



UNIVERSIDAD DE
SAN BUENAVENTURA
CALI

MANUAL DE PRÁCTICAS DE

QUÍMICA ORGÁNICA APLICADA II

CARLOS DAVID
GRANDE TOVAR

EDWIN
FLÓREZ LÓPEZ

Manual de prácticas de
química orgánica aplicada II



**UNIVERSIDAD DE
SAN BUENAVENTURA
CALI**

Manual de prácticas de química orgánica aplicada II

Carlos David Grande Tovar
Edwin Flórez López

Facultad de Ingeniería
2013

Grande Tovar, Carlos David - Flórez López, Edwin

Manual de prácticas de química orgánica aplicada II / Carlos David Grande Tovar,
Edwin Flórez López.--Cali : Editorial Bonaventuriana, 2013

162 p.

ISBN: 978-958-8785-20-2

1. Química orgánica 2. Química orgánica - Problemas, ejercicios, etc. 3. Química orgánica – Experimentos 4. Química orgánica - Manuales de laboratorio 5. Método de laboratorio 6. Compuestos orgánicos 7. Compuestos aromáticos I. Flórez López, Edwin II. Tít.

547

(D 23)

G751m

©Universidad de San Buenaventura Cali

 Editorial Bonaventuriana

Manual de prácticas de química orgánica aplicada II

©Autores: Carlos David Grande Tovar - Edwin Flórez López
Facultad de Ingeniería Universidad de San Buenaventura Cali
Colombia

© Editorial Bonaventuriana, 2013
Universidad de San Buenaventura Cali
Coordinación Editorial Cali
Calle 117 No. 11 A 62
PBX: 57 (1) 5200299 - 57 (2) 318 22 00 - 57 (2) 488 22
Email: editorial.bonaventuriana@usbrecgen.edu.co
<http://editorialbonaventuriana.edu.co>
Colombia, Sur América

Los autores son responsables del contenido de la presente obra. Prohibida la reproducción total o parcial de este libro por cualquier medio, sin permiso escrito de la Editorial Bonaventuriana.

© Derechos reservados de la Universidad de San Buenaventura.

ISBN: 978-958-8785-20-2

Libro digital

Cumplido el depósito legal. (Ley 44 de 1993, Decreto 460 de 1995 y Decreto 358 de 2000).

Cali, Colombia
2013

Edwin Flórez López, forma parte del Grupo de Investigación de Biotecnología de la Universidad de San Buenaventura Cali. Cargo Post-doctoral en la Facultad de Química de la Universidad Autónoma de México, UNAM., Ciudad Universitaria D.F. C.P. 04510.

Contenido

Introducción.....	13
Práctica 1	21
Reacción de sustitución nucleofílica S_N1 y S_N2 .	
Reactividad de haluros de alquilo. Obtención del ácido fenoxiacético mediante la síntesis de Williamson.	
Práctica 2	33
Estudio de la reactividad de compuestos aromáticos.	
Obtención del Amarillo Martius.	
Sustitución electrofílica aromática.....	
Práctica 3	43
Estudio de la reactividad de compuestos aromáticos.	
Sustitución nucleofílica aromática.	
Síntesis de 2,4-dinitrofenilhidrazina y 2,4-dinitrofenilnilina.	
Práctica 4	53
Compuestos α,β -insaturados: obtención de dibenzalacetona.	
Reacción de condensación de Claisen-Schmidt.	

Práctica 5	63
Obtención de cafeína a partir de té y café.	
Práctica 6	73
Reacción de saponificación. Síntesis de detergentes.	
Práctica 7	83
Síntesis de polímeros.	
Práctica 8	93
Identificación y reactividad de carbohidratos.	
Práctica 9	107
Determinación y cuantificación de vitamina C en muestras de frutas y comprimidos por titulación.	
Anexo 1.....	117
Reactivos peligrosos en el laboratorio.	
Anexo 2.....	129
Material de vidrio y equipos de laboratorio.	
Anexo 3.....	135
Montajes experimentales.	
Anexo 4.....	140
Instrumentos frecuentes en química.	
Bibliografía	157

Introducción

La química del carbono es la encargada del estudio de todos los compuestos formados por este elemento que en la actualidad ascienden a más de 10.000 derivados. El átomo de carbono tiene la capacidad de formar largas cadenas lineales o ramificadas, lo cual da origen a una gran diversidad de compuestos que, además, pueden formar enlaces con otros átomos, lo cual modifica su reactividad y sus propiedades. Por ello, resultaría muy difícil estudiar cada compuesto por separado, razón por la cual se ha procurado agruparlos de acuerdo con características físicas y químicas similares a fin de facilitar su estudio. En esta química se estudian, además, las sustancias responsables de la vida (carbohidratos, lípidos, ácidos nucleicos y proteínas); las sintéticas como fármacos, polímeros, pesticidas, pinturas, jabones, detergentes, perfumes, cosméticos y insecticidas, entre otras. Todo esto demuestra la gran importancia y aplicación que tiene el estudio de la química del carbono, para lo cual se requiere estructurar ese pensamiento científico en el estudiante mediante el seguimiento y aplicación de protocolos basados en el método científico.

Este segundo volumen de la serie Manual de prácticas de química orgánica aplicada, forma parte de una serie de libros en los que se pretende instruir al estudiante para que conozca métodos de síntesis, aislamiento, purificación y caracterización de compuestos orgánicos. En particular, en este tomo, el estudiante

abordará temáticas relacionadas con reacciones de sustitución nucleofílica, sustitución electrofílica aromática, condensaciones aldólicas, extracción de metabolitos de interés farmacológico, síntesis de detergentes a partir de lípidos, obtención de polímeros y análisis de la reactividad de carbohidratos y vitaminas. También se incluyen como anexos fichas de seguridad, montajes experimentales y algunos equipos utilizados actualmente en el campo de la química orgánica. En las siguientes prácticas de laboratorio el estudiante aplicará el conocimiento sobre técnicas de síntesis, aislamiento, purificación y caracterización, junto con un análisis de la reactividad de grupos funcionales y de espectroscopía.

Con este manual se pretende, además, que el estudiante fortalezca su capacidad de observación, interpretación de resultados y elaboración de informes que avalen o refuten una hipótesis, para de esta manera generar conclusiones que sirvan de base para futuras experiencias. Este ejercicio de aplicación del método científico es la clave para la apropiación del conocimiento de la química orgánica por parte del estudiante, lo cual le permitirá avanzar en su camino como investigador e intérprete de resultados y fenómenos presentes en la naturaleza.

Para tener en cuenta durante la práctica

La preparación previa de las prácticas es muy importante para evitar futuros errores durante su desarrollo. Se deben investigar aquellos aspectos que sirven de fundamento para la práctica y sintetizar aquello que se pretende analizar, comprobar o refutar. Si existe una duda, se debe consultar de inmediato al instructor, pues las inseguridades solo conducirán a errores que, incluso, pueden causar accidentes.

La puntualidad en el inicio y finalización de la práctica es muy importante, pero esta depende a su vez de una buena preparación previa a la práctica, consistente en la elaboración de diagramas de flujo en el cuaderno de laboratorio a fin de registrar los datos más importantes y relevantes de la práctica, resultado de mediciones, densidades, masas, volúmenes, concentraciones, cambios de coloración, aparición de precipitados, cálculos de rendimiento, etc. Ello permitirá guardar un registro claro y coherente de los hechos más importantes ocurridos durante el ejercicio, cumpliendo así con las normas de las buenas prácticas de laboratorio.

Se recomienda, además, hacer un buen trabajo en equipo que haga posible la construcción de redes y alianzas de cooperación que faciliten el progreso y la adquisición de resultados positivos, que, en últimas, conducirán al éxito de una compañía, un grupo de investigación o un departamento.

Es importante tener en cuenta que los recursos naturales deben ser utilizados de una manera sostenible y responsable para evitar su agotamiento y evitar el deterioro del medioambiente, razón por la cual todos los residuos y desechos producidos en las prácticas, deben ser tratados antes de ser depositados o vertidos al exterior. En ese sentido, el Anexo 1 presenta una tabla con los reactivos empleados en todas las prácticas y una descripción de sus principales características y formas de desactivación.

Durante la práctica de laboratorio, todas las personas deben usar la bata de laboratorio abotonada, guantes de nitrilo acordes con el tipo de sustancia que se vaya a emplear a fin de evitar accidentes como quemaduras y cortadas y gafas de seguridad para proteger los ojos de cualquier salpicadura. No se deben calzar sandalias ni chanclas, sino zapatos cerrados antideslizantes. El vestuario debe estar compuesto por ropa gruesa y larga que evite cualquier tipo de contacto con salpicaduras de reactivos químicos. Nunca usar vestidos, pantalones cortos ni exhibir joyas. El cabello deberá estar siempre recogido. Recuerde que estas recomendaciones son obligatorias.

Otras advertencias importantes son no comer, beber, fumar o mascar chicle durante la ejecución de la práctica, así como no correr, jugar, empujarse o arrojar líquidos por broma ya que estas conductas pueden desembocar en lesiones graves. En caso de alarma, no gritar ni causar pánico; por el contrario, informar inmediatamente al instructor y estar atento a sus instrucciones y recomendaciones. Nunca se debe pipetear con la boca ya que esto puede producir contaminación en quien lo hace, sin importar que la pipeta haya sido lavada previamente. Es posible que después de este procedimiento queden residuos de productos químicos. No manipular un reactivo sin conocer su ficha técnica o grado de peligrosidad y dar aviso inmediato de cualquier derrame de sustancias químicas en el laboratorio. No usar equipo alguno de laboratorio sin haber recibido antes una instrucción acerca de su manejo.

Finalmente, las mujeres embarazadas no deben manipular sustancias tóxicas de ningún tipo, amén de informar sobre su estado al instructor para recibir las adecuadas instrucciones a fin de evitar cualquier peligro para el futuro bebé.

El informe se debe preparar con la debida anticipación para ajustar el marco teórico, los resultados y el análisis de forma adecuada, de manera que reflejen un correcto análisis, el planteamiento de los resultados y las conclusiones. Con este fin se ha elaborado una guía para la presentación de informes que contiene las pautas para la correcta presentación de los datos y los resultados en un informe tipo artículo. A continuación se describe la guía de presentación.

El informe de la práctica de laboratorio se debe presentar por grupos conformados desde el inicio del curso por máximo tres estudiantes y todos deben aportar a su elaboración. Recuerde que para la introducción y marco teórico no se debe copiar textualmente la literatura, sino hacer un análisis cuidadoso y redactar una idea con base en lo leído y al final citar la referencia. Evite el parafraseo y el plagio. El informe se presentará bajo el formato tipo artículo cuya estructura se describirá a continuación:

- Máximo cinco páginas tamaño carta (21,59 cm de ancho y 27,94 cm de alto), interlineado sencillo, contenido a doble columna (7,5 cm de ancho de columna), fuente Arial once puntos, márgenes de tres centímetros en el borde superior, dos en el inferior y dos y medio en las márgenes laterales.
- El título en Arial once puntos, en mayúscula, centrado y en negrita. No debe exceder las quince palabras.
- La información del autor o los autores debe ir debajo del título a dos interlíneas, en mayúscula e incluir el primer y segundo nombre (si lo tiene), primer apellido e inicial del segundo (si lo tiene y seguido de un punto) y centrado.

Título. Debe ser centrado y debe reflejar el objetivo principal de la práctica, es decir, debe estar alineado con lo que se pretende medir, obtener o analizar en la práctica. La idea es que los estudiantes propongan el título de la práctica.

Por ejemplo si el objetivo de la práctica es analizar la reactividad de los haluros de alquilo, el título de la práctica debería ser “análisis de la reactividad de haluros de alquilo”.

1. Autores e institución de origen. Los autores del informe se deben escribir en orden alfabético, en forma continua y con el siguiente formato:

- El primer apellido, todo en mayúsculas.
- El segundo apellido sólo se escribe su inicial en mayúscula y se cierra con un punto y se separa por una coma.
- El nombre inicia con mayúscula y el resto del nombre en minúscula.
- Cada integrante debe ir separado del otro por punto y coma.
- La institución a la que pertenecen se debe escribir justo después de citar a los integrantes y debe ser lo suficientemente específica.

2. Fecha de recepción. La fecha de recepción se escribe dos líneas después de haber finalizado los autores y no debe ir precedida por ningún título.

3. Palabras clave. Se escriben de 3 a 5 palabras clave que permiten la identificación del contenido del informe.

4. Resumen. Se escribe de forma impersonal para resaltar los aspectos más relevantes del trabajo como los objetivos, la metodología, las conclusiones y los resultados de la investigación de una manera muy breve y directa.

5. Introducción. En esta sección se deben responder preguntas como por qué y para qué se hizo la experimentación. Se debe incluir el marco teórico y un resumen de los principales estudios previos o antecedentes a la experiencia y su relevancia para el avance del campo respectivo y la aplicación en el área. Además, se deben discutir los alcances, las limitaciones y la metodología empleada de una manera muy breve. No incluye aspectos como las conclusiones, resultados y discusión del trabajo.

6. Datos, cálculos y resultados. Se deben reportar con las cifras significativas apropiadas, de acuerdo con los datos de origen; es decir, de los obtenidos a partir de las mediciones, los cuales están condicionados a la precisión de los instrumentos. Las ecuaciones se deben escribir usando un editor de ecuaciones y se reportarán en orden de aparición, al lado derecho de la ecuación entre paréntesis y abreviado (Ec. 1). Los resultados incluyen la siguiente información:

- Datos primarios: valores medidos, masas obtenidas, etc.
- Cálculos: presentar una muestra de cálculo a partir de los datos primarios. Por ejemplo: cálculo del porcentaje de error de una medición, etc.
- Resultados: corresponde a observaciones obtenidas del experimento o los valores obtenidos a partir de un cálculo.
- Se redacta de forma impersonal. Por ejemplo: se elaboró, se encontró, se obtuvo, etc.
- Involucra la presentación de tablas, gráficos y figuras de los resultados.

Tablas

Son conjuntos de números, valores, unidades y datos relacionados entre sí, presentados en forma de columnas para facilitar su interpretación. Se uti-

lizan asteriscos y notas explicativas al pie de la tabla para hacer una breve descripción.

Figuras

Pertencen a este grupo los esquemas, diagramas, organigramas, mapas y otros objetos gráficos que se utilizan para explicar la información pertinente al informe. De nuevo, para explicar algún elemento pertinente de la figura se hace como nota al pie de la figura.

7. Análisis de resultados. Se presenta la discusión de los resultados obtenidos durante la práctica. Se trata de analizar, el significado y la utilidad de los resultados obtenidos. Comparar los resultados con los conceptos, datos y resultados reportados en la literatura, por los autores o investigadores. Deben aparecer las ecuaciones químicas de las reacciones llevadas a cabo durante la práctica y su discusión, correctamente balanceadas utilizando estructuras químicas que se deben dibujar con algún software disponible para esta función (generalmente chemdraw) como esquemas, las cuales deben llevar el mismo tamaño y tipo de letra del texto y excelente legibilidad del esquema a fin de incorporarlo al documento. Algunas preguntas, como las siguientes y las que aparecen en la guía de cada práctica, pueden ayudar a enfocar la discusión o análisis de los resultados:

- ¿Los resultados obtenidos son consistentes con los reportados en la teoría?
- ¿Se cumplieron los objetivos propuestos en la práctica?
- ¿Cuáles fueron las posibles causas de error? Mencionar las posibles fuentes de error que afectaron el valor de los resultados obtenidos; por ejemplo, errores asociados a las limitaciones instrumentales o errores humanos que involucran la capacidad de observación en una escala de medida, etc.

8. Conclusiones. Deben estar relacionadas con los objetivos definidos para la práctica. Incluir como mínimo tres conclusiones. Las conclusiones presentan de forma objetiva, lógica, coherente y ordenada los resultados de la investigación. No se hacen recomendaciones de ningún tipo dentro de las conclusiones.

9. Bibliografía. Corresponden a las referencias bibliográficas de los libros, artículos científicos, direcciones electrónicas, etc., que se hayan consultado para el trabajo. Se usarán las normas APA, las cuales se pueden aplicar directamente con una herramienta de Word 2010. En este punto es necesario que el instructor le explique cómo utilizar la herramienta de inserción de citas bibliográficas. Estas deben ser claras y completas. Como mínimo, deben citar una referencia

de libros de química, aparte de las referencias de páginas web. El formato para citar las referencias es el siguiente:

Para libros:

Los libros según las normas APA se deben citar dentro del texto una vez se hayan utilizado ideas de otra fuente, redactadas de manera propia, entre paréntesis como se muestra a continuación:

(Durán Ramírez, Moncada Durango, Rodríguez Rondón, Rey Obando, y Chamorro Viveros, 2007)

La cita en la sección de referencias aparecerá de manera automática organizada por orden alfabético de los autores de la siguiente manera:

Durán Ramírez, F., Moncada Durango, E., Rodríguez Rondón, G. A., Rey Obando, A. M., y Chamorro

Viveros, D. R. (2007). Frutas que curan. Bogotá, Colombia: Grupo Latino Editores.

Para artículos de revistas científicas

Los artículos de revistas científicas se deben citar entre paréntesis una vez finalice la idea que extrajo de otra fuente, redactada en sus propias palabras como sigue: (Montagnac, Davis, y Tanumihardjo, 2009), la cual aparecerá en la sección de bibliografía de la siguiente manera:

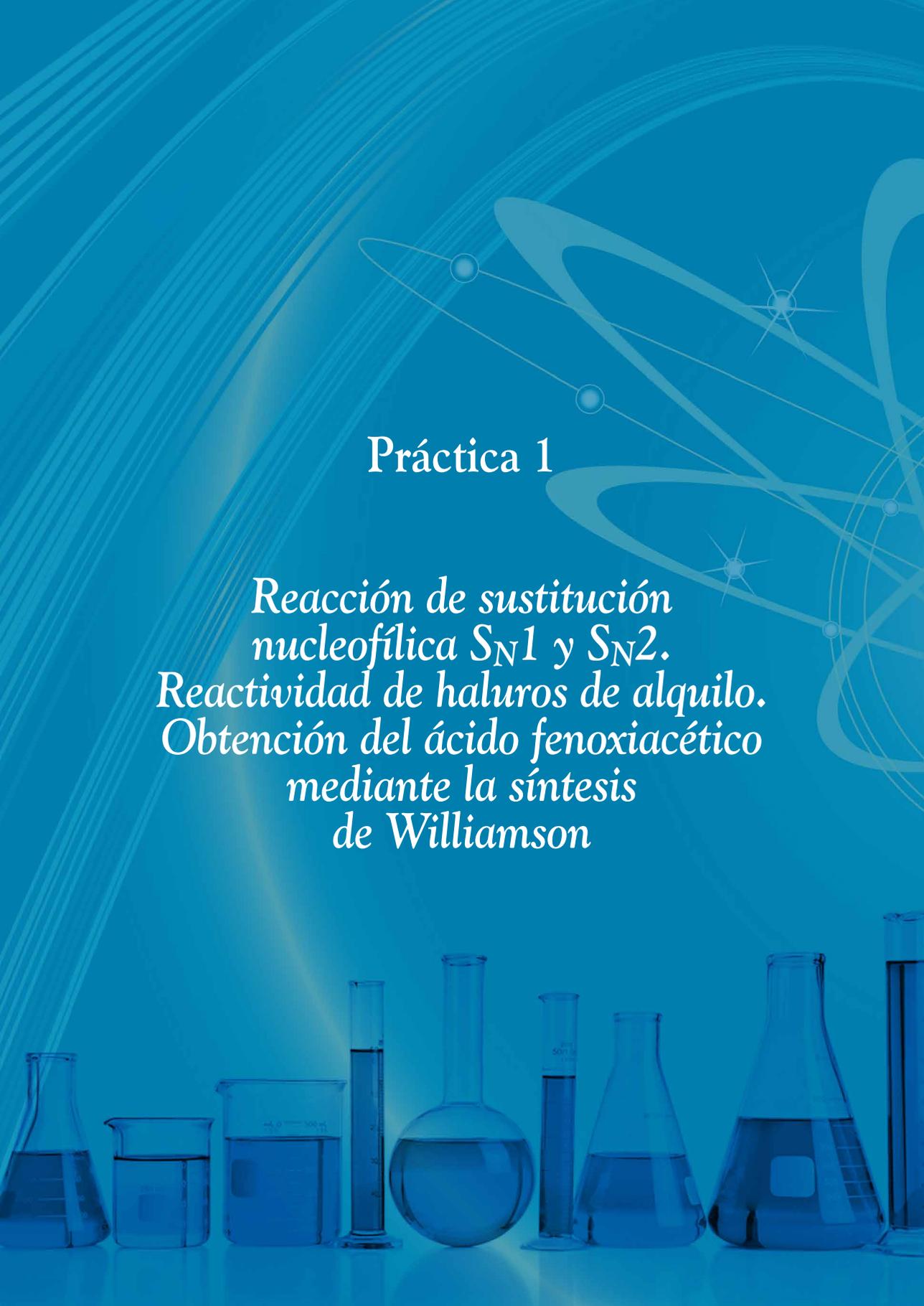
Montagnac, J. A., Davis, C. R., y Tanumihardjo, S. A. (2009). Nutritional Value of Cassava for Use as a Staple Food and Recent Advances for Improvement. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food safety*, 8, 181-194.

Para documentos de páginas web

El texto se cita de nuevo entre paréntesis una vez finalizado el texto así: (Favier, 1977).

El cual aparecerá en la sección de bibliografía de la siguiente manera:

Favier, J. C. (1977). Valeur alimentaire de deux aliments de base africains: le manioc et le sorgho. (O. (. Outre-mer)., Ed.) Recuperado el 7 de diciembre de 2008, de <http://www.congoforum.be/upldocs/manioc.pdf>



Práctica 1

*Reacción de sustitución
nucleofílica S_N1 y S_N2 .
Reactividad de haluros de alquilo.
Obtención del ácido fenoxiacético
mediante la síntesis
de Williamson*



Objetivos

- Ejemplificar una reacción de sustitución nucleofílica alifática bimolecular (S_N2).
- Sintetizar el ácido fenoxiacético mediante la síntesis de Williamson.
- Analizar la variación en el rendimiento de la reacción con respecto al cambio del tiempo del calentamiento y la concentración de uno de los reactivos.

Introducción

Los compuestos orgánicos se agrupan en familias con base en sus grupos funcionales. Una de las más importantes son los halogenuros de alquilo, muy útiles al ser materias primas versátiles para preparar otros grupos de familias de compuestos orgánicos (Carey F. C., 2006).

Los halogenuros de alquilo presentan una fórmula general R-X, donde R es un grupo alquilo y X un átomo de halógeno, el cual puede ser F, Cl, Br o I. Los halogenuros de alquilo se clasifican de acuerdo con el tipo de carbono que está anclado al halógeno (Morrison y Boyd, 1998) (Figura 1):

relacionados, como por ejemplo, aquellos que posean el mismo átomo central (Morrison y Boyd, 1998).

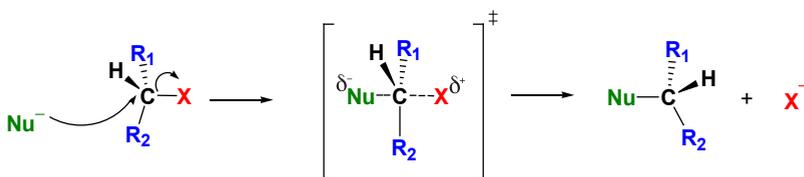
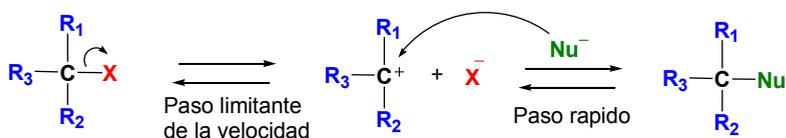
Debido a la gran versatilidad de las reacciones de sustitución nucleofílica, es posible preparar muchos productos a partir de los halogenuros de alquilo. En la Tabla 1 se ven algunos nucleófilos comunes en orden aproximado de reactividad (McMurry J. , 2001).

Tabla 1
Nucleófilos más comunes en orden de reactividad

Estructura	Nombre
$\text{CH}_3\ddot{\text{S}}^-$	Metanotiolato
$\ddot{\text{S}}\text{H}^-$	Hidrosulfuro
$\text{N}\equiv\text{C}^-$	Cianuro
$:\text{N}=\text{N}=\text{N}:^-$	Azida
$:\ddot{\text{I}}^-$	Yoduro
$\text{CH}_3\ddot{\text{O}}^-$	Metóxido
$\ddot{\text{O}}\text{H}^-$	Hidróxido
$:\ddot{\text{Cl}}^-$	Cloruro
$:\text{NH}_3$	Amoniac
CH_3COO^-	Acetato
$(\text{CH}_3)_3\text{N}:$	Trimetilamina
H^-	Hidruro

Mediante observaciones experimentales, se encontró que la reacción de sustitución nucleofílica alifática se lleva a cabo mediante dos mecanismos. El primero, involucra la sustitución nucleofílica bimolecular S_N2 , en la cual están involucrados tanto el halogenuro de alquilo como el nucleófilo en el paso clave de la reacción. El segundo es la sustitución nucleofílica unimolecular S_N1 , el cual involucra en el paso clave de la reacción solo el halogenuro de alquilo. A continuación se ilustran cada uno de los mecanismos.

Figura 3

Mecanismos de sustitución nucleofílica, S_N1 y S_N2**Mecanismo S_N2****Mecanismo S_N1**

Fuente: (Morrison y Boyd, 1998); (Carey F. C., 2006)

Como se observa, cada uno de los mecanismos de reacción tiene su particularidad. A continuación se hace una comparación entre los aspectos más importantes de cada uno de ellos (Carey F. C., 2006).

Tabla 2

Comparación de los mecanismos S_N1 y S_N2 de sustitución nucleofílica en halogenuros de alquilo.

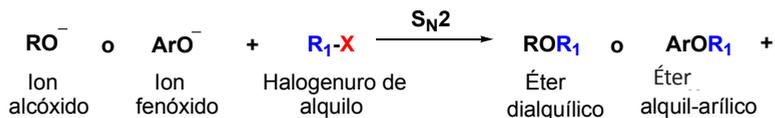
S _N 1	S _N 2
La reacción se efectúa mediante dos pasos: la ionización del halogenuro de alquilo y formación de un carbocatión (etapa determinante de la reacción), y el ataque del nucleófilo al carbocatión.	La reacción se efectúa en un solo paso mediante el cual la formación y ruptura del enlace se da en forma sincrónica sin la formación de intermediarios.
La cinética de la reacción es de primer orden: $V = k[R-X]$	La cinética de la reacción es de segundo orden: $V = k[R-X][Nu^-]$
La reactividad relativa de los grupos salientes sigue el siguiente orden: RI > RBr > RCl > > RF.	La reactividad relativa de los grupos salientes sigue el siguiente orden: RI > RBr > RCl > > RF.

S _N 1	S _N 2
La reacción se efectúa mediante dos pasos: la ionización del halogenuro de alquilo y formación de un carbocatión (etapa determinante de la reacción), y el ataque del nucleófilo al carbocatión.	La reacción se efectúa en un solo paso mediante el cual la formación y ruptura del enlace se da en forma sincrónica sin la formación de intermediarios.
La velocidad es regida por la estabilidad del carbocatión que se forma en el paso determinante de la reacción. Los halogenuros de alquilo terciarios solo pueden reaccionar por el mecanismo S _N 1. Reactividad de los halogenuros de alquilo en el mecanismo S _N 1: R ₃ CX > R ₂ CHX > RCH ₂ X > CH ₃ X.	La velocidad es regida por efectos estéricos (impedimento en el estado de transición). Los halogenuros de metilo y de alquilo primarios pueden reaccionar solo por el mecanismo S _N 2. Reactividad de los halogenuros de alquilo en el mecanismo S _N 2: CH ₃ X > RCH ₂ X > R ₂ CHX > R ₃ CX.
La velocidad de la sustitución no depende de la concentración ni de la naturaleza del nucleófilo. La participación del nucleófilo se observa después del paso clave de la reacción.	La velocidad depende tanto de la naturaleza del nucleófilo como de su concentración.
La velocidad aumenta con la polaridad creciente del disolvente mediada por su constante dieléctrica ε.	Las velocidades de sustitución se ven incrementadas con el empleo de disolventes polares apróticos; el nucleófilo presenta una mínima solvatación y aumenta el carácter nucleofílico.
La reacción no es estereoespecífica: la racemización acompaña la inversión cuando el grupo saliente está localizado en un centro de quiralidad.	La reacción es estereoespecífica: se efectúa la inversión completa de la configuración. El ataque nucleofílico se lleva a cabo por el lado opuesto al que se encuentra el grupo saliente.
El carbocatión intermediario puede experimentar rearrreglos	Al no existir carbocationes intermediarios, no hay posibilidad de que se efectúen rearrreglos.

La síntesis de éteres de Williamson, ha sido uno de los métodos más empleados para obtener este tipo de compuestos (Figura 4). Este método se basa en la reacción entre un halogenuro de alquilo (R-X) y un ión alcoxido (RO⁻) o un ión fenoxido (ArO⁻), a través de una sustitución nucleofílica alifática bimolecular S_N2. Esta síntesis se ve mejorada cuando en los sustratos se encuentran halogenuros de metilo o halogenuros de alquilo primarios. A pesar de que la

síntesis de Williamson se descubrió hace más de un siglo (1850), ha sido uno de los mejores métodos para obtener éteres simétricos y éteres asimétricos (Wade L. G., 2004).

Figura 4
Esquema general de la síntesis de éteres de Williamson



Fuente: (Kurti y Czako, 2005)

Materiales

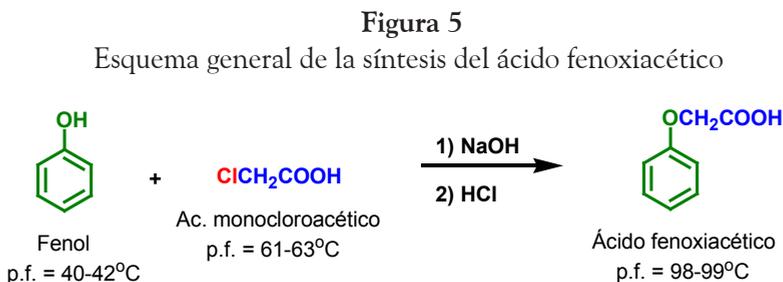
- Un baño de hielo.
- Un baño maría eléctrico.
- Un agitador de vidrio.
- Una probeta graduada de 25 ml.
- Un matraz Erlenmeyer de 125 ml.
- Unas pinzas de tres dedos con nuez.
- Un vidrio de reloj.
- Un refrigerante con mangueras.
- Una pipeta graduada de 10 ml.
- Un vaso de precipitados de 150 ml.
- Un matraz Erlenmeyer de 50 ml con corcho.
- Un vaso de precipitados de 250 ml.
- Un embudo Buchner con alargadera.
- Un matraz Kitasato con manguera.
- Un embudo de separación con tapón.
- Una espátula.
- Un matraz pera de una boca.

Reactivos

- 0,5 g de fenol.
- 2,5 ml de una disolución de NaOH al 33 %.
- 0,5 g de ácido monocloroacético.
- 5,0 ml de HCl concentrado.
- 15 ml de éter etílico.
- 7,5 ml de una disolución de carbonato de sodio al 15 %.

Protocolo

La siguiente práctica fue adaptada de la literatura: (Vogel, 1966), (Ávila-Zarraga, Manrique-García, y García-Gavilán, 2009).



Fuente: (Ávila-Zarraga, Manrique-García, y García-Gavilán, 2009)

Con el objetivo de analizar el cambio que se presenta en el rendimiento de la reacción (obtención de ácido fenoxiacético) en relación con la variación del hidróxido de sodio y del tiempo de calentamiento, la obtención del producto final se efectuará variando las condiciones de reacción, de acuerdo con el siguiente Cuadro:

Tiempo de calentamiento			
Disol. NaOH 33 %	10 min.	15 min.	20 min.
Cantidades estequiométricas			
1,0			
1,5			
2,0			
2,5			

Se disuelven en un matraz 0.5 g de fenol en la cantidad asignada de disolución de hidróxido de sodio al 33 % P/V, como lo indica la Tabla anterior. El matraz se cierra con un tapón de corcho y se agita durante dos minutos. Seguidamente, se agregan 0.5 g de ácido monocloroacético, se tapa de nuevo el matraz y se agita por dos minutos más (si la mezcla forma una emulsión o no se disuelve adecuadamente, agregar de 1 a 3 ml de agua). Una vez se homogeniza la solución, se retira el tapón y el matraz se lleva a un baño María equipado con un sistema de reflujo; la mezcla de reacción se calienta por el tiempo indicado por la Tabla. Después de este tiempo, se deja enfriar, se diluye con 5 ml de agua y se acidula con ácido clorhídrico concentrado hasta obtener un pH de 3. Una vez se tiene este valor, se siguen los siguientes pasos:

1. La mezcla se vierte a un embudo de separación y se extrae con éter etílico (3 x 5 ml). Se juntan los extractos orgánicos y se vierten en otro embudo de separación.:
2. La fase orgánica (los extractos etéreos), se lavan con agua (3 x 5 ml).
3. La fase orgánica se extrae con una disolución de Na_2CO_3 al 15 % (3 x 2.5 ml).
4. La fase orgánica alcalina se acidula con ácido clorhídrico concentrado hasta obtener un pH de 1. La disolución se enfría en un baño agua-hielo para favorecer la precipitación del producto. El sólido obtenido se filtra al vacío, se lava con agua destilada, se seca y se determinan el punto de fusión y su rendimiento.

Los resultados se registran en el cuadro y mediante la elaboración de una gráfica con todos los resultados obtenidos por el grupo, se determina la cantidad de hidróxido de sodio y el tiempo de reacción necesarios para lograr el mayor rendimiento del producto.

Cuestionario

1. ¿Qué reacción se efectúa entre el fenol y el hidróxido de sodio?
2. ¿Cuál es la reacción entre el ácido monocloroacético y el hidróxido de sodio?
3. Escriba el mecanismo de reacción de la reacción que se hizo en esta práctica.
4. Efectué los cálculos necesarios para obtener la cantidad teórica de NaOH al 33 % P/V solicitada para que la reacción se realice cuantitativamente.

5. ¿Qué sucedería si se llega a utilizar una cantidad menor de NaOH a la cantidad estequiométrica empleada?
6. Mediante un diagrama de flujo explique la manera como se debe efectuar el proceso de aislamiento o purificación del producto obtenido.
7. En el proceso de purificación del producto, se hizo una extracción ácido-base empleando una disolución de Na_2CO_3 al 15 % como disolvente activo, ¿Qué ocurriría si se emplea una disolución diluida de NaOH?
8. Con base en los resultados experimentales obtenidos por todo el grupo, ¿cuáles deberían ser las condiciones de reacción acordes para obtener el mayor rendimiento del producto obtenido? Sustente su respuesta.
9. ¿Qué diferencia existe entre una especie básica y una especie nucleofílica?
10. ¿Qué otros grupos salientes se pueden emplear en una reacción de sustitución nucleofílica alifática? Escriba una reacción de cada uno de ellos ejemplificándolos.
11. ¿Cómo se puede explicar la estabilidad de los carbocationes?
12. ¿Por qué se dice que la velocidad de reacción en la sustitución nucleofílica bimolecular S_N2 es susceptible a factores estéricos?
13. ¿Cuáles son los métodos empleados a nivel de laboratorio para la obtención de halogenuros de alquilo?
14. ¿Cuáles son las aplicaciones industriales de este tipo de compuestos?

Práctica 2

*Estudio de la reactividad
de compuestos aromáticos.
obtención del
Amarillo Martius:
Sustitución electrofílica
aromática*



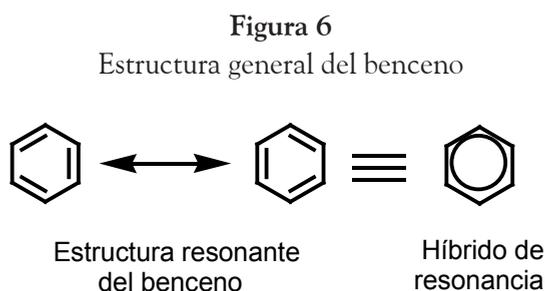
Objetivos

- Ejemplificar una reacción de sustitución electrofílica aromática S_{EA} , mediante la nitración indirecta del 1-naftol para obtener un compuesto dinitrado.
- Obtener un compuesto disulfonado a partir de la sulfonación del 1-naftol.
- Obtener el colorante artificial Amarillo Martius, mediante el intercambio de los grupos sulfónicos en el compuesto disulfonado por los grupos nitros en el compuesto 2,4-dinitro-1-naftol, para posteriormente obtener la sal por reacción con hidróxido de amonio

Introducción

Los compuestos aromáticos son hidrocarburos derivados del benceno. El benceno se caracteriza por una estabilidad poco usual que viene dada por la particular disposición de los dobles enlaces conjugados. Estos compuestos recibieron en principio este nombre debido a los olores intensos, normalmente agradables, que presentan en su mayoría. El nombre genérico de los hidrocarburos aromáticos mono y policíclicos es “areno” y los radicales derivados de ellos se llaman

radicales “arilo”, compuestos todos derivados del benceno. El benceno es una molécula cíclica, con forma hexagonal y un orden de enlace intermedio entre un enlace sencillo y un enlace doble. Hechos experimentales comprueban que los enlaces en esta molécula son equivalentes, de ahí que el benceno se represente como una estructura resonante entre las dos fórmulas propuestas por Kekulé (figura 6) (Carey F. C., 2006), (McMurry J. , 2001), (Morrison y Boyd 1998):



Fuente: los autores

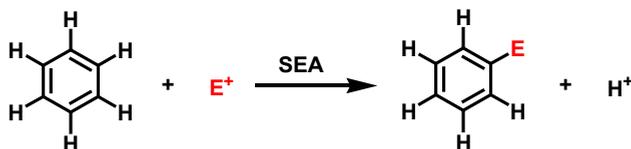
Para que un compuesto orgánico sea considerado aromático debe cumplir las siguientes características (McMurry J. , 2001):

1. Ser cíclico, plano y conjugado.
2. Presentar una estabilidad inusual. El benceno, por ejemplo, tiene un calor de hidrogenación de 150 kJ/mol, menos que el que podría esperarse para el ciclohexatrieno.
3. Tener un número de Hückel de electrones π , $4n + 2$, deslocalizados sobre el anillo aromático.
4. Reaccionar con electrófilos para dar productos de sustitución en los que se retiene la conjugación cíclica, en lugar de productos de adición en los cuales aquella se pierde.

Cuando un sistema π rico en electrones, por ejemplo, un anillo aromático, reacciona con un electrófilo (E^+), se efectúa una reacción que se denominada sustitución electrofílica aromática (S_EA) en la cual el electrófilo, especie hábida de electrones, sustituye un hidrógeno del sistema aromático:

Figura 7

Esquema general de la reacción de sustitución electrofílica aromática

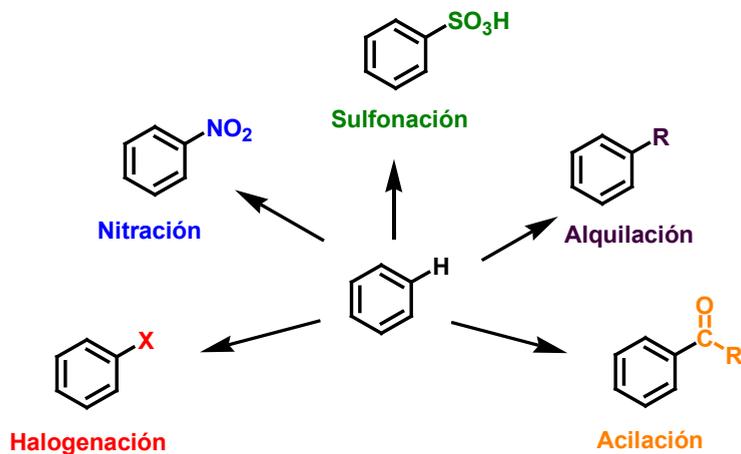


Fuente: los autores

Se pueden introducir en el anillo aromático muchos sustituyentes diferentes por reacciones electrofílicas de sustitución. Si seleccionamos los reactivos apropiados, es posible halogenar el anillo aromático (sustituirlo con un halógeno: $-\text{F}$, $-\text{Cl}$, $-\text{Br}$, $-\text{I}$); nitrarlo (reemplazarlo con un grupo nitró: $-\text{NO}_2$); sulfonarlo (cambiarlo por un grupo sulfónico: $-\text{SO}_3\text{H}$); alquilarlo (sustituirlo con un grupo alquilo: $-\text{R}$); o acilarlo (reemplazarlo con un grupo acilo: $-\text{COR}$). Podemos partir de materias primas sencillas y preparar miles de compuestos aromáticos sustituidos (McMurry J., 2001).

Figura 8

Esquema general de la reacción de sustitución electrofílica aromática

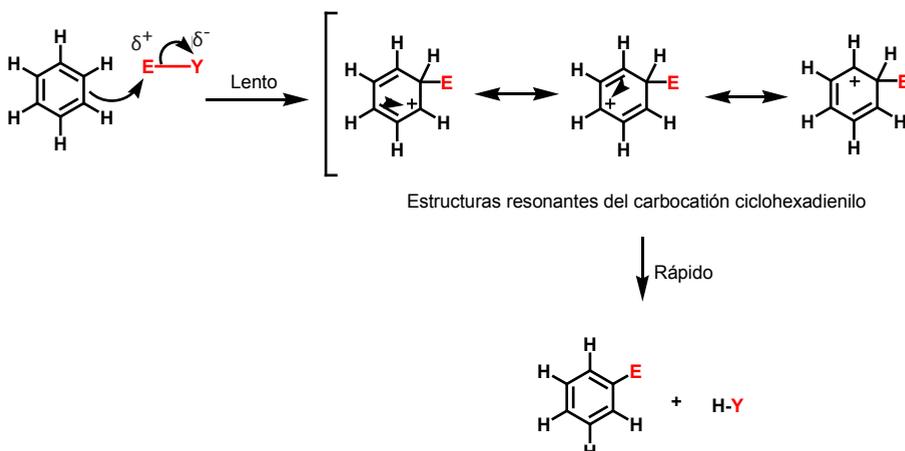


Fuente: (McMurry J., 2001).

El mecanismo de reacción mediante el cual ocurren todas estas transformaciones es muy similar (Figura 9). En el primer paso de la reacción, un electrófilo acepta un par de electrones del sistema π del benceno para formar un carbocatión. El carbocatión formado en este paso es un ion arenio o catión ciclohexadienilo. Es un carbocatión alílico estabilizado por la deslocalización electrónica representada por la resonancia entre las estructuras contribuyentes. Una vez formado, el catión ciclohexadienilo pierde rápidamente un protón, se restablece la aromaticidad del anillo y se forma el producto de sustitución electrofílica aromática (Carey F. C., 2006).

Figura 9

Mecanismo de la sustitución electrofílica aromática



Fuente: (Carey F. C., 2006).

Cuando los anillos aromáticos presentan sustituyentes, es posible que estos “activen” o “desactiven” el anillo aromático hacia la sustitución electrofílica aromática y a su vez el sustituyente tiende a dirigir la sustitución a posiciones específicas (Wade L. G., 2004), (McMurry J., 2001). En la Tabla 3 se resume la orientación y los efectos en la velocidad de las reacciones de sustitución electrofílica aromática para una variedad de sustituyentes. Las características principales de la tabla se muestran a continuación (Carey F. C., 2006).

1. Todos los sustituyentes activadores son directores *orto* y *para*.

- Los sustituyentes halógenos son ligeramente desactivadores, pero son directores *orto* y *para*.
- Los sustituyentes fuertemente desactivadores son directores *meta*.

Tabla 3
Clasificación de los sustituyentes para la reacciones de sustitución electrofílica aromática (S_EA)

Activadores		Desactivadores	
Sustituyente	Efecto de la orientación	Sustituyente	Efecto de la orientación
$\ddot{\text{N}}\text{H}_2$ (Amino)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>	$-\text{X}=\text{F, Cl, Br, I}$ (Halogeno)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>
$\ddot{\text{N}}\text{R}$ (Alquilamino)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>	$-\text{CH}_2\text{X}$ (Halometilo)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>
$\ddot{\text{N}}\text{R}_2$ (Dialquilamino)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ -\text{CH} \end{array}$ (Formilo)	Director <i>meta</i>
$\ddot{\text{O}}\text{H}$ (Hidroxilo)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ -\text{CR} \end{array}$ (Acilo)	Director <i>meta</i>
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \ddot{\text{N}}\text{HCR} \end{array}$ (Acilamino)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ -\text{COH} \end{array}$ (Ácido carboxílico)	Director <i>meta</i>
$\begin{array}{c} \ddot{\text{O}} \\ \\ -\text{OR} \end{array}$ (Alcoxi)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ -\text{COR} \end{array}$ (Éster)	Director <i>meta</i>
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \ddot{\text{O}}\text{CR} \end{array}$ (Aciloxi)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ -\text{COCl} \end{array}$ (Cloruro de acilo)	Director <i>meta</i>
$-\text{R}$ (Alquilo)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>	$-\text{C} \equiv$ (Ciano)	Director <i>meta</i>
$-\text{Ar}$ (Ariilo)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>	$-\text{SO}_3\text{H}$ (Ácido sulfónico)	Director <i>meta</i>
$-\text{CH}=\text{CR}_2$ (Alquelino)	Director <i>orto</i> y <i>para</i>	$-\text{CF}_3$ (Trifluorometilo)	Director <i>meta</i>
		$-\text{NO}_2$ (Nitro)	Director <i>meta</i>

La sal de amonio del 2,4-dinitro-1-naftol es conocida como Amarillo Martius, el cual se usa como colorante antipolilla para la lana (1 g de este colorante tiñe 200 g de lana). Este compuesto y sus propiedades fueron descubiertos por

Karen Alexander Von Martius en 1868, de allí su nombre. El Amarillo Martius es obtenido mediante la sulfonación aromática de 1-naftol empleando H_2SO_4 concentrado, seguido de la nitración del ácido disulfónico con una mezcla de ácido nítrico y ácido sulfúrico en medio acuoso (Fieser y Williamson, 1992).

Materiales

Dos matraces Erlenmeyer de 25 ml.

Un baño de hielo.

Dos matraces Erlenmeyer de 50 ml.

Un baño María eléctrico.

Dos pipetas graduadas de 1 ml.

Un embudo de vidrio.

Una probeta graduada de 25 ml.

Un embudo Buchner con alargadera.

Un termómetro.

Un matraz Kitasato con manguera.

Un agitador de vidrio.

Un vaso de precipitados de 150 ml.

Una espátula.

Unas pinzas de tres dedos con nuez.

Reactivos

0,25 g de 1-Naftol.

1,5 ml de hidróxido de amonio concentrado.

0,5 ml de ácido sulfúrico concentrado.

0,5 g de cloruro de amonio.

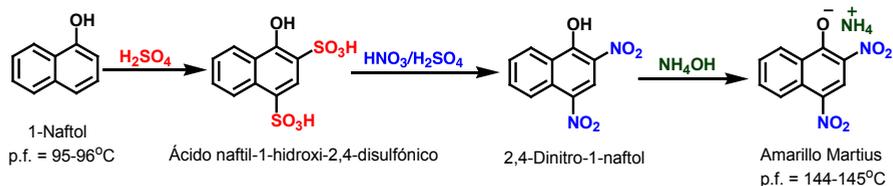
0,25 ml de ácido nítrico concentrado.

2,0 ml de una disolución al 2% de NH_4Cl .

Protocolo

Este procedimiento fue adaptado de las prácticas de laboratorio de Cremlyn y Still, 1967; y Domínguez, 1973.

Figura 10
Esquema general de la obtención del Amarillo Martius



Fuente: (DomínguezDomínguez, 1973)

Preparación del ácido naftil-1-hidroxi-2,4-disulfónico

En un matraz Erlenmeyer de 25 ml, se adicionan 0.25 g de 1-naftol y seguidamente de 0.5 ml de H_2SO_4 concentrado. La mezcla de reacción se agita hasta obtener una disolución de color rojo y se lleva a un baño María. Se calienta por cinco minutos y se deja enfriar a temperatura ambiente. Posteriormente, se adicionan 1.5 ml de agua destilada y se agita hasta obtener una disolución transparente (la disolución contiene el producto; no requiere que se aisle para continuar con la siguiente reacción).

Preparación del 2,4-dinitro-1-naftol

La disolución anterior se enfría en un baño de hielo-agua. Se adicionan bajo agitación 0.25 ml de HNO_3 concentrado y se cuida que la temperatura no sobrepase los 15 °C. Seguido de esto, se retira la mezcla de reacción del baño de hielo-agua y se calienta en un baño María con agitación constante hasta que alcance una temperatura de 50 °C, la cual se mantiene por algunos minutos. Seguidamente se deja enfriar la mezcla y se añaden 2 ml de agua y se agita hasta obtener una pasta homogénea. El sólido obtenido se filtra al vacío y se lava con agua fría.

Obtención de la sal de amonio del 2,4-dinitro-1-naftol

El sólido obtenido se trasfiere a un matraz Erlenmeyer de 50 ml y se adicionan 8.0 ml de agua tibia. Sin dejar de agitar, se adicionan 1.5 ml de NH_4OH concentrado y la mezcla de reacción se calienta a baño María bajo agitación, hasta que en su totalidad se disuelva el sólido. Luego, la mezcla caliente se filtra por

gravedad y se adicionan al filtrado 0.5 g de NH_4Cl ; la mezcla de reacción se agita y se enfría en un baño de hielo. El precipitado obtenido se separa por filtración al vacío, se lava con una disolución de NH_4Cl al 2 % y se determina el punto de fusión y el rendimiento del producto (Amarillo Martius es de color naranja opaco).

Cuestionario

1. Escriba los mecanismos de reacción de cada una de las reacciones efectuadas en esta práctica.
2. ¿Por qué el 1-naftol no se nitró directamente?
3. ¿Por qué la mezcla de 1-Naftol y ácido sulfúrico concentrado se debe calentar?
4. ¿Cómo se forma el ion nitronio NO_2^+ a partir de la mezcla nítrica $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$?
5. ¿Cómo puede usted comprobar que se obtuvo el Amarillo Martius en la práctica efectuada?
6. Escriba los productos que se pueden formar cuando se hace reaccionar el anisol con bromo molecular en ácido acético.
7. Teniendo en cuenta la reacción anterior, ¿cuáles productos se forman en mayor proporción y por qué?
8. Escriba los productos que se pueden formar de la nitración del clorobenceno.
9. Teniendo en cuenta la reacción anterior, ¿cuáles productos se forman en mayor proporción y por qué?
10. Escriba el mecanismo de reacción para la formación de m-nitrobenceno a partir nitrobenceno.

Práctica 3

*Estudio de la reactividad
de compuestos aromáticos:
Síntesis de 2,4-dinitrofenil hidrazina
y 2,4-dinitrofenil anilina
Sustitución nucleofílica aromática*



Objetivos

- Diferenciar entre los dos mecanismos involucrados en una reacción de sustitución nucleofílica aromática S_NAr : el mecanismo de adición-eliminación y el mecanismo de eliminación-adición o vía bencino.
- Ilustrar una reacción de sustitución nucleofílica aromática, mediante la síntesis de la 2,4-dinitrofenilhidrazina y la 2,4-dinitrofenilnilina.

Introducción

Por lo general, las reacciones de sustitución aromática ocurren por un mecanismo electrofílico; sin embargo, los haluros de arilo ($Ar-X$; donde Ar = anillo aromático y $X = F, Cl, Br$ o I), que tienen sustituyentes electroattractores, pueden experimentar sustitución nucleofílica aromática S_NAr (McMurry J., 2008), (Figura 11). Los nucleófilos pueden desplazar los iones haluro de los haluros de arilo, sobre todo si hay grupos *orto* o *para* respecto al haluro que sean fuertemente electroattractores (Wade L. G., 2004).

Figura 11

Esquema general de la sustitución nucleofílica aromática S_NAr 

Fuente: los autores

Una de las reacciones más importantes de los compuestos aromáticos es la sustitución electrofílica aromática (S_EA) gracias a la gran cantidad de aplicaciones que tiene para una amplia variedad de compuestos aromáticos. Por el contrario, las aplicaciones de la sustitución nucleofílica aromática (S_NAr) son restringidas. En la S_NAr , un nucleófilo fuerte reemplaza a un grupo saliente y aunque aparentemente es similar a las reacciones de sustitución nucleofílica alifáticas S_N1 y S_N2 , es, en realidad, diferente debido a que los haluros de arilo son inertes a las condiciones de S_N1 y S_N2 (Carey F. C., 2006), (McMurry J., 2008), (Wade L. G., 2004).

Las reacciones S_N1 no ocurren con haluros de arilo dado que la disociación del haluro es energéticamente desfavorecida por la inestabilidad del catión arilo potencialmente producido. Las reacciones S_N2 no ocurren con los haluros de arilo ya que el carbono halosustituido del anillo aromático está protegido estéricamente de la aproximación lateral (McMurry J., 2008).

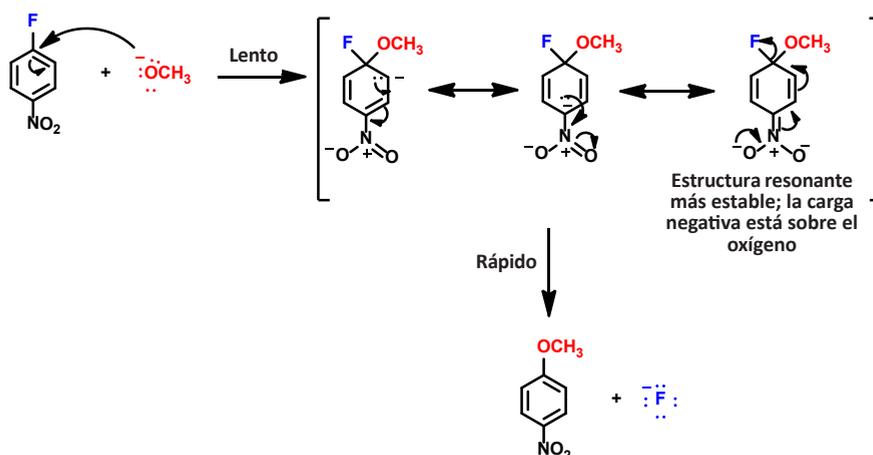
Se necesitan nucleófilos fuertes para la sustitución nucleofílica aromática y para que la velocidad de reacción sea proporcional a la concentración del nucleófilo; en consecuencia, el nucleófilo ha de estar involucrado en el estado de transición. Los sustituyen electroattractores que activan el anillo respecto a la sustitución nucleofílica aromática, lo que sugiere que en el estado de transición hay una carga negativa en aquel. De hecho, es difícil que se den las sustituciones nucleofílicas aromáticas sin que haya por lo menos un grupo electroattractor poderoso (este efecto es el opuesto al de la sustitución electrofílica aromática, en la cual los grupos electroattractores inhiben la reacción) (Wade L. G., 2004).

La sustitución nucleofílica aromática (Figura 12) se ha estudiado detalladamente y con base en los reactivos se han propuesto dos mecanismos, uno de los cuales es similar al mecanismo de la sustitución electrofílica aromática, excepto por la implicación de nucleófilos y carbaniones en lugar de electrófilos y carboca-

tiones. En el otro, está implicado un reactivo intermedio interesante e inusual denominado bencino (Wade L. G., 2004).

Mecanismo de adición-eliminación

Figura 12
Mecanismo de adición-eliminación en S_NAr



Fuente: (Carey F. C., 2006).

El mecanismo de aceptación general para la sustitución nucleofílica aromática en los haluros de arilo con sustituyentes electroattractores, como el grupo nitro, es un mecanismo de adición-eliminación en dos etapas, el cual se ilustra en la reacción del *p*-fluoronitrobeneno con metóxido de sodio o potasio. En este mecanismo, la adición del nucleófilo al halogenuro de arilo es seguida por la eliminación del grupo saliente. El mecanismo de adición-eliminación en S_NAr se caracteriza por (Carey F. C., 2006):

- La cinética es de segundo orden; el paso determinante de la velocidad de reacción (paso lento) implica tanto el halogenuro de arilo como el nucleófilo.
- El paso de adición nucleofílica es el determinante de la reacción debido a que es necesario sacrificar el carácter aromático del anillo para formar el anión ciclohexadienilo intermediario. Solo cuando ese intermediario aromático está estabilizado por la presencia de un grupo sustituyente que atrae electrones fuertemente en posición *orto* o *para* al grupo saliente, la

energía de activación para su formación será lo suficientemente baja como para mostrar una velocidad de reacción razonable.

- Como los fluoruros de arilo tienen el enlace carbono-halógeno más fuerte y reaccionan con más rapidez, el paso determinante de la velocidad no puede implicar la ruptura del enlace carbono-halógeno. La reactividad excepcionalmente alta de los fluoruros de arilo, se debe a que el flúor es el más electronegativo de los halógenos y su mayor capacidad de atraer a los electrones aumenta la velocidad de formación del anión ciclohexadienilo intermediario en el primer paso del mecanismo; así, el poder de reactividad de los halogenuros en este mecanismo para la S_NAr es $F > Cl > Br > I$.

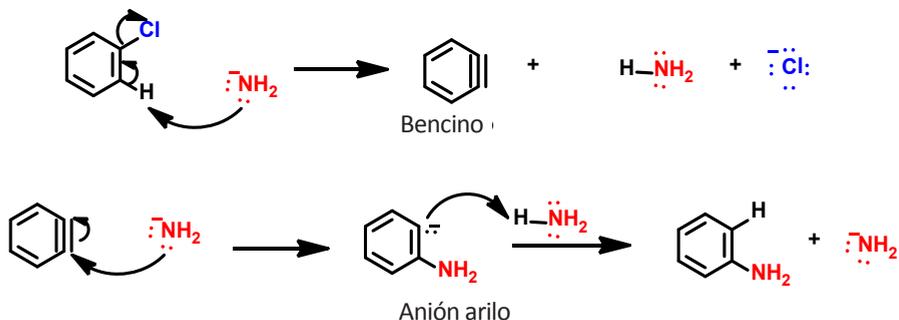
Mecanismo eliminación-adición o el bencino

Los haluros de arilo sin sustituyentes electroattractores no reaccionan con nucleófilos en la mayor parte de las condiciones; sin embargo, a temperaturas y presiones altas o con nucleófilos muy fuertes estas reacciones pueden ocurrir (McMurry J., 2008). Las bases muy fuertes como amida de sodio o de potasio, reaccionan fácilmente con los halogenuros de arilo, incluso con los que no tienen grupos electroattractores y forman los productos correspondientes a la sustitución nucleofílica del halogenuro por la base (Carey F. C., 2006).

Durante largo tiempo los químicos no pudieron explicar ciertas observaciones sobre la regioquímica de esas reacciones. No se hacía la sustitución exclusivamente sobre el carbono de donde partía el grupo saliente, si no que se obtenía una mezcla de regioisómeros en la que el nucleófilo estaba en el carbono que tenía originalmente el grupo saliente o en uno de los carbonos adyacentes. Una solución a la cuestión del mecanismo de estas reacciones la ofreció John D. Roberts en 1953. El mecanismo más consistente con las observaciones experimentales hechas por Roberts evidencia la formación de un inusual intermediario, a saber, el bencino, cuyo mecanismo se ilustra a continuación con la reacción del clorobenceno con amido de sodio o potasio (Carey F. C., 2006).

Figura 13

Mecanismo de eliminación-adición o vía bencino en S_NAr



Fuente: (Carey F. C., 2006)

La primera etapa es una eliminación consistente en una deshidrohalogenación del clorobenceno promovida por la base. El intermediario que se forma en este paso tiene un enlace triple en el anillo aromático y se lo denomina bencino. El enlace triple del bencino es diferente del enlace triple normal de un alquino. En el bencino, uno de los componentes π del enlace triple forma parte del sistema π deslocalizado del anillo aromático. El segundo componente π resulta del traslape de orbitales híbridos sp^2 que se encuentra en el plano del anillo y no interacciona con el sistema aromático. Este enlace π es relativamente débil porque sus orbitales sp^2 contribuyentes no tienen la orientación adecuada para un traslape efectivo. Como el anillo evita la linealidad de la unidad $C-C\equiv C-C$ y el enlace π es débil, el bencino está tensionado y es muy reactivo. Esta mayor reactividad se evidencia en los pasos dos y tres del mecanismo, en los cuales la base actúa como nucleófilo y se adiciona el enlace tensionado del bencino para formar un carbanión. Este es un anión de arilo y sustrae un protón del amoníaco para formar el producto observado (Carey F. C., 2006).

El carbanión que tiene el grupo saliente y un carbono *orto* con respecto a él son equivalentes en el bencino intermediario. Así, cuando el sustrato es clorobenceno-1- ^{14}C , el grupo amino puede introducirse con igual probabilidad a una de las dos posiciones y se obtiene una mezcla de regioisómeros.

Materiales

Un agitador de vidrio.

Un vaso de precipitado de 150 ml.

Una probeta de 50 ml.

Un Buchner con alargadera.
Un Kitasato de 250 ml con manguera.
Un matraz Erlenmeyer de 50 ml
Una espátula.
Un vidrio reloj.
Un recipiente para baño María.
Un baño de hielo.
Unas pinzas de tres dedos con nuez.
Una pipeta graduada de 5 ml.
Un termómetro.

Reactivos

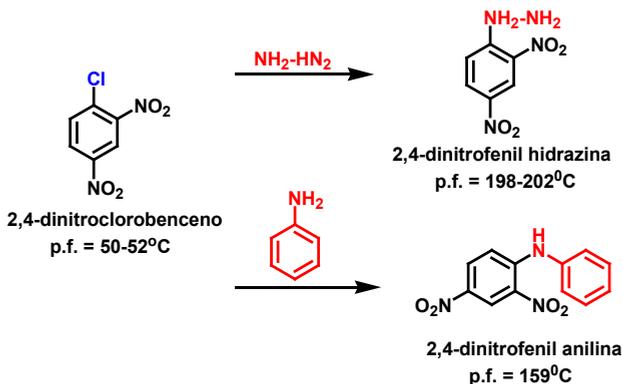
1,0 g 2,4-dinitro clorobenceno
0,5 ml de hidrato de hidrazina
15 ml etanol
0,5 ml de anilina

Protocolo

Este protocolo fue adaptado de las prácticas de laboratorio de Vogel, 1966; Moring y Hammond, 1997; Ávila-Zarraga, Manrique-García, y García-Gavilán, 2009.

Figura 14

Esquema general de la obtención de la 2,4-dinitrofenil hidrazina y 2,4-dinitrofenil anilina.



Fuente: (Ávila-Zarraga, Manrique-García, y García-Gavilán, 2009)

Obtención de la 2,4-dinitrofenil hidracina

Se disuelven en 2.5 ml de etanol y 0.5 g de 2,4-dinitroclorobenceno en un matraz Erlenmeyer de 50 ml. Una vez disuelta la mezcla, se agregan gota a gota y bajo agitación constante, 0.5 ml de hidrato de hidracina. Al terminar la adición, la mezcla se calienta por diez minutos sin que hierva, se enfría a temperatura ambiente y se filtra al vacío. El producto obtenido se lava con 3 ml de alcohol tibio y luego con 3 ml de agua caliente. Luego de esto, el producto se seca al vacío, se calcula el rendimiento y se determina su punto de fusión.

Obtención de la 2,4-dinitrofenil anilina

En un matraz Erlenmeyer de 50 ml y sin dejar de agitar, se adicionan 10 ml de etanol, de 0.5 g de 2,4-dinitroclorobenceno y 0.5 ml de anilina. La mezcla resultante se calienta en baño María durante quince minutos sin llegar a ebullición. El producto obtenido se filtra al vacío y se recristaliza con etanol. Se toma el punto de fusión y se determina el porcentaje de rendimiento.

Cuestionario

1. Escriba los mecanismos de reacción involucrados en cada una de las reacciones efectuadas en el laboratorio.
2. ¿Cuáles son las diferencias que se observan en los dos procedimientos empleados? ¿A qué se puede atribuir estas diferencias?
3. ¿Escribir la reacción general que describe la síntesis de los halogenueros de arilo. Escriba tres ejemplos.
4. Escriba la estructura química de cinco compuestos que sean aptos para experimentar una sustitución nucleofílica aromática.
5. Mencione los usos industriales y en el laboratorio de la 2,4-dinitrofenilhidrazina y la 2,4-dinitrofenil anilina.
6. ¿Qué tipo de sustituyentes favorecen la sustitución nucleofílica aromática? Sustente su respuesta con ejemplos.
7. Haga un paralelo entre las características que involucran cada uno de los mecanismos involucrados en la sustitución nucleofílica aromática S_NAr .
8. ¿En qué consistió el experimento realizado por John D. Roberts en 1953?

9. ¿Qué productos se obtienen de la reacción del m-bromotolueno con una mezcla de amiduro de potasio y amoníaco? Escriba el mecanismo de reacción.
10. ¿Qué otro tipo de reacción puede comportar el benceno?
11. Una de las aplicaciones de la sustitución nucleofílica aromática S_NAr es la formación del reactivo de Sanger. ¿Cuál es su estructura? ¿A partir de qué reactivos se forma? ¿Para qué se emplea ese reactivo?

Práctica 4

*Compuestos α,β -insaturados:
obtención de dibenzalacetona.
Reacción de condensación de
Claisen-Schmidt.*



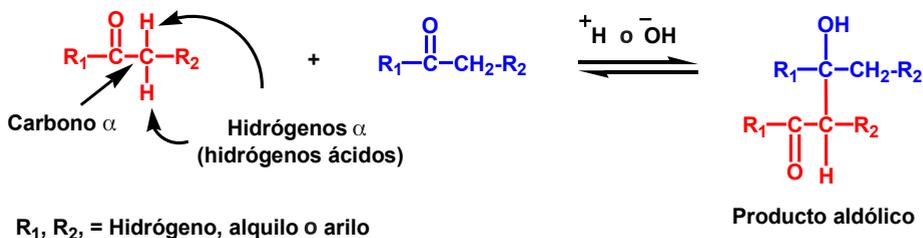
Objetivos

- Ilustrar la condensación aldólica cruzada dirigida a través de la síntesis de la dibenzalacetona.
- Analizar la variación en el rendimiento de la reacción según el orden en que se agregan los reactivos.

Introducción

En química orgánica, una de las reacciones más importantes es la construcción de un nuevo enlace carbono-carbono, propiedad que brindan las reacciones de condensación. Una reacción de condensación aldólica o adición aldólica (Figura 15) se efectúa cuando dos compuestos carbonílicos –bien sea aldehído o cetona, los cuales poseen hidrógenos en posición α al grupo carbonilo (hidrógenos ácidos)– se autocondensan en presencia de un catalizador ácido o básico para formar un compuesto β -hidroxialdehído o una β -hidroxicetona (Carey F. C., 2006), (McMurry J. , 2008).

Figura 15
Esquema general de la adición aldólica



Fuente: los autores

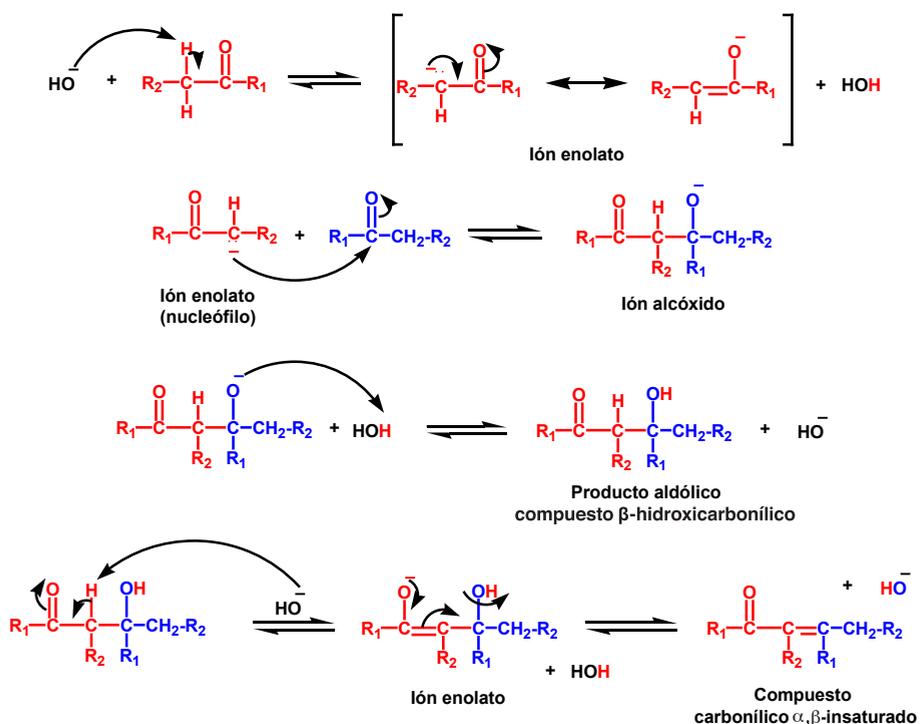
Las tres etapas que constituyen el mecanismo de una condensación aldólica catalizada por base, mediante el cual un ataque nucleofílico de un ión enolato se lleva a cabo sobre un grupo carbonílico, se enumeran a continuación:

1. Por acción de una base se efectúa la abstracción de un protón ácido del carbono α del primer compuesto carbonílico para formar un ión enolato, el cual será el responsable de llevar a cabo el ataque nucleofílico al carbono carbonílico de la segunda molécula.
2. Seguidamente, el ión enolato que se forma en la anterior etapa, actúa como un nucleófilo fuerte y ataca al carbono carbonilo de una segunda molécula del aldehído o cetona, para formar un ión alcóxido.
3. Finalmente, el producto aldólico se forma a través de la abstracción de un protón de la base conjugada formada en la primera etapa de la reacción (ión enolato), por parte del ión alcóxido formado en la segunda etapa de reacción, regenerando de esta manera la base.

Si los productos obtenidos en esta condensación aldólica aún presentan en su estructura hidrógenos α , mediante un simple calentamiento y en presencia de un medio ácido o básico se hará la deshidratación de los β -hidroxialdehídos y las β -hidroxicetonas para obtener compuestos carbonílicos α,β insaturados. Esta deshidratación se efectúa con gran facilidad gracias a la estabilidad que le confiere a estos compuestos la conjugación del doble enlace con el grupo carbonilo (Figura 16). (Carey F. C., 2006), (Wade L. G., 2004).

Figura 16

Mecanismo de la adición-condensación aldólica catalizada por base.



Fuente: (Wade L. G., 2004)

Bajo las condiciones mencionadas anteriormente, se obtiene el compuesto carbonílico α,β -insaturado satisfactoriamente. A altas temperaturas, una vez formado el aldol este pierde agua rápidamente para formar el compuesto conjugado. A la pérdida de una molécula orgánica pequeña se le conoce formalmente como condensación, de allí que esta reacción en particular reciba el nombre de condensación aldólica. Cuando el producto de condensación obtenido es un producto altamente conjugado –como el caso en el que el sistema carbonílico α,β -insaturado se encuentra en conjugación con un anillo aromático– este producto se obtendrá sin la necesidad de emplear altas temperaturas gracias a la alta estabilidad que exhibe.

Se denomina condensación aldólica cruzada mixta cuando dos compuestos carbonílicos diferentes se condensan para formar un aldol. Si ambos compuestos

carbonílicos presentan hidrógenos α , esta reacción puede llevar a problemas debido a la formación de cuatro productos: dos productos provenientes de la condensación mixta y dos formados de la autocondensación. Existen estrategias sintéticas para efectuar con éxito una condensación aldólica cruzada mixta. Las condiciones necesarias para ello son básicamente tres (Carey F. C., 2006), (McMurry J. , 2008):

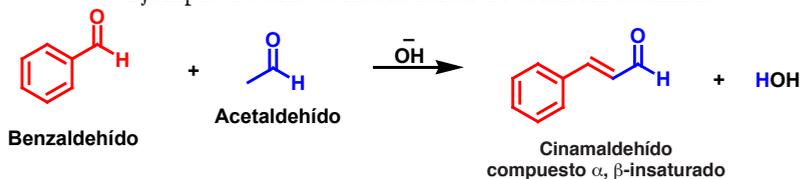
1. Uno de los compuestos carbonílicos no debe poseer hidrógenos α (compuesto no enolizable).
2. Este compuesto no enolizable, debe mezclarse inicialmente con el catalizador.
3. Para favorecer la reacción deseada, el compuesto enolizable (compuesto carbonílico con hidrógenos α) debe adicionarse lentamente a la mezcla de reacción, a fin de que el enolato que se está formando se encuentre en una concentración mucho menor con respecto al gran exceso del primer sustrato y así evitar la autocondensación.

Empleando la técnica que se mencionó con anterioridad, se asegura que la concentración del compuesto carbonílico enolizable sea muy baja en todo momento de la reacción y pueda reaccionar con el compuesto enolizable para evitar su autocondensación, procedimiento conocido como condensación aldólica cruzada dirigida. Cuando en este tipo de reacciones el compuesto no enolizable posee un sistema aromático, generalmente la pérdida de una molécula de agua se lleva a cabo sin ningún problema debido a la conjugación que exhibe el nuevo sistema y a la inherente estabilidad que a este le confiere (Carey F. C., 2006).

Las condensaciones de Claisen-Schmidt (Figura 17) son aquellas en las cuales se efectúa una condensación aldólica cruzada en la cual un aldehído aromático reacciona con una cetona que posee hidrógenos α (compuesto enolizable).

Figura 17

Ejemplo de una condensación de Claisen-Schmidt



Fuente: (Carey F. C., 2006)

Materiales

Un vaso de precipitados de 250 ml.
Dos matraces Erlenmeyer de 125 ml.
Un termómetro.
Una probeta graduada de 25 ml.
Un pipeta graduada de 10 ml.
Un matraz Kitazato con manguera.
Unas pinzas de tres dedos con nuez.
Una base de agitación magnética.
Un barra magnética.
Un embudo de vidrio.
Un vidrio de reloj.
Una espátula.
Un agitador de vidrio.
Un baño maría eléctrico.
Un baño de hielo.
Un embudo Buchner con alargadera.
Un vaso de precipitados de 150 ml.

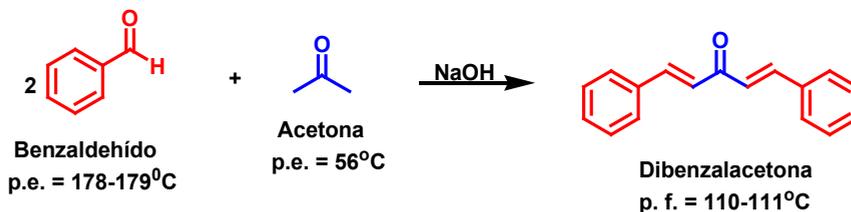
Reactivos

3,75 ml de benzaldehído
3,75 g de hidróxido de sodio
1,5 ml de acetona
200 ml de etanol

Protocolo

El siguiente protocolo fue adaptado de las prácticas de laboratorio de los autores Mayo, Pike y Trumper, 2000; Vogel, 1966.

Figura 18
Esquema de la obtención de la dibenzalacetona



Fuente: (Mayo, Pike, y Trumper, 2000)

Método a

En un matraz Erlenmeyer de 125 ml se adicionan 1.25 g de hidróxido de sodio y 1.25 ml de agua, la mezcla de reacción se agita y cuando estén completamente disueltos se agregan 10 ml de etanol. A continuación se adicionan gota a gota y bajo agitación constante 1.25 ml de benzaldehído. Seguido de esto, se agregan poco a poco 0.5 ml de acetona sin dejar de agitar. La agitación se mantiene por un lapso de 30 minutos cuidando que la temperatura no supere los 20°C-25°C. El precipitado obtenido se filtra, se lava con agua fría, se deja secar y se recrystaliza en etanol. Determine el porcentaje de rendimiento de la reacción y determine el punto de fusión del producto obtenido.

Método b

En un matraz Erlenmeyer de 125 ml, se adicionan 1.25 g de hidróxido de sodio y 1.25 ml de agua. La mezcla de reacción se agita y cuando estén completamente disueltos se agregan 10 ml de etanol. A continuación, se adicionan gota a gota y bajo agitación constante, 0.5 ml de acetona. Seguido de esto, se agregan poco a poco 1.25 ml de benzaldehído sin dejar de agitar. La agitación se mantiene por un lapso de 30 minutos cuidando que la temperatura no vaya a superar los 20°C-25°C. El precipitado obtenido se filtra, se lava con agua fría, se deja secar y se recrystaliza en etanol. Determine el porcentaje de rendimiento de la reacción y el punto de fusión del producto obtenido.

Método c

En un matraz Erlenmeyer de 125 ml, se adicionan 1.25 ml de benzaldehído y 0.5 ml de acetona. La mezcla de reacción se agita y cuando estén completamente disueltos se agrega una disolución de 1.25 g de hidróxido de sodio en 12.5 ml de

agua y 10 ml de etanol. La agitación se mantiene por un lapso de 30 minutos, cuidando que la temperatura no vaya a superar los 20°C-25°C. El precipitado obtenido se filtra, se lava con agua fría, se deja secar y se recrystaliza en etanol. Determine el porcentaje de rendimiento de la reacción y el punto de fusión del producto obtenido.

Nota: Si en el proceso de recrystalización la disolución se encuentra demasiado alcalina, esta tomará un color naranja o rojo, por lo que se debe agregar una disolución 1:1 de HCl: agua hasta obtener un pH entre 7 y 8.

Con los datos obtenidos durante el trabajo de laboratorio, complete la siguiente tabla:

Método	Orden de adición de los reactantes	Punto de fusión	Porcentaje de rendimiento
A			
B			
C			

Cuestionario

1. ¿Qué otro tipo de condensaciones aldólicas conoce? Nómbrelas y dé un ejemplo de cada una.
2. Los hidrógenos metilénicos de la acetona son relativamente ácidos. ¿A qué se debe este comportamiento?
3. Escriba el mecanismo de la adición aldólica catalizada por ácido.
4. Escriba el mecanismo de la reacción que se desarrolló en el laboratorio (obtención de dibenzalacetona).
5. En cada uno de los métodos empleados, obtenga la cantidad de moles utilizados de cada uno de los reactivos, calcule la relación molar entre ellos y dé las razones por las cuales se utiliza esta relación.
6. ¿Por qué se lleva a cabo de una manera tan sencilla la condensación (pérdida de una molécula de agua) del producto de adición entre la acetona y el benzaldehído?

7. ¿Cuál considera usted que es el mejor método para obtener la dibenzalacetona? Sustente su respuesta.
8. Con relación a la respuesta que dio en la pregunta anterior, ¿cuál cree usted que es el mejor orden de adición de los reactivos? Sustente su respuesta.
9. Ilustre con mecanismo incluido dos reacciones de condensación aldólica cruzada dirigida que puedan tener utilidad sintética.
10. Entre los carbonos carbonílicos de una acetona, un aldehído, un éster, un cloruro de acilo y una amida, ¿qué centro electrofílico esperaría que fuera más reactivo y por qué? Ordénelos en orden creciente de reactividad.

Práctica 5

Extracción de cafeína a partir de fuentes naturales



Objetivos

- Analizar los principios que rigen la extracción de compuestos basada en diferencias de solubilidad.
- Aplicar la técnica de cristalización para la purificación del compuesto.
- Caracterizar la cafeína obtenida mediante análisis clásico y espectroscópico.

Introducción

La cafeína (1,3,7-trimetilxantina), la teobromina (3,7-dimetilxantina) y la teofilina (1,3-dimetilxantina) son alcaloides pertenecientes a la familia de las xantinas, que a su vez se derivan de las purinas. Son de carácter sólido y poseen un sabor levemente amargo, así como propiedades farmacológicas que influyen en los receptores de adenosina del sistema nervioso central, además de una reconocida propiedad diurética y efectos en el miocardio (Lozano, García, Tafalla, y Albaladejo, 2007). En dosis bajas, estimulan el sistema nervioso central, inhiben el sueño, aumentan la capacidad intelectual y la concentración, estimulan el músculo cardíaco y aumentan la capacidad de respiración. La sobredosis produce arritmia cardíaca, nerviosismo e insomnio. Están presentes en una variedad de

productos naturales (Figura 18) incluido el árbol de té (*Camellia sinensis*), el de guaraná (*Paullinia cupana*) y el de café (*Coffea arabica*). Su concentración en estas especies depende de los factores edafo-climáticos, del procesamiento y de la etapa de madurez de la planta. Se ha encontrado que la concentración varía entre un 2,0 % y un 4,0 % (entre 30 y 170 mg por 150 ml de bebida) (García Sanchez, 2002) y obedecen básicamente a diferencias genéticas y tiempo de preparación, (Lozano, García, Tafalla, y Albaladejo, 2007). En el té se considera que la dosis varía entre 20-70 mg por cada 100 ml de bebida, por supuesto en función de la preparación y la genética de la planta.

Figura 19

Imágenes del café, el té y el guaraná.



Café (*Coffea arabica*) (Fuente: <http://es.wikipedia.org/wiki/Coffea>)



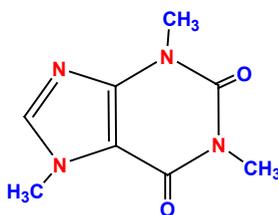
Guaraná (*Paullinia cupana*) (Fuente: www.dietasinfo.com).



Té (*Camellia sinensis*) (Fuente: www.biolib.cz)

El café tiene su centro de origen en la lejana Abisinia (actual Etiopía) alrededor del año 900 donde se cultivó por primera vez (Lozano, García, Tafalla, y Albaladejo, 2007). La cafeína fue sintetizada por Friedrich Ferdinand Runge en 1819 cuando la aisló del café y su estructura química (Figura 20) elucidada en 1875 por E. Fischer.

Figura 20
Estructura química de la cafeína.



Fuente: los autores

Las especies más relevantes en el mundo en cuanto al consumo y mercado son la *Coffea arabica*, con una producción mundial del 80 % y la *Coffea canephora* con el 20 %.

Además del consumo de las bebidas provenientes de los productos naturales, la determinación de la presencia y contenido de cafeína es importante, ya que hoy en día se prepara un sinnúmero de bebidas a base de cafeína. Muchos refrescos, incluso los que se consideran *light*, contienen cafeína en concentraciones que varían entre 15 y 35 mg por cada 180 ml de bebida. Las bebidas energéticas contienen aún mayor cantidad: alrededor de 80 mg por cada 250 ml (Lozano, García, Tafalla, y Albaladejo, 2007).

La extracción se define como la separación de un componente o compuesto de una mezcla de reacción o de su fuente natural con el empleo de un solvente orgánico en contacto con una fase acuosa. La base de la separación se da por las diferencias de solubilidad de los distintos componentes de la mezcla. Las disoluciones de bicarbonato de sodio convierten los ácidos carboxílicos en sus sales sódicas y permiten su separación en soluciones acuosas. Posteriormente, un tratamiento con ácido diluido los convierte nuevamente en ácidos y facilita su separación con solvente orgánico. Los compuestos neutros como hidrocarburos, compuestos halogenados, alcoholes, compuestos carbonílicos, etc., se separan con solventes orgánicos (Universidad Complutense de Madrid, 2011).

Al utilizar agua caliente para la preparación de bebidas de café, no solo se disuelve la cafeína sino también los taninos, compuestos fenólicos polihidroxilados de origen vegetal, presencia abundante en la corteza de los robles, sabor amargo y olor característico, además de su propiedad astringente. Se los conoce también por su capacidad antioxidante ya que funcionan como trampas que atrapan radicales libres. Los taninos se dividen entre los que pueden ser hidrolizados con agua y los que no.

Cuando los taninos se extraen con agua caliente, algunos se hidrolizan parcialmente para formar ácido gálico. Los taninos son compuestos ácidos debido a la naturaleza de los grupos fenólicos y del grupo carboxilo. El tratamiento químico de los frutos vegetales (té, café, nuez de cola, etc.) con una base como carbonato de sodio, convierte los taninos ácidos en sus respectivas sales de sodio, las cuales son muy solubles en agua dada su naturaleza iónica (Aznar, 2011).

En esta práctica se extraerá cafeína de una muestra de café y se purificará por recristalización. Además, el contenido de cafeína presente en diferentes muestras se cuantificará por HPLC.

Materiales

Un embudo de separación.

Un embudo Buchner.

Un equipo de filtración.
Una varilla de vidrio.
Un matraz aforado de 250 ml.
Una probeta de 100 ml.
Un vaso de precipitados de 250 ml.
Un vaso de precipitados de 100 ml.
Un Erlenmeyer de 50 ml.
Tres pinzas de tres dedos con nuez.
Dos soportes universales.
Dos mangueras.
Un termómetro.
Un matraz aforado de 1000 ml.
Cinco matraces aforados de 100 ml.
Un matraz aforado de 50 ml.
Un matraz aforado de 25 ml.
Una pipeta de 10 ml y otra de 25 ml.
Cinco viales de 10 ml.
Filtros de muestra compatibles con metanol.

Equipos

Una balanza.
Una plancha agitadora y calentadora.
Una unidad de purificación de agua para laboratorios ELGA, Purelab Classic.
Una balanza analítica Mettler, AB-104-S.
Una manta calefactora selecta, Fibroman-C.
Un cromatógrafo de líquidos de alta resolución.
Una columna cromatográfica de fase Inversa: C18.
Un detector de absorbancia UV ($\lambda = 254$ nm).
Flujo de la fase móvil: 2 ml/min.

Reactivos

Agua destilada.
Ácido sulfúrico (H_2SO_4).
Carbonato de sodio (Na_2CO_3).
Sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4).

Diclorometano (CH_2Cl_2).

Cafeína (Sigma-Aldrich, reactivo analítico).

Carbonato de sodio anhidro.

Cloroformo.

Acetona.

Éter de petróleo.

Agua Milli-Q (Millipore).

Metanol.

Ácido acético.

Muestra de café.

Protocolo

El siguiente procedimiento ha sido adaptado de la literatura (Aznar, 2011).

Aislamiento y purificación de cafeína a partir de muestras de café

1. Calentar con reflujo 100 g de café con 200 ml de agua Milli-Q por veinte minutos aproximadamente.
2. Filtrar la solución obtenida inmediatamente (caliente).
3. Adicionar 5 g de carbonato de sodio anhidro hasta que desaparezcan las partículas sólidas en suspensión.
4. Una vez fría, se extra la solución anterior con 30 ml de cloroformo en tres porciones de 10 ml, agitando con cuidado para no formar espuma.
5. Se separa la fase orgánica y se le añade una pequeña cantidad de sulfato de sodio anhidro para eliminar las trazas de agua.
6. Filtrar al vacío la solución y evaporar el solvente (cloroformo) en un rotaevaporador o en campana.
7. Disolver la cafeína obtenida impura en acetona. Calentar y adicionar gota a gota éter de petróleo hasta que se genera una ligera turbidez.
8. Se formarán cristales de cafeína los cuales se deben filtrar para ser secados a temperatura ambiente.

9. luego de ser secados se deben pesar para determinar el rendimiento del procedimiento.
10. Determinar el punto de fusión de la cafeína obtenida.

Determinación y cuantificación de cafeína en muestras de té y café por HPLC

1. Preparar un litro de una solución compuesta por 30 % de metanol, 0,1 % de ácido acético y 69,9 % de agua (su pH debe estar alrededor 3,5).
2. Preparar una curva de calibración utilizando como solvente la solución preparada previamente, a partir de la preparación de una solución de concentración de 1 000 g/l mediante sucesivas diluciones, hasta obtener las siguientes concentraciones: 0,025 g/l, 0,050 g/l, 0,075 g/l, 0,100 g/l y 0,125 g/l.
3. Preparar y conectar el sistema cromatográfico con las siguientes condiciones para la determinación:
 - Fase móvil: metanol / agua Milli-Q (30:70) acidulada a pH 3.5.
 - Flujo: 2.0 ml/min.
 - Encender el detector de absorbancia a una longitud de onda de 254 nm.
4. Dejar pasar fase móvil durante cinco a diez minutos.
5. Hacer dos inyecciones de cada nivel de concentración de cafeína.
6. Preparación de las muestras de bebida:

Muestra de café

1. Disolver 0,5 g de café en 150 ml de agua caliente.
2. Tomar 10 ml de la solución de café, enrasar a 25 ml con metanol/agua/acético (30:69,9:0,1) y filtrar 5 ml de la disolución resultante.

Muestra de té

1. Disolver una bolsa en 150 ml de agua caliente.
2. Tomar de 7 a 10 ml de té, enrasar a 25 ml con metanol/agua/acético (30:69,9:0,1) y filtrar 5 ml de la disolución resultante.

Muestra de cola

1. Tomar 15 ml de bebida de cola.
2. Agitar la muestra por cinco minutos antes de la inyección para eliminar el CO₂.
3. Filtrar e inyectar la muestra.

Cuestionario

1. Explicar los principios básicos del proceso de extracción.
2. Describa la estructura, la función y las propiedades de los alcaloides, los taninos, los flavonoides y los fenoles.
3. Investigar la composición química del extracto de té.
4. Investigar los principios básicos de la cromatografía de HPLC.
5. Explicar el tipo de columna que se utiliza para la cuantificación de cafeína en la práctica.
6. Determinar, a partir del tiempo de retención medio del pico de cafeína patrón, qué pico en el cromatograma de la muestra es originado por la cafeína.
7. Calcular las concentraciones de cafeína presentes en las muestras determinadas.
8. ¿Cuál es la diferencia entre cromatografía de HPLC de fase inversa y de fase normal?

Práctica 6

Reacción de saponificación. Obtención de jabones y detergentes



Objetivos

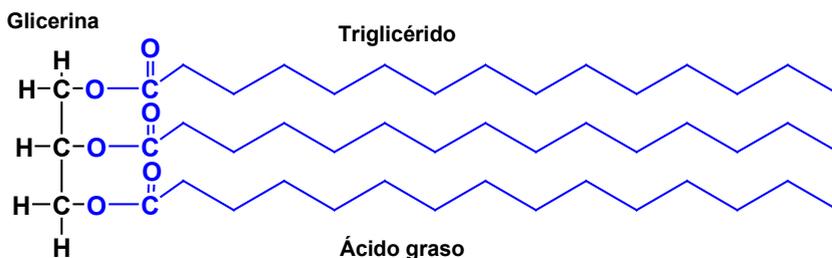
- Sintetizar detergentes a partir de la reacción de saponificación de grasas (ésteres de ácidos grasos).
- Caracterizar fisicoquímicamente los detergentes obtenidos.

Introducción

Dentro de los lípidos, que son compuestos que se obtienen mediante extracción con solvente orgánico como éter o diclorometano, se encuentran los triglicéridos, ésteres de ácidos carboxílicos de cadena carbonada larga (entre doce y dieciocho carbonos) y del glicerol (1,2,3-trihidroxipropano). Debido a que los lípidos se clasifican con base en sus propiedades físicas de solubilidad y no en sus estructuras químicas, se da una gran diversidad y variedad de lípidos con funciones y estructuras muy diferentes (Bruice, 2008). Sin embargo, la propiedad de los lípidos de disolverse en disolventes orgánicos proviene principalmente de su riqueza en cadenas hidrocarbonadas que les dan su aspecto aceitoso. Como cada molécula de glicerol puede reaccionar con tres ácidos carboxílicos, son también conocidos como triglicéridos o triacilglicéridos (Figura 20) (Morrison

y Boyd, Química orgánica, 1998). Los triglicéridos se conocen como grasas si son sólidos, o aceites si son líquidos.

Figura 21
Estructura de un triglicérido



Fuente: los autores

Las ceras son ésteres de ácidos carboxílicos de cadena larga y alcoholes de cadena larga. Un ejemplo es la cera de abeja (importante en la estructura del panal) la cual posee un ácido carboxílico de veintiséis carbonos y un componente alcohólico de treinta carbonos. En general, estos materiales se usan como recubrimiento para repeler el agua y brillar pisos y en pintura para automóviles (Bruice, 2008).

Las prostaglandinas se obtienen a partir del ácido araquidónico y son las responsables de regular las respuestas fisiológicas en los organismos. Dentro de los lípidos también se encuentran los fosfoacilgliceroles, cuyo grupo hidroxilo terminal (OH) está esterificado con ácido fosfórico y no con un ácido graso. Estos forman membranas gracias a que se ordenan en el espacio en forma de bicapa lipídica semipermeable que regula los procesos de nutrición de la célula al controlar la entrada y salida de nutrientes. Comprenden, igualmente, los fosfolípidos (lípidos con un grupo fosfato) y los esfingolípidos, que contienen esfingosina (amino alcohol) presentes en la membrana lipídica. Finalmente, se encuentran los terpenos, compuestos que contienen átomos de carbono en múltiplos de cinco (regla isoprénica) mediante una unión particular, conocida como "cabeza-cola" (Bruice, 2008); (Carey F. C., 2003); (McMurry J., 2008).

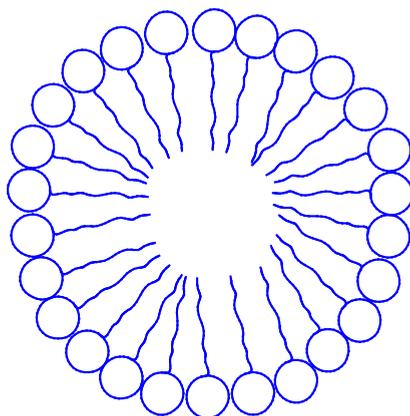
La reacción de saponificación se define como la reacción de hidrólisis básica de los ésteres de las grasas y aceites (Wade L. G., 2006). Uno de los productos es el jabón, una sal sódica de los ácidos grasos presentes en la grasa por lo cual su reacción es denominada de saponificación, pues la palabra en inglés proviene del griego *saponis* que significa jabonoso. La saponificación se logra por la reacción

a altas temperaturas de las grasas de animales y vegetales con una solución de hidróxido de sodio.

El jabón que se utiliza en el proceso de aseo de nuestro cuerpo es una mezcla de sales de los ácidos carboxílicos que componen la mixtura de la grasa de partida. El proceso de limpieza se basa fundamentalmente en la propiedad anfipática que presentan estas sales de cadenas de ácidos carboxílicos. Estas cadenas por su longitud, tienen muy separado el extremo polar –los grupos carboxilatos (COO)– del resto no polar (la cadena carbonada), por lo cual en solución estas se agrupan de tal forma que los extremos polares interaccionan con el agua en la periferia y la “cola” no polar busca sus homólogas para formar micelas hacia el centro en donde se disuelve la grasa de nuestro cuerpo; el agua exterior disuelve las cabezas polares y se logra así remover del cuerpo.

En solución, las cadenas de la sal del ácido carboxílico se agregan de tal forma que evitan al máximo las repulsiones desfavorables al tiempo que maximizan las favorables. Estos agregados se conocen como micelas (Figura 22). Las cabezas polares interaccionan con las moléculas de agua mediante puentes de hidrógeno, en tanto que las “colas” no polares interaccionan entre ellas y con moléculas grasosas mediante fuerzas de van der Waals y de dispersión de London, permitiendo así que interacciones desfavorables “cabeza-cola” no se lleven a cabo y se establezcan estos agregados en el agua para formar emulsiones estables y eficaces en la limpieza.

Figura 22
Estructura de las micelas



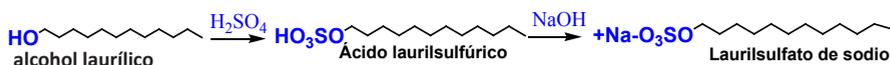
Fuente: los autores

Detergentes

Los alcoholes primarios que se obtienen directamente de las grasas con una cadena carbonada de C₁₂ a C₁₈, se utilizan para la preparación de detergentes. En general, estos agentes de limpieza son similares en su estructura a los jabones, ya que poseen una cadena carbonada lineal larga (cola no polar) y una cabeza polar, pero en este caso de la sal del ácido alquilsulfúrico (Figura 23). Estas cadenas provenientes de alcoholes derivados de ácidos carboxílicos, se hacen reaccionar inicialmente con ácido sulfúrico concentrado y posteriormente con hidróxido de sodio para obtener la sal del ácido alquilsulfúrico.

Figura 23

Obtención del laurilsulfato de sodio a partir del alcohol laurílico

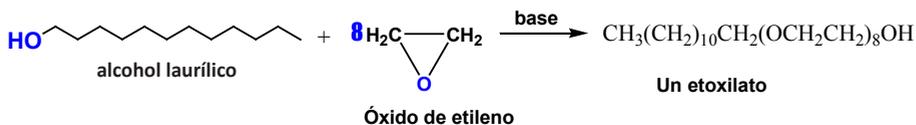


Fuente: (Morrison y Boyle, 1987)

Por otra parte, se pueden obtener detergentes no iónicos a partir de la reacción entre un alcohol derivado de un ácido carboxílico y óxido de etileno, cuyos oxígenos establecen puentes de hidrógeno con el agua y le dan solubilidad a pesar de la larga cadena carbonada (Figura 24).

Figura 24

Obtención de un etoxilato, un detergente no iónico, a partir de alcohol laurílico



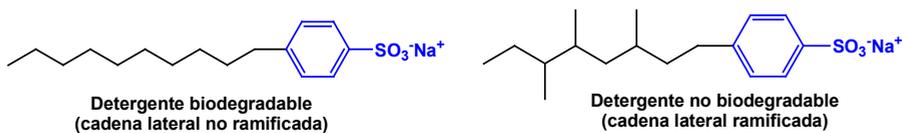
Fuente: (Morrison y Boyle, 1987).

La principal ventaja de los detergentes es su alta solubilidad incluso en “aguas duras”; es decir, ricas en iones de calcio y magnesio, que en el caso de los jabones destruiría su acción limpiadora por la insolubilidad de las sales de calcio y magnesio que se forman. Sin embargo, es importante tener en cuenta que si se

obtienen detergentes de cadena carbonada ramificada se contribuye fuertemente a la contaminación ambiental ya que estos no son biodegradables, a diferencia de sus homólogos lineales (Figura 25) (Insuasty y Ramírez, 2008).

Figura 25

Estructura química de los detergentes biodegradables y no biodegradables.



Fuente: los autores

En esta práctica se prepararán jabones y detergentes de carácter iónico a partir de grasas y aceites.

Materiales

Dos vasos de precipitados de 100 ml.

Una espátula de acero.

Cinco tubos de ensayo.

Un Erlenmeyer de 50 ml.

Una varilla de vidrio.

Una plancha agitadora y calentadora.

Reactivos

Hidróxido de sodio (NaOH; solución al 20 %).

Cloruro de sodio (NaCl).

Ácido clorhídrico (HCl) al 5 %.

Ácido sulfúrico (H₂SO₄).

Cloruro de calcio (CaCl₂).

Aceite de girasol.

Aceite de castor.

Procedimiento

Preparación de un detergente jabonoso

1. Agregar 2,0 ml de solución de hidróxido de sodio en un vaso de precipitados.
2. Adicionar 0,5 ml de aceite de cocina.
3. Calentar hasta ebullición la mezcla durante diez minutos o hasta que desaparezca la capa aceitosa.
4. Agregar posteriormente 2,0 ml de agua adicionales y adicionar cloruro de sodio hasta que no se disuelva más.
5. Calentar de nuevo hasta ebullición por un minuto.
6. Enfriar y filtrar el sólido y hacer un lavado cuidadoso con un poco de agua para eliminar el álcali que pueda permanecer sin disolver el jabón.
7. A continuación se deben examinar las propiedades jabonosas del detergente diluyendo en los cinco tubos de ensayo un poco del jabón obtenido.
8. En el tubo número 1 (que contiene agua destilada) se agrega un poco de la solución preparada con el jabón y se analiza el comportamiento.
9. En el tubo número 2 (que contiene cloruro de calcio) se observa lo que ocurre al adicionar un poco de la solución jabonosa.
10. En el tubo número 3 se debe adicionar un poco de ácido clorhídrico a la solución jabonosa. **Precaución:** se debe adicionar el ácido a la solución jabonosa y no al contrario, ya que puede resultar peligroso.

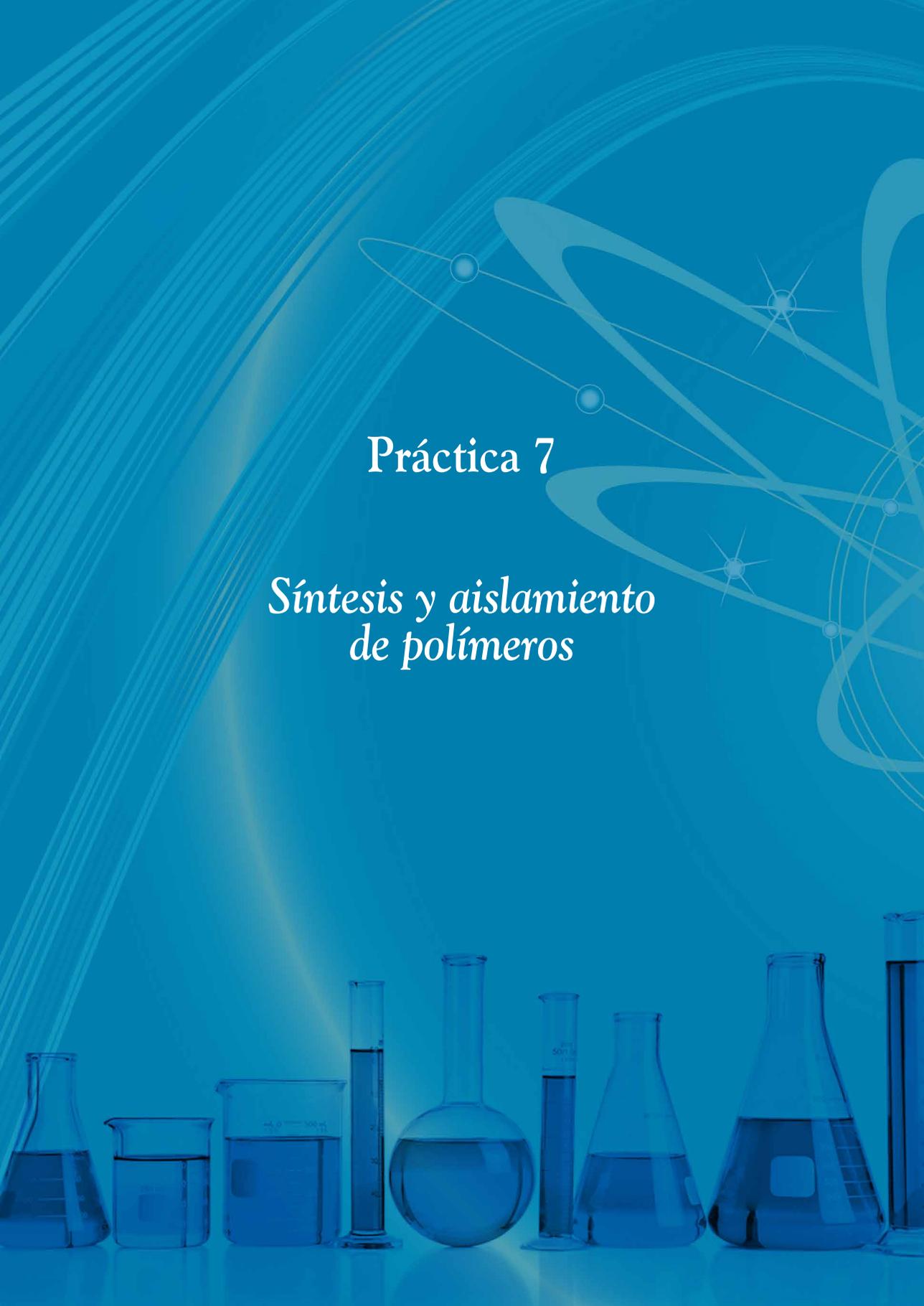
Preparación de un detergente no jabonoso

1. Adicionar a un Erlenmeyer de 50 ml previamente inmerso en un baño de agua hielo ácido sulfúrico concentrado (2,0 ml) en varias porciones a un volumen pequeño de aceite de castor (1,0 ml) con agitación fuerte y constante.
2. Adicionar el contenido anterior en un volumen igual de agua. **Precaución:** adicionar con mucho cuidado para evitar exotermia debido a la reacción.
3. Se evidencia la formación del producto en forma de aceite.
4. Adicionar hidróxido de sodio para neutralizar el ácido y verificar con papel tornasol.

5. Tomar un poco del aceite con gotero y adicionar a un exceso de agua (50 ml).
6. Agitar y registrar las observaciones.
7. Adicionar un poco de la solución del detergente a una solución de cloruro de calcio y registrar las observaciones.

Cuestionario

1. Escribir las ecuaciones de todas las reacciones llevadas a cabo en la práctica.
2. Explicar el comportamiento de las soluciones jabonosas y no jabonosas en presencia de iones de Ca^{2+} y Mg^{2+} .
3. ¿Qué es el producto de solubilidad? Explique la definición de K_{ps} . ¿Cuál es la razón para que se formen precipitados en algunas de las reacciones de ácidos carboxílicos de cadena larga y los iones calcio y magnesio?
4. Explicar cuál es la diferencia entre detergentes aniónicos y catiónicos. Escribir la estructura de algunos de ellos.
5. Actualmente, ¿cómo se lleva a cabo la obtención de detergentes a nivel industrial?



Práctica 7

Síntesis y aislamiento de polímeros



Objetivos

- Estudiar los principios básicos de la síntesis del nylon, de resinas de úrea-formaldehído y de caseína-formaldehído.
- Determinar las características físicas de los polímeros obtenidos.

Introducción

En la química orgánica se pueden estudiar moléculas pequeñas que cuentan hasta con setenta y cinco átomos. Sin embargo, también se pueden observar moléculas con cientos e incluso miles de átomos constituyentes conocidas como macromoléculas. Algunas están presentes en la naturaleza y son vitales para la existencia, como las proteínas y los carbohidratos y otras son preparadas por el hombre, como el polietileno o la poliacrilamida (Morrison y Boyle, 1987). Estas macromoléculas están presentes en la vida cotidiana desde tiempos inmemoriales, como las herramientas prehistóricas y los refugios hechos principalmente de madera y paja, cuya resistencia y propiedades se deben a la presencia del polisacárido celulosa (Wade L. G., 2006).

En general, hoy en día cuando se habla de polímeros se hace referencia a los polímeros sintéticos y en otra categoría se ubica a los biopolímeros orgánicos naturales, como la celulosa, el ADN y las proteínas. La primera vez que se habló de un polímero sintético fue alrededor de 1838, cuando se obtuvo policloruro de vinilo por accidente (Wade L. G., 2006).

Otro hecho importante fue la vulcanización del caucho a partir del calentamiento en presencia del azufre, descubierta por Charles Goodyear en 1839. Fue la primera vez que se entrecruzó de manera sintética un biopolímero para darle resistencia y capacidad de elongación al material. En general, hay millones de

polímeros presentes en la cotidianidad del ser humano: en la ropa, los automóviles, los asientos, las llantas, los lapiceros y los computadores entre muchos otros (Wade L. G., 2006).

Dentro de los polímeros sintéticos se encuentran los plásticos, los cuales se moldean en láminas o tubos mediante un proceso conocido como extrusión en el cual el polímero se calienta y al enfriarse adquiere la forma de un molde. Igualmente, los polímeros son componentes básicos de las pinturas y otros objetos de amplia aplicación en la vida humana.

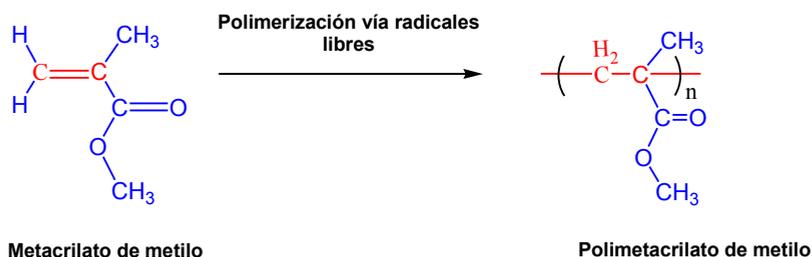
Otros polímeros son los elastómeros, cuya alta capacidad de elongación es similar a la del caucho, así como las fibras, las cuales son delgadas, alargadas y de gran resistencia. Se utilizan principalmente en la industria de los textiles. Sin embargo, a pesar de su innegable utilidad presentan el inconveniente de que no son biodegradables, razón por la cual son causa importante de contaminación. Esto ha llevado a desarrollar materiales biodegradables a partir de polímeros naturales, evitando de esta manera contaminación por acumulación de estos materiales.

Se considera que existen dos clases de polímeros: polímeros de adición y polímeros de condensación.

Polímeros de adición o de crecimiento de cadena

Son aquellos que se generan por la adición de una molécula por vez a un centro reactivo (catión, radical, anión) del final de una cadena en propagación, lo cual permite que esta siga creciendo. Normalmente, los monómeros disponibles para este tipo de polimerización son los alquenos y algunos derivados, los cuales llevan a cabo sus reacciones de polimerización en el doble enlace. El metacrilato de metilo, el cloruro de vinilo, el etileno y el estireno, son algunos de los monómeros disponibles para este tipo de polimerización (Figura 26).

Figura 26
Polimerización del metacrilato de metilo



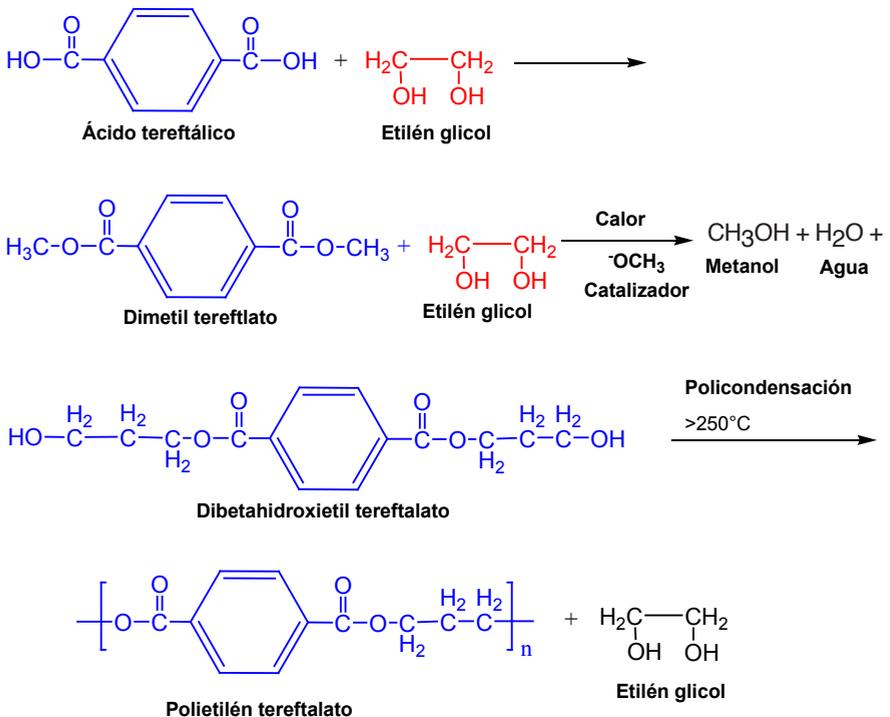
Fuente: los autores

Polimerización por condensación

Se considera que durante la reacción de polimerización por condensación, mientras se forma el nuevo enlace entre las moléculas involucradas, se pierde una molécula de tamaño pequeño (Wade L. G., 2006). En la policondensación cualquier par de moléculas puede reaccionar, generando así una reacción en etapas sucesivas e independientes de las etapas predecesoras, sin que sus centros reactivos deban estar localizados al final de la cadena (Carey F. C., 2003). En general, se la conoce como polimerización de crecimiento por etapas (Figura 27) dado que cada par de monómeros reacciona por etapas y produce la condensación. Los productos de una policondensación son poliamidas y poliésteres; el dacrón es un ejemplo de este último (Insuasty y Ramírez, 2008).

Figura 27

Reacción de obtención del poli (etilen tereftalato) o PET



Fuente: (Wade L. G., 2006)

Esta práctica busca la obtención de nylon, una poliamina catiónica y unas resinas de urea-formaldehído y urea-caseína por policondensación.

Materiales

Un vaso de precipitados de 25 ml.

Una varilla de vidrio.

Dos recipientes desechables de un volumen aproximado de 5 ml.

Dos goteros.

Un balón de fondo plano de 25 ml de tres bocas.

Un condensador.

Un termómetro.

Un embudo de adición.

Un baño María.

Una plancha agitadora y calentadora.

Reactivos

Cloruro de sebacoilo solución al 3 % en diclorometano.

Urea.

Leche.

Ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado.

Ácido acético 2 M.

1,6-diaminohexano.

Etanol 50 %

Formaldehído 40 %.

Dimetilamina 40 %.

Etilendiamina.

Hidroxido de amonio.

Epiclorhidrina.

Procedimiento

Síntesis del nylon

En este experimento se hace reaccionar un cloruro de diacilo con una diamina (sin olvidar que los dos compuestos son inmiscibles entre sí) de tal forma que la reacción se lleva a cabo en la interfase y genera el nylon (una poliamida). La reacción procede a temperatura ambiente, pero se debe tener mucho cuidado

ya que los cloruros de acilo son muy tóxicos al igual que el solvente orgánico. Se debe trabajar en campana.

1. Preparar 10 ml de una solución al 3 % de cloruro de sebacoilo en diclorometano y adicionarlos a un vaso de precipitados de 25 ml.
2. Posteriormente, adicionar con mucho cuidado 10 ml de una solución al 3 % de 1,6-diaminohexano en agua.
3. Introducir una varilla de vidrio y enrollar con cuidado todo el sólido que se forme.
4. Finalmente, lavar el sólido formado con agua y una solución etanol: agua 1:1 (v/v).
5. Determinar el rendimiento de la reacción.
6. Analizar la solubilidad del polímero en diferentes solventes.

Síntesis de la resina urea-formaldehído

1. En un recipiente desechable de un volumen aproximado de 5 ml, se adicionan 2 ml de solución de formaldehído al 40 %.
2. Adicionar un gramo de urea al recipiente agitar con ayuda de una varilla de vidrio hasta que la urea no se disuelva más .
3. Adicionar tres gotas ácido sulfúrico concentrado sin dejar de agitar.
4. Lavar el sólido obtenido con agua una vez finalice la reacción y secar en papel filtro.
5. Analizar las propiedades de solubilidad en diversos solventes y calcular el rendimiento de la reacción.

Obtención de caseína-formaldehído

1. Dejar en reposo 100 ml de leche para que se separe la crema.
2. Adicionar 50 ml de leche descremada.
3. Calentar hasta 50 °C aproximadamente y agregar unas gotas de ácido acético 2 M a fin de precipitar la caseína.
4. Adicionar agua caliente para generar elasticidad en la fibra.

5. Dividir en dos partes, una de las cuales será el control y la otra se usará para la reacción con el formaldehído.
6. Adicionar una de las partes a una solución de formaldehído al 40 % durante 48 horas.
7. Secar y anotar las observaciones al comparar con la pieza de control.

Obtención de una poliamina catiónica

1. Mezclar 0,05 moles de dimetilamina al 40 % con 0,0045 moles de etilendiamina y 0,0045 de amoniaco al 29 % en un balón de fondo plano de 25 ml.
2. Conectar el sistema con reflujo, termómetro y agitador magnético e introducir gota a gota 0,049 moles de epiclorhidrina (EPI) y mantener la temperatura inferior a 40 °C (con ayuda de agua-hielo si es necesario) durante tres horas.
3. La solución se calienta hasta los 90 °C una vez finalizada la adición de EPI.
4. Se adicionan durante una hora 0,0075 moles de EPI y mantener la temperatura entre 95 °C y 97 °C.
5. Se deja enfriar a temperatura ambiente, se adicionan 3,9 g de agua a la solución y se agita.
6. Se obtiene una solución de la poliamina con una concentración de 60 % de sólidos.
7. Determinar el pH final la densidad, el porcentaje de sólidos de este producto y las propiedades físicas.

Cuestionario

1. Explique a qué tipo de polimerización pertenece cada una de las reacciones llevadas a cabo en la práctica (polimerización por etapas, poliadición, etc.).
2. ¿Cuál es la aplicación de las poliaminas preparadas a partir del procedimiento planteado?
3. ¿Cuáles son las principales aplicaciones de las resinas urea-formaldehído y caseína-formaldehído?
4. Escribir las ecuaciones de las reacciones llevadas a cabo durante la práctica.

5. ¿Cuál es la diferencia entre un elastómero, un plástico y una fibra?
6. ¿Qué son los polímeros biodegradables? ¿Cuáles son los criterios para que un material sea considerado biodegradable?
7. ¿Cuáles son las polimerizaciones vivientes o pseudocontroladas? Dé ejemplos de cada una.
8. ¿Cuáles son los principales productos de la polimerización vía radicales libres en la industria de hoy?

Práctica 8

Identificación y reactividad de carbohidratos



Objetivos

- Determinar e identificar cualitativamente azúcares.
- Analizar mediante pruebas químicas sencillas, la reactividad de los azúcares reductores.
- Diferenciar entre una aldosa y una cetosa.

Introducción

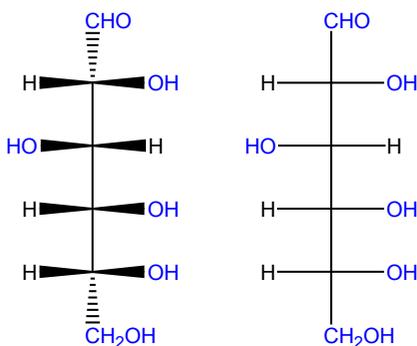
En la naturaleza se encuentran compuestos orgánicos de estructura compleja los cuales contienen grupos funcionales que determinan su reactividad. Estos compuestos son las biomoléculas o los compuestos bioorgánicos que reaccionan de manera similar a sus homólogos más sencillos. Los principales compuestos son las proteínas, los lípidos, los ácidos nucleicos y los carbohidratos. Son los compuestos más abundantes de la naturaleza (50 % del total de la biomasa seca) (Bruice, 2008) y componentes fundamentales de los organismos vivos. Están presentes en las células como unidades estructurales, receptores con funciones de reconocimiento y principalmente como fuente de energía.

El término carbohidrato tiene su origen en el hecho de estar compuestos de carbono e hidrógeno, aunque también contienen oxígeno y en general presentan la fórmula $C_n(H_2O)_m$. Sin embargo, se juzga más acertado considerarlos como

polihidroxialdehídos o polihidroxicetonas de acuerdo con sus grupos funcionales, los cuales determinan sus propiedades químicas y físicas (Carey F. C., 2003).

Las plantas sintetizan los carbohidratos durante la fotosíntesis, proceso metabólico complejo que convierte la luz solar, el dióxido de carbono y el agua en oxígeno y glucosa (Figura 28). Posteriormente, numerosas moléculas de glucosa se enlazan entre sí para formar polisacáridos como celulosa o almidón que constituyen la reserva energética en forma de alimento (McMurry J., 2008). Muchos mamíferos –entre ellos el hombre– no poseen las enzimas necesarias para degradar la celulosa, por lo cual su única fuente de glucosa es el almidón. Aquellos que se alimentan de pastos pueden consumirla sin problemas y cubrir así sus necesidades energéticas, pues en su organismo viven miles de microorganismos cuyas enzimas pueden metabolizar la celulosa.

Figura 28
Estructura de la glucosa



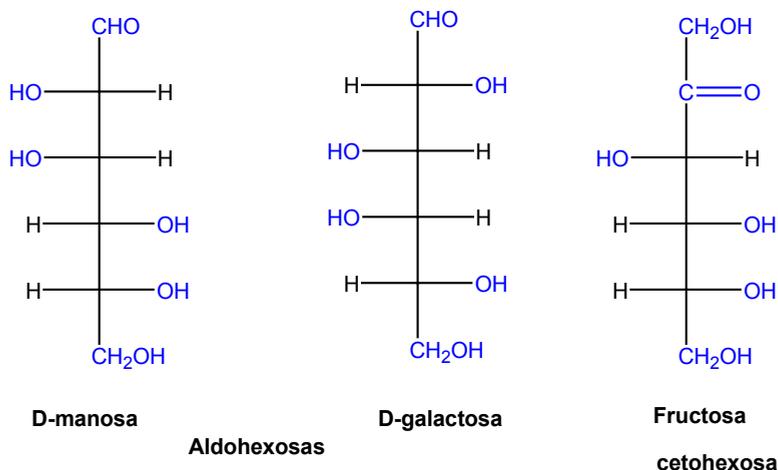
D-glucosa

Fuente: los autores

Los azúcares constituyen las unidades primarias de los carbohidratos. Al nombrarlos se tiene en cuenta la terminación *osa* (*sacarosa*, *fructosa*, *glucosa*) para aquellos azúcares reductores; es decir, que presentan un grupo carbonilo terminal (aldehído, conocido como aldosa) o central (cetona, conocido como cetosa) (Hormaza, 2004); (Insuasty y Ramírez, 2008). Sin embargo, muchos oligosacáridos y polisacáridos poseen nombres triviales que terminan con el sufijo *osa* pero no son reductores.

En general, los carbohidratos se representan con notación de cuñas y líneas o con proyecciones de Fischer (Figura 29). No obstante, se prefieren las proyecciones de Fischer dado que permiten diferenciar la estereoquímica de las moléculas y todos sus átomos de carbono asimétricos (Wade L. G., 2006).

Figura 29
Estructura general de las aldosas y de una cetohehexosa



Fuente: los autores

Clasificación de los carbohidratos

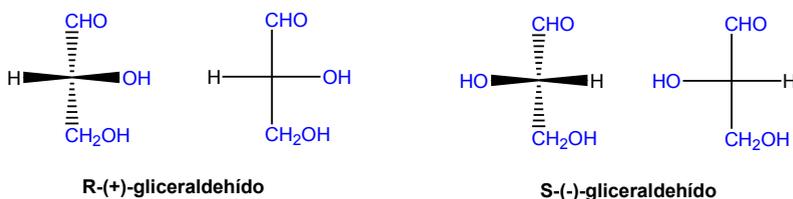
Los carbohidratos se clasifican en carbohidratos sencillos o monosacáridos (ya que poseen una sola unidad de azúcar); y carbohidratos complejos, los cuales presentan en su estructura dos o más unidades de azúcares unidas entre sí (Bruice, 2008). Los disacáridos contienen en su estructura dos unidades de monosacárido, como la sacarosa que tiene dos unidades del monosacárido glucosa. Los oligosacáridos poseen de tres a diez unidades de monosacáridos en su estructura unidas entre sí y los polisacáridos más de diez unidades, como son el almidón y la celulosa. Los disacáridos, los oligosacáridos y los polisacáridos, al hidrolizarse producen unidades de monosacárido libres. En general, todos los carbohidratos de estructura sencilla y pequeña son solubles en agua, mientras que los polisacáridos no lo son. Presentan un sabor dulce y se les conoce como “azúcares” (Insuasty y Ramírez, 2008); (Hormaza, 2004).

Se sabe que existen más de doscientos monosacáridos que, análogamente, se clasifican de acuerdo con el número de carbonos en su cadena principal: si poseen tres carbonos se denominan triosas; cuatro, tetrasas; cinco, pentosas; seis, hexosas y siete, heptosas. Por ello, un polihidroxialdehído con cinco carbonos es una aldopentosa y una polihidroxiketona con seis carbonos es una cetohehexosa (Bruice, 2008).

La estereoquímica es fundamental para el estudio de los carbohidratos y sus propiedades lo cual fue ratificado por el químico alemán Emil Fischer, quien propuso unas fórmulas de proyección para describir la estereoquímica de moléculas quirales (Carey F. C., 2003). A finales del siglo XIX, se pudo determinar que todos los monosacáridos naturales tenían en su último carbono quiral la misma configuración que el (+)-gliceraldehído (2,3-dihidroxiopropanal). De acuerdo con la Figura 30, cuando la cadena de carbono se orienta en la proyección de Fischer de manera vertical y el carbono del aldehído arriba, el grupo hidroxilo del C-2 apunta hacia la derecha en el (+)-gliceraldehído y hacia la izquierda en el (-)-gliceraldehído (Bruice, 2008). En este sistema, un monosacárido pertenece a la serie D si el grupo hidroxilo del carbono quiral más lejano al carbono 1 está también a la derecha de la proyección de Fischer. Si el OH en el último carbono quiral es proyectado hacia la izquierda, entonces el compuesto pertenece a la serie L. Actualmente, esta configuración es denominada (R), aunque en esa época era imposible determinar la configuración exacta alrededor del átomo de carbono quiral por la falta de herramientas. Por tal razón, se propuso el sistema D y L y se asignaron configuraciones relativas a estos compuestos (Insuasty y Ramírez, 2008).

Figura 30

Representaciones tridimensionales y proyecciones de Fischer de los enantiómeros del gliceraldehído



Fuente: (Carey F. C., 2003)

De ordinario, los carbohidratos exhiben las propiedades químicas de un alcohol, los cuales poseen grupos hidroxilo que se pueden convertir en éter y éster. También se pueden oxidar y reducir con cierta dificultad, ya que los carbohidratos se encuentran en su forma hemiacetólica (Insuasty y Ramírez, 2008).

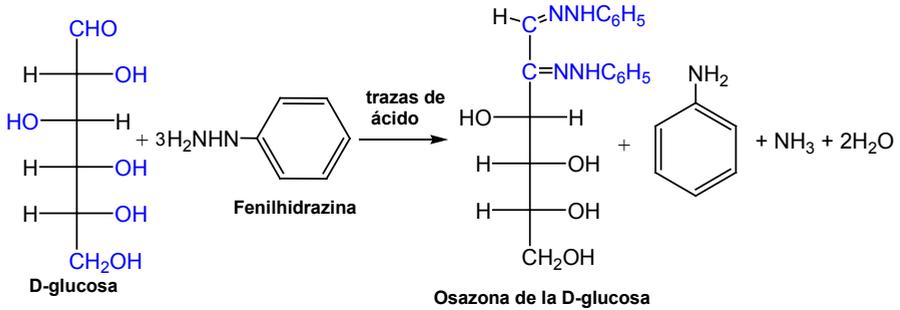
Reacción con fenilhidrazina

Emil Fischer encontró que cuando se hace reaccionar una aldosa o una cetosa con fenilhidrazina, se puede aislar un sólido amarillo al que se conoció como “osazona” (por *osa*, de azúcar y *azona*, de hidrazona) (Bruice, 2008). Se pueden utilizar para identificar monosacáridos ya que facilitan su aislamiento y

purificación gracias a sus diferentes tiempos de formación y puntos de fusión (Figura 31).

Figura 31

Reacción de la D-glucosa con fenilhidrazina

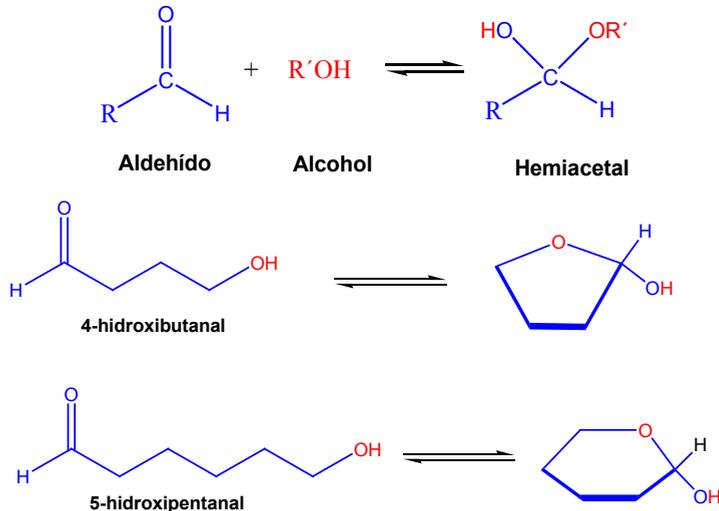


Fuente: (Bruce, 2008).

Los aldehídos y las cetonas presentan una reacción con los alcoholes de tipo adición nucleofílica, rápida y reversible que genera hemiacetales (Figura 32)

Figura 32

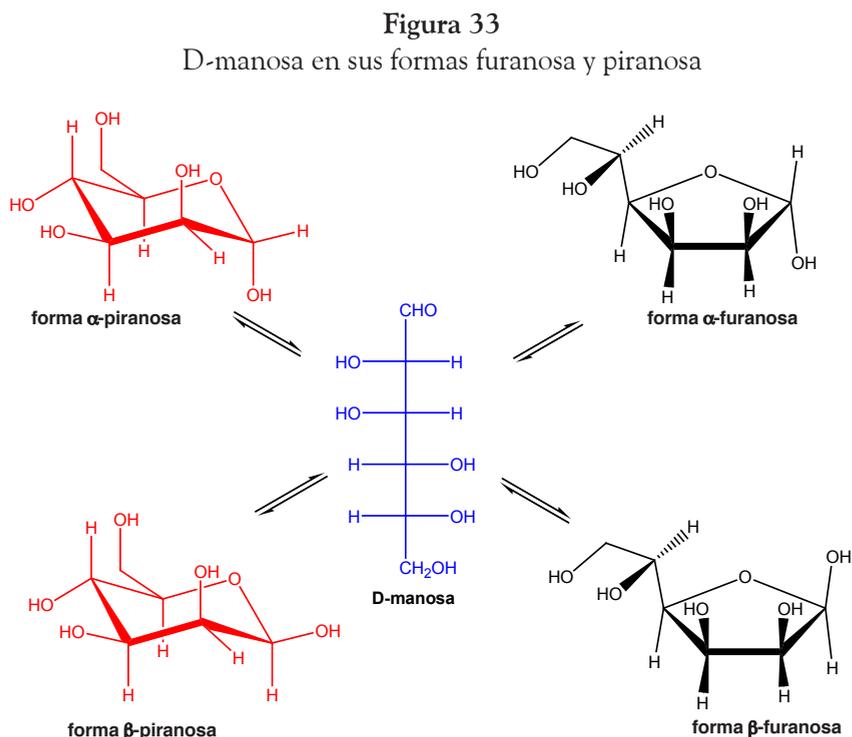
Esquema de la formación de un hemiacetal a partir de un aldehído con alcohol



Fuente: los autores

En los monosacáridos es posible generar hemiacetales cíclicos si presentan, en la misma molécula, un grupo hidroxilo y un grupo carbonilo, mediante una adición nucleofílica intramolecular. Los hemiacetales cíclicos de cinco y seis carbonos son bastante estables, por lo cual se establece un equilibrio entre la especie de cadena abierta y la especie cíclica. Ejemplo de ello es la glucosa, que en solución acuosa se cicla intramolecularmente mediante la reacción entre el grupo hidroxilo, $-OH$ del C_5 , y el grupo carbonilo del C_1 y permanece la mayoría del tiempo en esta forma cíclica (una piranosa), mucho más estable que la forma acíclica (McMurry J., 2008). Es posible que se generen anillos de cinco o de seis miembros, según sea el grupo hidroxilo que reaccione con el grupo carbonilo. Así por ejemplo, la fructosa se encuentra en un 80 % en la forma piranosa y un 20 % en la forma furanosa o anillo de cinco miembros, como resultado de la adición del grupo hidroxilo del C_2 al carbonilo del C_5 (McMurry J., 2008).

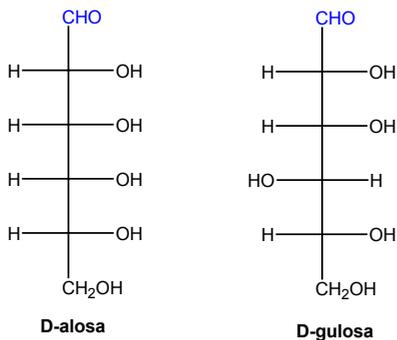
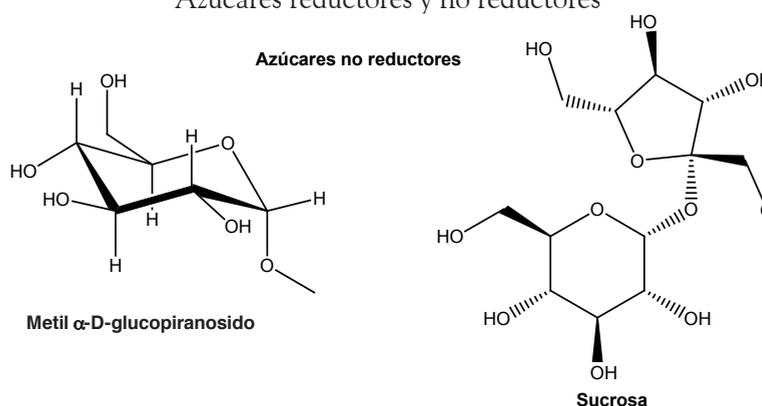
Las estructuras de los hemiacetales de los carbohidratos se representan por proyecciones de Haworth, Fischer y de silla, como se observa en la Figura 33:



Reacción de oxidación

Las aldosas y las α -hidroxicetosas se pueden oxidar en condiciones suaves utilizando el reactivo de Tollens (Ag^+ en NH_3 acuoso), el reactivo de Fehling (Cu^{2+} en tartrato de sodio acuoso) o con el reactivo de Benedict (Cu^{2+} en citrato de sodio acuoso) y producen azúcar oxidada y el ion metálico reducido. Los tres procesos se utilizan como prueba de identificación sencilla para los azúcares reductores (McMurry J. , 2008). Los disacáridos pueden dar resultados positivos o negativos según sea la unión del enlace glicosídico (enlace acetálico o cetálico). En términos generales, se puede decir que un azúcar que conserve su grupo hidroxilo libre sobre el carbono hemiacetálico o hemicetálico, se denomina reductor y en caso contrario, no reductor (Figura 34) (Hormaza, 2004).

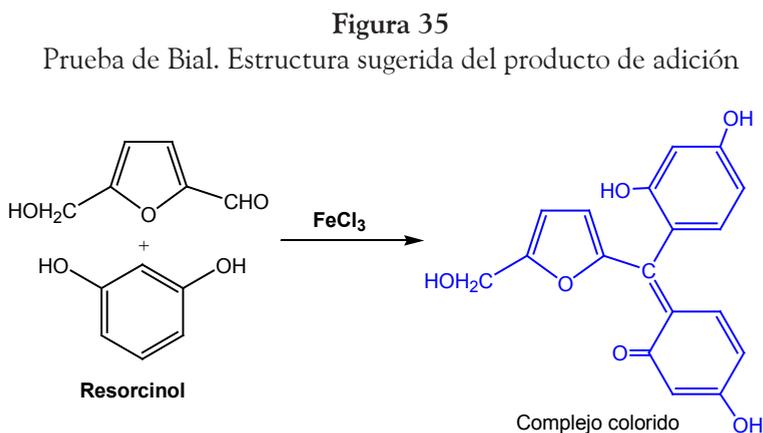
Figura 34
Azúcares reductores y no reductores



Fuente: los autores

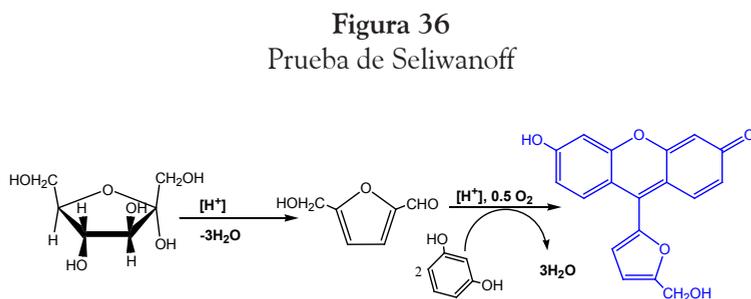
Los furfurales y los hidroximetilfurfurales se condensan con fenoles para generar productos coloreados, como en la prueba de Molisch la cual se usa para reconocer carbohidratos utilizando el α -naftol para producir compuestos de color púrpura (Hormaza, 2004).

La prueba de Bial es útil para diferenciar entre furfurales e hidroximetilfurfurales; es decir, pentosas y hexosas ya que el orcinol reacciona con el carbohidrato y genera un producto de condensación complejo de color azul (Figura 35):



La prueba de Seliwanoff

Esta prueba se basa en la diferenciación de aldosas de cetosas en virtud de su velocidad de reacción (velocidad de aparición del color rosa o rojo del producto de la reacción), ya que las hexosas reaccionan con resorcinol en presencia de ácido clorhídrico concentrado (Hormaza, 2004). La base de la diferenciación radica en que las cetosas se deshidratan más rápido que las aldosas (Figura 36).



Reacción de hidrólisis

La hidrólisis de los disacáridos se puede llevar a cabo con ayuda de enzimas o también en medio ácido concentrado y calor, generando así el rompimiento del enlace glicosídico y liberando las dos moléculas de monosacárido (Hormaza, 2004).

Materiales

Dieciséis tubos de ensayo.

Una pipeta graduada de 50 ml.

Una pipeta graduada de 25 ml.

Una espátula.

Reactivos

Sacarosa.

Lactosa.

Acetato de sodio.

Galactosa.

Hidrocloruro de fenilhidrazina.

Reactivo de Fehling.

Solución de hidróxido de sodio al 10 %.

Ácido sulfúrico concentrado.

Ácido clorhídrico concentrado.

Orcinol.

Resorcinol.

α -naftol al 1 %.

D(+)-glucosa.

D(-)-Fructosa.

Equipos

Una plancha agitadora y calentadora.

Un baño María.

Protocolo

Este procedimiento se construyó con ayuda de los textos de Hormaza, 2004 e Insuasty y Ramírez, 2008.

Reducción de los azúcares con el reactivo de Fehling

1. Adicionar en cuatro tubos de ensayo 1,0 ml de la solución de Fehling.
2. Adicionar al primer tubo 1,5 ml de glucosa al 1 %; al segundo tubo se le adiciona 1,5 ml de sacarosa al 2 %; al tercero 1,5 ml de lactosa al 2 % y al último 2 ml de fructosa al 2 %.
3. Calentar los cuatro tubos de ensayo en baño María durante dos a tres minutos.
4. Anotar las observaciones.

Reacción de los carbohidratos con α -naftol (prueba de Molisch)

1. Adicionar en cuatro tubos de ensayo 1 ml de agua destilada y 1 ml de glucosa. En el segundo tubo 1 ml de fructosa, en el tercero 1 ml de sacarosa y en el último 1 ml de galactosa.
2. Adicionar a cada tubo cuatro gotas del reactivo de Molisch (α -naftol).
3. Posteriormente, adicionar cuidadosamente 2 ml de ácido sulfúrico concentrado.
4. Anotar lo que se observa.

Reacción con la fenilhidrazina

1. Colocar en tres tubos de ensayo 1 ml de glucosa, 1 ml de sacarosa y 1 ml de fructosa en cada uno por separado.
2. Adicionar 0,2 g de hidrocloreuro de fenilhidrazina y 0,3 g de acetato sódico en 3 ml de agua.
3. Mezclar bien y calentar en baño María por veinte minutos.
4. Empezará a formarse cristales de fenilosazona que precipitan de la solución.
5. Anotar sus observaciones e incluir en ellas el tiempo de formación de los cristales.

Hidrólisis (inversión) de la sacarosa

1. Adicionar en un tubo de ensayo 4,0 ml de sacarosa al 12 %, ocho gotas de ácido sulfúrico al 10 % y calentar hasta ebullición por cinco minutos.
2. Enfriar la solución obtenida de azúcar y dividir en dos porciones iguales.
3. A la primera se adicionan ocho gotas del reactivo de *Fehling* una vez se ha basificado con hidróxido de sodio.
4. Anotar las observaciones.
5. Agregar a la segunda mitad cinco gotas de ácido clorhídrico concentrado y unos pocos cristales de resorcinol (prueba de *Seliwanoff*) y calentar la solución.
6. Anotar las observaciones.

Prueba de Bial

1. Adicionar 0,5 ml de solución de D(+)-xilosa a 2 ml del reactivo de Bial contenido en dos tubos de ensayo diferentes.
2. Calentar el contenido hasta la aparición de color.
3. Repetir el proceso con lactosa y D(+)-ribosa.

Reacción con el almidón

Se debe preparar inicialmente una solución de engrudo de almidón de la siguiente manera:

1. Adicionar 1,0 g de almidón en 5,0 ml de agua en un vaso de precipitados de 100 ml que contiene 50 ml de agua.
2. Calentar hasta ebullición el contenido del vaso.
3. Tomar 5,0 ml del pegante de almidón y adicionarlo en un tubo de ensayo junto con dos gotas de yodo en ioduro de potasio.
4. Anotar el color de la solución y a continuación calentar hasta ebullición.
5. Anotar las observaciones.
6. Enfriar la solución. Anotar las observaciones.
7. Tomar una pequeña porción del pegante y mezclarlo con 0,5 ml del reactivo de *Fehling* en un tubo de ensayo. Calentar hasta ebullición.

8. Anotar las observaciones.
9. Mezclar una pequeña porción del pegante con una solución concentrada de hidróxido de bario en un tubo de ensayo y calentar hasta ebullición.
10. Anotar las observaciones.

Cuestionario

1. ¿Cuáles carbohidratos dan positiva la prueba de Tollens?
2. Escriba las fórmulas en proyecciones Haworth y Fischer de todos los monosacáridos utilizados en la práctica.
3. Explique brevemente en qué consisten la mutarrotación y la epimerización.
4. Escribir el mecanismo de la formación de la α -glucosa y la β -glucosa a partir de la D-glucosa (formación de hemiacetales cíclicos).
5. Escriba el mecanismo de formación de glicósidos.
6. Explicar en qué consiste el efecto anomérico.
7. Explicar brevemente en qué consiste la síntesis de Kiliani-Fischer y la degradación de Wohl.
8. Indique un método para convertir D-glucosa en D-alosa.

Práctica 9

*Determinación y cuantificación
de vitamina C en muestras de frutas
y comprimidos por titulación*



Objetivos

- Efectuar la cuantificación del ácido ascórbico (vitamina C) presente en muestras de frutas y en comprimidos.
- Analizar el proceso de titulación redox para la determinación de ácido ascórbico.

Introducción

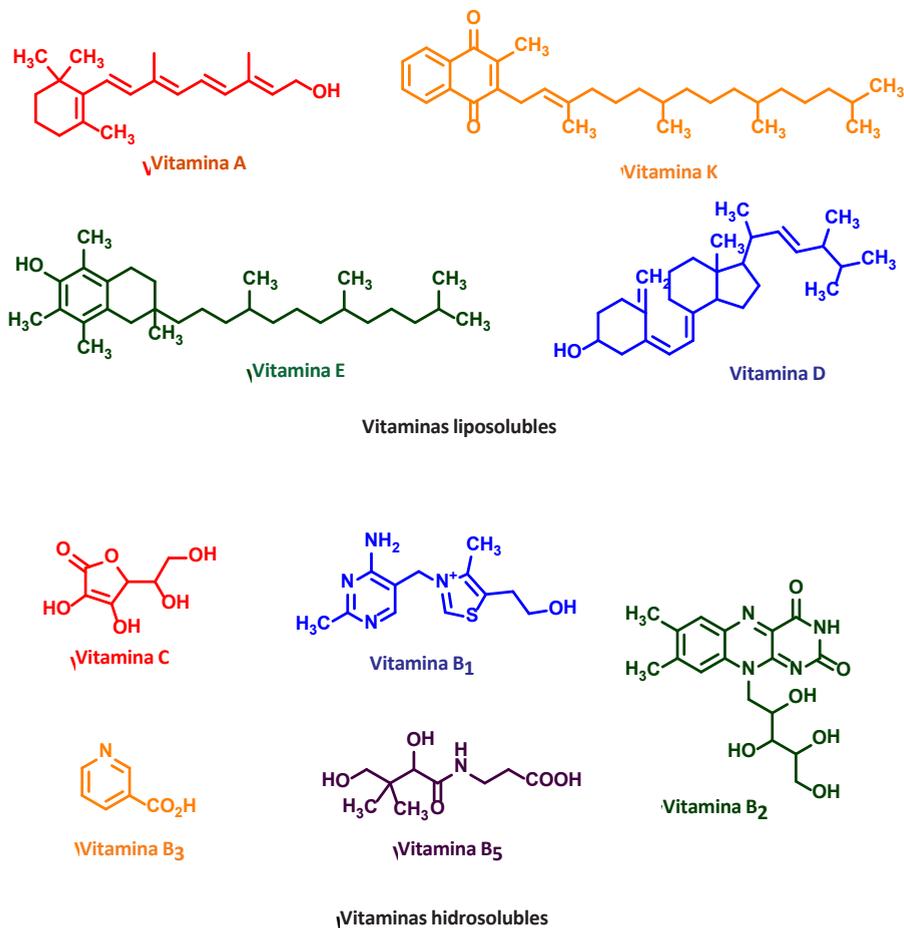
Las vitaminas fueron descubiertas, caracterizadas y elucidadas sus estructuras químicas entre finales de las décadas de los veinte y los cuarenta a partir de numerosas experiencias con animales, las cuales permitieron demostrar la existencia de unos compuestos desconocidos hasta la fecha y muy importantes para el crecimiento y desarrollo de los animales. Fue el bioquímico francés C. Funk quien propuso este nombre para aquellos compuestos (Hormaza, 2004).

Las plantas y hongos tienen la capacidad de elaborarlas, pero no los animales (excepto algunos), por lo cual deben consumirlas en su dieta. Pueden obtenerse directamente a través de la flora intestinal, aunque en la mayoría de los casos

son ingeridas en una forma denominada “provitamina”; es decir, careciente de actividad y posteriormente son activadas en algún órgano en particular luego de experimentar algún tipo de modificación en su estructura (Hormaza, 2004).

Su principal misión es facilitar la liberación de energía en las reacciones metabólicas al participar como coenzimas (cocatalizadores) y posibilitar la labor de las enzimas para la transformación de las materias primas a través del metabolismo. Se dividen en dos grandes grupos: las vitaminas liposolubles, las cuales como su nombre lo indica, son solubles en grasas e insolubles en agua. Son, en general, lípidos sin capacidad de convertirse en jabones, pues no poseen grupos carboxílicos provenientes de ácidos grasos. Dentro de las vitaminas pertenecientes a este grupo se encuentran las vitaminas A (retinol), D (calciferol), E (tocoferol) y K (antihemorrágica). La vitamina A, por ejemplo, es un diterpeno. La ruptura del β -caroteno, principal fuente de esta vitamina, genera dos moléculas de vitamina A conocidas también como retinol, importantes para la correcta visión en los seres vivos. Por otro lado, se encuentran las vitaminas hidrosolubles las cuales como su nombre lo indica, pueden disolverse en agua. Son precursoras de muchas coenzimas importantes para las reacciones bioquímicas del metabolismo. Entre ellas se encuentran las vitaminas del complejo B; B₁ (tiamina), B₂ (riboflavina), B₃ (niacina ó ácido nicotínico), B₅ (ácido pantoténico o vitamina W), B₆ (piridoxina), B₈ (biotina o vitamina H), B₉ (ácido fólico), B₁₂ (cobalamina) y la vitamina C (ácido ascórbico) (Hormaza, 2004).

Figura 37
 Vitaminas liposolubles e hidrosolubles

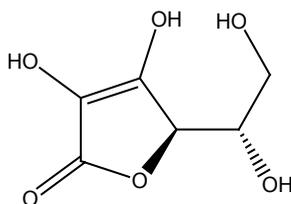


Fuente: (Zempleni, Rucker, McCormick, y Suttie, 2007)

La vitamina C o ácido ascórbico, es una vitamina hidrosoluble constituida por seis átomos de carbono (Figura 38) considerada como un gran antioxidante. Es importante para la formación de hueso, el tratamiento de heridas y en los procesos de formación del tejido conjuntivo, ya que el tejido óseo contiene una matriz orgánica con colágeno (Universidad para los mayores, 2011). Asimismo, ayuda a la absorción de hierro y protege algunas vitaminas de los procesos de oxidación. Una baja ingestión de esta vitamina causa la enfermedad conocida como escorbuto. Entre las funciones de la vitamina C se encuentra su capacidad

para fijar el oxígeno, el cual podría reaccionar con varios alimentos y provocar su deterioro debido a la rancidez y pérdida de color (Tania M. Gutiérrez, 2007). Se obtiene a partir de la glucosa y es considerada como un estimulante contra las infecciones y básica para la obtención del colágeno y de sustancias presentes en los capilares sanguíneos.

Figura 38
Estructura química de la vitamina C



Fuente: los autores

Alimentos como los cítricos, el kiwi, las fresas, el brócoli y la lechuga, entre otros, son fuente natural de la vitamina C y su contenido depende de la especie, el área geográfica en las que son cultivados, las condiciones de almacenamiento una vez recogidos y el estado de maduración (generalmente aumenta con la maduración) (Universidad para los mayores, 2011).

El ácido ascórbico se degrada por acción del calor, por lo cual diversos autores han centrado sus estudios en la cinética de la degradación térmica en jugos y frutas naturales en diferentes condiciones de tratamiento que genera la pérdida de su actividad coenzimática, razón por la cual el seguimiento de la variación en su concentración en alimentos es importante para establecer los mecanismos que afectan su estabilidad (Tania M. Gutiérrez, 2007).

La vitamina C se puede reconocer mediante azul de metileno. Este colorante cuando está oxidado, es de color azul y se reduce fácilmente para formar un compuesto incoloro. Por otra parte, la cromatografía y la titulación volumétrica de óxido-reducción son los métodos utilizados para cuantificar el contenido de vitamina C de un alimento. En esta práctica se determinará la presencia de vitamina C en jugos de frutas y en comprimidos por medio de una titulación de óxido-reducción.

Materiales

Una bureta de 25 ml.

Seis Erlenmeyer de 100 ml.

Un embudo.

Una pipeta de 100 ml.

Puntas azules *Eppendorf*.

Una probeta de 50 ml.

Un baño María.

Reactivos

Jugo de limón natural.

Jugo de naranja natural.

Tableta de vitamina C.

Jugo de mango natural.

Jugo de naranja comercial.

Solución de almidón en agua caliente al 1 % (w/v).

Solución de yodo 24,1 mm

Ácido clorhídrico (HCl) al 15 %

Protocolo

1. Filtrar el jugo de naranja.
2. Mezclar con agitación constante 10 ml de jugo de naranja, 15 ml de agua destilada, 0,25 ml de HCl al 15 % y 0,25 ml de almidón al 1 % en un Erlenmeyer de 100 ml.
3. Tomar 15 ml de la solución de yodo y adicionarla en una bureta de 25 ml.
4. Iniciar el proceso de titulación del jugo hasta el viraje de la solución a color azul.
5. Repetir el procedimiento con el jugo de limón, el jugo de mango y el jugo de naranja comercial.

Procedimiento para la titulación de ácido ascórbico presente en comprimidos de vitamina C

1. Disolver una tableta de 500 mg de ácido ascórbico en un litro de agua destilada.
2. Mezclar 25 ml de la solución de ácido ascórbico con 0,25 ml de HCl al 15 % y 0,25 ml de solución de almidón al 1 % en un Erlenmeyer de 100 ml.

3. Tomar 15 ml de la solución de yodo y adicionarla en una bureta de 25 ml.
4. Iniciar el proceso de titulación del zumo hasta que la solución se torne azul.

Deje de agregar la solución de yodo al momento que aparezca la coloración azul. Determine cuántos mililitros de la solución de yodo agregó a cada uno de los Erlenmeyer antes de que apareciera la coloración azul. Apunte esos datos en el siguiente cuadro.

Muestra	Color inicial de la muestra	Volumen de solución de yodo adicionadas	Color final de la muestra
Jugo de limón			
Jugo de naranja			
Jugo de mango			
Jugo de naranja comercial			
Pastilla de vitamina C			

Cuestionario

1. Determinar la vitamina C en la muestra mediante el siguiente cálculo:

$$g/L = 0,424 \times (\text{Volumen yodo consumido}) / (\text{volumen de la muestra})$$

Donde:

El volumen de yodo consumido es el volumen añadido al Erlenmeyer desde la bureta al titular el preparado de vitamina C.

El volumen de la muestra es el volumen de zumo en el Erlenmeyer con una concentración de vitamina C desconocida.

2. Mencione al menos cinco vitaminas que formen parte de coenzimas, indique cuáles son estas y cuál es la función que desempeñan.
3. Mencione enfermedades relacionadas con la carencia de vitaminas, cuáles son estas y explique las dosis óptimas para evitar su aparición.
4. Dibuje todas las estructuras y explique la función de cada una de las vitaminas del complejo B.
5. Explicar en qué consisten la hipovitaminosis y la hipervitaminosis.
6. Consulte otro método analítico para la determinación de ácido ascórbico presente en muestras de jugos o comprimidos.

7. Explique la función y las propiedades de cada una de las vitaminas liposolubles.
8. ¿Por qué se adiciona la solución de almidón a los tubos de ensayo?
9. ¿Cuál es el papel de la solución de yodo?
10. ¿Por qué hay un cambio de coloración en los tubos de ensayo al adicionar la solución de yodo?
11. ¿Qué tipo de reacción está ocurriendo dentro de los tubos de ensayo?
Escríbala
12. ¿Qué se puede concluir con los resultados obtenidos en la tabla anterior?
¿Qué interpretación les da a estos resultados?
13. Escriba las funciones que cumplen cada una de las vitaminas liposolubles e hidrosolubles en el organismo.
14. ¿En qué alimentos se encuentran cada una de las vitaminas señaladas en la introducción?
15. ¿Cuáles son las falsas vitaminas y por qué se las llama así?



Anexo 1

Reactivos peligrosos en el laboratorio



Sustancia	Riesgo	Primeros auxilios	Manipulación y almacenamiento
Fenol Hidroxibenceno Fórmula: C_6H_5O Peso molecular: 94,11 g/mol.	Agente tóxico por absorción de la piel, inhalación e ingestión, además de ser corrosivo y mutágeno.	Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.	Mantener el envase correctamente cerrado, en un lugar libre de humedad y ventilado. Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; mantener a una temperatura alrededor de: 2°C-8°C; sustancia sensible a la luz; almacenar y manipular bajo atmósfera inerte.
Hidróxido de sodio Fórmula: NaOH. Peso molecular: 40.00 g/mol	En contacto con la piel y ojos provoca graves lesiones y quemaduras; es nocivo para los organismos acuáticos.	Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.	Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.

<p>Ácido cloroacético Fórmula: $C_2H_3ClO_2$ Peso molecular: 94,50 g/mol.</p>	<p>Agente corrosivo y tóxico por absorción de la piel, inhalación e ingestión. Efecto del órgano de blanco.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; evite que la sustancia forme polvos y aerosoles.</p>
<p>Ácido clorhídrico Fórmula: HCl Peso molecular : 36.46 g/mol</p>	<p>Agente químico que al ser inhalado o entrar en contacto con la piel y ojos puede provocar graves quemaduras e irritar las vías respiratorias.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; evitar el contacto del agente químico con ojos y piel y evitar la inhalación de vapor o neblina.</p>
<p>Éter etílico Fórmula: $C_4H_{10}O$ Peso molecular: 74.12 g/mol.</p>	<p>Líquido inflamable, efecto del órgano de blanco; dañino si se ingiere, irritante.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; evitar la inhalación de vapor o neblina. No fumar. Sustancia sensible a la luz y al calor.</p>
<p>Carbonato de sodio Fórmula: Na_2CO_3 Peso molecular: 105.99 g/mol.</p>	<p>Si la sustancia se ingiere puede ser nociva; en contacto con la piel y ojos provoca una leve irritación cutánea e irritación ocular grave.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; sustancia higroscópica.</p>
<p>1-naftol 1-hidroxinaftaleno α-naftol Fórmula: $C_{10}H_8O$ Peso molecular: 144.17 g/mol.</p>	<p>Efecto del órgano de blanco; dañino si se ingiere; tóxico por absorción de la piel; corrosivo.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; sustancia química sensible a la luz; almacenar y manipular bajo atmósfera inerte.</p>

<p>Hidróxido de amonio Fórmula: H_3NO Peso molecular: 35.05 g/mol.</p>	<p>Nocivo en caso de ingestión; en contacto con la piel y ojos provoca graves lesiones y quemaduras; es nocivo para los organismos acuáticos.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; evitar el contacto del agente químico con ojos y piel y evitar la inhalación de vapor o neblina.</p>
<p>Ácido sulfúrico Fórmula: H_2SO_4 Peso molecular: 98.08 g/mol.</p>	<p>Efecto del órgano de blanco, corrosivo; en contacto con la piel y ojos provoca graves lesiones y quemaduras; es nocivo para los organismos acuáticos.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar la inhalación de vapor o neblina; mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.</p>
<p>Cloruro de amonio Fórmula: NH_4Cl Peso molecular: 53.49 g/mol.</p>	<p>Sustancia dañina si se ingiere, irritante; en contacto con la piel y ojos provoca graves lesiones y quemaduras; tóxico para los organismos acuáticos.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; sustancia higroscópica.</p>
<p>Ácido nítrico Fórmula: HNO_3 Peso molecular: 63.01 g/mol.</p>	<p>Efecto del órgano de blanco, corrosivo, oxidante, puede agravar un incendio; comburente; en contacto con la piel y ojos provoca graves lesiones y quemaduras.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar la inhalación de vapor o neblina; mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; conservar la sustancia a distancia de alguna llama o fuente de chispas; no fumar.</p>
<p>2,4-dinitro clorobenceno Fórmula: $\text{C}_6\text{H}_3\text{ClN}_2\text{O}_4$ Peso molecular: 202.55 g/mol.</p>	<p>Agente tóxico por absorción de la piel, inhalación e ingestión, además de ser corrosivo.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; evitar el contacto del agente químico con ojos y piel.</p>

<p>Hidrazina Fórmula: H_4N_2 Peso molecular: 32.05 g/mol.</p>	<p>Efecto del órgano de blanco; sustancia combustible en estado sólido; carcinógeno; agente tóxico por absorción de la piel, inhalación e ingestión, además de ser corrosivo.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; evitar la inhalación de vapor o neblina; conservar el agente químico alejado de toda llama o fuente de chispas; no fumar.</p>
<p>Etanol Alcohol etílico Fórmula: $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ Peso molecular: 46.07 g/mol.</p>	<p>Líquido inflamable. Efecto del órgano de blanco, irritante. Líquido y vapores muy inflamables. Puede provocar irritación en la piel, ojos y vías respiratorias.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; evitar la inhalación de vapor o neblina; conservar el agente químico alejado de toda llama o fuente de chispas; no fumar. Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.</p>
<p>Anilina Fórmula: $\text{C}_6\text{H}_7\text{N}$ Peso molecular: 93.13 g/mol.</p>	<p>Efecto del órgano de blanco; sustancia combustible en estado sólido; carcinógeno, mutágeno; agente tóxico por absorción de la piel, inhalación, e ingestión, además de ser corrosivo.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; evitar la inhalación de vapor o neblina; conservar el agente químico alejado de toda llama o fuente de chispas; no fumar. Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.</p>
<p>Benzaldehído Fórmula: $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}$ Peso molecular: 106.12 g/mol.</p>	<p>Efecto del órgano de blanco, dañino si se ingiere, dañino por adsorción de la piel; irritante.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; evitar la inhalación de vapor o neblina; conservar el agente químico alejado de toda llama o fuente de chispas; no fumar.</p>

<p>Acetona Fórmula: C₃H₆O Peso molecular: 58.08 g/mol.</p>	<p>Líquido inflamable, Irritante. Líquido y vapores muy inflamables. Provoca una leve irritación en la piel y los ojos. La sustancia química puede provocar vértigo o somnolencia.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel. Utilizar trajes especiales de protección contra explosiones; conservar el agente químico alejado de toda llama o fuente de chispas; no fumar. Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.</p>
<p>Sulfato de sodio Fórmula: Na₂SO₄ Peso molecular: 142.04 g/mol.</p>	<p>Nocivo para los organismos acuáticos. Si la sustancia química se inhala puede provocar irritación en el tracto respiratorio.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas como medida de precaución.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; sustancia higroscópica. Se debe tener una extracción adecuada en aquellos lugares donde se pueda forma polvo.</p>
<p>Diclorometano Fórmula: CH₂Cl₂ Peso molecular: 84.93 g/mol</p>	<p>Dañino si se ingiere, irritante, carcinógeno. Nocivo en caso de ingestión. Provoca irritación grave en la piel y los ojos. Sustancias química probablemente cancerígena.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas, consulte al médico. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca ni provocar el vómito.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado. Sustancia química sensible al calor; almacenar preferiblemente en atmósfera inerte.</p>
<p>Cafeína 1,3,7-Trimetilxantina Fórmula: C₈H₁₀N₄O₂ Peso molecular: 194.19 g/mol</p>	<p>Efecto del órgano de blanco, tóxico por ingestión. Nocivo en caso de ingestión.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas, consulte al médico. Si la persona se encuentra inconsciente no administrar nada por la boca.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; evitar la inhalación de vapor o neblina. Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.</p>

<p>Cloroformo Fórmula: CHCl_3 Peso molecular: 119.38 g/mol.</p>	<p>Carcinógeno, efecto del órgano de blanco, dañino si se ingiere, irritante, teratógeno.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas, consulte al médico. Si la persona se encuentra inconsciente no administrar nada por la boca.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; evitar la inhalación de vapor o neblina. Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.</p>
<p>Metanol Alcohol metílico Fórmula: CH_3OH Peso molecular: 32.04 g/mol.</p>	<p>Líquido inflamable, Efecto del órgano de blanco, Irritante. Líquido y vapores muy inflamables. Puede provocar irritación en la piel, ojos y vías respiratorias.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas, consulte al médico. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca ni provocar el vómito.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; evitar la inhalación de vapor o neblina; conservar el agente químico alejado de toda llama o fuente de chispas; no fumar. Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.</p>
<p>Ácido acético Fórmula: $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ Peso molecular: 60.05 g/mol.</p>	<p>Combustibles sólidos, efecto del órgano de blanco, corrosivo. Líquidos y vapores inflamables. Sustancia química nociva en caso de ingestión y contacto con la piel y ojos.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; evitar la inhalación de vapor o neblina; conservar el agente químico alejado de toda llama o fuente de chispas; no fumar. Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.</p>
<p>Cloruro de sodio Fórmula: NaCl Peso molecular: 58.44 g/mol.</p>	<p>No es una sustancia o mezcla peligrosa de acuerdo con el Sistema Globalmente Armonizado (SGA).</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón. Si la persona se encuentra inconsciente no administrar nada por la boca.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; se debe tener una extracción adecuada en aquellos lugares donde se pueda formar polvo.</p>

<p>Cloruro de calcio Fórmula: CaCl_2 Peso molecular: 110.98 g/mol.</p>	<p>Puede ser nocivo en caso de ingestión; provoca irritación grave en los ojos; sustancia irritante.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; se debe tener una extracción adecuada en aquellos lugares donde se pueda forma polvo.</p>
<p>Cloruro de sebacoilo Fórmula: $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{O}_2$ Peso molecular: 239.14 g/mol.</p>	<p>Sustancia química lacrimógena, corrosiva y tóxica por ingestión y absorción de la piel. Nocivo en caso de ingestión. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; sustancia química sensible a la humedad.</p>
<p>Urea Carbamida Carbonildiamida Fórmula: $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ Peso molecular: 60.06 g/mol.</p>	<p>Ningún peligros reportado por el OSHA. No es una sustancia peligrosa según SGA.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; se debe tener una extracción adecuada en aquellos lugares donde se pueda forma polvo.</p>
<p>1,6-diamino-hexano Hexametilendiamina Fórmula: $\text{C}_6\text{H}_{16}\text{N}_2$ Peso molecular : 116.2 g/mol.</p>	<p>Efecto del órgano de blanco, dañino si se ingiere; dañino por adsorción de la piel; corrosivo.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado. Almacenar en atmósfera inerte; sustancia higroscópica.</p>
<p>Formaldehído Formalin Fórmula: CH_2O Peso molecular: 30.03 g/mol.</p>	<p>Combustibles sólidos, efecto del órgano de blanco. Sustancia química, carcinógena. Sustancia química, nociva y tóxica en caso de ingestión y contacto con la piel y ojos.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; conservar el agente químico alejado de toda llama o fuente de chispas; no fumar. Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.</p>

<p>Dimetilamina Fórmula: C_2H_7N Peso molecular: 45.08 g/mol.</p>	<p>Gases inflamables, gas comprimido, efecto del órgano de blanco; dañino si se ingiere, irritante, lacrimógeno. Gas extremadamente inflamable.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; conservar el agente químico alejado de toda llama o fuente de chispas; no fumar. Almacenar en un lugar fresco.</p>
<p>Etilendiamina 1,2-Diaminoetano Fórmula: $C_2H_8N_2$ Peso molecular: 60.10 g/mol.</p>	<p>Combustibles sólidos, efecto del órgano de blanco; dañino si se ingiere, dañino por adsorción de la piel, corrosivo; rápida absorción a través de la piel; lacrimógeno.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas; en caso de complicaciones consultar al médico. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca ni provocar el vómito.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; conservar el agente químico alejado de toda llama o fuente de chispas; no fumar. Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.</p>
<p>Epiclorhidrina 1-Cloro-2,3-epoxipropano (±)-Epiclorohidrin (±)-2-(Clorometil)oxirano. Fórmula: C_3H_5ClO Peso molecular: 92.52 g/mol.</p>	<p>Líquido inflamable. Sustancia química, lacrimógena, corrosiva y tóxica por ingestión y absorción de la piel. Nocivo en caso de ingestión. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. Carcinógeno.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; conservar el agente químico alejado de toda llama o fuente de chispas; no fumar. Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado.</p>
<p>Sacarosa α-D-Glucopiranosil β-D-fructofuranosida Sucrosa, azúcar, azúcar β-D-Fructofuranosyl-α-D-glucopiranosida Fórmula: $C_{12}H_{22}O_{11}$ Peso molecular: 342,30 g/mol.</p>	<p>Ningún peligro reportado por el OSHA. No es una sustancia peligrosa según SGA.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; se debe tener una extracción adecuada en aquellos lugares donde se pueda forma polvo.</p>

<p>Lactosa Fórmula: $C_{12}H_{22}O_{11}$ Peso molecular: 342.30 g/mol</p>	<p>Ningún peligro reportado por el OSHA. No es una sustancia peligrosa según SGA.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; se debe tener una extracción adecuada en aquellos lugares donde se pueda forma polvo.</p>
<p>Acetato de sodio Fórmula: $C_2H_3NaO_2$ Peso molecular : 82.03 g/mol</p>	<p>Puede ser nocivo si se ingiere o si se inhala. Provoca una leve irritación cutánea. Provoca irritación ocular.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; se debe tener una extracción adecuada en aquellos lugares donde se pueda forma polvo.</p>
<p>Galactosa Fórmula: $C_6H_{12}O_6$ Peso molecular: 180.16 g/mol.</p>	<p>No es una sustancia peligrosa según el SGA.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca.</p>	<p>Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; se debe tener una extracción adecuada en aquellos lugares donde se pueda forma polvo.</p>
<p>Clorohidrato de fenilhidrazina Fórmula: $C_6H_8N_2$ Peso molecular: 144.6 g/mol.</p>	<p>Efecto del órgano de blanco; carcinógeno; mutágeno; agente tóxico por absorción de la piel, inhalación e ingestión.</p>	<p>Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.</p>	<p>Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; agente químico higroscópico. Sensible a la luz. Almacenar en atmósfera inerte. Sensible al aire.</p>
<p>Reactivo de Fehling</p>	<p>Efecto del órgano de blanco; dañino si se ingiere, dañino por adsorción de la piel, provoca una leve irritación cutánea.</p>	<p>Si se aspiró, mueva la persona al aire fresco. Eliminar lavando con jabón y mucha agua. Consultar a un médico.</p>	<p>Conservar el envase herméticamente cerrado en un lugar seco y bien ventilado.</p>

Orcinol 5-Metilresorcinol Fórmula: $C_7H_8O_2$ Peso molecular: 124.14 g/mol.	Efecto del órgano de blanco; irritante. Puede provocar irritación en la piel, ojos y vías respiratorias.	Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca.	Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; sensible al aire y a la luz.
Resorcinol 1,3-Bencenediol. Fórmula: $C_6H_6O_2$ Peso molecular: 110.11 g/mol.	Efecto del órgano de blanco, irritante. Puede provocar irritación en la piel, ojos y vías respiratorias.	Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca.	Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; sensible al aire y a la luz.
D(+)-Glucosa Fórmula: $C_6H_{12}O_6$ Peso molecular : 180.16 g/mol	Ningún reportado por el OSHA. No es una sustancia peligrosa según SGA.	Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca.	Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; se debe tener una extracción adecuada en aquellos lugares donde se pueda forma polvo.
D(-)-Fructosa Fórmula: $C_6H_{12}O_6$ Peso molecular: 180.16 g/mol.	Ningún reportado por el OSHA. No es una sustancia peligrosa según SGA.	Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; lavar con suficiente agua y jabón. Si la persona se encuentra inconsciente, no administrar nada por la boca.	Mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado; se debe tener una extracción adecuada en aquellos lugares donde se pueda forma polvo.
Yodo Fórmula: I_2 Peso molecular: 253.81 g/mol.	Efecto del órgano de blanco; dañino si se ingiere; dañino por adsorción de la piel, provoca una leve irritación cutánea; corrosivo.	Si la persona aspiró la sustancia química, moverla a un lugar fresco; quitar la ropa contaminada; lavar con suficiente agua y jabón las zonas afectadas. En caso de complicaciones consultar al médico.	Evitar el contacto del agente químico con ojos y piel; mantener el envase correctamente cerrado en un lugar libre de humedad y ventilado. Almacenar en atmósfera inerte; sustancia higroscópica.

Fuente: (Armour, Browne, & Weir, 1982), (Sigma-Aldrich, 2013)

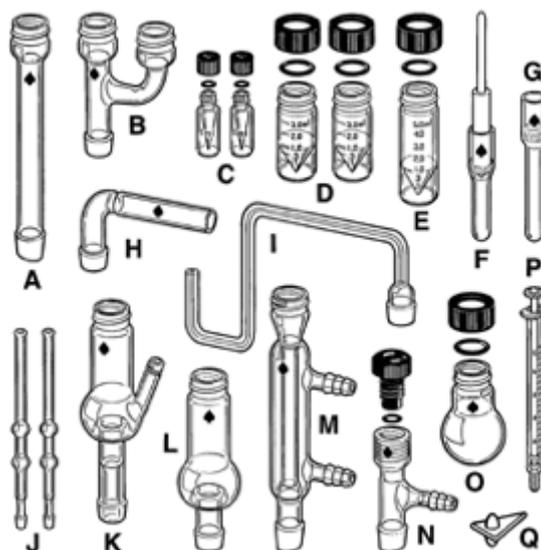


Anexo 2

Material de vidrio y equipos de laboratorio

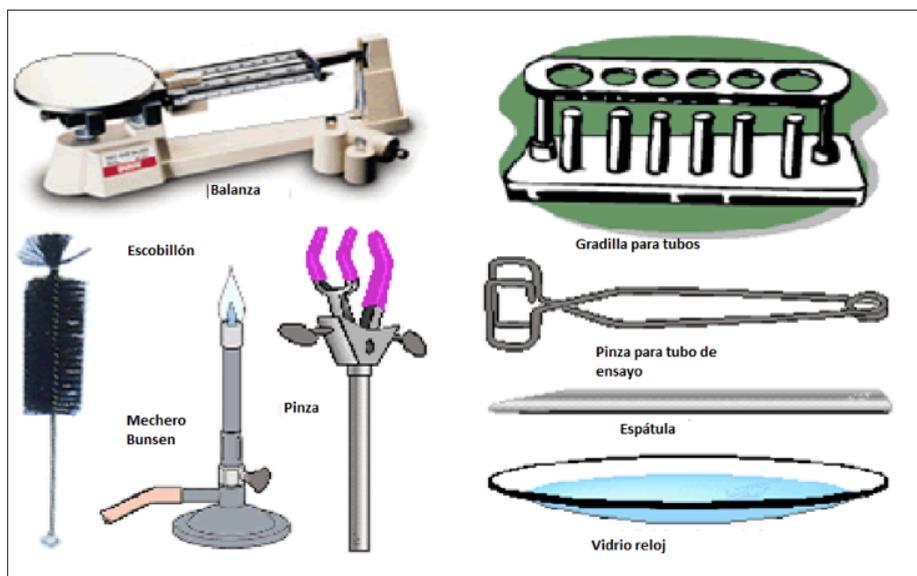


Combo de material de vidrio a microescala

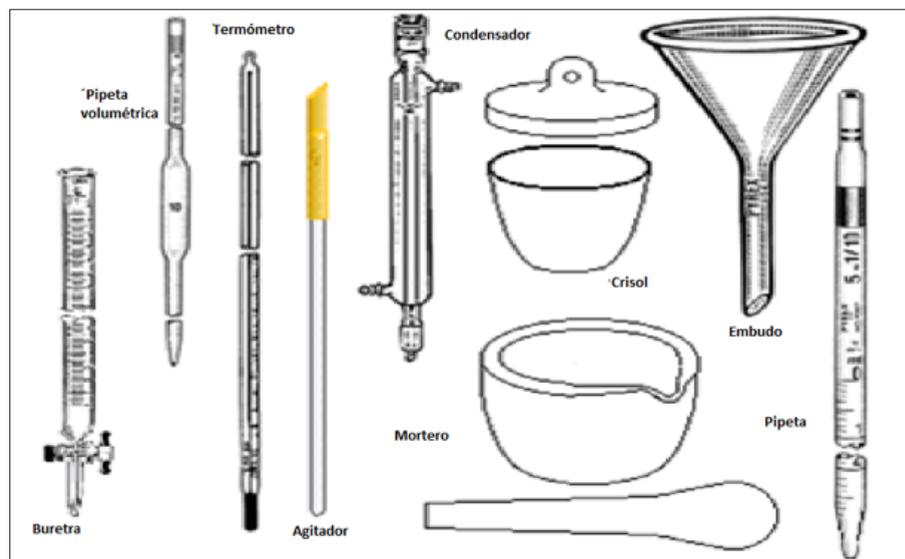


Fuente: (Sigma-Aldrich, 2013) http://www.cneq.unam.mx/cursos_diplomados/cursos/antiores/medio_superior/dgapa_tere/material/03_quim_sutenta/EQUIPO%20DE%20MICROESCALA.pdf

- | | |
|---|---|
| A. Condensador de aire. | I. Tubo para liberación de gases. |
| B. Adaptador de Claisen. | J. Tubería para cromatografía de gases. |
| C. Vial de reacción cónico de 0,1 ml. | K. Columna de Hickman. |
| D. Vial de reacción cónico de 3,0 ml. | L. Cabeza de destilación de Hickman. |
| E. Vial de reacción cónico de 5,0 ml. | M. Condensador de chaqueta. |
| F. Tubo de recristalización de Craig de 1 ml. | N. Adaptador multipropósito. |
| G. Tubo de recristalización de Craig de 2 ml. | O. Balón de fondo Redondo de 10 ml. |
| H. Tubo desecador. | P. Jeringa para muestra. |
| | Q. Veleta para girar. |

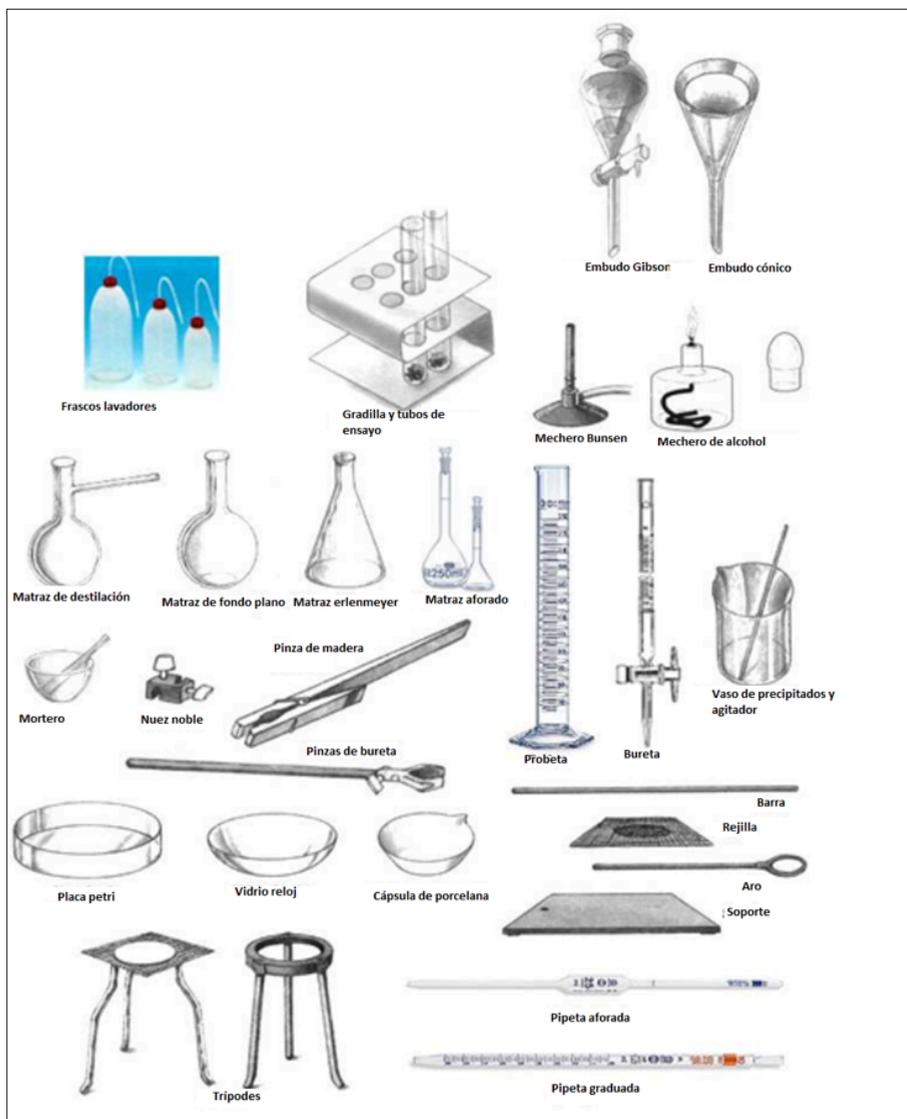


Fuente: (Martínez, 2009); (Grande, 2013)



Fuente: (Martínez, 2009); (Grande, 2013).

Vidriería general

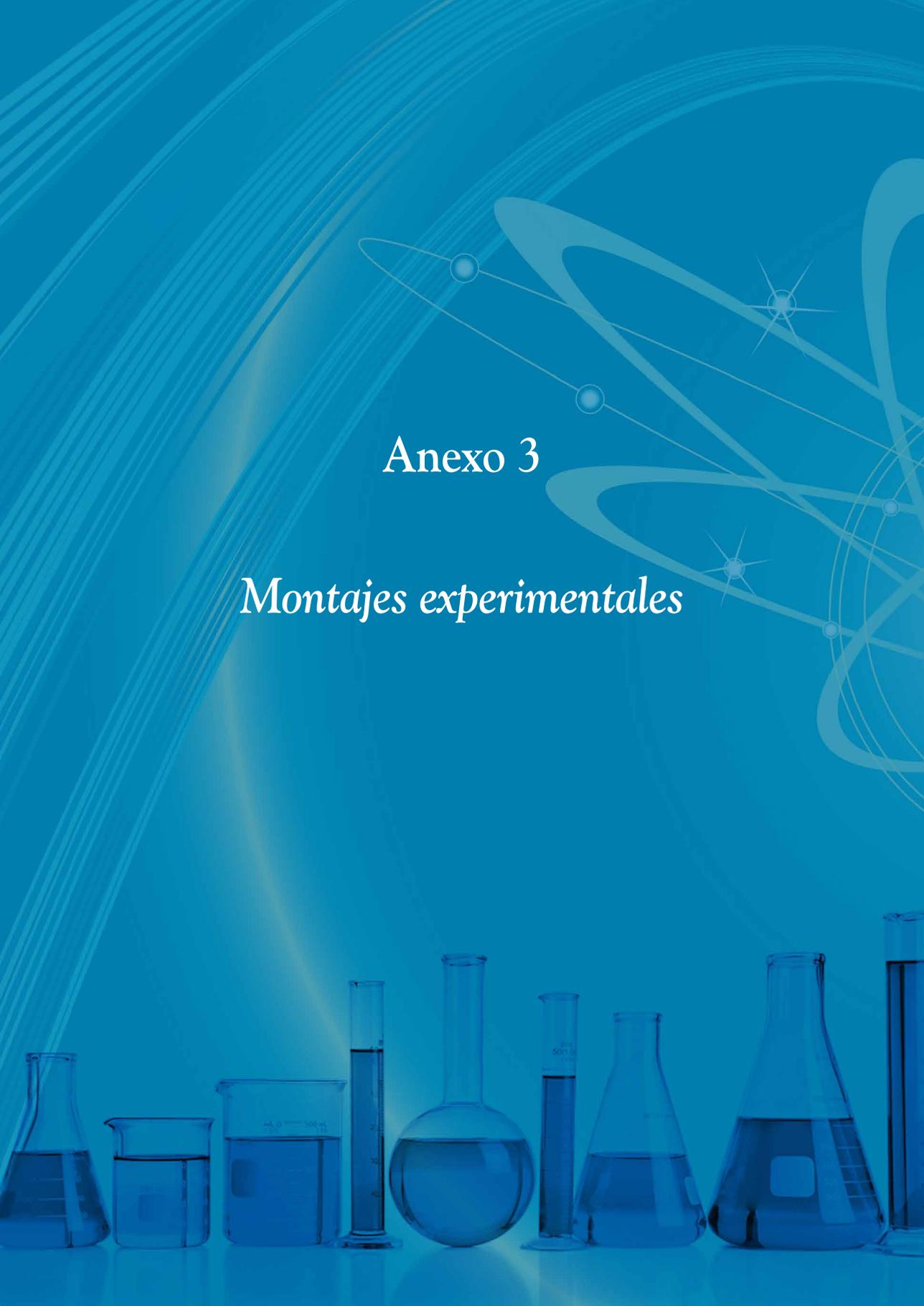


Fuente (Piriópolis, 2011); (Grande, 2013)

Desecador



Fuente: www.2spi.es

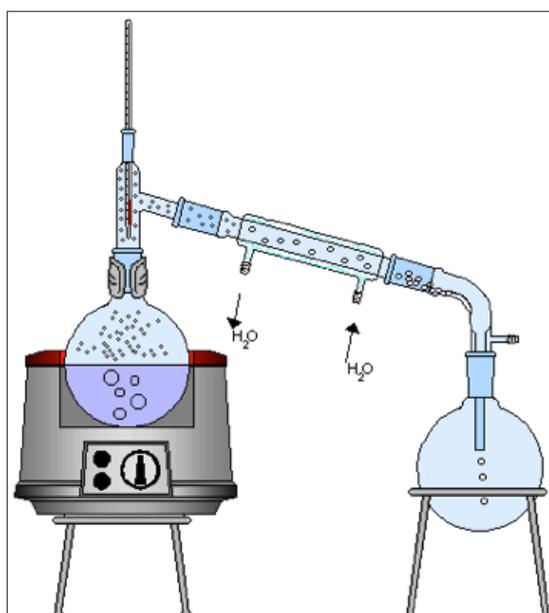


Anexo 3

Montajes experimentales

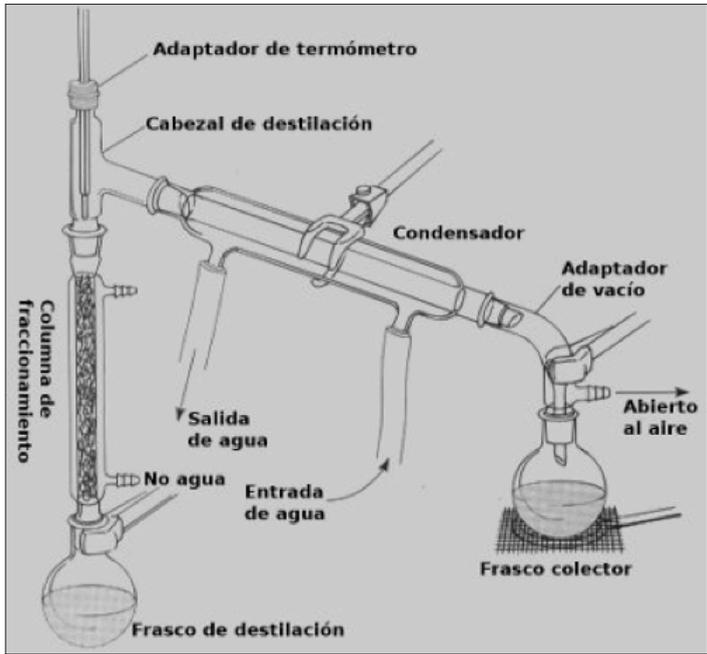


Destilación simple



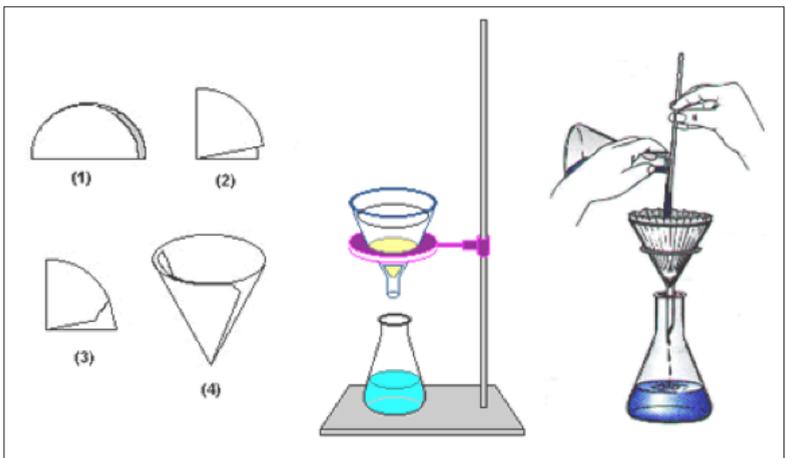
Fuente: (Lentiscal, 2005)

Destilación fraccionada



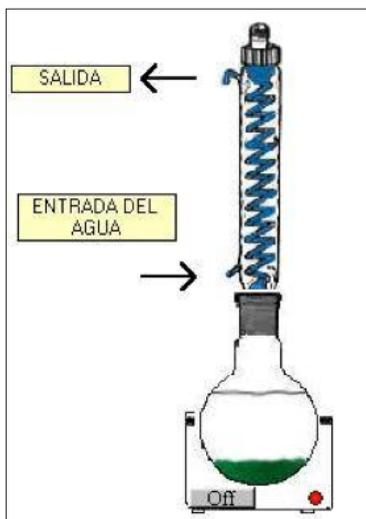
Fuente: www.sabelotodo.org.

Filtración a gravedad



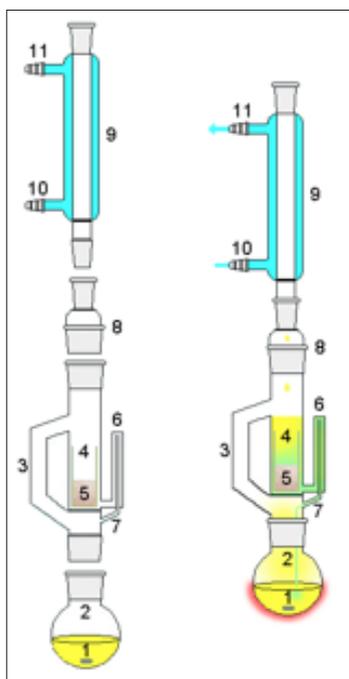
Fuente: (Osorio y Niño)

Sistema de calentamiento con reflujo



Fuente: (Méndez, 2010)

Montaje experimental Soxhlet



1. Buzo, agitador, granallas o esferas.
2. Balón.
3. Brazo para ascenso del vapor.
4. Cartucho de extracción o cartucho Soxhlet.
5. Muestra (residuo).
6. Entrada del sifón.
7. Descarga del sifón.
8. Adaptador.
9. Refrigerante (condensador).
10. Entrada de agua de refrigeración.
11. Salida de agua de refrigeración.

Fuente: http://es.wikipedia.org/wiki/Extractor_Soxhlet

Anexo 4

Instrumentos de química frecuentes



Refractómetro de Abbe



Fuente: (S.L.)

Fusiómetro digital



Fuente: www.labsource.co.uk.

Espectrofotómetro UV/Vis



Fuente: (Vega, 2011)

Rotaevaporador



Fuente: www.insemex.ro.

Digestor Kjeldhal



Fuente: (instrumental)

Espectrómetro de masas



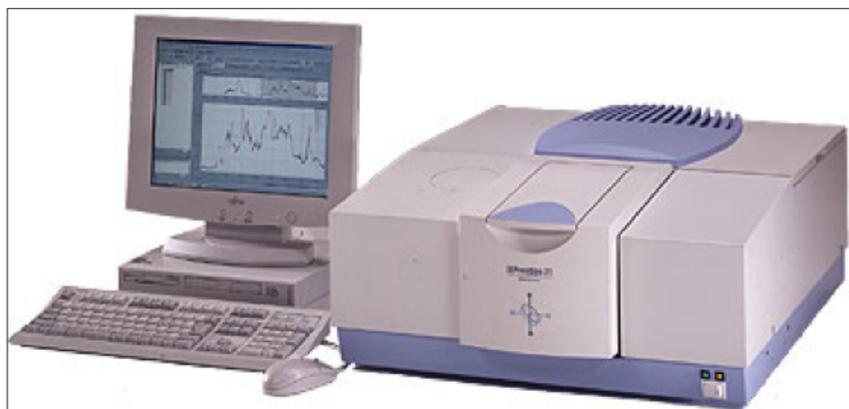
Fuente: www.directindustry.es

Resonancia magnética nuclear



Fuente: (Balears, 2013)

Espectrofotómetro de infrarrojo



Fuente: (Empesa)

Baño ultrasónico



Fuente: (Pacífico, 2013)

Difractor de rayos X



Fuente: (Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del I.PN)

Analizador elemental



Fuente: Vicerrectorado de investigación. Universidad de Sevilla

Cromatógrafo HPLC



Fuente: Estación experimental del Zaidín

Cromatógrafo de gases



Fuente: Andrés, 2009

Analizador de carbono orgánico total, TOC



Fuente: Imaes

Espectrómetro de absorción atómica



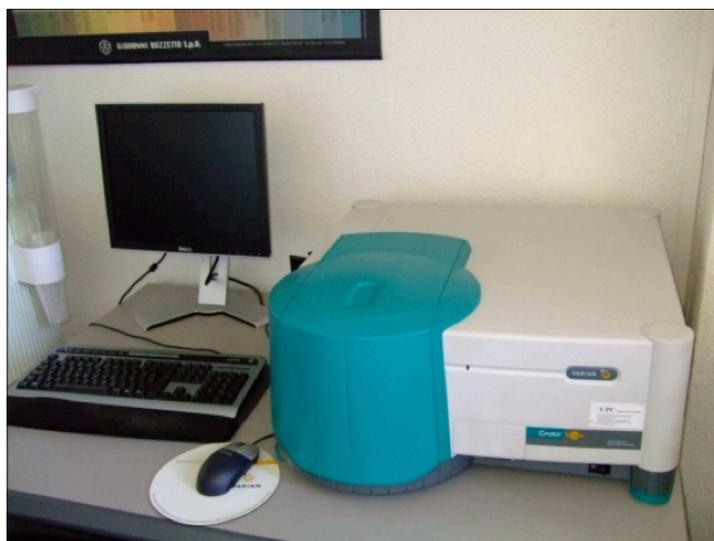
Fuente: Jaén

Cromatógrafo de permeación en gel



Fuente: Guadalajara

Espectrofotómetro de fluorescencia



Fuente: Catalunya

Análisis termogravimétrico, TGA



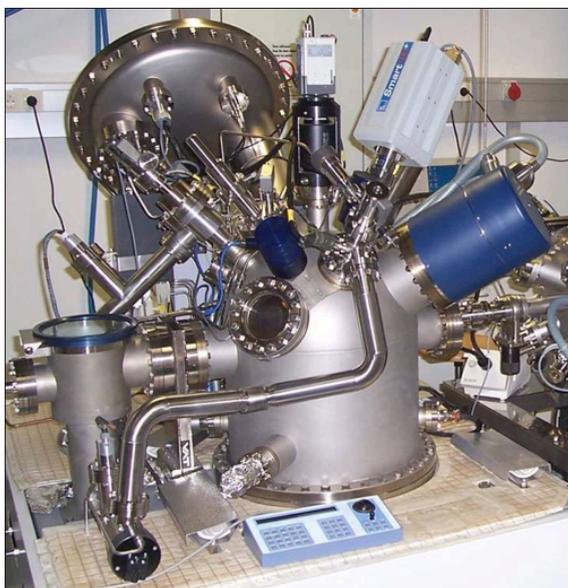
Fuente: Instituto de capacitación e investigación del plástico y del caucho, 2013

Microscopio de Fuerza Atómica, AFM



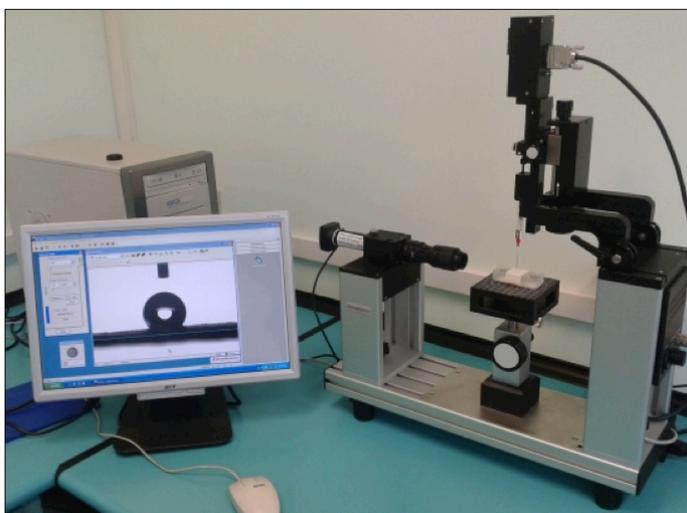
Fuente: www.princeton.edu

Espectroscopía fotoelectrónica de rayos X



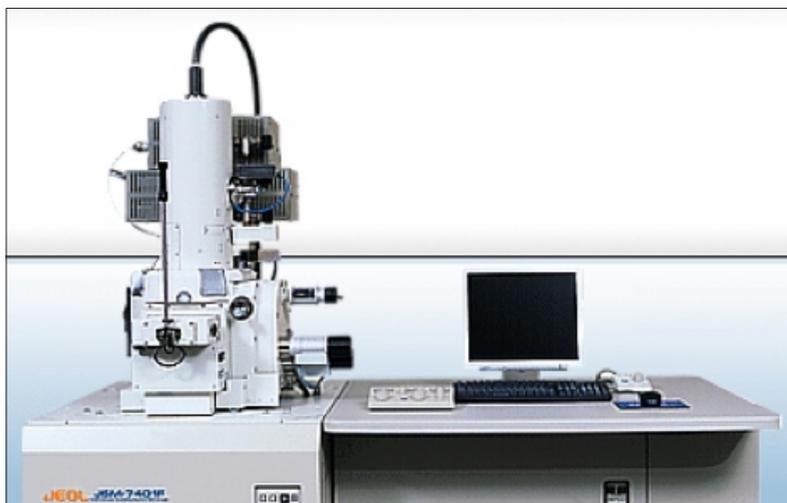
Fuente: www.is.mpg.de

Equipo de ángulo de contacto



Fuente: www.upc.edu

Equipo para análisis de microscopía de barrido electrónico, SEM



Fuente: www.i3-anna.org

Equipo de microscopía electrónica de transmisión (TEM)



Fuente: engineering.purdue.edu

Reómetro para análisis de reología



Fuente: www.directindustry.com

Bibliografía



- ANDRÉIS, I. d. (01 de 09 de 2009). *Cromatografía de gases*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Cromatografía de gases: <http://www.invenmar.org.co/noticias.jsp?id=3636yidcat=105ypagina=2>
- ARMOUR, M. A., Browne, L. M., y Weir, G. L. (1982). *Hazardous Chemicals Information and Disposal Guide*.
- AVILA-ZARRAGA, G., MANRIQUE-GARCÍA, C., y GARCÍA-GAVILÁN, I. (2009). *Química orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico* (2 ed.). México D.F.: Universidad Nacional Autónoma de México.
- AZNAR, S. C. (2011). *Determinación analítica de la cafeína en diferentes productos comerciales*. Proyecto final de carrera, Universitat Politècnica de Catalunya (UPC), Química Industrial, Barcelona.
- BALEARS, U. d. (2013). *Resonancia magnética nuclear 600MHz*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Resonancia magnética nuclear 600MHz: <http://sct.uib.cat/es/Instruments-i-equipos-dels-Serveis-Cientificotecnic/Area-de-resonancia-magnetica-nuclear/Resonancia-Magnetica-Nuclear-600MHZ-RMN-600.cid215616>

- BIOSCA, Y. M., y CARTAS, S. T. (s.f.). *Guías multimedia del GAMM. Departamento de Química. Universidad de Valencia*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Guías multimedia del GAMM. Departamento de Química. Universidad de Valencia: <http://www.uv.es/gammmm/Subsitio%20Operaciones/3%20material%20de%20uso%20frecuente%20COMPLETO.htm>
- BOSCHMANN, E., y WELLS, N. (1990). *Chemistry in action. A laboratory manual for general organic and biological chemistry*. New York: McGraw Hill.
- BRAND, L. (2009). *Lab Brand*. Recuperado el 16 de enero de 2013, de Lab Brand: <http://www.labbrands.com/?p=429>
- BROWN, T. L., LeMay, H. E., Bursten, B. E., y Murphy, C. J. (2009). *Química, la ciencia central*. México: Pearson Educación.
- BRUICE, P. Y. (2008). *Química orgánica* (quinta ed.). (V. G. Pozo, Trad.) Naucalpan de Juárez, México: Pearson Educación.
- CAREY, F. C. (2003). *Química orgánica*. México D.F.: McGraw Hill.
- CAREY, F. C. (2006). *Química orgánica* (sexta ed.). México D.F.: McGraw-Hill.
- Catalunya, U. d. (s.f.). *Portal científico y técnico. Equipos y servicios de la UPC*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Portal científico y técnico. Equipos y servicios de la UPC.: <http://www.upc.edu/pct/es/equip/322/espectrofotometro-fluorescencia-fluorimetro.html>
- Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del I.P.N. (s.f.). *Difractor de rayos X*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Difractor de rayos X: <http://www.secs.cinvestav.mx/seccion/antecedentes.htm>
- Ciudad Universitaria, M. (10 de 06 de 2009). Obtenido de Laboratorio de química orgánica II (química orgánica): www.textoscientificos.com/quimica/cromatografia/capa-fina
- Colombia, E. y. (2011). *Rotaevaporador*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Rotaevaporador: http://www.equiposylaboratorio.com/sitio/productos_mo.php?it=2183
- CREMLYN, R. J., y Still, R. H. (1967). *Name and Miscellaneous Reactions in practical Organic Chemistry*. London: Hienmann Educational Books Ltda.

-
- DOMÍNGUEZDOMÍNGUEZ, X. A. (1973). *Experimentos de Química Orgánica*. México D.F.: Limusa-Willey, S.A.
 - DURST, H. D., y GOKEL, G. W. (1985). *Química orgánica experimental*. Barcelona: Reverté.
 - Estación experimentla del Zaidín. (s.f.). *Cromatógrafo HPLC*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Cromatógrafo HPLC.: <http://www.eez.csic.es/?q=es/node/1187>
 - Fieser, L. F, y Williamson, K. L. (1992). *Organic Experimental (7 ed.)*. Lexington: Heath and Company.
 - G., W. L. (2004). *Química Orgánica (5 ed.)*. Madrid: Pearson Educación, S. A.
 - GARCÍA SANCHEZ, M. (2002). *Manual de prácticas de química orgánica I*. Iztapalapa, México: Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa.
 - GILBERT, J. C., y MARTIN, S. F. (2006). *Experimental organic chemistry, a mini scale and micro scale approach*. Belmont: Thomson Brooks/Cole.
 - GRANDE, T. C. (2013). *Manual de prácticas de Química orgánica*. Cali: Bonaventuriana.
 - Guadalajara, U. d. (s.f.). *Laboratorios*. Recuperado el 17 de Enero de 2013, de Laboratorios: <http://csmateriales.cucei.udg.mx/laboratorios.php>
 - GUARNIZO, A., y Martínez , P. (2009). *Experimentos de Química orgánica con enfoque en ciencias de la vida*. Armenia: Ediciones Elizcom.
 - HORMAZA, A. (2004). *Manual de laboratorio de bioinorgánica*. Medellín, Antioquia, Medellín: Universidad Nacional de Colombia, sede Medellín.
 - Instituto de capacitación e investigación del plástico y del caucho. (2013). *Análisis termogravimétrico*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Análisis termogravimétrico.: http://www.icipc.org/icipc_new_2/index.php?option=com_content&task=view&id=89&Itemid=14
 - Instrumental, T. (s.f.). *Digestores de Kjeldahl marca Buchi*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Digestores de Kjeldahl marca Buchi.: <http://www>.

- viarural.com.ar/viarural.com.ar/agroindustria/instrumental-de-laboratorio/tec-instrumental/digestores-de-kjeldahl.htm
- INSUASTY, B., y Ramírez, A. (2008). *Prácticas de química orgánica en pequeña escala*. Cali: Universidad del Valle.
 - JAÉN, U. d. (s.f.). *Espectrofotómetro de absorción atómica*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Espectrofotómetro de absorción atómica: <http://vicinv.ujaen.es/node/475>
 - KURTI, L., y CZAKÓ, B. (2005). *Strategic Applications of named Reactions in Organic Synthesis*. Burlington: Elsevier Academic Press.
 - L.G., W. (2004). *Química orgánica* (quinta ed.). Madrid: Pearson Educación, S.A.
 - *La guía. Cromatografía de columna*. (18 de julio de 2011). Recuperado el 16 de enero de 2013, de La guía. Cromatografía de columna: <http://quimica.laguia2000.com/general/cromatografia-en-columna>
 - LAMARQUE, A., ZYGADLO, J., LABUCKAS, D., LÓPEZ, L., TORRES, M., y MAESTRI, D. (2008). *Fundamentos teórico-prácticos de química orgánica*. Córdoba, Argentina: Encuentro.
 - LENTISCAL, G. (2005). *Laboratorio virtual de química*. Recuperado el 16 de enero de 2013, de Laboratorio virtual de química: <http://www.gobier-nodecanarias.org/educacion/3/usrn/lentiscal/1-cdquimica-tic/index.htm>
 - LOZANO, R. P., GARCÍA, Y. A., TAFALLA, D. B., y ALBALADEJO, M. F. (2007). "Cafeína: un nutriente, un fármaco o una droga de abuso". En: *Adicciones*, 19(3), 225-238.
 - MAYO, D. N., Pike, R. M., y TRUMPER, P. K. (2000). *Microscale Organic Laboratory with Multistep and Multiscale Synthesis* (4 ed.). U.S.A.: Jonh Wiley and Sons.
 - MCKEE, T., y MCKEE, J. (2003). *Bioquímica: la base molecular de la vida* (3 ed.). McGraw Hill.
 - MCMURRY, J. (2001). *Química orgánica* (5 ed.). México D. F.: International Thomson Editores.

-
- MCMURRY, J. (2008). *Química orgánica* (7 ed.) . México D.F.: Cengage Learning editores.
 - MÉNDEZ, Á. (15 de septiembre de 2010). *La guía. Química. Reflujo*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de La guía. Química. Reflujo.: <http://quimica.laguia2000.com/quimica-organica/reflujo>
 - MOHRING, J. R., y Hammond, C. N. (1997). *Experimental Organic Chemistry*. New York: W. H. Freeman and company.
 - MORRISON, R. T., y Boyd, R. N. (1998). *Química orgánica* (quinta ed.). Naucalpán de Juárez: Addison Wesley Longman de México.
 - MORRISON, R. T., y Boyle, R. (1987). *Organic Chemistry*. Boston, Massachusetts: Pearson Addison Wesley.
 - Pacífico., D. G.-C. (213). *Baño ultrasonido*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Baño ultrasonido: <http://www.cccp.org.co/index.php/component/joomgallery/equipos/bano-ultrasonido-8>
 - Piriápolis, L. d. (2011). *Laboratorio de química del Liceo de Piriápolis. Material básico del laboratorio de química*. Recuperado el 16 de Enero de 2013, de Laboratorio de química del Liceo de Piriápolis. Material básico del laboratorio de química: <http://labquimicapiriapolis.blogspot.com/2011/04/material-basico-de-laboratorio-de.html>
 - PRIMO, Y. E. (1995). *Química orgánica básica y aplicada* (Vol. II). Barcelona: Reverté.
 - RAMÍREZ, A., ARGOTI, J. C., y VALDERRUTEN, N. (2007). *Manual de prácticas de laboratorio de química orgánica general (microescala)*. Popayán: Universidad del Cauca.
 - S.A., L. B. (2009). *Lab Brands*. Recuperado el 16 de enero de 2013, de Lab Brands.: <http://www.labbrands.com/?p=429>
 - S.L., A. (s.f.). *Auxilab S.L. Material de laboratorio*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Auxilab S.L. Material de laboratorio.: http://www.auxilab.es/es/catalogo/refractometros_de-laboratorio_abbe_Refractometro-Abbe-modelo-320.aspx

- Selamat datang di. PT Multi indsaintifik. (2011). *Selamat datang di. PT Multi indsaintifik*. Recuperado el 16 de Enero de 2013, de Selamat datang di. PT Multi indsaintifik: http://indonetwork.co.id/multi_indo/trade
- SHRINER, R., HERMANN, C., MORRILL, T., CURTIN, D., y FUSON, R. (2004). *The systematic identification of organic compounds*. United States of America: Wiley.
- Sigma-Aldrich. (27 de Julio de 2013). *Material Safety Data Sheet*. Obtenido de <http://www.sigmaaldrich.com/>
- Sigma-Aldrich. (2013). *Microscale Glassware Kits - Sigma-Aldrich® Glassware Catalog*. Recuperado el 4 de Agosto de 2013, de Microscale Glassware Kits - Sigma-Aldrich® Glassware Catalog: <http://www.sigmaaldrich.com/labware/glassware-catalog/glassware-kits-microscale.html>
- TANIA M. GUTIÉRREZ, O. L. (2007). Determinación del contenido de ácido ascórbico en uchuva (*Physalis peruviana* L.) por cromatografía líquida de alta resolución (CLAR). *Biotecnología en el sector agropecuario y agroindustrial*, 5(1), 70-79.
- Universidad Autónoma de México UNAM. (s.f.). Obtenido de http://www.cneq.unam.mx/cursos_diplomados/cursos/anteriores/medio_superior/dgap_tere/material/03_quim_sutenta/EQUIPO%20DE%20MICROESCALA.pdf
- Universidad Complutense de Madrid. (2011). *Prácticas de química orgánica*. Recuperado el 8 de julio de 2013, de <http://www.ucm.es/info/quimorga/GuionPracticasQOI.pdf>
- Universidad para los mayores. (2011). *Cuantificación de la vitamina C*. Obtenido de www2.uah.es/mapa/.../Cuantificacion%20de%20Vitamina%20C.doc
- VEGA, H. (20 de Mayo de 2011). *hernanvdg*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de hernanvdg: <http://hernanvdg.blogspot.com/2011/05/espectro-fotometro.html>
- VERLAG STUTTGART, S. H. (1987). *Manual de prácticas de química orgánica*. Barcelona: Reverté.

-
- Vicerrectorado de investigación. Universidad de Sevilla. (s.f.). Recuperado el 17 de enero de 2013, de Vicerrectorado de investigación. Universidad de Sevilla.: <http://investigacion.us.es/scisi/sgi/servicios/espectrometria-de-masas/equipamiento>
 - VOGEL, A. I. (1966). *Elementary Practical Organic Chemistry. Part 1 Small scale preparation (2 ed.)*. London: Logman; Group Ltda.
 - WADE, L. G. (2004). *Química Orgánica (5 ed.)*. Madrid: Pearson Educación, S.A.
 - WADE, L. G. (2006). *Organic Chemistry of Wade (Sexta ed.)*. Prentice Hall.
 - Yareth químicos Ltda. (s.f.). *Montaje destilación fraccionada*. Recuperado el 17 de enero de 2013, de Montaje destilación fraccionada: http://yarethquimicos.uuuq.com/montaje_para_destilacion_fraccionada_o_sencilla.htm
 - ZEMPLIENI, J., RUCKER, R. B., MCCORMICK, D. B., y SUTTIE, J. W. (2007). *Handbook of vitamins (4 ed.)*. Boca Raton: C.R.C. Press, Taylor and Francis Group.
 - ZULUAGA, H. F., Insuasty, B., y Yates, B. (1999). *Análisis orgánico clásico y espectral*. Cali: Universidad del Valle.

Este segundo volumen de la serie Manual de prácticas de química orgánica aplicada, forma parte de una serie de libros en los que se pretende instruir al estudiante para que conozca los métodos de síntesis, aislamiento, purificación y caracterización de compuestos orgánicos. En particular, en este tomo el estudiante abordará temáticas relacionadas con reacciones de sustitución nucleofílica, sustitución electrofílica aromática, condensaciones aldólicas, extracción de metabolitos de interés farmacológico, síntesis de detergentes a partir de lípidos, obtención de polímeros y análisis de la reactividad de carbohidratos y vitaminas. También se incluyen como anexos, fichas de seguridad, montajes experimentales y algunos equipos utilizados actualmente en el campo de la química orgánica. En las siguientes prácticas de laboratorio, el estudiante aplicará el conocimiento sobre técnicas de síntesis, aislamiento, purificación y caracterización, junto con un análisis de la reactividad de grupos funcionales y de espectroscopía.



UNIVERSIDAD DE
SAN BUENAVENTURA
CALI