

Procedimiento

Se procede a realizar el siguiente montaje:

- 1.- Matraz Fondo Redondo 200 ml.
- 2.- Adaptador Claisen.
- 3.- Refrigerante de Reflujo.
- 4.- Codo de Destilación.
- 5.- Quitasato.
- 6.- Termómetro.
- 7.- Mangueras.
- 8.- Mechero.
- 9.- Pinzas.
- 10.- Soportes Universales.
- 11.- Tripoides y Rejilla de Asbesto.

Se colocan 30 gr. de Ácido Acético y 40 ml. de Etanol al 95% en un matraz de fondo redondo, y agitando continuamente, se agregan 5 ml. de Ácido Sulfúrico concentrado.

Luego al matraz se le adapta un refrigerante de reflujo. añadiéndole un trocito de plato poroso. A continuación se calienta la mezcla aproximadamente por 30 min. sobre un baño de vapor.

Al finalizar, se enfría el matraz con su contenido, y el montaje se modifica para proceder a una destilación.

Seguidamente se colocan en el matraz unos trocitos de plato poroso y se procede a destilar el Acetato de Etilo, calentando sobre el baño de vapor.

Luego de destilar, el producto se coloca en un embudo de llave y se agita suavemente con una solución de Carbonato Sódico, abriendo frecuentemente la llave, con el fin de dejar escapar los gases (dióxido de carbono). Progresivamente se va agitando con más fuerza hasta que la capa superior no presente reacción frente al papel tornasol ácido.

Se separa la capa superior de Acetato de Etilo, y se lava con 20 ml. de una solución fría de Cloruro Cálcico en 25 ml. de agua.

El producto obtenido se deja secar por 30 min. sobre Sulfato Magnésico Anhidro.

Una vez que el producto está seco, se filtra el líquido a través de un filtro seco para separar el Sulfato Magnésico y se destila.

La fracción de destilado que pase emñtre los 75° y lo 78° se recoge aparte, fraccionando de nuevo las fracciones de punto de ebullición más alto y más bajo, recogiendo nuevamente la fracción que pase entre los 75° y los 78°, uniéndola con la primera porción.

Por último se pesa el producto y se determina el rendimiento a partir de la cantidad de Ácido Acético utilizada.

TABLA DE CONSTANTES FÍSICAS

Nombre del Compuesto	Fórmula del Compuesto	Peso Molecular (g/mol)	Pto. de Ebullición (C°)	Pto. de Fusión (C°)	Densidad "d" (g/cm3)
Ácido Acético	CH ₃ COOH	60.04	118	16.6	1.0492
Etanol	CH ₂ CH ₂ OH	46.07	78.5	-117.3	0.7893
Acetato de Etilo	CH ₃ -COO-C ₂ H ₅	116.07	—	57.5	0.9003
Ácido Sulfúrico	H ₂ SO ₄	98.08	338	10.36	1.841
Carbonato Sódico	NaCO ₃	105.99	—	851	2.532
Dióxido de Carbono	CO ₂	44.0		-78.52	1.9768
Cloruro Cálcico	CaCl ₂	118.99	> 1600	782	2.15
Sulfato Anhidro de Magnesio		120.37	—	0.1124	2.66

TABLA DE TOXICIDADES Y PRIMEROS AUXILIOS

Compuesto	Toxicidad	Primeros Auxilios
Ácido Acético	Venenofo por inhalación, ingestión o absorción de la piel. Causa irritación de los ojos y la piel. Puede provocar espasmos, inflamación o edema de la laringe y bronquios. Puede provocar síntomas tales como: fiebre, laringitis, náuseas, dolor de cabeza, etc...	En caso de contacto, lavar inmediatamente con abundante agua fría. Si es inhalado, respirar aire fresco. Si no resulta dar respiración artificial. Si la respiración llega a ser dificultosa, suministrar oxígeno directamente.
Etanol	Peligroso si es ingerido, inhalado o bien absorbido por la piel. Puede causar irritación en la piel. El vapor o gas causa irritación en los ojos.	En caso de contacto con los ojos, lavar con abundante agua fresca. Asegúrese de lavar los ojos separando los párpados. Si es ingerido quitar la ropa y calzado rápidamente. En caso de ingestión enjuague la boca con abundante

		agua .
<i>Acetato de Etilo</i>	Puede causar dolor de cabeza, náuseas y vómito. Es peligroso al ser inhalado o absorbido por la piel. Puede causar irritación.	En caso de contacto, lavar con abundante agua los ojos y la piel. Asegúrese de lavar los ojos separando los párpados. En caso de ingestión enjuague la boca con abundante agua.
<i>Ácido Sulfúrico</i>	Causa quemaduras leves. Es dañino si es absorbido o ingerido por la piel. Es extremadamente destructivo para los tejidos de las membranas mucosas y para el tracto respiratorio. Su inhalación puede ser fatal. Por la exposición puede producir vómito, ronquera y náuseas.	En caso de contacto, lavar inmediatamente la piel y los ojos con grandes cantidades de agua. Asegurarse de separar bien los párpados. Si es inhalado, respirar aire fresco. Si no resulta dar respiración artificial u oxígeno directamente. En caso de ingestión, lavar la boca con agua.
<i>Carbonato Sódico</i>	Puede causar dolor de cabeza, náuseas y vómito. Es peligroso al ser inhalado o absorbido por la piel. Puede causar irritación.	En caso de contacto, lavar con agua los ojos y la piel. Si es inhalado, respirar aire puro, bien sea por respiración artificial o con oxígeno directamente. En caso de ingestión enjuague la boca con abundante agua. Remover la ropa y el calzado.
<i>Dióxido de Carbono</i>	Puede ser peligroso por inhalación, ingestión o por absorción de la piel. El vapor irrita los ojos, membranas mucosas y el tracto superior respiratorio.	Si es inhalado, respirar aire fresco. Si no resulta dar respiración artificial u oxígeno directamente. En caso de ingestión, lavar la boca con agua. Si hay contacto con los ojos enjuagar con abundante agua fresca.
<i>Cloruro Cálcico</i>	Puede ser dañino por inhalación, ingestión o absorción de la piel. Causa irritación en los ojos y la piel.	En caso de contacto, lavar con abundante agua los ojos y la piel. Asegúrese de lavar los ojos separando los párpados. En caso de ingestión enjuague la boca con abundante agua.
<i>Sulfato Anhidro de Magnesio</i>	Puede ser dañino por inhalación, absorción o ingestión. Puede causar irritación en los ojos, membranas mucosas y tracto respiratorio. Causa irritación en la piel.	En caso de contacto con los ojos y la piel, lave inmediatamente con abundante agua fría. Cuide de separar bien los párpados. Si es inhalado, respirar aire fresco. Si no resulta dar respiración artificial u oxígeno directamente.

Observaciones

Al agregar el Etanol al Ácido Acético observamos que no hubo cambio en el color de nuestra mezcla. Posteriormente al agregar el Ácido Sulfúrico se observó que el matraz comenzó a calentarse sin cambio de color alguno.

Iniciamos el calentamiento de la mezcla en un baño de vapor, esperando una media hora a que la mezcla reflujara.

Comenzó a destilar a los 50° C y se dejó destilar hasta que a partir de los 75° C la muestra mostró un aumento brusco de temperatura (85° C).

Después de la destilación, no se destapó el balón de forma brusca, ya que podía producirse una emanación de vapores tóxicos, por lo que se colocó el balón en un baño de hielo con agua.

El destilado, producto del proceso de destilación del Acetato de Etilo sobre un baño de vapor, se agitó luego con una solución de Carbonato Sódico en un embudo de separación, observándose como era necesario abrir el tapón del embudo para liberar los gases producidos por ésta.

Al dejar de agitar se observó como la solución se separaba en dos capas, una de ellas es acuosa y la otra es el Acetato de Etilo (superior).

Al separar la capa de Acetato de Etilo y añadirle el Cloruro Cálcico, se formaron nuevamente dos capas, una acuosa y otra orgánica, y además se observa la presencia de pequeños pedacitos de sólido blanco (semejantes a trocitos de papel en agua).

Se separa la capa orgánica y se le hace la prueba del papel tornasol, el cual cambia de rosado a azul.

Resultados

El rendimiento del proceso de Esterificación fue de:

El rendimiento ha sido muy alto debido a los azeótropos presentes en la muestra, los cuales no fueron eliminados con el sulfato magnésico anhidro ya que este paso lo suprimimos.

Al destilar el ácido acético, en el balón queda como residuo una pequeña cantidad de ácido acético y ácido sulfúrico diluido;

La razón por la cual se colocó el balón sobre el baño de agua con hielo, al final de la destilación fue con el objeto de condensar los vapores tóxicos y además no permitir la pérdida de producto por evaporación.

Los gases que se produjeron en el interior del embudo, CO₂, fueron producto de la reacción del destilado con la solución de carbonato sódico.

La razón por la que el papel tornasol cambió de rosado a azul, con el producto final, es porque nos encontrábamos en presencia de una base, un éster.

Preguntas

- 1.- La constante de equilibrio en la reacción de formación del Acetato de Etilo a partir de Ácido Acético y Etanol es de 3.77 a 25° C. Calcúlese el tanto por ciento de éster en equilibrio con los reactivos en las proporciones molares utilizadas en esta experiencia.
- 2.- Formúlese un mecanismo detallado de la reacción de Esterificación de Fischer.
- 3.- ¿Cómo varía la velocidad de reacción en la esterificación de Fischer por la existencia de sustituyentes alquílicos en las posiciones y del Ácido Carboxílico?

4.- ¿ A qué velocidades relativas es de esperar que transcurran las siguientes reacciones de esterificación ?

