

5.4

PRÁCTICAS PARA PREPARAR COMPOSTOS QUÍMICOS

Neste apartado hanse deseñar experimentos nos que se trate de iniciar ao alumnado na síntese de compostos químicos. Trátase fundamentalmente de que o alumnado, aprenda a preparar diferentes compostos químicos útiles no laboratorio noutras operacións de síntese, e que se acostume a preparar compostos diversos. Deste xeito: primeiro prepararanse tres compostos orgánicos e logo dous inorgánicos, entre eles un composto gasoso.

SÍNTESE DUN ÉSTER: PREPARACIÓN DA ASPIRINA

OBXECTIVO

Preparar o ácido acetilsalicílico (principio activo do medicamento coñecido comercialmente como aspirina) a partir do ácido salicílico e anhídrido acético.

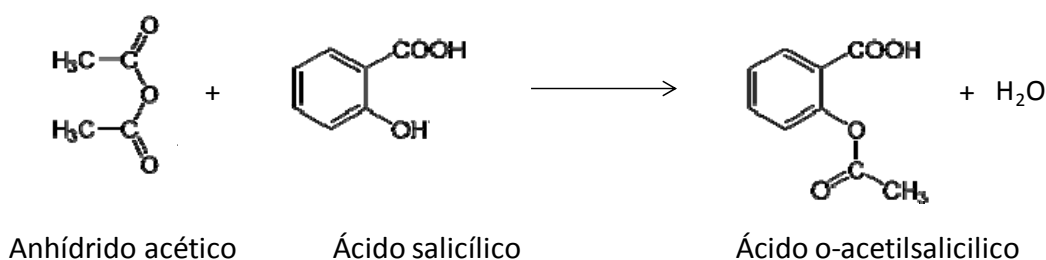
Estudar unha reacción de esterificación.

INTRODUCCIÓN

Entre os procesos orgánicos máis significativos atópase o de “esterificación”. Trátase da reacción dun ácido cun alcohol para a formación dun éster e auga. Nesta práctica estudarase a reacción do ácido acético cun alcohol, neste caso o ácido salicílico (ácido 2-hidroxibenzoico), que actúa como un alcohol a través do seu grupo OH en posición orto respecto ó grupo ácido. O éster que se forma é o ácido acetilsalicílico, que se coñece comercialmente como aspirina.

A aspirina é un medicamento valiosísimo na vida cotiá. Descuberta a súa utilidade farmacolóxica hai máis de 100 anos, é hoxe un dos produtos químicos máis utilizados e mellor coñecidos pola comunidade. Úsase coma analxésico, antipirético, antineurálxico, antiartrítico, antiséptico etc., e non ten, practicamente, ningunha contraindicación agás que, por ser un ácido, pode causar males estomacais coma as úlceras intestinais.

Para mellorar o rendemento do proceso da obtención da aspirina substituírse, na realización da práctica, o ácido acético polo seu anhídrido (especie química resultante da condensación de dúas moléculas de ácido acético coa perda dunha molécula de auga).



MATERIAL

- Matraz erlenmeyer de 50 mL
- Probetas de 10, 20 e 50 mL
- Funil Büchner
- Matraz kitasato
- Vidro de reloxo
- Termómetro
- Vareta de vidro
- Baño de xeo
- Baño de auga
- Pipeta Pasteur e pera
- Bomba de baleiro

REACTIVOS

- Ácido salicílico
- Anhídrido acético
- Ácido fosfórico do 85%

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Pésanse con exactitude 2 gramos de ácido salicílico e introdúcese nun matraz erlenmeyer de 50 mL seco. Engádense a continuación 5 mL de anhídrido acético e 5 pingas de ácido fosfórico do 85%. Colócase o matraz nun recipiente con auga e quéntase durante 10 minutos a uns 70 °C medidos no interior do matraz (a temperatura debe manterse arredor deste valor; se é necesario deixar de quentar ou engadir auga ao baño), tempo tras o cal a reacción debe ocorrer completamente.

A continuación engádenselle coidadosamente 2 mL de auga ó matraz para descompoñer calquera exceso de anhídrido acético. Cando o posible exceso se elimine (sobre 5 minutos), cesará o desprendemento de vapores de ácido acético, detectables polo seu olor característico.

Retírase o matraz do baño e engádense 20 mL de auga, deixando arrefriar a disolución nun baño de xeo. A medida que arrefría a disolución aparecerán os cristais de ácido acetilsalicílico ou aspirina. Se a cristalización non ocorre espontaneamente, frégase o interior do matraz cunha vareta de vidro, continuando co arrefriamento.

O produto sólido obtido sepárase mediante filtración ao baleiro (empregando funil Büchner, matraz kitasato e bomba de baleiro), lavando os cristais con 5 mL de auga xeadada (ou ata que deixe de ulir a ácido acético). O produto déixase secar primeiro ao baleiro, logo sobre o vidro de reloxo previamente tarado e finalmente 30 minutos na estufa a 110 °C. Unha vez seco, déixase arrefriar e pésase o produto para coñecer a masa de aspirina obtida.

CUESTIÓNS

1. Escribe a ecuación que ten lugar no proceso (con anhídrido acético).
2. Por que se lle engade o ácido fosfórico?
3. Debuxa unha montaxe de filtración ao baleiro nomeando o material empregado.
4. Que vantaxes presenta a filtración ao baleiro fronte á filtración por gravidade?
5. Cal é o reactivo limitante?
6. Calcula os moles de aspirina obtidos.
7. Calcula o rendemento teórico en gramos e o rendemento porcentual do proceso en % (densidade do anhídrido acético: 1,082 g/mL).

OBTENCIÓN DE BIODIÉSEL

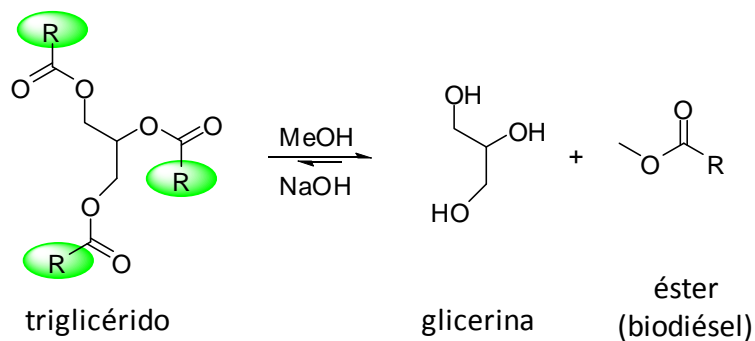
OBXECTIVO

Preparar un biodiésel a partir dun aceite de cociña comercial.

Utilizar os residuos como materiais con valor engadido.

INTRODUCCIÓN

A obtención do biodiésel faise nesta práctica a través dunha transesterificación. O proceso de transesterificación implica a combinación dun aceite cun alcohol lixeiro, xeralmente metanol, producindo os ésteres do alcohol lixeiro (que constitúen o combustible) e glicerina, como residuo con valor engadido:



Normalmente, a nivel industrial, fábricase a partir de aceites vexetais, xeralmente colza, xirasol ou millo, pero tamén podería facerse partir de aceites de fritura, o que suporía unha redución no consumo de materia prima e a reciclaxe do aceite usado.

MATERIAL

- 2 vasos de precipitados de 250 mL
- 1 matraz Erlenmeyer de 100 mL
- 1 probeta de 50 mL
- 1 vareta de vidro
- 1 vidro de reloxo
- 1 termómetro
- 1 pipeta Pasteur
- 1 axitador magnético con barriña axitadora

REACTIVOS

- Metanol
- NaOH
- Aceite de cociña

PROCEDEMENTO EXPERIMENTAL

Mesturar 10 mL de metanol con 0,175 g de NaOH nun matraz Erlenmeyer de 100 mL (usar protección adecuada), co que se forma unha disolución metanólica de NaOH.

Se utilizamos aceite reciclado, hai que filtrar con filtro metálico de malla fina e logo pasalo por filtro de papel e eliminar a auga que poida ter o aceite, fervendo moi lentamente durante 10 minutos e deixar repousar eliminando despois a capa de auga que queda no fondo.

Se utilizamos aceite reciclado, que non é aconsellable usar nos experimentos de proba, pesaremos máis cantidade de NaOH, 0,275 g.

Nun vaso de precipitados de 100 mL, botar 50 mL de aceite sen usar (medir con probeta e tomar nota do volume exacto) e quentar lentamente a 55 °C. Sobre este aceite, engadir, pouco a pouco, a disolución metanólica de NaOH e manter esta mestura durante 1 hora con axitación suave e a temperatura constante. Deixar en repouso ata o día seguinte, cando se observarán preto de 50 mL de biodiésel na parte superior do recipiente e uns 10 g de glicerina no fondo.

Separar por decantación o combustible e a glicerina, e medir o volume de biodiésel obtido.

CUESTIÓNS

1. Completar a ecuación química proposta para esta reacción.
2. Calcular a eficiencia económica do proceso con relación ao custo dos reactivos empregados.
3. Comprobar se o biodiésel fabricado funciona como combustible nun motor.

SAPONIFICACIÓN: PREPARACIÓN DUN XABÓN

OBXECTIVO

Preparar un xabón a partir dun aceite ou dunha graxa.

Estudar a reacción de saponificación.

Reciclar materiais que se usan no fogar.

INTRODUCCIÓN

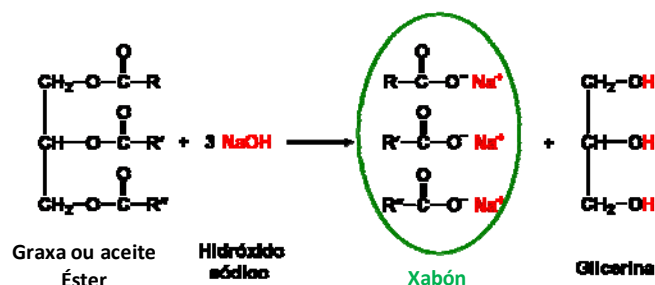
A manufactura do xabón é unha das sínteses químicas máis antigas, aínda que non tanto coma a fermentación etílica. Tribos xermánicas da época do César fervían sebo de cabra con potasa, que obtiñan por lixiviación das cinzas da leña. Actualmente é unha actividade moi común nas chamadas “granxas escola”.

Trátase de obter a partir de produtos moi comúns, algo tan cotián como é o xabón. Desde este punto de vista é unha forma de amosar a importancia da química na sociedade actual.

Esta sinxela práctica, que non implica risco, nin produtos custosos, nin material sofisticado, permítenos introducir e practicar conceptos básicos tales como: ácido-base, velocidade de reacción, coloides, aspectos químico-orgánicos, etc.

Trátase de producir xabón por saponificación de graxas. As graxas poden hidrolizarse en medio básico producindo o sal do ácido orgánico correspondente; este sal é o xabón.

A diferenza nas propiedades que presentan os distintos xabóns entre si vai depender do ácido graxo do que proveñan. Na presente práctica imos empregar o ácido oleico [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$] que é o que se atopa presente en maior proporción no aceite de oliva. O subproduto da fabricación dos xabóns é a glicerina (importante produto industrial co que se pode sintetizar o potente explosivo nitroglicerina).



MATERIAL

- 2 vasos de precipitados 250 mL
- Pipeta 10 mL
- Funil Büchner
- Baño de xeo

- Matraz kitasato
- Vidro de reloxo
- Baño de auga

REACTIVOS

- Hidróxido sódico
- Aceite de oliva
- Etanol
- Cloruro sódico

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Preparar unha disolución de 5 g de hidróxido sódico nunha mestura de 10 mL de auga e 10 mL de etanol. Poñer 8 mL de aceite de oliva nun vaso de precipitados de 250 mL e engadirlle a disolución anterior. Quentar a mestura nun baño de auga durante uns 20 minutos durante os cales, e para evitar a formación de espuma, iranse engadindo pouco a pouco 20 mL dunha mestura ó 50 % (en volume) de etanol e auga. Manter unha axitación constante.

Preparar unha disolución de 25 g de cloruro de sodio en 75 mL de auga noutro vaso de precipitados. Unha vez disolvido o NaCl engadir axiña a graxa saponificada sobre esta disolución. Axitar fortemente durante uns minutos e arrefriar ata temperatura ambiente nun baño de xeo. Recoller o precipitado formado por filtración ao baleiro cun funil Büchner. Lavalo dúas veces e deixar pasar aire a través do precipitado ata que quede seco.

CUESTIÓNS

1. Durante o proceso de obtención de xabón engadimos cloruro sódico, que función ten?
2. Cres que o xabón que obtiveches é biodegradable?
3. Cal é o reactivo limitante no proceso?
4. Indica a diferenza que existe entre deterxente e xabón.

OBTENCIÓN DE DIÓXIDO DE CARBONO GAS, CO₂(g)

OBXECTIVO

- Preparar un composto gasoso, o dióxido de carbono, e recoñecer o gas obtido.
- Realizar montaxes experimentais de gases.
- Poñer de manifesto a distinta forza de tres ácidos típicos.

INTRODUCCIÓN

A preparación de gases no laboratorio constitúe unha experiencia importante tanto polo que representa de preparación e caracterización de compostos inorgánicos, canto porque, eles mesmos, úsanse como novos axentes de novas sínteses ou para manter determinadas condicións nas propias reaccións químicas. Nesta práctica propónse a obtención de dióxido de carbono a partir de carbonato cálcico e ácido clorhídrico.

A metade da produción mundial de CO₂ dedícase ao seu uso como refrixerante; así o CO₂ sólido emprégase tanto en sistemas de refrixeración industriais, como nalgúns aplicacións específicas en xeados, comidas conxeladas, baños de frío no laboratorio, etc. Outro uso moi estendido, xa en estado gas, é como compoñente fundamental das bebidas carbonatadas.

Este gas é de grande importancia na produción de atmosferas inertes e na obtención de medios ácidos controlados en disolución.

En canto ao medio natural, por unha banda ten un efecto pernicioso xa que constitúe un dos gases do efecto invernadoiro na atmosfera; pero, por outra banda, o CO₂ tamén é usado para a produción de urea vía carbamato de amonio:



A urea, ademais de formar resinas e plásticos de base urea-formaldehído, é un fertilizante nitrogenado (46,7 % N) usado abundantemente na agricultura.

O CO₂ obterase por un procedemento ácido-base simple:



MATERIAL

- Matraz de dúas bocas de 250 mL
- Funil de presión compensada
- Adaptador
- Dous frascos lavadores de gases
- 4 tubos de ensaio

REACTIVOS

- Carbonato cálcico
- Ácido clorhídrico
- Hidróxido de bario
- Ácido acético
- Ácido fosfórico
- Ácido sulfúrico

PROCEDEMENTO EXPERIMENTAL**Parte 1. Xeración de CO₂**

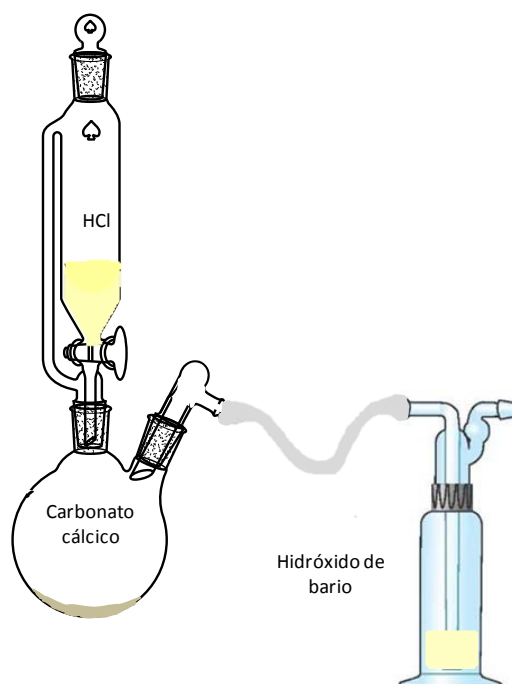
Sitúanse nun matraz de dúas bocas, pertencente a unha montaxe de xeración de gases como a da figura adxunta, 20 g de carbonato cálcico e no funil de presión compensada 100 mL de ácido clorhídrico concentrado. Procédese á adición do ácido pinga a pinga sobre o carbonato cálcico e inmediatamente obsérvase a xeración do gas que se fai pasar a través dunha disolución saturada de auga de barita (hidróxido de bario) o que produce unha turbidez típica que pon de manifesto a presenza de dióxido de carbono.

Parte 2. Recoñecemento da distinta forza de tres ácidos típicos

Situar en catro tubos de ensaio 0,5 g de carbonato cálcico e engadirlle:

- Ó tubo 1, 10 mL de ácido clorhídrico 6 M.
- Ó tubo 2, 10 mL de ácido acético 6 M.
- Ó tubo 3, 10 mL de ácido fosfórico 2 M.
- Ó tubo 4, 10 mL de ácido sulfúrico 3M.

Observar en cada caso o ritmo de desprendemento de gas.



CUESTIÓNS

1. Escribir e completar a reacción que ten lugar na montaxe de xeración de gases. Trátase dun proceso ácido-base? Xustificar o seu desprazamento cara á dereita. Calcular, aproximadamente, o volume de gas que se debería producir.
2. Por que se forma turbidez cando o dióxido de carbono burbulla a través da auga de barita? Escribir a reacción do proceso.
3. Xustificar as observacións da segunda parte da experiencia sabendo que:
 - O ácido clorhídrico está practicamente dissociado na súa totalidade.
 - O ácido acético ten unha constante de acidez da orde de 10^{-5} .
 - O ácido fosfórico ten unhas constantes de acidez K_1 , K_2 e K_3 de $7,5 \cdot 10^{-2}$, $6,2 \cdot 10^{-8}$ e $2,2 \cdot 10^{-13}$ respectivamente. Suxire o experimento realmente esta orde de acidez?
4. Está o ácido sulfúrico completamente dissociado?