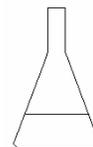


Experimento 8

Parte a



POLLAS ABSTENERSE!

Equilibrio sólido-líquido y sólido-vapor - Aislamiento de naftaleno y determinación de punto de fusión.

Objetivos:

Que utilices el equilibrio sólido-vapor para el aislamiento de una sustancia orgánica.
Que utilices el punto de fusión como criterio de identificación y pureza de la sustancia obtenida.

Materiales del Hogar:

Algunas bolitas de naftalina.
Hielo.

Introducción:

La naftalina es un conocido antipollas que está compuesto en su mayor parte por naftaleno. Éste es una sustancia orgánica que tiene una gran tendencia a pasar a fase vapor sin pasar por el estado líquido (*volatiliza*) a presión atmosférica. En esta

práctica se utilizarás esa tendencia del naftaleno para aislarlo de otros constituyentes del producto comercial. Una vez aislado determinarás su punto de fusión.

Materiales y reactivos:

Tubo kitasato	Vaso de precipitados (50 mL)
Tubo de ensayo	Mortero
Glicerina	Pie universal
Trípode	Tela metálica
Vidrio de reloj	Agarradera con nuez
Mechero	Tapón de goma
Termómetro	Bandas de goma
Espátula	Capilares

Procedimiento:

Toma 2 ó 3 esferas de naftalina y pulverízalas utilizando un mortero o algún objeto pesado. Introduce el polvo obtenido dentro de un tubo kitasato. Adapta un tapón agujereado a la boca del tubo, haciéndole pasar por dicho agujero un tubo de ensayo (figura 1).

Una vez armado el aparato, sostenlo con una agarradera sobre un trípode con tela metálica y llena el interior del tubo de ensayo con hielo molido y agua fría. Calienta con suavidad el tubo kitasato utilizando el mechero (figura 2).

Observarás que a medida que se caliente el sólido, el naftaleno contenido en la naftalina se volatilizará, condensándose (*sublimando*) como un sólido puro en la superficie fría del tubo más pequeño. Retira el mechero y podrás recoger el sólido puro sobre un vidrio de reloj raspando la superficie de tubo pequeño. Determina el punto de fusión al sólido obtenido por el mismo método descrito en el **Experimento 5**.

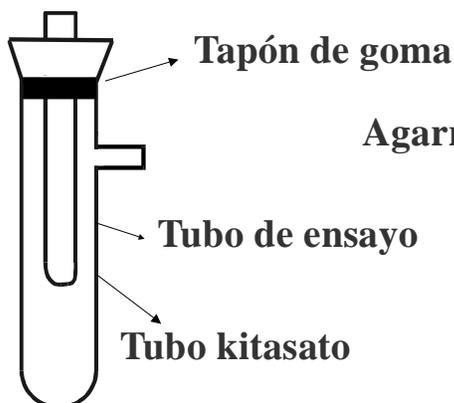


Figura 1

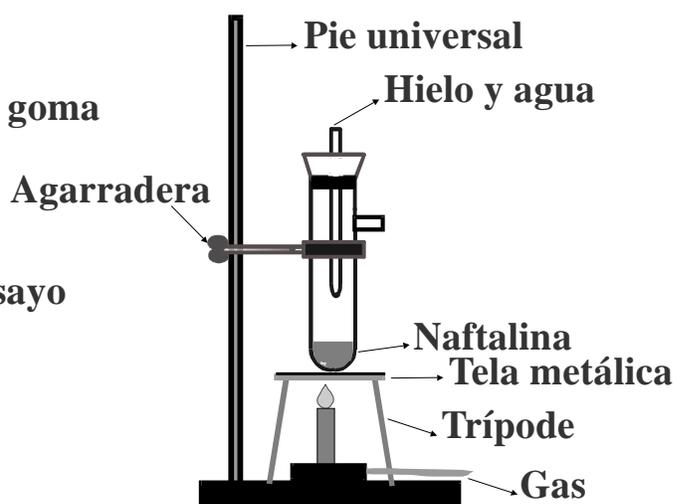
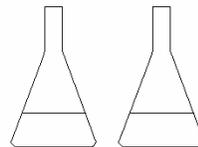


Figura 2

Parte b



Temperatura de fusión de mezclas de sustancias.

Objetivo:

Que compares la temperatura de fusión de un sólido puro con la de mezclas que resultan de hacer agregados crecientes de una segunda sustancia (este fenómeno es conocido como *descenso crioscópico*).

Materiales del hogar:

Naftaleno **puro**; podría ser el obtenido en la parte anterior, pero muy probablemente necesites más y por lo tanto deberás recurrir al que trae el *kit* de laboratorio entregado a tu escuela.

Introducción:

En este trabajo usarás como sustancia pura el naftaleno (Punto de fusión: aproximadamente 80°C) y medirás dicha temperatura como así también la de mezclas del mismo con pequeñas cantidades de ácido benzoico.

Es importante que comprendas que la presencia de “impurezas” hace que el punto de fusión de la sustancia descienda y además tal descenso resulta ser directamente proporcional a la cantidad de impureza o segundo componente que hay en la muestra.

Esta propiedad se puede observar por ejemplo en el hecho que el hielo con agregados de sal de mesa (NaCl) funde a menos de 0°C .

Algo similar ocurre con la temperatura de ebullición: el agua salada hierve, dependiendo de la cantidad de sal, a mayor temperatura que lo habitual (100°C).

Materiales y reactivos:

1 vaso de precipitados de 100 mL
4 tubos de hemólisis de vidrio Pyrex.
1 mortero chico.
1 espátula chica.
ácido benzoico
termómetro digital.
mechero Bunsen.
gradilla para tubos de hemólisis.
pinza de madera

Procedimiento:

Coloca el naftaleno en el mortero y muélelo bien. A continuación prepara 3 mezclas de la siguiente manera:

- mezcla 1: 7 puntas de espátula de naftaleno + 1 de ácido benzoico
- mezcla 2: 6 puntas de espátula de naftaleno + 2 de ácido benzoico
- mezcla 3 : 5 puntas de espátula de naftaleno + 3 de ácido benzoico

Luego de preparadas es muy importante que las mezclas sólidas estén bien homogeneizadas.

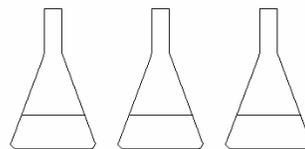
Coloca un poco de cada mezcla en sendos **tubos de hemólisis Pyrex** (2 ó 3 cm de altura) y en el cuarto tubo introduce naftaleno puro. Con cada uno de ellos procede de la siguiente manera:

- Sujeta el tubo con una **pinza de madera** y coloca el termómetro en su interior.
- Calienta el tubo suavemente hasta la completa fusión de su contenido.¹
- Retira el mechero y a continuación mide **la temperatura de enfriamiento** del sistema **en función del tiempo** (una medida de temperatura cada 10 segundos, aproximadamente).
- Representa gráficamente la temperatura en función del tiempo para los cuatro casos.

Al finalizar el trabajo y para limpiar los tubos, vuévelos a calentar hasta fundir su contenido y vuélcalo rápidamente sobre un vidrio de reloj. Si te hubieran quedado restos de sólido en los tubos, límpialos primero con agua caliente y luego con escobilla y detergente.

¹ Conviene que calientes los tubos en baño de agua.

Parte c



Extracción ácido-base. Recuperación de las drogas utilizadas

Objetivos:

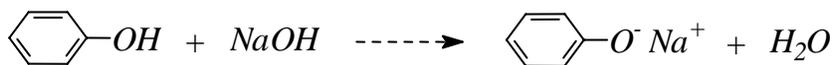
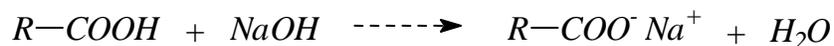
Que puedas separar una mezcla de naftaleno-benzoico y que utilices el método de extracción ácido-base para recuperar los materiales empleados.

Introducción:

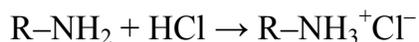
El reciclaje de materiales es un método para evitar contaminaciones del ambiente. Es particularmente deseable poder recuperar dichos materiales con sus características originales, evitando descomposiciones del producto de partida. La experiencia siguiente es un ejemplo de esto último.

Por otra parte, el método de extracción ácido-base es muy utilizado cuando alguna de las sustancias a recuperar presentan características ácidas o básicas.

Hay pocos grupos funcionales orgánicos suficientemente ácidos o básicos para poder interactuar con bases o ácidos inorgánicos. Entre ellos pueden mencionarse los ácidos carboxílicos y los fenoles, que reaccionan con bases fuertes para dar las sales correspondientes, según representamos con las siguientes ecuaciones:



Las aminas reaccionan con ácidos inorgánicos fuertes para dar también sales solubles en agua:



El método consiste en:

1. disolver la mezcla orgánica a separar en un solvente con las siguientes características:
 - debe ser inerte
 - todos los componentes deben ser solubles en él
 - debe ser inmisible con el agua
 - debe tener un punto de ebullición bajo
2. Agregar una solución ácida o básica para extraer a la fase acuosa el componente deseado (como una de sus sales).
3. Neutralizar dicha fase acuosa (pH=7 a 25°C).
4. Extraer nuevamente con solvente orgánico.
5. Evaporar en forma separada ambas fracciones orgánicas hasta sequedad para poder recuperar ambos compuestos.

Materiales y reactivos:

Pie universal	2
Aro con nuez	1
Ampolla de decantación	1
Vaso de precipitados	1
Erlenmeyer	2
Erlenmeyer con tapa	1
Agarradera c/nuez	2
Tela metálica	1
Balón de destilación	1
Mechero	1
Cabezal de destilación	1
Refrigerante	1
Alargadera de destilación	1
Tubo de ensayo	4
Tubo Kitasato	1
Embudo Hirsh	1
Equipo para determinar punto de fusión	1
Mezclas de naftaleno-benzoico del Experimento 8b	1-2g
Acetato de etilo	100ml
Carbón y celite (si fuese necesario)	mínima cantidad
Na ₂ SO ₄ (anhidro)	1 cucharada
Papel de filtro	
Capilares	

Procedimiento:

Juntar las diferentes mezclas de naftaleno-benzoico utilizadas en el Experimento 8b.² Tomar 1 a 2 gramos de la nueva mezcla y disolverla en 30 mL de acetato de etilo. Verter la solución dentro de una ampolla de decantación (verificar que el robinete se encuentre cerrado) colocando siempre un recipiente debajo (ver *Figura 1*).

Agregar a la ampolla 15 mL de una solución acuosa de NaOH 5 % p/v. Tapar la ampolla y agitar unos minutos, liberando los gases que se forman dentro de la ampolla luego de cada agitación.

Recoger la fase acuosa (más densa) en un Erlenmeyer de 125 mL y repetir toda la operación dos veces más, juntando las distintas fases acuosas en el mismo Erlenmeyer.

Lavar la fase orgánica con porciones de 15 mL de agua destilada hasta que las aguas de lavado no resulten básicas. Desechar las aguas de lavado.

Transferir la fase orgánica a un Erlenmeyer de 125mL con tapa y agregar aproximadamente una cucharada de Na₂SO₄ anhidro.

Luego de unos minutos, filtrar la solución orgánica por medio de un papel plegado sobre un balón de 125 mL (ver *Figura 2*) para ser destilada posteriormente.

Armar un equipo de destilación como se explica en el Experimento 12b y destilar el solvente orgánico. Calentar el sistema en baño de agua.

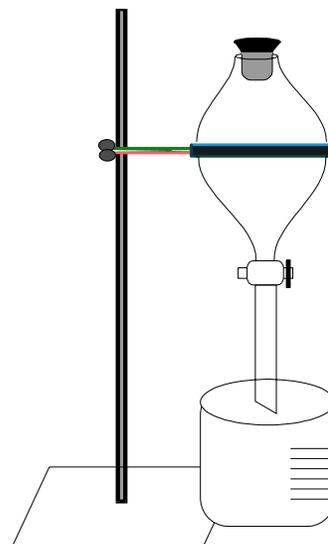


Figura 1

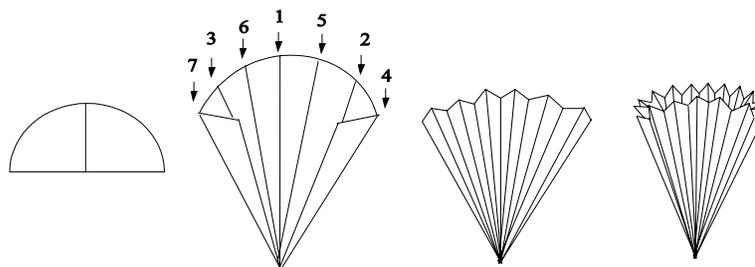


Figura 2

El residuo que queda en el balón corresponde al naftaleno, que debe recristalizarse (ver **Experimento 5**) utilizando etanol como solvente.

² Para acelerar el proceso de disolución del solvente orgánico se recomienda moler previamente la mezcla con un mortero.

A la fase acuosa básica se agregará lentamente ácido clorhídrico 20% hasta pH 1-2. Se observará la precipitación de un sólido blanco (el ácido benzoico) el que se filtra utilizando vacío y se recrystaliza de agua.

Finalmente se tomarán los puntos de fusión de ambos (ver **Experimento 5**) para determinar su pureza. Si no coincidiesen con los informados en los textos (ver Datos) se debe recrystalizar nuevamente hasta que el punto de fusión coincida con el informado.

Datos (a $p = 1 \text{ atm}$)

Punto de ebullición del acetato de etilo ($\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3$): 77°C

Punto de fusión del naftaleno: $80,5^\circ\text{C}$

Punto de fusión del ácido benzoico: $122,4^\circ\text{C}$