Foll.
372.854
1
11421

MINISTERIO DE CULTURA Y EDUCACION
DE LA NACION

ORGANIZACION DE LOS ESTADOS AMERICANOS
SECRETARIA GENERAL
DEPARTAMENTO DE ASUNTOS EDUCATIVOS

15

SEMINARIOS PARA PROFESORES DE QUIMICA PROYECTO 30

Organización por DINEMS:

Inspectora Leopoldina Frías Bunge

Auspiciado por: Proyecto Multinacional para el Mejoramiento de la Enseñanza de las Ciencias O.E.A.

Director, Heraclio Rueal

GUIAS DE TRABAJOS EXPERIMENTALES

DR. ARIEL GUERRERO

DR. ROBERTO BONELLI

PROF. SUSANA V. DE PICCARDO

16768

1978

BIBLIOTECA
Entró 11/8/
Remitente
Interviene

INV 01142
BIG 372,8
UNID 1

LOS TRABAJOS DE LABORATORIO

Las prácticas de laboratorio deben ser planificadas con anticipación por los alumnos, a efectos de asegurar los resultados y economizar tiempo.

Previa motivación de la actividad a realizar, conviene seguir el siguiente esquema:

1. Lectura comprensiva de la guía correspondiente al trabajo práctico.

2. Determinación del objetivo correspondiente.

3. Investigación de los conceptos teóricos en el libro de texto.

4. Diagramación y esquematización de las operaciones manuales a realizar.

5. Preparación de tablas, cuadros, etc., en el cuaderno o carpeta de Trabajos Prácticos, para facilitar la recopilación de datos.

ELABORACION DEL INFORME

Los trabajos de laboratorio deben ser registrados en forma concisa, ordenada y completa en un cuaderno o carpeta de laboratorio. El cuaderno deberá estar preparado antes del trabajo práctico, salvo los datos que se registrarán en el mismo.

Cada trabajo experimental será informado en el orden siguiente:

CENTRO NACIONAL
DE DOCUMENTACION E INFORMACION EDUCATIVA
Buenos Aires Rep. Argentina

Con ayuda de los datos gráficos, fórmulas y ecuaciones interpretar los resultados experimentales, empleando oraciones cortas, directas y claras.

Dar ideas propias, manifestar dudas y proponer experiencias para dilucidarlas. Discutir las mismas con los compañeros y docentes.

Las conclusiones del trabajo deben expresarse en pocas palabras, destacándolas mediante subrayado orrecuadro.

Generalmente los trabajos de iniciación van acompañados de cuestionarios para orientar al alumno.

Al finalizar el trabajo, consignar la bibliografía empleada.

METODO CIENTIFICO

1. Caja negra (sellada)

Experimentar es provocar hechos, en forma controlada, para estudiarlos, interpretarlos y mejorarlos. Quedan así enunciadas en su forma más simple las tres acciones del método científico: observar, medir, interpretar. Para interpretar se formulan hipótesis y modelos (conjeturas) que son ensayados por medio de nuevos experimentos, para su refutación o para su adopción hasta tanto no sean refutados por nuevos hechos.

La caja negra o sellada es un recipiente prismático cerrado en cuyo interior se ha colocado un cuerpo sólido. Por medio de movimientos controlados, el experimentador pretende averiguar la forma del cuerpo. Esta situación es similar a la del investigador científico, cuando éste debe formular modelos (físico, geométrico, matemático) para interpretar hechos que no percibe directamente, p. ej. una reacción química, de la cual sólo sabe qué reactivos colocó y observa la señal de los productos obtenidos, pero no el camino (mecanismo) de la reacción.

1.1 Mover la caja, sin dañar su contenido ni abrirla, y luego de cada clase de movimiento (experimento) formular hipótesis, en este caso por medio de un modelo físico geométrico para ensayarlas en los movimentos siguientes.

1.2 Anotar en cada una de las columnas que el alumno alineará en la hoja en blanco, lo que corresponda, o ir modificando el dibujo que se agregará en la parte inferior.

1.3 Al terminar, agregar una frase de comparación entre el modelo final obtenido y la forma real del cuerpo (1.4.1)

Enunciar brevemente otros movimientos que debieron hacerse para corregir su modelo (1.4.2)

1.4 Cuadro de experimentación

Problema planteado. Hipótesis a ensayar	Experimento: diseñado (hechos)	Observación, Medición (percepción)	Resultados: Modelo (ideas)

TRABAJO EXPERIMENTAL I

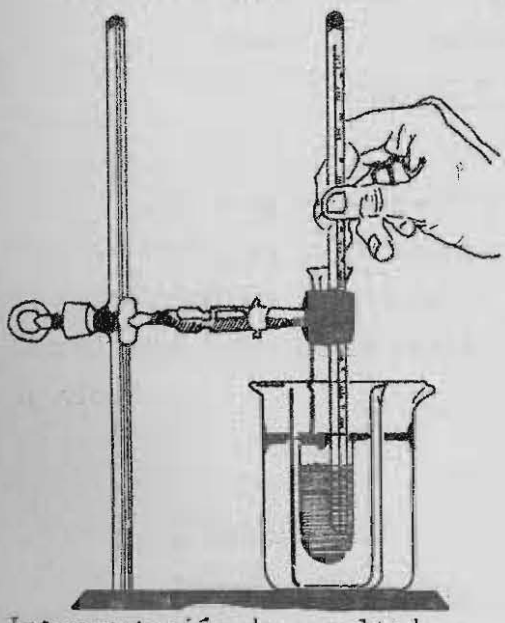
CAMBIO DE ESTADO DE UNA SUSTANCIA PURA

En esta experiencia se observa el comportamiento de una sustancia pura al variar la temperatura. Para ello calentamos un sólido lentamente hasta su temperatura de fusión. A medida que el líquido se enfría y solidifica obtendremos datos de la variación de temperatura, en intervalos de tiempo iguales.

Procedimiento:

Comportamiento durante el enfriamiento:

Un tubo de ensayos que contiene aproximadamente 10 a 15g de p-diclorobenceno (globol) o naftaleno se calienta suavemente con el mechero ajustado a llama corta, poner el termómetro en el líquido y seguir calentando hasta que la temperatura esté entre 95º110C si se trata de naftaleno y entre 65° 70°si es globol.



El enfriamiento de la sustancia se realiza en el aire(puede realizarse en baño de agua). Mantener el termómetro sin tocar el fondo del tubo; anotar la temperatura cada 30 segundos hasta los 45°C aproximadamente y anotar también la temperatura en que comienza y termina la solidificación. (Si el enfriamiento es lento, la temperatura se registra cada minuto). Para organizar mejor el trabajo, Ud. lee la temperatura y su compañero le indicará el tiempo y anotará los datos.

Interpretación de resultados:

Represente gráficamente los datos obtenidos representando en el eje de las ordenadas las temperaturas y en el eje de las abscisas los tiempos. Elija una escala conveniente.

En la representación marque con una + los puntos correspondientes al enfriamiento y solidificación. Trace la curva correspondiente.

Conclusiones:

Estudie los resultados experimentales por medio del gráfico.

Redacte un informe incluyendo el gráfico. Interprete en un primer párrafo la curva de enfriamiento.

Sugerencia: Determine la curva de enfriamiento y de solidificación de otras sustancias sólidas. Planifique su trabajo.

Cuestionario:

1. ¿Cuál es la temperatura de fusión de la sustancia? ¿Coincide con la encontrada en tabla?
2. ¿Cuál es la temperatura de solidificación?
3. ¿Mientras está en equilibrio la fase líquida y sólida: qué sucede con la temperatura?
4. El calor que la sustancia toma durante la fusión (equilibrio entre la fase sólida y líquida) ¿en qué lo utiliza el sistema?
5. Si en vez de trabajar con la cantidad de sustancias usadas se emplea mayor cantidad ¿Cómo será la curva?

TRABAJO EXPERIMENTAL II

UNA PROPIEDAD INTENSIVA: RELACION MASÁ/ VOLUMEN

En esta experiencia se determina la masa, el volumen y la relación masa/volumen de una muestra de una sustancia asignada.

Considerando los datos determinados por usted y la de sus condicípulos para muestras de la misma sustancia pero diferentes tamaños, será posible establecer si la relación masa/volumen es una propiedad intensiva.

Procedimiento

Utilizando la balanza determinar la masa de la muestra asignada. El instructor indicará la precisión de la balanza y la técnica de la pesada.

Determinar el volumen de la muestra por desplazamiento del agua contenida en una probeta graduada al 0,1 ml (preferentemente de 10ml). Repetir de nuevo esa medida, registrar los valores en la tabla y calcular la medida aritmética.

Colocar agua en la probeta hasta un cierto nivel, introducir con cuidado la muestra, leer el nuevo nivel. La diferencia de niveles indicará el volumen de la muestra.

Hacer tres determinaciones distintas con la misma muestra empleando volúmenes iniciales de agua distintos. Después de cada determinación secar con un trapo la muestra.

Registrar los valores en la tabla y calcular el valor medio.

Interpretación de resultados

Utilizando los datos promedio calcular la relación masa/volumen. Intercambiar datos con los compañeros de clase que tienen la misma muestra y haciendo uso de ellos representar en un gráfico las masas en. g. en las ordenadas, el volumen en ml en las abcisas.

Trazar la cuerva.

Conclusiones

Examinar la curva, calcular la pendiente y redactar un informe sobre la relación masa/volumen.

Comentar la conveniencia de considerar la relación masa/volumen como propiedad intensiva.

Realizar una crítica a los datos experimentales determinados por usted y sus companeros.

Tasa para registrar los valores.

Muestra N°1				
Masa (g)				
Volumen de agua + muestra (ml)				
Volumen de agua (ml)				
Volumen muestra (ml)				

Muestra N°	Promedio masa g	Promedio volumen ml	$\delta = \frac{\text{masa}}{\text{volumen}}$ g/ml
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			

TRABAJO EXPERIMENTAL 3

PESO EQUIVALENTE DE UN METAL. NUMERO DE VALENCIA

Unos de los métodos más directos para determinar el peso equivalente de un metal consisten en medir el volumen de hidrógeno desplazado por el peso de ese metal.

Se determina el volumen de gas hidrógeno que se produce cuando un trozo pesado de magnesio reacciona con una solución de ácido clorhídrico.

El volumen de hidrógeno medido a la presión y temperatura ambiente es corregido (tener en cuenta la presión de vapor de agua a volumen normal) y sobre la base de ese dato se determina la masa de hidrógeno desprendido por reacción de la masa de magnesio, empleada.

El número de valencia se calcula teniendo en cuenta que:

$$\text{Equivalente gramo de sustancia} = \frac{\text{átomo gramo}}{\text{n}^{\text{o}}\text{ de valencia}}$$

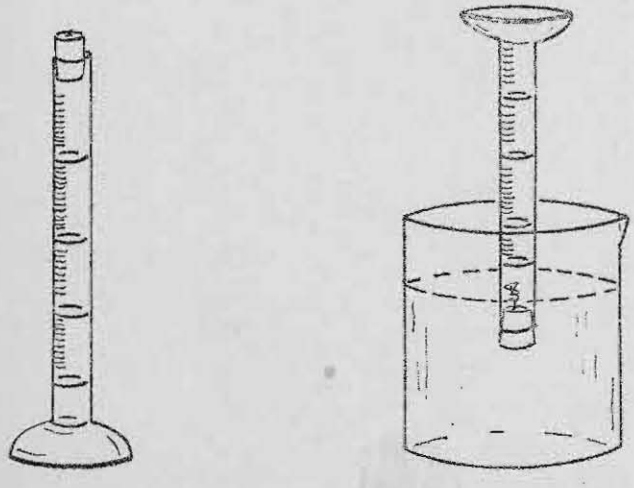
3.1. Procedimiento

Pesar aproximadamente 0,040 a 0,045 gramos de cinta de magnesio con precisión de 1 mg.

Para evitar esta pesada, el instructor pesará un trozo de cinta de magnesio y dará la relación g/cm. El alumno cortará un trozo de magnesio cuyo peso está en el orden de los 0,040 a 0,045 g.

Enrollar la cinta y atarla con un alambre de cobre, dejando unos cinco centímetros de alambre de cobre para emplearlo como mango.

Colocar en la probeta 10 ml de ácido clorhídrico concentrado con mucho cuidado y despacio, llenar la probeta agregando agua de modo que se deslice a lo largo de la pared de la probeta: tratar de que el ácido del fondo sea perturbado lo menos posible.



Sosteniendo el mango de cobre coloque el metal de modo que esté a unos 3cm del borde y asegúrelo con tapón de goma con 1 ó 2 perforaciones. (La probeta deberá estar llena de agua hasta el nivel del tapón)

Tapar el o los agujeros con los dedos o invertir la probeta rápidamente, colocándola en un recipiente con agua. Cuando la reacción haya cesado, esperar cinco minutos. Ajustar la probeta de modo que el nivel del agua dentro y fuera de la misma sean iguales.

Determinar el volumen del gas recogido y la temperatura del agua.

Registre los datos en la tabla.

Repetir el ensayo.

Tabla de valores:

DATOS	ENSAYO 1	ENSAYO 2
"Densidad lineal" de la cinta de Mg (g/cm)	.....	.....
Longitud de la cinta empleada (cm)	.....	.....
Peso de Mg empleado (g)	.....	.....
Volumen de H_2 recogido (ml)	.....	.....
Temperatura de agua (°g)	.....	.....
Presión atmosférica(mm Hg)	.....	.....
Presión de vapor de agua a la t.° de trabajo (mm Hg)	.....	.....

CALCULOS	ENSAYO 1	ENSAYO 2
Presión parcial del $H_2 = p_{H2} = p_{atm}$ -Pv agua	.....	.....
Volumen de H2 en C.N.T.P. (condiciones normales de temperatura y presión)	.....	.....
Peso de 1 litro de H_2 recogido	.....	.....
Gramos de Mg que desplazan a 1,008g de hidrógeno (peso equivalente, experimental)	.....	.....
Peso equivalente, del magnesio, deducido del empleado regla de pesos atómicos	.....	.....
Error relativo porcentual del peso equivalente	.....	.....
Peso atómico del Mg	.....	.....
N° de valencia del Mg (experimental)	.....	.....
Peso de H_2 recogido	.....	.....

Interpretación de Resultados - Conclusiones:

- Discutir los resultados obtenidos.
- Aclarar qué se entiende por presión parcial.
- Por qué el volumen H_2 (exptal.) debe corregirse a condiciones normales la temperatura y presión.
- Indique los errores experimentales posibles.

Sugerencia

Calcular el volumen molar del hidrógeno.

TRABAJO EXPERIMENTAL 4

ESTEQUIOMETRIA

METODOS DE LAS VARIACIONES CONTINUAS

La determinación de relaciones molares, uno de los métodos utilizados para la composición de complejos, es llamado de las variaciones continuas o de Job. Fundamentalmente consiste en ensayar la misma reacción química, en una serie con variación de la masa relativa de los reactivos, pero manteniendo constante el número de moles. En el recipiente en que se produce el máximo (o el mínimo) de la señal de alguna propiedad característica (densidad, absorción luminosa, cambio entálpico, aparición o desaparición de un precipitado, etc.) se ha alcanzado la relación molar correspondiente a la fórmula de un compuesto. Este método puede extenderse para determinar los coeficientes de una ecuación química.

En lugar de número de moles puede utilizarse masa, volumen etc. pero las variaciones no son lineales en estos casos. Alrededor de la señal (fenómeno perceptible por los sentidos) máxima o mínima es posible,y a veces necesario, ajustar el resultado obtenido ensayando otras relaciones intermedias, de manera que se obtenga el máximo de sensibilidad en el punto estequiométrico. También puede realizarse gráficamente la determinación colocando el número de moles en abscisas y el valor de la propiedad en ordenadas: el máximo (o mínimo), que puede ser obtenido por extrapolación, corresponerá al número de moles de los dos reactivos en un compuesto, molécula o ion complejo.

1. Procedimiento: Se coloca en una gradilla 7 tubos de ensayos pequeños numerados, en los que se pondrán los volúmenes de soluciones 0,24 molar de nitrato de plata y cromato de potasio que se indican en el cuadro siguiente:

	1	2	3	4	5	6	7
solución de $AgNO_3$ (ml)	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5
solución de K_2CrO_4 (ml)	3,5	3,0	2,5	2,0	1,5	1,0	0,5

Se espera que el precipitado de cromato de plata sedimente, se miden las alturas del producto obtenido.

2. Interpretación de resultados: Represente gráficamente las alturas respectivas en función de las concentraciones molares de los respectivos en un sistema de coordenadas de doble entrada. El máximo corresponde a las relaciones estequiométricas en la ecuación respectiva.

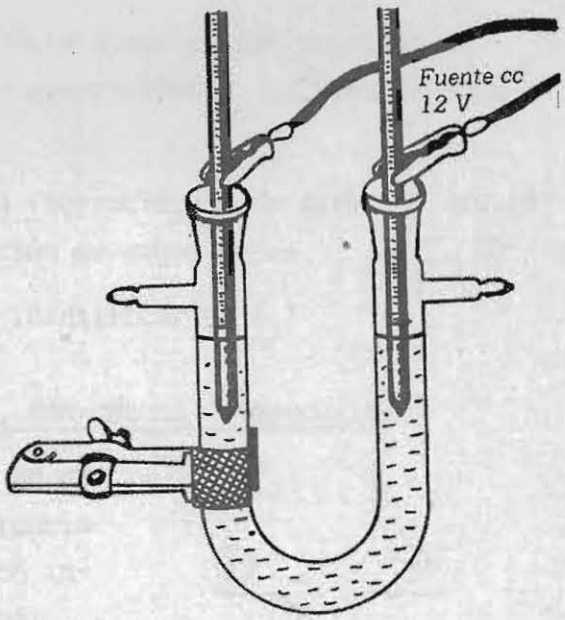
CENTRO NACIONAL
DE DOCUMENTACION E INFORMACION EDUCATIVA
Buenos Aires Rep. Argentina

TRABAJO EXPERIMENTAL 5

ELECTROLISIS

En estas experiencias se estudia la electrólisis de soluciones acuosas de sales: ioduro de potasio, sulfato de sodio y sulfato de cobre (II). Cada una de ellas se realizan con diversos tipos de electrodos y se debe observar e interpretar las reacciones que suceden en los electrodos y el comportamiento de las soluciones.

Electrólisis de KI en solución acuosa



Se dispone de un aparato de electrólisis que consiste en un tubo de vidrio en U, y cuyos electrodos son dos barras de carbón. El tubo en U tiene tubuladoras laterales para dejar escapar los gases que se formen. Si carece de tubos laterales use tapones de corcho acanalados que permitan escapar los gases.

Se añade suficiente solución de KI 0,5 M llenando el tubo hasta radio cm por debajo de cada tubuladora. Se hacen las conexiones a la línea y previa consulta al instructor, se aplica entre los electrodos una diferencia de potencial de 12-15 voltios. Se deja transcurrir la electrólisis durante 15 minutos aproximadamente:

. Obsérvense y anótense los productos y cambio de color que tenga lugar en el ánodo, donde se produce la oxidación.

. Escriba la ecuación de la reacción observada.

. Idem con el proceso del cátodo, donde ocurre la reducción.

Una vez abierto el circuito, se separan cuidadosamente los electrodos; se nota el olor de la barrita usada como ánodo.

Con una pipeta gotero se extraen 2 ml de la solución del extremo del

tubo donde estaba el cátodo ("solución catódica") y se coloca en un tubo de ensayo. Se investiga su acidez con unas gotas de fenolftaleína.

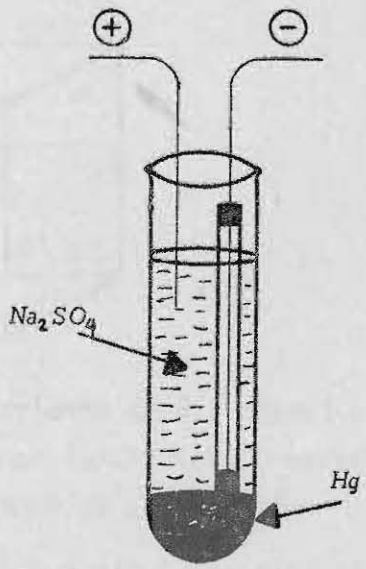
Con la ayuda de la misma pipeta gotero, se extraen 2 ml del líquido pardo del ánodo ("solución anódica") y se añade al tubo de ensayos 1 ml de tetracloruro de carbono (Cl_4 C), benceno o hexano: se tapa y agita el tubo durante unos segundos; después de dejar reposar se observan las coloraciones de las dos capas líquidas: la acuosa superior y la órganica, inferior.

Cuestionario

1. Explicar la electrólisis de KI en solución acuosa y escriba las ecuaciones de cada hemirreacción (o sea las reacciones de cada electrodo), de acuerdo con lo observado en los puntos b y c.
2. A medida que en el ánodo se separa iodo, éste forma el ión complejo I_3 pardo con los iones ioduro de la solución electrolítica. Escriba la ecuación para esta reacción.
3. ¿Para qué se utiliza el solvente orgánico (tetracloruro de carbono, etc.)? Explique la razón de la diferente coloración de ambas fases.
4. ¿Qué otro ensayo cualitativo conoce para identificar al I_2?

Electrólisis de una solución de Na_2 SO_4 con cátodo de mercurio.

Se usa como cuba electrolítica un tubo de ensayos grande en donde se colocan 5 ml de mercurio y 25 ml de solución acuosa de Na_2 SO_4 8 (con indicadores: azul de bromotinol y fenolftaleína). Como ánodo se utiliza un alambre cuyo extremo no debe llegar a tocar el mercurio; como cátodo se utiliza otro alambre -embutido en un tubito de vidrio-, cuyo extremo sí debe quedar totalmente en el seno del mercurio.



Se hacen las conexiones y se realiza la electrólisis con 6-9 voltios durante 10 minutos:

. Obsérvense y anótense los productos y cambios de color que tengan lugar en el ánodo, donde se produce la oxidación.

. Escriba la ecuación de la reacción observada.

. Idem con los procesos del cátodo, donde ocurre la reducción.

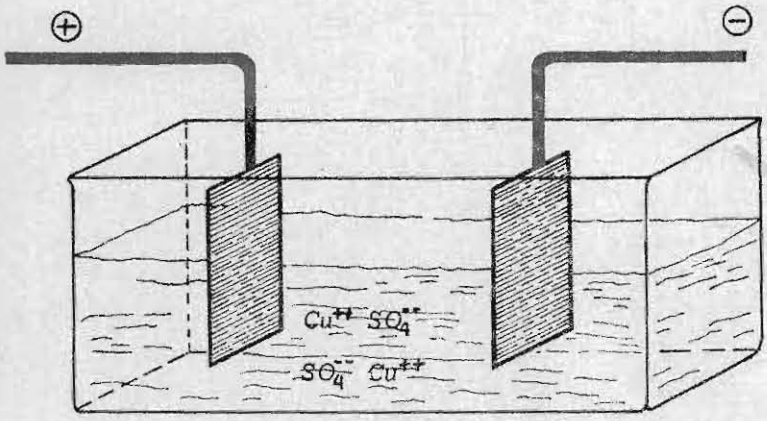
Terminada la electrólisis, se debe limpiar el mercurio por sucesivas decantaciones y agregado de agua. Observar las reacciones que tienen lugar y agregar fenolftaleína al agua de lavado, en un tubo de ensayos. Recuperar el mercurio y devolverlo al recipiente indicado.

Cuestionario

1. Explicar la electrólisis de una solución acuosa de sulfato de sodio con cátodo de mercurio. De las hemirreacciones en cada electrodo y justifique el uso de indicadores.
2. ¿Cómo separa el sodio de su amalgama con mercurio? ¿Cómo se manifiesta la reacción que tiene lugar? ¿Qué comprobación experimental realizaría?
3. Si no se usara cátodo de mercurio, ¿qué se observaría? Explique y de las hemirreacciones.

Electrólisis de sulfato de cobre (II) en solución acuosa.

Se utiliza una celda electrolítica constituída por un vaso de precipitado o una cuba de vidrio, los electrodos son uno de grafito y otro de cobre.



Se cierra el circuito, se hace circular una corriente de 0,5 amperios utilizando como cátodo el electrodo de grafito durante 10 minutos. Observar las reacciones que han tenido lugar y el comportamiento de la solución.

Se interrumpe el pasaje de la corriente eléctrica y sin tocar ninguna conexión (el instructor cambiará la polaridad de la corriente), se conecta

nuevamente, en esta circunstancia el electrodo de cobre actúa de cátodo.

Interpretación de los resultados

1. Explicar la electrólisis del sulfato de cobre en solución acuosa en ambos casos. Escriba las ecuaciones de cada hemirreacción.
2. Dibuje un esquema de la celda electrolítica.

Sugerencias: Planificar experiencias para demostrar las leyes de Faraday.

Planificar experiencias para calcular la carga del electrón.

TRABAJO EXPERIMENTAL 6

VARIACION DE LA SOLUBILIDAD CON LA TEMPERATURA

Se trata de determinar en esta experiencia la solubilidad de una sal en agua a diversas temperaturas y trazar la curva de solubilidad correspondiente.

Procedimiento

En un tubo de ensayos de 20 x 200 mm., fijado con una agarradera a un soporte, colocar 5 g de $KClO_3$ (o KNO_3) y 10 ml (medio con una pipeta) de agua, y calentar hasta disolución total. Utilizar un termómetro para agitar y medir.

Dejar enfriar, agitar suavemente y, cuando aparezcan cristales tomar la temperatura; calcular la concentración de la solución en gramos de sal por 100 gramos de agua y registrar el dato en la tabla.

Agregar 10 ml de agua al tubo de ensayo. La concentración será de 5 g de sal en 20 g de agua. Proceder como en el primer caso determinando la temperatura a la cual aparecen los cristales y calcular nuevamente la concentración de la solución en gramos por 100 g de agua.

Repetir la experiencia, agregando en la probeta 10 ml de agua hasta una disolución con 5 g de sal por 50 ml de agua o sea un total de 5 ensayos (si a esta última dilución no se produce precipitación puede enfriarse el sistema con agua).

Si se desea obtener más datos en el mismo experimento, agregar porciones de 5 ml de agua.

Tabla de valores

Temperatura	Masa de sal	Masa de agua	Masa de sal/100 g de disolvente
-	5 g	10 g	-
-	5 g	20 g	-
-	5 g	30 g	-
-	5 g	40 g	-
-	5 g	50 g	-

Interpretación de resultados

1. Registrar datos en la tabla y calcular las concentraciones.
2. Trazar un gráfico: solubilidad (g/100 g de agua), en función de la temperatura.

3. Dibujar en el mismo gráfico la curva de solubilidad utilizando los datos obtenidos de Tablas de solubilidad.

4. Comentar la variación de la solubilidad del $KClO_3$ (o KNO_3) con la temperatura, comparando sus datos y los obtenidos de la tabla de solubilidad.

Sugerencias: Planificar un trabajo análogo para determinar la variación de la solubilidad del nitrato de potasio con la temperatura. Partir de 2 g de nitrato de potasio y 2,5 ml de agua y agregar porciones de 2,5 ml de agua.

Sobresaturación

Sulfato de sodio decahidrato

En un tubo de ensayo pequeño disolver 2.5 g de sulfato de sodio decahidratado ($SO_4Na_2 . 10 H_2O$) en 1 ml de agua calentando suavemente hasta su ebullición. Apenas iniciada ésta, decantar a otro tubo igual, seco. Enfriar con agua hasta que baje la temperatura de la solución a 25°C. Adherir un cristal de la sal sólida al extremo de una varilla o tubo fino y sumergirlo en la solución. Observar y registrar fenómenos visibles y temperaturas.

Cuestionario

1. ¿Cómo reconoce si una solución es
   a) diluída
   b) saturada
   c) sobresaturada?

2. Una solución acuosa contiene 20 g de sal en 80 g de solución. Expresar su concentración en:
   a) gramos de sal por 100 g de agua
   b) gramos de sal por 100 g de solución

3. El ácido nítrico concentrado tiene 69 g de ácido en 100 g de solución, su densidad es 1.40 g/ml. ¿Qué volumen y qué peso de ácido nítrico se necesita para preparar una solución 6 M?

4. 100 g de una solución contiene 10 g de NaCl. La densidad de la solución es 1.07 g/ml. ¿Cuál es la normalidad y molaridad (formalidad) del cloruro de sodio?

TRABAJO EXPERIMENTAL 7

CINETICA QUIMICA: RAPIDEZ DE UNA REACCION

Se estudia en el presente trabajo la influencia de variaciones de temperatura y concentración sobre la rapidez (velocidad) de las reacciones. Para estudiar el efecto de cada factor independientemente, variaremos en un caso la concentración de una de las especies y en el otro la temperatura, manteniendo constantes la otras variables.

Diseños experimentales en que se hacen variar múltiples factores al mismo tiempo pueden ser usados mediante la aplicación de métodos estadísticos.

Reacción reloj:

Una solución de iodato de potasio KIO_3 (A) se hace reaccionar con una solución de sulfito hidrógeno de sodio $NaHSO_3$ a SO_3H (B) que contiene almidón en medio ácido, de manera que al consumirse el HSO_3^- aparece el color azul del compuesto no estequiométrico iodo-almidón, producido en la etapa rápida:

$$IO_3^- + 3\ HSO_3^- \rightleftarrows I^- + 3\ SO_4^{2-} + 3\ H^+ \quad \text{(lenta)}$$

$$5\ I^- + 6\ H^+ + IO^- \rightleftarrows 3\ I_2 + 3\ H_2O \quad \text{(rápida)}$$

Solución A = 4.3 g de KIO_3 por litro de agua

Solución B = 0.4 g de $NaHSO_3$ a SO_3HNa; 4 g de almidón soluble; 5 ml de H_2SO_4 1 M por litro de agua.

Efecto de los cambios de concentración

Por dilución de la solución A, obtendremos diferentes concentraciones de IO_3^- manteniendo constantes la concentración de HSO_3^- y la temperatura, que es la ambiente.

a) 5 ml de solución A en un tubo de ensayos limpio y seco; 5 ml de solución B en otro tubo de ensayos limpio y seco. Se pondrán los tubos que contienen soluciones en un vaso de 250 ml con unas 2/3 partes de agua a temperatura ambiente y se los dejará durante 10 minutos para estabilizar temperaturas.

b) Mediante un reloj con segundero, se anota el tiempo con la precisión del segundo, en que se vierte la solución A sobre la solución B; se vuelve rápidamente al que contenía A, nuevamente al que B y finalmente se vuelve al que contenía A, donde se deja. Debe ser anotado el tiempo desde el instante en que ambas soluciones entran en contacto.

c) Obsérvese detenidamente la solución en el tubo de ensayos y vuélvase a anotar el tiempo a la primera señal de reacción (coloración azul).

Prepáreense distintas concentraciones de la solución de KIO_3 diluyendo la solución A como se indica a continuación:

solución A	Agua
4,5 ml	0,5 ml
4,0 ml	1,0 ml
3,5 ml	1,5 ml
3,0 ml	2,0 ml
2,5 ml	2,5 ml

Homogeneizar bien cada una de las soluciones diluidas. Repítase la operación indicada en el párrafo(b) anadiendo en cada caso una de las soluciones diluídas de KIO_3 a 5 ml de la solución B, ambas a temperatura ambiente.

Interpretación de resultados

- Calcular los moles de iodato por cada mililitro de solución y por cada litro. La solución A es 0.02 M.

- Construir un gráfico concentración-tiempo, representando los tiempo en las ordenadas y la concentración en las abscisas.

- Construir un gráfico concentración-rapidez de reacción colocando la velocidad de reacción en las ordenadas y la concentración en las abscisas.

- Establezca las conclusiones que extrae de estos gráficos.

- ¿Qué ley está relacionada con esa conclusión? (Ley de acción de concentraciones o "masas activas")

- La línea recta que se pasa a través del origen tiene una ecuación relacionada con la rapidez de reacción $V°$ y la concentración del iodato C. Discuta el orden de la reacción.

Efecto de la temperatura sobre la velocidad de reacción

Colocar 5.0 ml de la solución A en un tubo de ensayos y 5.0 ml de la solución B en otro tubo de ensayos. Estas soluciones antes de reaccionar deben llevarse a la temperatura de la experiencia, colocando los tubos por separado en un vaso de precipitados conteniendo agua a la temperatura en que se va a realizar la determinación, durante 10 minutos.

Mezclar las soluciones, registrando el tiempo al segundo. Esta operación se realiza rápidamente virtiendo cuidadosamente una solución en la otra, travasándolo tres veces. Colocar nuevamente el tubo en el baño de agua y anotar la temperatura de la experiencia y el tiempo transcurrido hasta que aparezca la coloración. (Uno realiza la operación y el otro controla el tiempo).

Es conveniente repetir cada determinación a la misma temperatura.

El instructor indicará a cada comisión la temperatura de trabajo.
Al finalizar la experiencia se registrarán los datos realizados por los distintos grupos.

Interpretación de resultados. Cálculos

- Construir un gráfico temperatura - tiempo, colocando los tiempos sobre las

abscisas (eje horizontal), empleando los datos obtenidos por los distintos grupos de trabajo.

- Calcular los recíprocos de los tiempos: 1/ tiempo. Estos valores son una medida de la rapidez de reacción y con ellos construir un gráfico: 1/ tiempo-temperatura.

- ¿Cuál es el efecto que produce un aumento de temperatura?

- Averiguar aproximadamente cuántos grados de temperatura son necesarios para duplicar la rapidez de la reacción.

- ¿Qué factores influyen sobre la rapidez de la reacción, se deben mantener constantes para tener resultados coherentes?

Informe

Reunir todas las observaciones, cuadro de valores, gráficos y conclusiones.

Par reductor: $\Delta\mathcal{E} = -0{,}337$ v $\quad Cu^{\circ} \rightarrow Cu^{2+} + 2e$

Hemi-reacción de oxidación: cesión de electrones por el par que se oxida.

Par oxidante: $\Delta\mathcal{E} = +0{,}799$ v $\quad 2Ag^{+} + 2e \rightarrow 2Ag^{\circ}$

Hemi-reacción de reducción: toma de electrones por el par que se reduce.

Ecuación total: $\Delta\mathcal{E} = +0{,}462$ v $\quad Cu^{\circ} + 2Ag^{+} \rightarrow Cu^{2+} + 2Ag^{\circ}$

El átomo que toma electrones es conocido como agente oxidante, el ion plata actúa como agente oxidante; el cobre, que cede electrones, actúa como agente reductor. Nótese que el agente oxidante es siempre reducido y el agente reductor es siempre oxidado, y que debe considerarse al par como agente oxidante y reductor en cada caso.

Los átomos o iones tienen diferente facilidad para, en una determinada reacción, tomar o ceder electrones, facilidad que se puede expresar como la fuerza de oxidación (potencial de oxidación) o de reducción de un determinado agente oxidante o reductor. Esto permite establecer tablas en las cuales los iones reaccionantes son ordenados según sus potenciales. Estas tablas consisten en una serie de hemi-reacciones escritas en forma que la reacción hacia la derecha es una oxidación y hacia la izquierda una reducción, por toma de electrones.

Una reacción de óxido-reducción se produce espontáneamente si la hemi-reacción de oxidación está colocada en las tablas, más arriba que la hemi-reacción de reducción, lo cual se debe a que el par reductor (cobre) es capaz de ceder electrones con más energía que el par oxidante (plata) , y éste es capaz de tomarlos con más energía que el reductor. En el caso de la reacción del cobre con ion plata podemos predecir que la reacción ocurre espontáneamente porque en la tabla encontramos las hemi-reacciones en este orden:

$$Cu^{2+} + 2e \rightleftharpoons Cu^{\circ} \quad \Delta\mathcal{E} = +0{,}337 \text{ v}$$

$$Ag^{+} + e \rightleftharpoons Ag^{\circ} \quad \Delta\mathcal{E} = +0.799 \text{ v}$$

Estar más arriba en las tablas significa potencial oxidante mayor (más positivo o menos negativo)

El par reductor se invierte para que ceda electrones al par oxidante, por eso aparece:

$$Cu^{\circ} \rightleftharpoons Cu^{2+} = 2e \qquad \Delta\mathcal{E}' = -0.337 \text{ v}$$

TRABAJO EXPERIMENTAL 8

REACCIONES DE OXIDACION Y REDUCCION

Las reacciones químicas pueden clasificarse, según el criterio a emplear, de diferentes formas. Existen reacciones en que no hay trasferencia de electrones durante la reacción, por ejemplo:

-reacciones ácido-base

-reacciones de intercambio de iones, de complejos y muchas de precipitación

Otras reacciones incluyen "transferencia" de electrones y se llaman reacciones de óxido-reducción (redox). Ejemplos:

-la unión directa de dos elementos

-la descomposición de un compuesto en sus elementos

-la sustitución de un elemento de un compuesto por otro

Cuando un trozo de cobre es introducido en una solución de nitrato de plata, se observa la formación de plata metálica y una solución azulada de nitrato de cobre (II). Este proceso químico se puede representar por las siguientes ecuaciones iónicas:

$$Cu^{\circ} + 2Ag^{+} = Cu^{2+} + 2Ag^{\circ}$$

Durante la reacción el cobre pasa a ion cobre 2+, y el ion plata de carga 1+ pasa a plata metálica con carga cero. Es una reacción de óxido reducción pues en ellas se produce transferencia de electrones:

-el átomo de cobre pierde electrones, se oxida

-el ion plata gana electrones, se reduce.

El proceso de reducción de un átomo o ion significa que éste toma electrones y el de oxidación que los cede. Los electrones cedidos por un átomo o ion son tomados por el otro, en consecuencia la oxidación y reducción ocurren simultáneamente.

Cada uno de estos procesos se puede escribir independientemente en dos hemi-reacciones:

Trabajo experimental

El propósito de este trabajo experimental es observar algunas reacciones de óxido-reducción entre metales y soluciones iónicas metálicas y entre los alógenos y soluciones iónicas de los halogenuros, y establecer:

- las reacciones que tienen lugar.
- las hemi-reacciones correspondientes.
- Las reacciones iónicas y moleculares de oxidación-reducción.
- comparar los potenciales de oxidación.

1. Acción de los metales sobre sus soluciones iónicas

- Colocar en el tubo de ensayos 3 ml de solución de nitrato de plata y un trozo de alambre de cobre. Observar y registrar las reacciones químicas que tienen lugar.
- Colocar un trozo de hierro (clavo) en unos 3 ml de una solución de sulfato de cobre 0,1 N calentar suavemente. Observar y registrar las reacciones químicas que tienen lugar.
- Colocar 3 tubos de ensayos en una gradilla y añadir a cada uno de ellos 3 ml de una solución 0,1 N de sulfato de zinc, introducir en cada uno de ellos sendos trozos metálicos de zinc, plomo y cobre.
- Colocar en 3 tubos de ensayos 3 ml de solución de sulfato de cobre e introducir en cada uno de ellos sendos trozos metálicos de zinc, plomo y cobre.
- Colocar en 3 tubos de ensayos 3 ml de solución de sulfato de plomo e introducir en cada uno de ellos sendos trozos metálicos de zinc, plomo y cobre.
- Observar y registrar las reacciones observadas en cada uno de estos nuevos ensayos.

2. Acción de los halógenos sobre soluciones de sus halogenuros.

- Colocar en tres tubos de ensayos, por separado, 3 ml de cloro en agua, bromo en agua y iodo en agua. Anadir 2 ml de tetracloruro de carbono. Tapar con un tapón y agitar; dejar reposar y observar la coloración de la capa de tetracloruro de carbono.
- Poner 3 ml de solución 0,1 M de bromuro de potasio en un tubo y 0,1 M de solución de ioduro de potasio en sendos tubos de ensayos, añadir 2 ml de tetracloruro de carbono y luego 1 ml de solución recién preparada de cloro a cada uno. Tapar, agitar, dejar reposar y observar el color de la capa de tetracloruro de carbono y comparar con los ensayos preliminares.

- Repetir el ensayo anterior utilizando solución 0,1 M de cloruro de potasio y de ioduro de potasio. Añadir 2 ml de tetracloruro de carbono y 1 ml de solución de bromo a cada uno. Tapar, agitar, dejar reposar y observar la coloración de la capa de tetracloruro de carbono y comparar con los ensayos preliminares.

Observar y registrar los tubos donde se observen reacciones químicas.

INTERPRETACION DE RESULTADOS. CONCLUSIONES

1. Acción de los metales sobre las soluciones metálicas

- De acuerdo a sus observaciones, indique en qué tubos de ensayos conteniendo el sistema metal-ion se han producido reacciones. Describirla.
- Escriba las hemi-reacciones $M^+ + e \rightarrow M^\circ$ en una columna en orden decreciente de su propia facilidad de oxidación a ion, o sea de su poder oxidante hacia otros pares conjugados.
- De los siguientes pares de metales: cobre-zinc; plomo-cobre; plomo-zinc; hierro-cobre; plata-cobre, indique el agente reductor y el oxidante, más fuertes.
- Escriba las reacciones iónicas totales correspondientes a los sistemas donde se han producido reacciones redox. Escriba las ecuaciones moleculares correspondientes.

2. Acción de los halógenos sobre las soluciones de halogenuros.

- Indique qué cambios observó en los sistemas de los ensayos preliminares al introducir tetracloruro de carbono.
- De acuerdo a sus observaciones, indique en qué tubos de ensayos se produjo reacción y trate de escribir las ecuaciones, sobre las bases de las hemi-reacciones.
- De los siguientes pares de halógenos indique cuál es el oxidante más fuerte: cloro-iodo; cloro-bromo; bromo-iodo.
- Escriba las hemi-reacciones halógeno — halogenuro:

$$2X^- \rightarrow X_2 + 2e$$

en una columna de orden creciente, en cuanto a la facilidad de oxidación Introducir en esta serie el par:

$$2F^- \rightarrow F_2 + 2e$$

- Escriba las reacciones iónicas totales correspondientes a los sistemas donde se ha producido reacciones redox. Escriba la ecuación molecular.

- Teniendo presente las reacciones efectuadas en este trabajo confeccione con ellas una tabla de potenciales de oxidación en orden decreciente y consultando una tabla de potenciales de oxidación verifique si coincide con lo establecido. Recordar que las reacciones espontáneas son aquellas en que el potencial total es positivo.

ESTUDIO DE ALGUNAS REACCIONES DE OXIDACION-REDUCCION

1. Acción del ión permanganato sobre el ión ferroso

- Colocar en un tubo de ensayos 3 ml de agua y unas gotas de solución de 0,1 N de permanganato de potasio y 3 gotas de ácido sulfúrico diluído. Añadir gota a gota una solución de sulfato ferroso; y luego 3 gotas de solución de tiocianato de potasio. Este reacciona con el ion férrico formado dando una fuerte coloración rojiza y demostrando su presencia.

- Compare contra un "blanco" en el que no se agregó permanganato.

- Observar la reacción, escribir las ecuaciones iónicas totales y moleculares.

- Indicar el agente oxidante, el agente reductor, la hemireacción de oxidación y la hemi-reacción de reducción.

2. Acción del ion permanganato sobre el ion sulfito

- En un tubo de ensayos colocar 3 ml de agua y unas gotas de solución 0,1 N de permanganato de potasio y 3 gotas de solución de ácido sulfúrico diluído. Añadir gota a gota una solución de sulfito de sodio.

- Observar la reacción y escribir las ecuaciones iónicas moleculares, como en el caso anterior.

3. Acción oxidante del dióxido de manganeso sobre el ácido clorhídrico.

- En un tubo de ensayos colocar 2 g de dióxido de manganeso y 4 ml de ácido clorhídrico concentrado, colocar un tapón de goma atravesado de un tubo de desprendimiento acodado que burbujea en un erlenmeyer con 50 ml de agua. Calentar suavemente y una vez que termina la reacción retirar el erlenmeyer.

- Observar el color y el olor del gas desprendido.

- En un tubo de ensayos seco colocar 0,2 g de cloruro de sodio con 1 g de dióxido de manganeso y 1 ml de ácido sulfúrico. Calentar suavemente y observar el color y olor del gas desprendido.

- Escribir las reacciones iónicas totales que han tenido lugar en ambas reacciones y compararlas.

- Tomar gotas de las soluciones preparadas en ambas reacciones anteriores en dos tubos; añadir en el primero unas gotas de ioduro de potasio, y en segundo unas gotas de tinta.

4. Acción oxidante del agua oxigenada.

- Colocar en un tubo de ensayos 3 ml de una soluciõ- 0,1 N de ioduro de potasio. Anadir 3 gotas de ácido sulfúrico diluído y 2 ml de tetracloruro de carbono. Agregar gota a gota agua oxigenada.

- Observar la reacción que tiene lugar. Formular las ecuaciones iónicas correspondientes. Formular las ecuaciones moleculares.

5. Acción oxidante del agua oxigenada sobre el ion ferroso

- En un tubo de ensayos colocar 5 ml de una solución 0,1 N de sulfato ferroso, agregar 3 gotas de ácido sulfúrico diluído, y gota a gota, agua oxigenada.

- Calentar suavemente para eliminar el exceso de agua oxigenada y reconocer el el ion férrico formado agregando unas gotas de solución de tiocianato de potasio.

- Observar las reacciones que tienen lugar y escribir las ecuaciones.

6. Acción del ion férrico sobre los iones ioduro

-Colocar en un tubo de ensayos de 3 ml solución de ioduro de potasio y 2 ml de tetracloruro de carbono.

- Agregar gotas de una solución de cloruro de hierro (III), agitar y dejar reposar.

- Observar y formular las reacciones que tienen lugar.

Sugerencias

. Planificar experiencias para demostrar la acción oxidante del: a) ácido nítrico b) dicromato de potasio.

. Ensayar otras reacciones de oxidación-reducción.

Informe

Presentar un informe con las ecuaciones equilibradas por el método del ion electron, los de hemi-reacciones y reacción total, y las senales, de las 6 reacciones estudiadas, de acuerdo a las indicaciones que aparecen en las secciones.

T R A B A J O E X P E R I M E N T A L 9

H I D R O C A R B U R O S

Las fuentes de hidrocarburos son el petróleo, el gas natural y la hulla. Los hidrocarburos se clasifican en general en alifáticos, alicíclicos y aromáticos. Las fracciones obtenidas de la destilación del petróleo están constituídos por diferentes hidrocarburos. El éter de petróleo, el querosene, las parafinas,pueden utilizarse como fuentes de alifáticos saturados. El ciclohexano y ciclohexeno se utilizan como hidrocarburos alicíclicos, el benceno y naftaleno obtenidos de la destilación fraccionada del alquitrán de hulla o por síntesis petroquímica se emplean como hidrocarburos aromáticos.

Estos ensayos tienen por objeto comprobar el comportamiento frente a reactivos característicos.

A. HIDROCARBUROS ALIFÁTICOS

1. Destilación del querosene

- Armar un aparato de destilación simple, empleando un balón de destilación de 50 ml; colocar en él 30 ml de querosene.

- Destilar calentando suavemente a razón de 1 gota por segundo, recoger el destilado en una probeta y registrar el punto de ebullición desde que comienza la destilación a intervalos de 5 ml.

- Trazar un gráfico: temperatura de ebullición-volumen destilado.

2- Querosene como solvente

- Sustancias a ensayar: agua, éter de petróleo, alcohol etílico, parafina, azufre, cloruro de sodio, sacarosa (azúcar común), aceite vegetal.

- Ensayar la solubilidad de estas sustancias en querosene: en cada caso se colocan unas gotas de la sustancia, si es líquida o 0,1 g si es sólida, y se añade querosene hasta completar 3 ml. Si es necesario puede calentarse suavemente.

- Observar la solubilidad e indicar "muy soluble" - "ligeramente soluble" - "insoluble".

3- Propiedades químicas

- Colocar en pequeños tubos de ensayos 5 ml de querosene, agregar en cada uno de ellos los reactivos indicados, agitar durante unos minutos y observar lo que sucede:

. Primer tubo: HNO_3 (conc.)

. Segundo tubo: H_2SO_4 (conc.)

. Tercer tubo: NaOH (20 %) a este tubo, se le agrega después, solución de permanganato de potasio. Interpretar resultados.

- Colocar en cada uno dos tubos de ensayos, 5 ml de querosene o éter de petróleo y agregar a cada uno la misma cantidad

(1 ml) de solución de bromo, 1 % en tetracloruro de carbono, tapar con tapón de corcho.

- Colocar un tubo en un lugar oscuro y el otro a la luz solar o a la luz de una lámpara. Después de unos minutos comparar, observando el color y la acción sobre el papel de tornasol azul húmedo. (Interpretar).

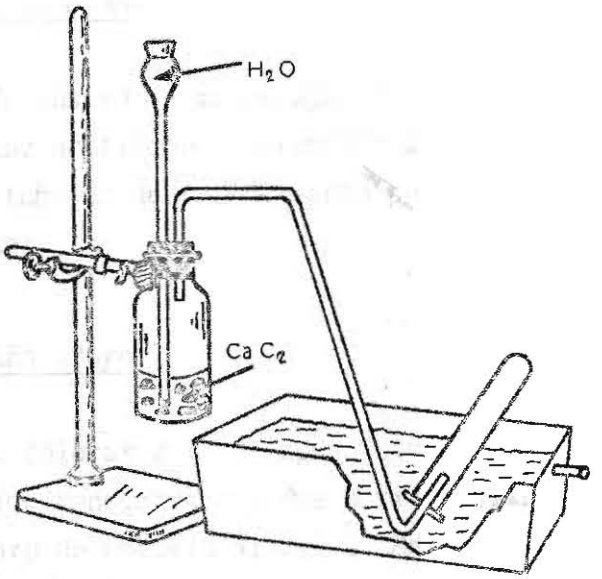
- Recordar luego al efectuar la reacción del acetileno con la solución de bromo en tetracloruro de carbono y con el permanganato de potasio en medio alcalino.

B. HIDROCARBUROS ALIFATICOS NO SATURADOS. ACETILENO

Los alquinos son hidrocarburos caracterizados por la presencia de una unión triple entre carbono-carbono. El primer y principal miembro de esta serie es el acetileno o etino HC≡CH que constituye materia prima fundamental en la síntesis orgánica.

1. Obtención

- Armar un aparato como el indicado en la figura que actúa como generador de gas.



- Colocar en el tubo seco unos trozos de carburo de calcio, dejar gotear agua en la ampolla de decantación. Se produce acetileno: dejar desplazar el aire y llenar dos tubos de ensayos por desplazamiento de agua. Una vez lleno, taparlos y mantenerlos invertidos.

2. Combustión

- Tomar el tubo de ensayo lleno de acetileno, sacar el tapón manteniéndolo invertido, encenderlo acercándolo a la llama del mechero y poner al tubo en posición normal.

- Al apagarse agregar 2 ml de solución límpida de $Ba(OH)_2$.

- Observar la característica de la llama y registrar las observaciones.

3. Explosión con el aire

- Un tubo de ensayo se llena parcialmente con acetileno (aproximadamente hasta la mitad) y se separa de la cuba colectora dejando que el aire desplace el agua.

- Se tapa con un tapón, se agita, se destapa y se acerca a la llama de un mechero. Observar la característica de la reacción.

4. Reacciones con el agua de bromo

- Colocar en un tubo de ensayo 5 ml de agua de bromo muy diluída. Hacer burbujear acetileno desprendido del aparato productor cambiando el tubo de desprendimiento por uno recto. Observar el resultado.

5. Reacción de insaturación (Bayer)

- En un tubo de ensayo colocar 2 ml de agua, cinco o seis gotas de ácido sulfúrico concentrado y dos o tres gotas de solución de permanganato de potasio al 0,1 %. Hacer burbujear el acetileno a través de ella. (Interpretar).

6. Reacción con el cloruro cuproso amoniacal

- Preparación del cloruro cuproso: disolver 15 g de sulfato cúprico y un gramo de cloruro de sodio en 16 ml de agua, agregar 1 g de sulfito hidrógeno de sodio disuelto en 5 ml de hidróxido de sodio 5 % agitar.

- Enfriar bajo chorro de agua y lavar el precipitado de cloruro cuproso con agua por decantación.

- Disolver el precipitado agregando poco a poco solución de amoníaco 10 %.

- Hacer pasar acetileno por 2 ml de la solución: se forma un precipitado rojo de acetiluro (I). El acetiluro cuproso es extremadamente explosivo cuando está seco. Destruirlo una vez formado con ácido nítrico diluído (1 vol. de ácido nítrico concentrado y 1 vol. de agua).

7. Reacción con el nitrato de plata diammino

- Preparar la solución de nitrato de plata diammino. En un tubo de ensayos colocar 2 ml de solución de nitrato de plata 1 % y agregar gota a gota solución de amoníaco diluído justo hasta redisolución del precipitado formado.

- Diluir con agua y pasar acetileno: se forma un precipitado pardo de acetiluro de plata, tomar una punta de espátula llevar a la llama: detona. El acetiluro de plata es explosivo cuando está seco, hay que destruirlo como se indicó anteriormente para el de cobre (I).

CONCLUSIONES

a) Explique la causa por la cuál el querosene es considerado como una fracción de destilado de hidrocarburos.

b) Opine sobre la diferente solubilidad de las sustancias en querosene.

c) Compare los comportamientos del querosene y del éter de petróleo, con el Br en tetracloruro de C, en la oscuridad y bajo la acción de la luz.

d) Enumere los tipos de reacciones que dan los hidrocarburos alifáticos.-saturados, no saturados- y los aromáticos.

e) Indique las diferencias entre las reacciones de sustitución y de adición.

f) Escriba las ecuaciones correspondientes, a las siguientes reacciones:

. obtención del acetileno

. combustión del acetileno

. adición del Br en etapas

. insaturación de Bayer

. obtención del cloruro cuproso, a partir del cobre I y del acetiluro.

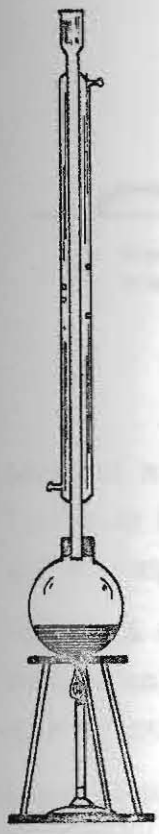
. formación del acetiluro de Ag.

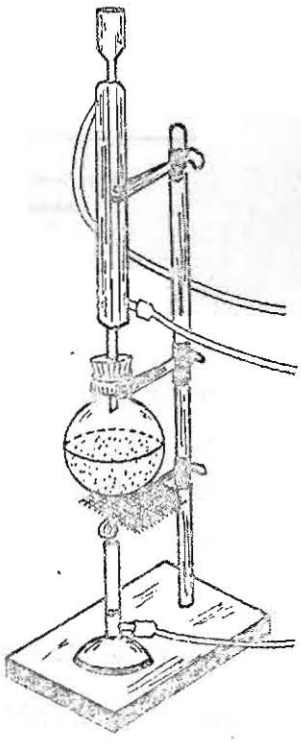
g) Un gas desconocido puede ser 1-buteno, 1-butino o 2-butino.

Planifique una serie de ensayos de laboratorio para identificar la sustancia en estudio.

TRABAJO EXPERIMENTAL N° 10

SUSTITUCION AROMATICA ELECTROFILICA





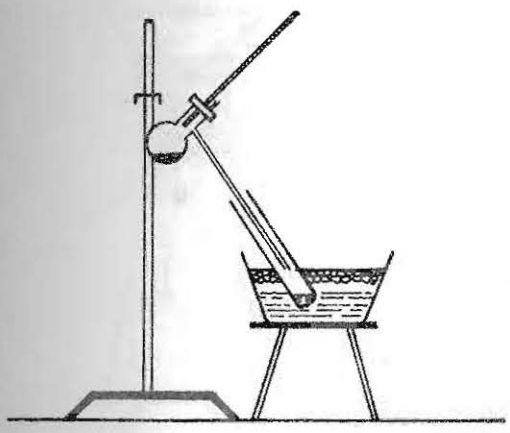
NITRACION AROMATICA

La facilidad de nitración de los hidrocarburos aromáticos es una de las propiedades más características de estos compuestos. Para realizar la nitración se emplean soluciones diversas: la más común es la solución sulfonítrica. Las condiciones en que se realiza la nitración depende de la naturaleza de la sustancia a nitrar, de la concentración del agente nitrante y de la temperatura. Los productos de nitración son compuestos importantes como drogas intermedias y explosivos.

NITROBENCENO: obtención

- En un balón de 200 ml (o en un tubo de ensayos de 25 x 200 mm) se prepara solución sulfonítrica vertiendo sobre 9,5 g (5,2 ml) de ácido sulfúrico (d = 1,8) lentamente con agitación y enfriado exterior-

mente con agua 6,4, g (4,0 ml) de ácido nítrico d: 1,4 estando la solución a temperatura ambiente se agrega poco a poco 5 g (6 ml) de benceno d: 0,88 cuidando que la temperatura no pase de 50°C-60°C.



Aparato adecuado para la destilación de pequeñas cantidades de líquidos.

. Se adapta un refrigerante (puede utilizarse un tapón con un tubo de 40 cm de largo) y se calienta durante 30 minutos en baño de agua manteniendo a 60°C. Una vez fría la solución se separa la capa ácida empleando una ampolla de separación (cuidando no confundir las capas).

. Lavar el nitrobenceno dos veces con porciones de agua y luego con una solución de hidróxido de sodio 5% hasta eliminación total de la acidez, lo que se comprueba con un papel de tornasol y finalmente se lava con agua.

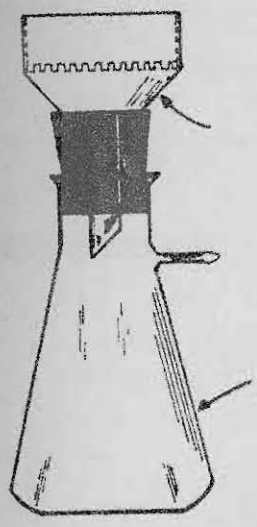
. Se coloca el nitrobenceno en un tubo de ensayos seco al que se agrega cloruro de calcio anhidro y si con este tratamiento no se logra eliminar el agua se calienta en un baño de agua hasta que quede completamente límpido.

. Luego se pasa a un balón de destilación de 50 ml provisto de refrigerante y se destila recogiendo la fracción que pasa entre 206-211°C, obteniéndose un rendimiento alrededor de 3,5 g.

PRECAUCION: No debe destilarse hasta sequedad ni dejar que la temperatura pase de los 214°C pues debe haber residuos de m-dinitrobenceno o productos polinitrados explosivos.

m-DINITROBENCENO: Obtención

. En un tubo de ensayos de 25 X 200 mm se prepara solución sulfonítrica vertiendo sobre 18,3 g (33 ml) de ácido sulfúrico (d: 1,8) lentamente con agitación y enfriando exteriormente 8,3 g (6,8 ml) de ácido nítrico.



. Luego se añade 1,8 g (2 ml) de benceno poco a poco y con agitación continua, se adapta un tapón atravesado por un tubo de 40 cm. que actúa como condensador (es práctico usar un refrigerante de Liebig) y se calienta en baño de agua a ebullición durante 20 minutos con agitación constante.

. Se deja enfriar el contenido y se vierte poco a poco y agitando en un vaso de precipitados conteniendo 3 a 4 veces su volumen de agua fría y raspando las paredes del vaso hasta que comience a precipitar.

. Se filtra por succión y se lava el precipitado hasta que los líquidos de lavado no den más reacción ácida al tornasol.

. Se seca y se determina el punto de fusión. Si el punto de fusión es bajo se puede recristalizar de metanol o etanol, en este caso, el instructor dará las indicaciones correspondientes.

INFORME:

Confeccionar informe según modelo; acompañar con los esquemas de los aparatos utilizados en el laboratorio.

INFORME Nº .....

Apellido y Nombre ..... Div..... Fecha.....

Profesor .....

Tema .....

1.- ECUACION PRINCIPAL:

2.- TABLA :

Sustancia	Peso molecular	Masa (g) usada	Volumen empleado	Densidad	Moles	Relación molar	
						Teórica	Práctica

3.- RENDIMIENTOS:

Rendimiento teórico: g.

Rendimiento práctico: g.

Rendimiento porcentual: $\frac{\text{Rend. obt.}}{\text{Rend. teórico}} \times 100$ %

4.- CONSTANTES FISICAS PRODUCTO OBTENIDO:

p.e. (bibliografía) : p.e. (determinado):

p.f. : p.f. :

5.- OBSERVACIONES: (se registrará todo tipo de observación que el alumno crea conveniente).

TRABAJO EXPERIMENTAL N° 11

ALCOHOLES . HALOGENUROS ALQUILO

Los alcoholes son sustancias que se caracterizan por tener la agrupación -OH unida a radicales alquilos y alicíclicos. Estos pueden clasificarse en alcoholes primarios, secundarios y terciarios. La oxidación de los alcoholes primarios da lugar a la formación de aldehídos y la oxidación de alcoholes secundarios, acetonas. Es propósito del siguiente trabajo estudiar sus propiedades características diferenciales.

A- SOLUBILIDAD DE LOS ALCOHOLES EN AGUA

. Colocar 1 ml de agua en cada uno de 4 tubos de ensayos.

. Agregar, respectivamente en cada uno de ellos, gota a gota y con suave agitación los siguientes alcoholes: metanol, etanol, isopropanol y n-butílico.

. Observar la diferente solubilidad; confeccionar un cuadro.

. Colocar en un tubo de ensayos 1 ml de n-butanol y 5 ml de agua, sin agitar. Apreciar el volumen ocupado por la capa alcohólica y luego agitar fuertemente. La emulsión formada se deja en reposo y después de un lapso observar el volumen que ocupa la capa alcohólica.

. Agregar otros 5 ml y se agita enérgicamente y volver a observar. A la solución se adicionan 3 gramos de cloruro de sodio finamente pulverizado y se agita fuertemente.

. Observar lo que sucede al dejar en reposo.

B- REACCION DE LOS ALCOHOLES CON EL SODIO METALICO

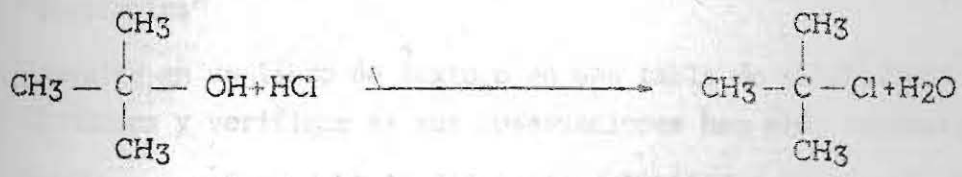
. Colocar en un tubo de ensayos bien seco 2 ml de metanol anhidro o alcohol etílico absoluto.

. Agregar un trozo de sodio.

. Observar la reacción. Cuando todo el sodio ha reaccionado, evaporar en baño de agua el contenido y probar la acidez de la solución empleando papel de tornasol.

. Si se dispone de alcoholes n-butílico, sec-butílico y ter-butílico, repetir el ensayo anterior y observar la reactividad diferencial.

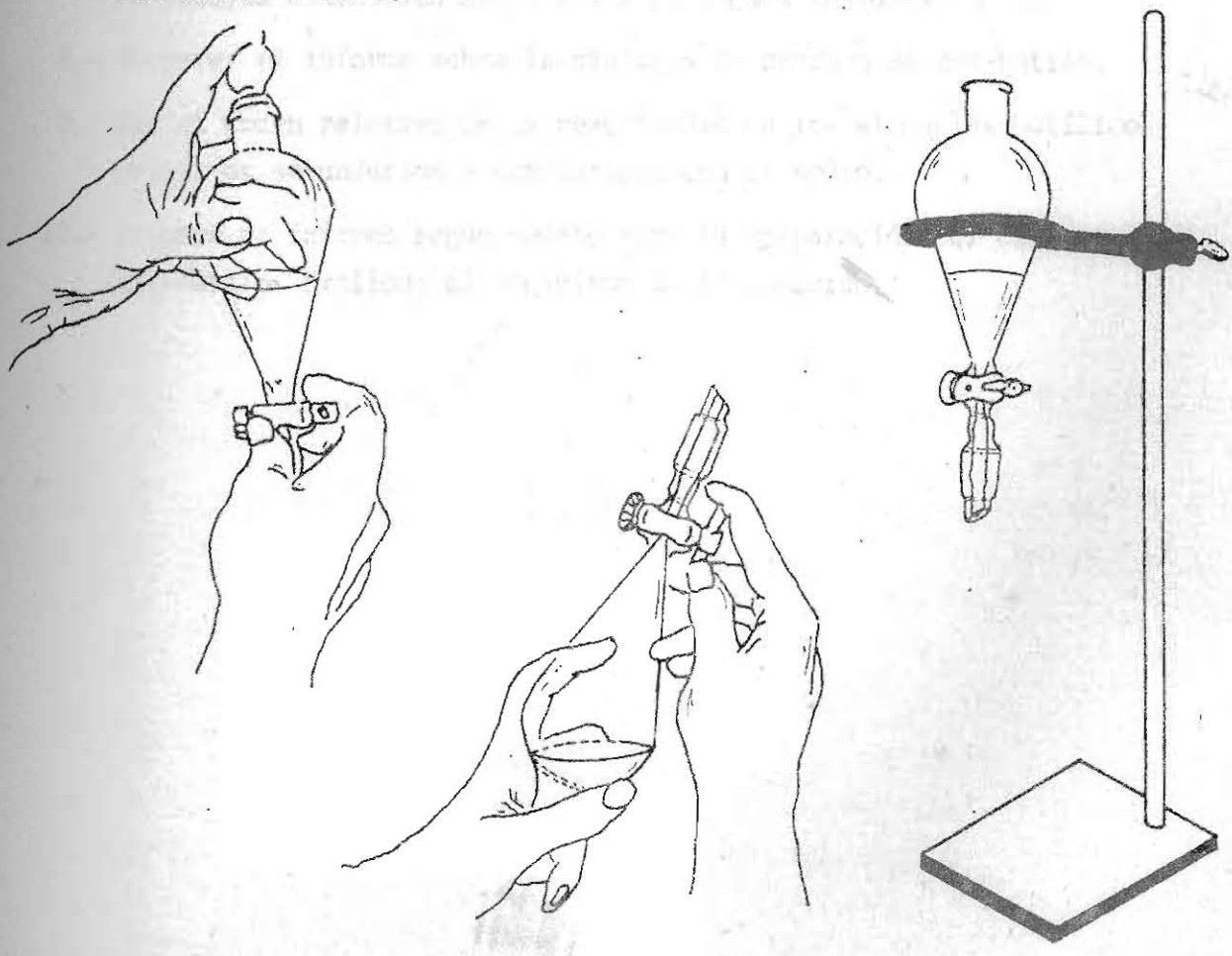
C- SUSTITUCION DEL GRUPO -OH . PREPARACION DEL CLORURO DE TER-BUTILO



. En un embudo separador de 125 ml colocar 4,5 g (5,6 ml) de alcohol terbutílico y 25 ml de ácido clorhídrico (c). Agitar y cada dos minutos abrir la llave del embudo invertido para expulsar los gases formados (seguir indicaciones) del instructor.

. Pasado veinte minutos, colocar el embudo verticalmente sujeto a un soporte y separar la capa acuosa. Agregar 25 ml de solución helada de carbonato de sodio 5%.

. Separar la capa acuosa, y destilar en un pequeño equipo de destilación entre 49-53°C.



INFORME Interpretación de resultados

1.- Observe la diferente solubilidad de los alcoholes que se han empleado en la experiencia. Indique si son "solubles", "poco solubles" o "insolubles"

2.- Consulte en un libro de texto o en una tabla de solubilidad de los alcoholes y verifique si sus observaciones han sido correctas.

3.- Explique a qué se debe la diferente solubilidad de los alcoholes en agua.

4.- ¿Cuál es el efecto del agregado de una sal, por ejemplo cloruro de sodio, en la solubilidad del 1-butanol?.

5.- Formule la reacción del etanol con el sodio.

6.- ¿A qué se debe la reacción al tornasol del producto de la reacción anterior llevado a sequedad y disuelto en agua? Escriba las ecuaciones.

7.- Al efectuar la reacción con sodio ¿por qué es necesario que los tubos de ensayos estén bien secos y los alcoholes anhidros?.

8.- Preparar el informe sobre la síntesis de cloruro de ter-butilo.

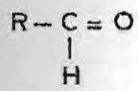
9.- Dar el orden relativo de la reactividad de los alcoholes butílicos, primarios secundarios y terciarios, con el sodio.

10.- Prepare el informe según modelo para la preparación del cloruro de ter-butilo. Explique el mecanismo de la reacción.

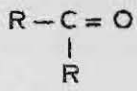
TRABAJO EXPERIMENTAL 12

ALDEHIDOS Y CETONAS

Los aldehídos y cetonas se caracterizan por tener el grupo carbonilo C = O de gran reactividad. La diferencia estructural consiste en que los aldehídos tienen por lo menos, un átomo de hidrógeno unido al grupo carbonilo mientras que en las cetonas ambos sustituyentes son radicales hidrocarbonados.



Aldehido

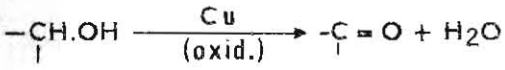


Cetona

A la descripción de la estructura del grupo carbonilo contribuyen los de resonancia principales que permiten interpretar sus numerosos tipos de reacciones

Obtención del metanal

Los aldehídos se pueden obtener de los alcoholes primarios y las cetonas a partir de alcoholes secundarios bien por deshidrogenación catalítica o por agentes oxidantes



- En un tubo de ensayos colocar 1 ml de metanol, calentar preferentemente en baño de agua para evaporarlo.
- Calentar simultáneamente un alambre de cobre espiralado insertado en un tapón de corcho e introducir el alambre en rojo dentro de los vapores de metanol. (Nótese el olor a formaldehído).

Obtención del etanal

En la obtención del etanal por oxidación de etanol, se trata que el etanal formado, permanezca brevemente con el compuesto oxidante.

- Armar un aparato de destilación conectado a un tubo de ensayos con agua, colocando en el cuello del balón de destilación una ampolla de separación.

En la ampolla se coloca una solución de 6,3 g de $Na_2Cr_2O_7 \cdot 2H_2O$ (comercial), 16 ml de agua y 6,3 ml de etanol.

- Colocar 15 ml de agua y 5 ml de ácido sulfúrico en el balón de destilación; dejar gotear unas gotas de la solución de alcohol-dicromato de sodio sobre la solución de ácido sulfúrico, que comienza a hervir espontáneamente. Si esto no sucede, calentar suavemente con la llama del mechero hasta que la ebullición comience. Se mantiene regulando la caída de la solución de alcohol-dicromato de sodio. Cuando toda la solución ha sido agregada, mantener el calentamiento durante unos pocos minutos. El acetaldehído formado cuyo punto de ebullición es 21°C ha burbujeado en el agua del tubo de ensayos.

Con la solución de acetaldehído se realizan los ensayos siguientes.

Reacciones de caracterización de aldehídos y cetonas

1. Acción sobre el reactivo de Tollens (formación del espejo de plata)

   a 5 ml del reactivo de Tollens (solución de nitrato de plata diamino se le agrega 1 ml de solución del acetaldehído, se calienta en baño de agua sin agitar. Repetir la reacción con formadehído y acetona.

2. Acción sobre el reactivo de Fehling

   Agregar 1 ml de solución de acetaldehído o de formaldehído a 5 ml de reactivo de Fehling y calentar en baño de agua a ebullición.

3. Acción sobre el reactivo de Schiff

   Agregar una gotas de reactivo de Schiff (fuseina decolorada) sobre a) una gotas de solución de formaldehído, b) una solución de acetona.

4. Formación de compuestos de adición con sulfito-hidrógeno de sodio

   Colocar en tubo de ensayos 5 ml de una solución saturada en frío de sulfito hidrógeno de sodio y agregar 1 ml de acetona. Agitar la solución enérgicamente hasta que se observe un cambio definido.

5. Reacción de condensación

   En tubo de ensayos disolver una gotas de acetaldehído y agregar una gotas de solución de hidróxido de sodio al 10 %. Calentar, notar el olor característico.

6, Preparación de derivados cristalinos

   Formación de 2,4-dinitrofenilhidrazonas: a 2 ml de una solución de formaldehído agregar 5 ml de una solución de 2,4-dinitrofenilhidrazina hasta que se produzca un precipitado. Si el precipitado no se

produce, calentar durante 5 minutos. Se recristaliza en etanol y se seca entre dos papeles de filtro.

Reacción del iodoformo

El cloroformo, bromoformo e iodoformo constituyen productos halogenados del metano que pueden prepararse por la "reacción haloformica" los aldehídos y las cetonas, que contienen el grupo CH_3. CO y los alcoholes que por oxidación pueden darlos, al tratarlos con una solución alcalina de halógenos, dan los correspondientes haloformos.

La formación del iodoformo sólido cristalino amarillo de p.f.119°C se produce cuando una solución de iodo e hidróxido de sodio reacciona con dichas sustancias. Disolver 3 gotas de acetona en 1 ml de agua y agregar 3 ml de solución de NaOH 10% y unas gotas de solución I_3^- (I_2,KI) 10% en agua. Calentar en baño de agua hirviente, agregar más solución de iodo.

Repetir la reacción utilizando sucesivamente metanol, etanol y los alcoholes butílicos.

INFORME

1. Oxidación de alcoholes; obtención de aldehídos

Formule las ecuaciones de obtención del metanol por oxidación del metanol en presencia del catalizador cobre. Descripción e interpretación.

Formule las ecuaciones de obtención del etanol usando sulfocrómica y utilizar el método del ión electrón para establecer los coeficientes. Descripción e interpretación de la reacción. Se puede utilizar ese oxidante para obtener aldehídos no volátiles.

2. Formación de compuestos de adición

Explique el comportamiento del formaldehído y del acetaldehído con una solución saturada y en frío de sulfito hidrógeno de sodio (bisulfito de sodio) ¿Qué aplicación tiene esta reacción?

3. Reacción de oxidación

Ecuaciones en las reacciones de Tollens y de Fehling para aldehídos. Descripción e interpretación. ¿Por qué las cetonas no dan estas reacciones?

4. Reacción de condensación

Explicar la reacción del acetaldehído con una solución de hidróxido de sodio. Comparar la reacción con la que se produciría con formaldehído o benzaldehído. Optativo: interpretar el mecanismo.

5. Preparación de derivados cristalinos

Formule las reacciones de la acetona con la 2,4-dinitrofenilhidrazina. ¿Qué importancia tiene la preparación de este derivado?

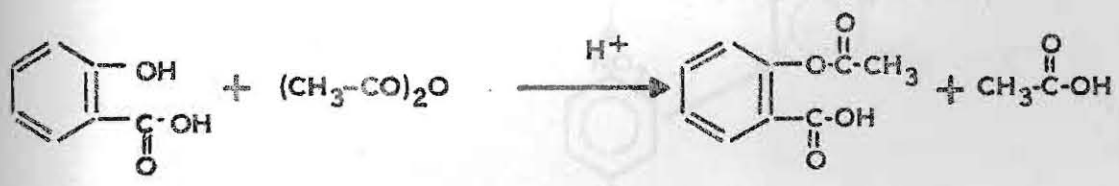
6. Formule la ecuación de formación del iodoformo. Optativo: Explique su mecanismo.

TRABAJO EXPERIMENTAL 13

UN COMPUESTO CON ACTIVIDAD FISIOLOGICA

ASPIRINA: ácido acetilsalicílico.

Los fenoles son acetilados en solución acuosa con anhídrido acético en presencia de ácido sulfúrico,dando lugar a la formación del ácido acetilsalicílico (aspirina).



-Colocar 2 g.de ácido salicílico,3 g. de anhídrido acético y 1 ml de ácido sulfúrico concentrado en un tubo de ensayo de 20x200 mm o erlenmeyer de 125 ml.

-Calentar en bano de agua durante 15 minutos a una temperatura de 50°a 60°agitando continuamente. Dejar enfriar.

-Agregar gota a gota 30 ml de agua (precaución:la reaccion es exotérmica y puede producir salpicaduras).

-Calentar nuevamente hasta que se forme una solución clara y luego dejar enfriar lentamente;cuando se produzca opalecencia,agitar con una varilla de vidrio para que cristalice la aspirina.

-Filtrar, dejar enfriar.

INFORME

Presentar un informe correspondiente a la obtención de otra sustancia utilizando la misma técnica.

Suegerancia

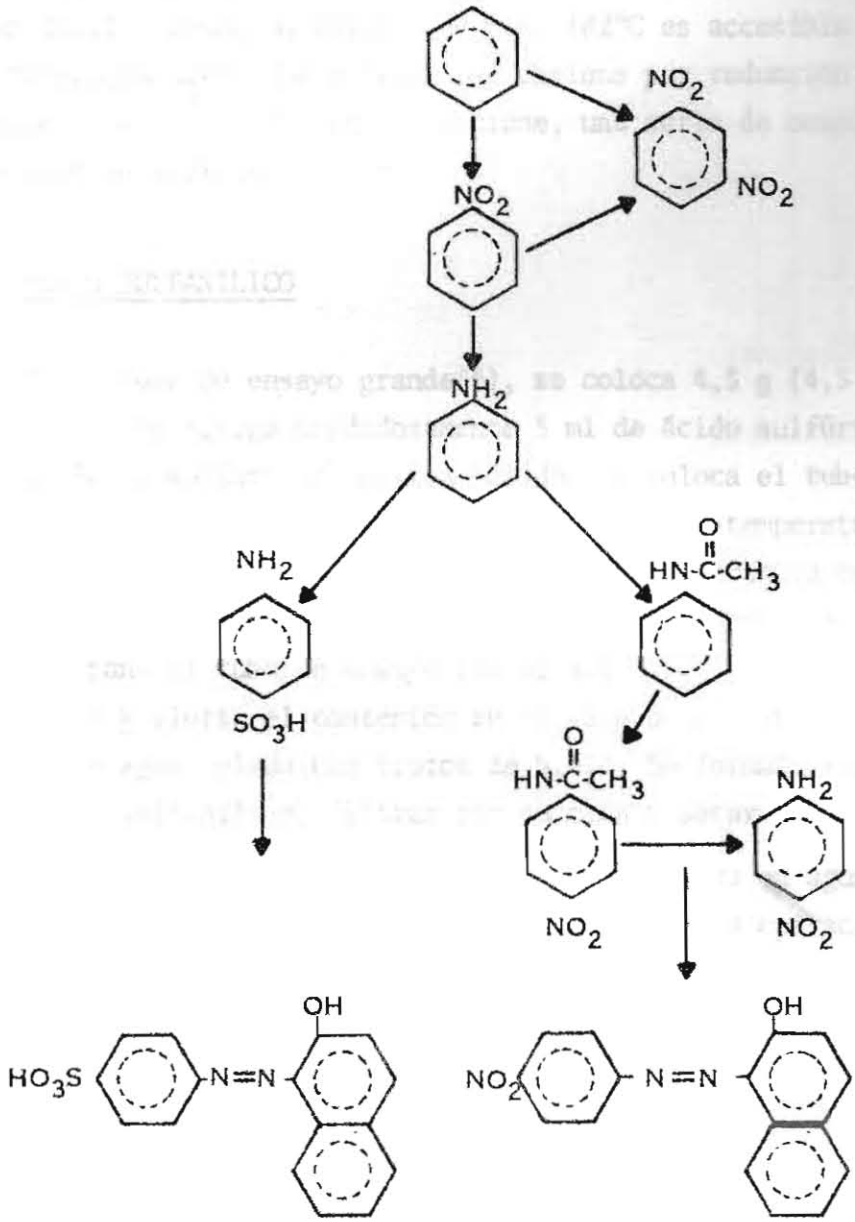
Salicilato de metilo: en un tubo de ensayo colocar 100 a 200mg de ácido salicílico,agregar 3 a 4 gotas de metanol y 3 a 4 gotas de ácido sulfúrico concentrado.

Calentar suavemente y percibir el olor.

Formular la correspodiente reacción'

T R A B A J O E X P E R I M E N T A L 14

UNA SERIE DE SINTESIS ORGANICA



SINTESIS DE UN COLORANTE

Las aminas son compuestos nitrogenados de cáracter básico. Son de importancia en la industria química; se emplean como catalizadores, disolventes, colorantes; medicamentos y como compuesto intermedio en síntesis química. La anilina amina aromática primaria, es una base débil, siendo un líquido de p.e. 182°C es accesible su uso en la experimentación. La anilina se obtiene por reducción del nitrobenceno y a partir de ella se obtiene, una serie de compuestos cuya síntesis se indican.

1. ACIDO SULFANILICO

En un tubo de ensayo grande(*), se coloca 4,5 g (4,5 ml) de anilina y se agrega cuidadosamente 5 ml de ácido sulfúrico conc., se forma sulfato de anilina sólido. Se coloca el tubo en un baño de parafina y se calienta manteniendo la temperatura durante 2 horas, a 180°-190°C, cuidando que la temperatura no sea menor de 170°C. Después de transcurrido el tiempo previsto, retire del baño el tubo de ensayo con el ácido sulfanílico, déjelo enfriar y vierta el contenido en un vaso de precipitados que contiene agua helada con trozos de hielo. Se forman cristales de ácido sulfanílico, filtrar por succión y secar.

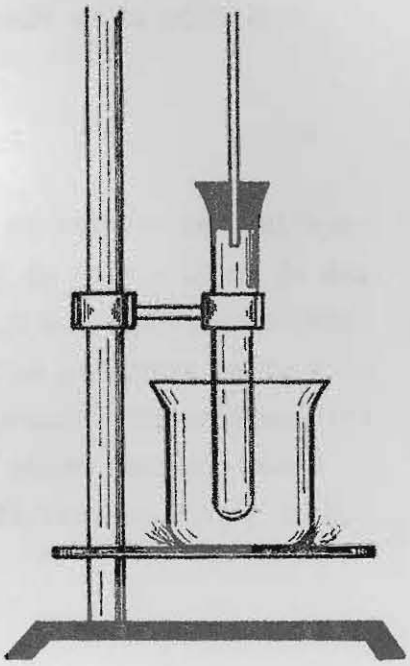
El ácido sulfanílico obtenido se recristaliza en agua a ebullición, decolorando con carbón. Si realiza esta operación el instructor dará las indicaciones correspondientes.

(*) El tubo de ensayo grande, puede ser reemplazado por un balón de 200 ml de capacidad.

NOTA: Realice durante este lapso la preparación de la acetanilida, no olvidando de cuidar la temperatura en donde se prepara el ácido sulfanílico.

2. ACETANILIDA

En un tubo de ensayo provisto de un tubo que actúa como refrigerante a reflujo agregar 4,5 ml de anilina, 7.5 ml de anhídrido acético, 7,5 ml de ácido glacial y 10 miligramos de polvo de zinc (agregar más si la anilina no queda casi incolora). Hervir la mezcla durante treinta minutos y una vez finalizada la reacción, volcar sobre 100 ml de agua preferentemente helada, con agitación. Enfriar bien, si es posible con hielo, filtrar, lavar sobre el filtro con agua, recristalizar en agua y determinar el punto de fusión.



3. o.NITROACETANILIDA

En un vaso de precipitados pequeños colocar 6 ml de ácido sulfúrico concentrado y disolver 2,6 g de acetanilida, agregando en pequeñas porciones y cuidando que la temperatura no exceda de 30°C. Cuando toda la acetanilida se ha disuelto, se enfría alrededor de 0°C introduciéndola en otro vaso que contiene hielo y cloruro de sodio. Mediante una ampolla se agrega gota a gota solución de 3 ml de ácido nítrico concentrado con 3 ml de ácido sulfúrico concentrado, tratando que la temperatura no exceda de 30°C. Después de haber agregado la solución sulfonítrico se retira el vaso del baño de hielo y se deja tomar la temperatura ambiente, durante 30 minutos. Se vuelca el producto de la nitración sobre 50 ml de agua helada con trozos de hielo; la p-nitrocetanilida precipita, se fil-

tra por Buchner y seca. Si se desea separar los vestigios de o-nitroacetanilida que se forma durante la nitración, se recristaliza empleando etanol, La o-nitroacetanilida queda en la solución.

4. o-NITROANILINA

Se obtiene por la hidrólisis del derivado acetilado. La p-nitroacetanilida se coloca en un balón con 30 ml de agua y 10 ml de ácido clorhídrico, se adapta un refrigerante a reflujo y se calienta durante 30 minutos. La p-nitroanilina que se encuentra en la solución en estado de sal de cloruro de p-nitroanilonio, se precipita volcándola sobre 20 ml de agua y luego se añade amoníaco hasta neutralidad. El precipitado bien frío se filtra, se lava y seca. Se recristaliza de agua hirviente.

5. COLORANTE AZOICO

La preparación de un colorante azoico consiste en las siguientes operaciones:

1- la diazotación de una amina primaria aromática.

2- la preparación de una solución de amina romática en ácido diluído, o una solución de sustancia fenólica en álcali diluído.

3- la reacción de ambas soluciones dando lugar a la reacción de copulación con formación de una colorante azoico.

a) NARANJA II

En un vaso de precipitados de 250 ml se prepara una solución de 2,5 g de beta-naftol disuelta en una solución al 4 % de hidróxido de sodio, calentar si es necesario y enfriar en hielo hasta 5°C. En un erlenmeyer disolver 1 g de carbonato de sodio

anhidro en 50 mililitros de agua, agregar 3 g de ácido sulfanílico y calentar hasta disolución si es necesario. Enfriar a menos de 5°C y agregar 1,5 g de nitrito de sodio disueltos en 5 ml de agua y, cuando la temperatura está por debajo de 5°C agregar 2 ml de ácido clorhídrico disuelto en 5 ml de agua, mediante una pipeta, gota a gota y con constante agitación. Agregar lentamente y con agitación esta solución o suspensión de ácido sulfanílico diazotado a la del naftolato de sodio, agregando más solución de hidróxido de sodio si la solución final no es alcalina al tornasol. La copulación tiene lugar: agitar intensamente, agregar 10 g de cloruro de sodio pulverizado y calentar hasta que se disuelva.

Dejar enfriar y filtrar por succión, lavando el precipitado con agua helada, dejar secar sobre el papel de filtro a temperatura ambiente.

b) ROJO DE p-NITROANILINA

Disolver 0,5 g de p-nitroanilina en 1 ml de ácido clorhídrico concentrado, diluir con igual volumen de agua. Se enfría de 0-2°C introduciendo trozos de hielo y se añade lentamente una solución de 0,5 de nitrito de sodio disuelto en 2 ml de agua. Preparar en un tubo de ensayo una solución de 0,75 g de beta-naftol disuelto en 0,2 g de hidróxido de sodio; volcar esta solución fría sobre la solucón de diazonio. El pigmento azoico precipita, filtrar, lavar y secar.

Teñido por desarrollo:

Sumergir un trozo de algodón en la solución de beta-naftol preparado anteriormente, sumergir el algodón impregnado en la solución diazoica de p-nitroanilina.

INFORME

1. Reacciones de síntesis efectuadas: ecuaciones, cálculos de rendimiento, según modelo de informe de una síntesis orgánica.

2. Estructura electrónica del cloruro de anilonio, ácido sulfanílico, acetanilida, p-nitroacetanilida.

3. Discutir las condiciones en que se realiza la diazotación, y la formación del colorante azoico. Explicar el mecanismo de la diazotación.

TRABAJO EXPERIMENTAL N° 15

MACROMOLECULAS

Macromoléculas o polímeros son sustancias de peso molecular elevado, formado por gran número de sustancias de peso molecular bajo, denominadas monómeros, unidas por enlaces covalentes.

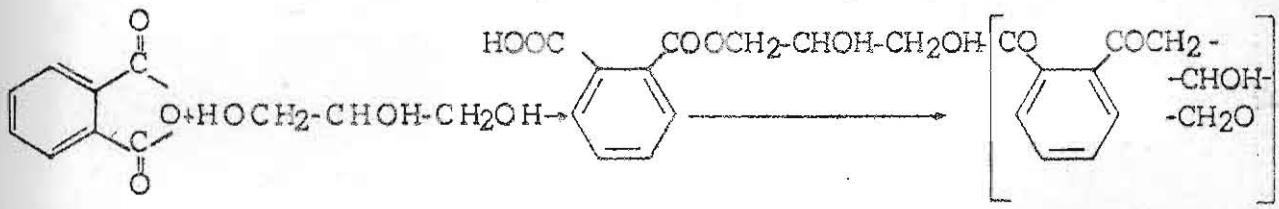
Los polímeros se pueden clasificar en dos grandes grupos, de condensación y de adición.

Polímeros de condensación

Se produce por la pérdida de una molécula simple, por ejemplo agua entre grupos funcionales por ejemplo alcoholes (-OH) y ácidos (-CO OH)

Las resinas de gliptal pertenecen a una clase más general de sustancias polímeras, derivadas de polialcoholes y ácidos polibásicos, y que se conocen con el nombre de resinas alquídicas.

El ácido ftálico y la glicerina sirven de ejemplo de la formación de un éster de este tipo:



Resina Fusible

La esterificación lineal puede continuarse hasta llegar a un polímero de alto peso molecular. Las resinas lineales de este tipo son útiles en la fabricación de pinturas y barnices como plastificantes.

Procedimiento: En una latita de aproximadamente 100 ml se colocan 2 g de glicerina y tres gramos de anhidrido ftálico. Mezclar los materiales con una varilla de vidrio y calentar suavemente sobre tela con pequeña llama.

A medida que la esterificación procede, se observa la pérdida de agua de la reacción. Auméntese el calentamiento en forma gradual, hasta que se ob

serve la formación de burbujas, que hacen aumentar considerablemente el volumen de la masa reaccionante, y hasta que una gota tomada con la punta de la varilla no quede pegajosa y sea frágil. En ese momento se retira el mechero y el líquido espeso se vuelca sobre una superficie lisa y fría (puede ser sobre un azulejo), se deja enfriar. Rómpase la masa quebradiza formada y pulverícese el polímero en un mortero hasta obtener un polvo fino.

Ensayar la solubilidad de este poliéster en acetona, tetracloruro de carbono, tolueno, alcohol metílico, alcohol etílico, empleando aproximadamente 0,2 g de polímero y 4 ó 5 ml de solvente, calentando en baño de agua hasta punto de ebullición del solvente.

(Precaución: los solventes son inflamables)

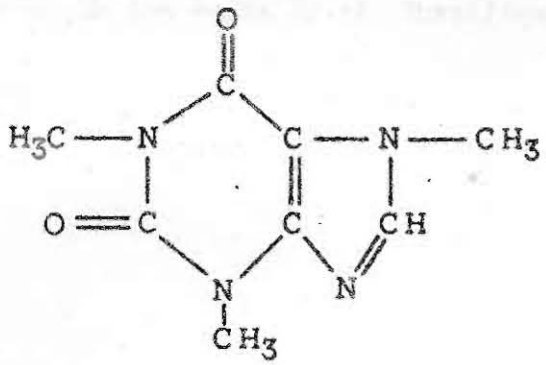
TRABAJO EXPERIMENTAL N° 16

EXTRACCION DE CAFEINA

La extracción con disolventes es ampliamente empleada en Química para aislar productos que se encuentran en la naturaleza y obtener en estado más puro sustancias que se hallan disueltas en otros solventes.

La extracción con agua, metanol, cloroformo, éter, etc. de la corteza, hojas, y flores de muchas plantas permiten obtener alcaloides, pigmentos, esencias etc.

La cafeína es un producto natural perteneciente al grupo de las purinas y que fue aislada por primera vez por Runge en 1820 a partir de los granos de café. Su constitución fue establecida por Médicus y confirmada por E.Fisher:



Se la encuentra distribuída entre varias especies vegetales, entre las cuales pueden mencionarse Caffea arábiga L, (café los granos tostados contienen de 1 al 3%), Thea sinensis L, (té, las hojas verdes secas contienen no más del 3%, té negro 4%), Ilex paraguarensis Sr, Hill (yerba mate, hojas secas de 0 a 1,8%)

El presente trabajo consiste en la aislación de la cafeína del té.

Procedimiento:

. Se hierven 4 g (o dos saquitos) de té en un vaso de 250 ml con 125 ml de agua durante 15 minutos. Luego se agregan 2 ml de una solución de acetato de plomo al té caliente. Se agita la mezcla con una varilla de vidrio y se filtra caliente, al vacío, usando un Buchner.

. Se transfiere el filtrado a un vaso y se concentra hasta 25 ml, se enfría a 25°C, y se agregan 12 ml de cloroformo. Se agita la mezcla resultante y se filtra al vacío.

. Se separan las dos fases con una ampolla, se extrae la fase acuosa 1 vez más con 12 ml de cloroformo.
La fase clorofórmica se seca con cloruro de calcio: cuando está clara se descanta en un erlenmeyer y se destila en baño de agua, el cloroformo se recoge en un erlenmeyer.

. Cuando se ha terminado de destilar el cloroformo se raspan las paredes del balón con una espátula y se determina el rendimiento.

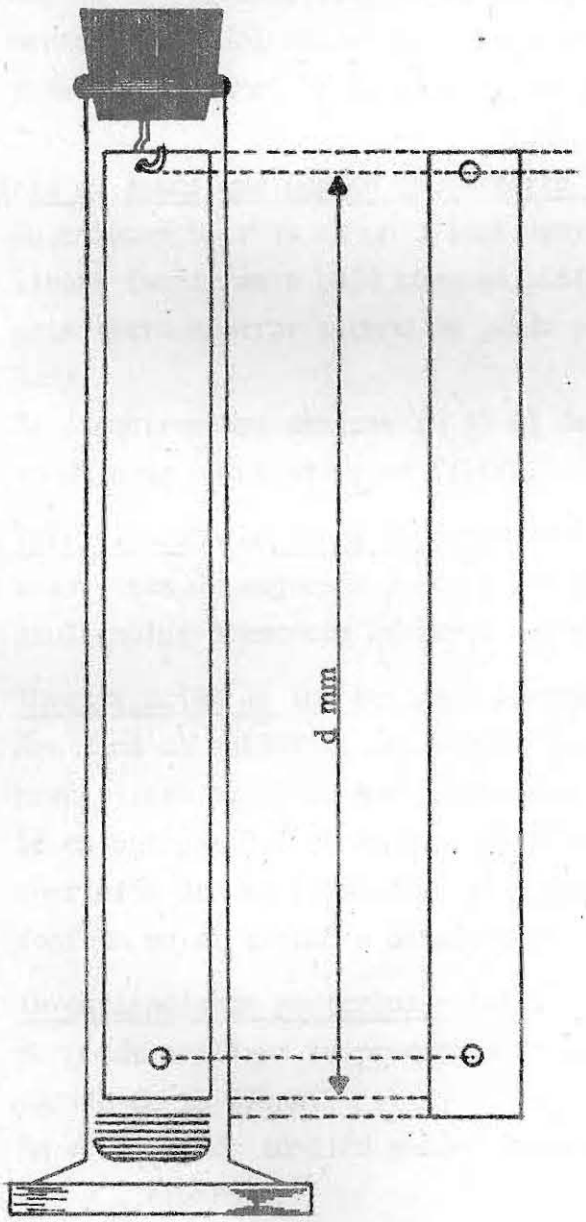
. La cafeína puede recristalizarse por sublimación.

Informe: Confeccione un esquema con los pasos seguidos para extraer la cafeína de las hojas de té. Justifique cada uno de ellos.

TRABAJO EXPERIMENTAL N° 17

ANALISIS DE LOS COMPONENTES DE UNA HIERBA

Extracción de pigmentos de una planta



- En un vaso de 250 ml se colocan 10 g de hojas y 5 ml de acetona, se maceran las hojas con una varilla hasta que la solución tome color verde oscuro.
- Se decanta la solución a un tubo de ensayos seco.

Análisis cromatográfico

- Se realiza en papel Whatman N° 1, utilizando como cuba una probeta de 50 ml bien seca, tapar con un tapón de corcho, al que se le añade un gancho de alambre de aluminio.
- Se colocan 5 ml de solvente de desarrollo que consiste en una solución de éter de petróleo -n. propanol en 199-1.
- Las tiras de papel son de 18 mm de ancho y el largo se adapta a la cuba, marcar el papel a 1,5 cm del borde inferior con lápiz y se siembra la solución acetónica.

- Después de cada gota esperar que seque y cuidar que el diámetro de la gota no pase de 3 mm, el papel sembrado se introduce en la probeta, suspendido por el alambre, de manera que pueda recibir el solvente de desarrollo. Se debe cuidar que el papel quede vertical y que los bordes no estén en contacto con las paredes de la probeta.
- Cuando el solvente llegó a la parte superior del papel aproximadamente a 1 cm del borde, se retira de la cuba, se marca el frente y se determina el R_f de cada pigmento.

Análisis de iones que pueden encontrarse en hierbas

- Se colocan hierbas en un crisol apoyado en un triángulo y se calienta fuertemente bajo campana hasta la obtención de una ceniza gris (para ahorrar tiempo se puede preparar la ceniza con anterioridad).
- Se disuelven las cenizas en 10 ml de ácido nítrico diluído, se hierve durante un minuto y se filtra.

A) Investigación de iones magnesio: A 1 cm^3 del extracto se le añaden unas gotas de magnesón y después exceso de NaOH 1M; un precipitado azul indica presencia de iones magnesio.

B) Investigación de ion fosfato: A unos dos ml del extracto se le añaden 2 ml de molibdato de amonio, que en medio nítrico produce un precipitado amarillo que identifica a los iones fosfato. Una variante es agregar 0,5 ml de un reductor como el $SnCl_2$, que produce la aparición de una coloración azul fuerte cuando están presente iones fosfato en el extracto butanólico del heteropoliácido.

C) Investigaciones posteriores (si hay tiempo suficiente)
Se puede analizar la presencia de iones sodio y potasio por coloración de la llama.
En el filtrado también pueden investigarse la presencia de sulfatos y cloruros.

D) Investigación de cobre: Los iones cúprico catalizan la reducción del ion férrico por el tiosulfato, por lo tanto una solución acuosa de $FeSCN^{2+}$ es decolorada lentamente por el tiosulfato en ausencia

de cobre y rápidamente cuando éste está presente.
A una pequeña muestra de cenizas (sin el agregado del nítrico) se le agrega una gota de solución de $FeSCN^{2+}$ y una de tiosulfato de sodio. Se mide el tiempo y se compara con un ensayo en blanco, (también puede compararse con los tiempos obtenidos usando soluciones de concentraciones conocidas de iones cúprico, realizando así un análisis semicuantitativo).

CROMATOGRAFIA SOBRE PAPEL

Este experimento ilustra un método de separación muy usado en la investigación moderna. Se trata de separar cada uno de los colores que constituye la tinta, cada uno de ellos representa una sustancia diferente y recorre el papel a una velocidad distinta; cuando más distancia se deslice la tinta mayor será la separación observada en los colores individuales.

PROCEDIMIENTO:

- Colocar en una probeta de 100 ml de capacidad, 10 ml de una solución de agua con una gota de alcohol etílico.
- Colgar una tira de papel de filtro (puede utilizarse papel para cromatografía Whatman N° 1) de 2,5 cm de ancho y largo apropiado a 2 cm del borde inferior trazar una banda de tinta empleando pincel (o marcador).
- Sumergir la tira de papel en la probeta en forma tal que quede sumergida 2 ó 3 mm en la solución acuosa, tratando que no toque el borde húmedo de las paredes de la probeta; suspenderla de la parte superior y tapar la probeta (papel de estaño, trozo de vidrio, tapón de corcho).
- La solución hace que la tinta se desplace lentamente hacia arriba del papel de filtro, y cuando la fracción que tienen movimiento más rápido llegue a 2 cm de la parte superior, retirar el papel de filtro y dejarlo secar al aire.

Publicación impresa en el Servicio Reprográfico de la Dirección Nacional de Investigación, Experimentación y Perfeccionamiento Educativo (DIEPE).

Mayo 1978

Reimpresión: 1000 ejemplares