

CRISTALIZACIÓN:

Purificación de sólidos, mediante la disolución de estos en una mínima cantidad de disolvente, en caliente. Tomamos la cantidad requerida de sólido para posteriormente añadir la cantidad de disolvente, justa para cubrir el sólido, evitando añadir en exceso, garantizando de esta manera una disolución saturada.

El sólido podrá tener impurezas tanto insolubles en el disolvente, como solubles en el mismo; una vez disueltos la mayor cantidad de sólido (mediante la aplicación de calor, hasta el punto de fusión del disolvente), veremos que queda como un resto que no se disuelve, se trata de impurezas insolubles, que mediante filtración, también en caliente, se eliminan. Usamos para ello, un embudo cónico, con su papel de filtro debidamente doblado y colocado, la filtración se lleva a cabo en caliente. Cuando hemos terminado esta filtración, el líquido que obtenemos lo dejamos enfriar, para que se produzca la perfecta cristalización del sólido, sin presionar por que obtendríamos una precipitación rápida. Una vez enfriado, mediante el kitasato y un embudo büchner realizamos otra filtración, haciendo el vacío, bien mediante una bomba de membrana o goma de agua, de esta manera eliminaremos las posibles impurezas solubles, quedándonos únicamente el sólido cristalizado. Lo dejamos hasta mañana, para que seque perfectamente, pesaremos y calcularemos el punto de fusión, que nos dará la medida de la pureza del producto, de manera que a mayor punto de fusión el producto se encuentra más purificado.

Nosotros haremos la cristalización para dos productos:

- Acetanilida, 3,35 gramos, en agua pura. Erlenmeyer de 250 ml
- Dinitrobenceno 2,5 gramos, en etanol:agua, 1:2. Erlenmeyer de 100 ml

Cuando llevamos a cabo la filtración al vacío, podemos añadir un poco de disolvente al filtrado para lavar el filtrado bien. Posteriormente, quitamos el papel de filtro, con el filtrado, de él embudo y dejamos secar, hasta mañana. Lo colocamos en el cristizador.

Una vez dejamos se seque, pesamos y obtenemos:

- Acetanilida: 0.19 g
- Dinitrobenceno: 0.22 g

Con estos datos y los datos de los gramos, de los cuales partimos, calculamos la eficacia (cantidad que hemos pesado de sólido cristalizado, dividido por la cantidad de la que partimos, todo ello por 100) donde, respectivamente serán:

- Acetanilida: 5.6% 2.Diclorobenceno: 9%

ÁCIDO ACETIL SALICÍLICO

Tenemos la reacción:

Aspirina se trata de un nombre comercial, dado por el laboratorio farmacéutico Bayer, se trata del ácido acetil salicílico, junto con una serie de excipientes y en una determinada forma farmacéutica.

En la reacción observamos que se crea una nueva función éster; el oxígeno del grupo OH, es un átomo donador de electrones, donde el carbono del anhídrido, que es deficitario en electrones, se comporta como el aceptor de los mismos. Finalmente se forma un enlace entre el par de electrones del oxígeno y el carbono del anhídrido, pero el enlace se rompe y el par de electrones se los lleva el oxígeno del éster, ha sucedido un

ataque nucleofílico. Para que la reacción se lleve a cabo de una manera más factible por nosotros, le añadimos un catalizador, ácido sulfúrico, que hace que el carbono del anhídrido sea más deficitario en electrones y el par de electrones los pueda captar el oxígeno del éster. Digo de forma factible, por que la reacción sin catalizador, también se produce, pero ésta resulta ser muy lenta. Cabe decir que se trata de una reacción muy exotérmica, lo cual será comprobado por el calentamiento del erlenmeyer cuando agitemos la disolución de partida.

¿Qué cantidad teórica de ácido acetil salicílico tendremos que obtener?

Será un número equivalente de moles al de la sustancia limitante, de la reacción, es decir, aquella sustancia que se encuentre en menor cantidad, si por ejemplo resultase ser el ácido salicílico pues obtendremos la misma cantidad de A.A.S, siempre y cuando la reacción transcurra con un 100% de rendimiento. El rendimiento resulta ser: cantidad de gramos obtenidos, dividido por la cantidad de gramos teóricos, por 100.

La práctica consiste en:

En un vaso de precipitado de 100 ml, añadimos en el siguiente orden, 5 g de ácido salicílico, 10ml de anhídrido acético y 1ml de ácido sulfúrico, se agita (con aumento de temperatura), hasta que se disuelve el ácido salicílico. Dejamos enfriar, e iremos viendo como en el vaso se forma una masa semisólida, cristales de A.A.S. Se añade entonces 50 ml de agua fría, agitamos para su disolución y filtramos en el kitasato al vacío. Se lleva a cabo una cristalización en agua:etanol (2:1), Cristalización que es como la hecha anteriormente; en caliente, al vacío etc. El producto obtenido finalmente se recoge y se deja secar. Ésta segunda cristalización la hemos hecho para obtener A.A.S purificado, aprovechándonos del hecho que el A.A.S no resulta soluble en agua.

Cuando ya esté totalmente seco calcularemos tanto el rendimiento como el punto de fusión.

• CALCULOS:

Rendimiento:

$$(1.8 / 7.16) \cdot 100 = 25\%$$

Punto de fusión:

Para ello usaremos un capilar y todos los productos anteriormente obtenidos por cristalización. Metemos un poco de sólido cristalizado, bien seco y pulverizado, en el capilar, como 1 cm, lo introducimos en un aparato para ello, sin termómetro. Éstos aparatos están provistos de una lupa, un indicador de temperatura y control de la velocidad de calentamiento, cuando nosotros introducimos el capilar, a una velocidad aprox de 5, la temperatura irá subiendo y nosotros tenemos que tomar nota de a que valor comienza el cristal a fundir y a que valor se funde, de manera que si el producto se encuentra adecuadamente purificado entre ambos valores sólo habrá una variación de 2.u. De esa manera para nuestros productos hemos obtenido:

1.Acetanilida: 118–119 °C

2.Dinitrobenceno: 80–82 °C

3.A.A.S: 132–133.5 °C

EXTRACCIÓN

Se trata de un proceso por el cual vamos a separar diferentes compuestos en función de sus características fisicoquímicas.

Nosotros tendremos una mezcla de 3 productos (ácido, base, neutro) en un disolvente.

Se trata de productos orgánicos, y la mayoría de ellos son insolubles en agua, a menos que se encuentren en estado iónico.

Partimos del ác benzoico, paranitroanilina, xileno y dicloroetano, como disolvente éste último. Cuando añadimos todos los productos, tenemos que agitar suavemente, y quitar el tapón del embudo para dejar salir los vapores que se forman, por el dicloroetano, esto se repite unas 3 o 4 veces, hasta que veamos que no hay emisión de vapores; esto le sucede por que presenta bajo punto de ebullición.

Vamos a disolverlos todos, en cantidades: 2.47 g, 0.85 g, 15 ml y 100 ml, en el orden en que se expresan arriba, y 100 ml de disolvente. Cuando tenemos en el embudo todo esto, y después de haber llevado a cabo la eliminación de vapores, vamos a realizar tres extracciones sucesivas con HCl, al 10%, cada una de ellas con 30 ml. Cada vez que añadamos HCl tenemos que mover y abrir el tapón para eliminar vapores. Posterior a cada adición de ácido, vamos ver que nos quedan dos fases, la de arriba (consistencia aceitosa) se trata de la fase acuosa, y la de abajo se trata del dicloroetano, en ésta tenemos el compuesto que nosotros estábamos buscando:

Este producto obtenido se encontrará en la fase acuosa. En la fase donde está el dicloroetano se encuentra el xileno y ác benzoico. Hemos recogido el dicloroetano en un erlenmeyer de 250 ml, dejando caer el resto del contenido del embudo en un vaso de precipitado. Antes del tratamiento con sosa tenemos que lavar bien el embudo con agua, y lavar también con agua el contenido del vaso de precipitado, unos 30 o 40 ml. En el vaso tenemos aproximadamente unos 90 ml de agua, cloruro; y en el erlenmeyer, tenemos unos 100 ml de dicloroetano, sal amonio. Vamos a añadir sosa hasta que veamos que hay precipitación, en ese momento dejamos de añadir sosa y realizamos una filtración, en kitasato y al vacío, recogemos lo filtrado y lo apartamos esperando a que seque. Comprobamos que nos ha hecho falta añadir unos 180 ml de sosa, y la comprobación de si ya es básico o sigue siendo ácido, la hacemos mediante un papel de tornasol, si torna a rojo, aun ácido, si torna a azul, ya básico. El contenido del erlenmeyer lo lavamos con agua, como antes la otra, y veremos también dos fases, quedandonos nuevamente con la fase de dicloroetano y tirando la acuosa. A lo que nos queda le vamos a añadir, nuevamente sosa, 20 ml cada una, serán tres extracciones, mismo proceso que con el ácido. Realizamos la filtración en el kitasato etc. Si realizamos un último lavado con agua, vamos a obtener otras dos fases donde si tiramos la acuosa nos quedamos con Xileno. Las paredes del erlenmeyer están bastante húmedas y además puede que queden restos de agua en la disolución, por ello vamos a añadir sulfuro de magnesio para que éste se hidrate y que nos quede sólo disolvente orgánico con xileno. Se le añaden unas cucharadas hasta que vemos que se forman granitos blancos, los cuales van a ser eliminadas de la disolución por filtración en un embudo cónico, el resto se recoge en el matraz redondo. El disolvente será eliminado a presión reducida en el rotavapor, y el residuo líquido obtenido se destila a presión atmosférica, recogándose la fracción que hierve entre 108 y 112°C.

Ahora pasamos a calcular las eficacias (gramos obtenidos/gramos del comienzo por 100) de la:

- Paranitroanilina: 80%
- Ác Benzoico: 39%

También hemos llevado a cabo la medición del punto de fusión de ambos productos:

- Paranitroanilina: 151–153 °C
- Ác benzoico: 124–126 °C

Con el xileno, posteriormente, vamos a realizar una destilación, siguiendo el modelo de la práctica siguiente, y juntando varios xilenos, para una única destilación.

DESTILACIÓN:

Se usa para llevar a cabo 3 procesos diferentes:

- *Purificación de un líquido*
- *separación mezcla líquido – líquido*
- *separación de una disolución (solute y disolvente)*

Se basa en la separación de un líquido, que cuando pasa a vapor lo hace a una temperatura, la cual está en función de la presión externa.

Presión de vapor del líquido, es la presión a la que ese líquido pasa a vapor.

Destilaremos en un recipiente abierto de forma que el líquido pasará a vapor cuando su presión de vapor sea igual a la presión atmosférica, externa. A esa temperatura la llamamos temperatura de ebullición, a la que pasa a vapor.

Técnicamente se lleva a cabo un sistema de destilación simple, consistente en una placa calefactora, matraz de fondo redondo (que no debe quedar a menos o a mas de unos dos dedos encima de la placa), pie y pinzas, cabeza de destilación, termómetro (el bulbo del mismo debe estar en contacto con , refrigerante(el flujo de agua debe estar bien graduado), etc.

En el matraz vertemos el líquido que vayamos a destilar y un poco de porcelana porosa (para que el calor se distribuya adecuadamente, mediante un burbujeo, por el movimiento del líquido de forma que el contenido total se calienta de manera homogénea.

Nosotros tendremos una mezcla de dos alcoholes: etanol y alcohol bencílico (cuyo punto de ebullición ronda los 200 ° C)

Cuando se produzcan los primeros vapores el termómetro subirá rápidamente hasta la temperatura de ebullición del etanol.

En la boca conectamos un refrigerante Liebtz, a este la cola de destilación y un erlenmeyer de volumen dependiente de la cantidad que esperemos recoger, la velocidad de goteo ideal es aquella en la que podemos contar una a una las gotas que caen.

Al final tendremos que la eficacia: volumen final/volumen principio por 100.

Cuando el líquido se destila se agota, por lo que es importante estar vigilando la temperatura, si esta desciende mucho pues será señal que ya no hay emisión de vapores y por lo tanto no hay líquido.

El volumen inicial es de 105 ml y el final de 91.5 ml

De esa manera la eficacia será: 88%

Hemos estado observando nuestro termómetro y la temperatura ha estado oscilando entre 78–80 ° C.

También decir que a la temperatura de 30–40 ° C, comenzamos a destilar algo, que no eran más que impurezas, y las cuales tiramos.

ESTERIFICACIÓN

Síntesis de un compuesto líquido, que se purificará mediante destilación:

Primero nos encontramos con un proceso de síntesis, luego el aislamiento del producto y finalmente la purificación del producto.

Partimos del alcohol isoamílico, que se esterifica con ácido acético glacial, todo ello catalizado por un medio ácido, para dar ester:

El ácido acético glacial, todo el material debe estar perfectamente limpio y seco, de manera que la reacción de esterificación de Fischer, si existe humedad, puede dar también agua.

El reactivo se debe presentar en exceso, de unos de ellos. Partimos de 18 ml, 0.16 moles, 23 ml, 0.4 moles, donde el reactivo limitante es el alcohol isoamílico, de manera que si teóricamente la reacción sucede al 100% del rendimiento, tendremos finalmente el número de moles del ester resultante, por estequiometría.

El glacial es sólido y a temperatura ambiente baja solidifica.

Para que la reacción comience se necesita aplicar calor, suavemente se le añaden sulfúrico concentrado, 5 ml, poco a poco y moviendo el matraz para homogeneizar, con un poco de porcelana porosa.

Ponemos la placa calefactora, como antes y arriba adaptamos el refrigerante de reflujo, también con entrada y salida de agua. Esto es así por que la reacción necesita una energía de activación, y mantener una presión atmosférica de manera que los vapores condensan y caen de nuevo al matraz, así no perdemos nada. Esperamos una hora.

Posteriormente pasaremos a aislar el acetato de isoamilo.

Debemos esperar a que se encuentre perfectamente fría, antes de añadir agua, de manera que la reacción se desplazaría hacia la izquierda; pasamos al embudo de decantación, se le añade agua fría, y dejamos que ambas capas se separen, acetato y la acuosa (sulfúrico, acético, alcohol isoamílico).

Se decanta la fase orgánica, desechando la acuosa, la fase orgánica se encuentra arriba, y la densidad del agua es 1.

La fase orgánica la dejamos en el embudo, se lava para eliminar restos de ácido (primero bicarbonato sódico al 5 %, y obtenemos anhídrido carbónico, que se desprende, agua y sodio). Se lava con bicarbonato hasta que la fase acuosa no sea ácida, unas dos veces.

La fase orgánica, ahora, la pasamos a un erlenmeyer y se añade sulfato de magnesio, se filtra y se recoge sobre el matraz de fondo redondo de 100 ml.

El acetato se purifica mediante un sistema de destilación simple, como ya hemos hecho.

Cuando llegue a la temperatura próxima a 134–137 ° C, a presión atmosférica, se para el proceso.

CALCULOS: