de índice de refracción desconocido a un prisma de vidrio de índice de refracción conocido. Este equipo es calibrado en unidades de índice de refracción como el índice es función tanto como de la longitud de onda como de la temperatura, ambas se deben especificar junto con la refracción medida.

La línea D de sodio es la longitud de onda para la cual el índice de refracción es frecuentemente reportado, y a la temperatura R, el índice de refracción determinado a esta longitud de onda se reporta como n_D^T . El índice de refracción de la mayoría de los líquidos orgánicos decrece entre 3.5 y 5.5×10^{-4} por grado de incremento de temperatura.

Con el refractómetro de Abbe, dos gotas de la muestra se requieren en el espacio entre los dos prismas, y el instrumento se ajusta hasta que el campo que se ve a través del ocular aparece como el mostrado en la figura 2.

La intersección del retículo del anteojo debe estar en el borde entre las secciones luminosa y oscura del campo, y el compensador debe ajustarse para que afile y acromatice el límite entre la sección luminosa y la oscura hasta que la diferencia se acerque lo más posible a negro y blanco. Cuando se haya alineado como se indicó anteriormente el índice se lee de la escala, el valor es confiable hasta 0.0002 , suponiendo que el instrumento está apropiadamente calibrado. La calibración se puede revisar determinando el índice de refracción del agua, que es de 1.3330 a 20°C y que decrece 0.0001 unidades por grado de incremento de temperatura entre 20 y 30°C .

Si no se observa un límite bien marcado, significa que la muestra que se utilizó no fue suficiente, o la muestra se evaporó antes de que el ajuste se terminara.

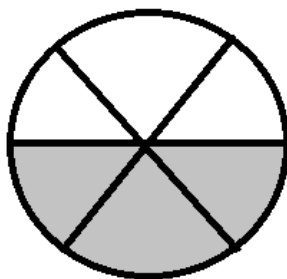


Figura 2: forma del lente en el difractómetro de Abbe para calibrar el equipo

Al hacer determinaciones de líquidos muy volátiles, se puede introducir la muestra con un gotero muy fino a través de un canal pequeño que llega al espacio entre los prismas, sin tener que abrirlas. Después de que se haya determinado el índice de refracción, la muestra se debe remover por medio de una fibra o papel y con algún disolvente ya sea acetona o etanol.



Figura 3: Difractometro de Abbe.

ANEXO 5 Formato de reporte

El reporte deberá de ser por equipo de trabajo (3 alumnos como máximo), donde deberán incluir lo siguiente:

- Portada: datos del equipo, fecha de la practica, fecha de entrega, etc.
- Objetivo: cual es el propósito de realizar el experimento de la semana.
- Fundamentos de la practica: localizar la información mas sobre saliente del experimento, como donde se aplica en la industria, cuales son los equipos que se utilizan, etc. En esta sección se pueden agregar algunos datos que se solicitan en cada reporte.
- Parte experimental: aquí se explican a detalle los pasos, o en su defecto agregar un diagrama de flujo. Además, si utilizaron reactivos para preparar algo, hacer una tabla con las cantidades que se agregaron.
- Resultados: incluir cálculos de haberlos requerido, también pueden incluir fotografías del avance de la practica (solo de los sistemas o equipos que utilizaron).
- Observaciones y conclusiones: fenomenos que hayan observado durante la realizacion de la practica, cambio de color, olores intensos, aumento de temperatura al mezclar los reactivos, etc.
- Bibliografía: mínimo 3 libros, referencias electrónicas mínimo 5.

*NOTA: el reporte deberá ser realizado en computadora, si existen 2 o más fundamentos y otros puntos del reporte iguales, serán anulados (ambos). Si las referencias son paginas de internet favor de anexarla liga.

Bibliografía

- Química Orgánica; McMurry, J., Cengage Learning 7° edición 2008.
- Química Orgánica, 5ª. Edición, México, Ed. International Thomson Editores, S.A. de C.V., 2001.
- Química Orgánica, 5ª ED., L.G. WADE , PEARSON EDUCACION, 2004.
- Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses, D.W. Mayo, R. M. Pike, D. C. Forbes, 5th Edition, 2011
- Experimental Organic Chemistry; L. M. Harwood, C.J. Moody, J. M. Percy; 2nd Edition, 1999 Blackwell Publishing
- Merck Index 13th Edition, 2001