

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	1 de 1

MANUAL DE QUÍMICA ORGÁNICA

DOCENTES TIEMPO COMPLETO OCASIONAL

**UNIVERSIDAD DE PAMPLONA
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
NORTE DE SANTANDER, COLOMBIA
2018**

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	2 de 1

TABLA DE CONTENIDO

	pág.
LABORATORIO No.1: PROPIEDADES FÍSICAS” PUNTO DE FUSIÓN Y PUNTO DE EBULLICIÓN”	8
LABORATORIO No.2 CLASIFICACIÓN DE LOS GRUPOS FUNCIONALES SEGUN SU SOLUBILIDAD	15
LABORATORIO No.3 IDENTIFICACIÓN DE GRUPOS FUNCIONALES ORGÁNICOS	20
LABORATORIO No.4 HIDROCARBUROS ALIFÁTICOS	26
LABORATORIO No.5 ANÁLISIS CUALITATIVO	32
LABORATORIO No. 6 IDENTIFICACIÓN DE ALCOHOLES	39
LABORATORIO No.7 IDENTIFICACIÓN DE ALDEHIDOS Y CETONAS	43
LABORATORIO No.8 IDENTIFICACIÓN DE ÁCIDOS CARBOXILICOS	47

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	3 de 1

INTRODUCCIÓN

La finalidad de este manual de laboratorio de química orgánica es brindar al estudiante una guía completa y ordenada con el curso práctico de laboratorio; las cuales se revisan, complementan y actualizan semestralmente.

El manual se inicia con una serie de instrucciones acerca del trabajo en el laboratorio.

Se sugiere la realización de diez clases prácticas, teniendo presente que de las 16 semanas que conforman el semestre académico, se deben descontar la primera semana para la clase introductoria y tres semanas más para la primera y la segunda evaluación y el examen final, junto con dos clases para realizar seminarios.

Cada una de las guías está constituida por los siguientes parámetros: Los objetivos que el estudiante debe alcanzar, un marco teórico sobre el tema propuesto, y estudiante debe ampliar para poder realizar análisis de resultados al final de práctica, el procedimiento experimental (del cual se debe presentar un diagrama de flujo al iniciar la práctica).

Al final del Manual se propone una bibliografía general, la cual debe ser Complementada para la discusión de los análisis de resultados que se deben presentar al final de práctica.

Se recomiendan las siguientes direcciones electrónicas que permitirán revisar algunas otras alternativas relacionadas con el desarrollo de los experimentos de la Química Orgánica.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	4 de 1

NORMAS DE SEGURIDAD

RECOMENDACIONES Y CUIDADOS QUE SE DEBEN TENER EN EL LABORATORIO

La eficiencia en el trabajo y la seguridad personal dependen del cumplimiento de ciertas normas, que aunque en su gran mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer notar al principiante para que las tenga siempre presentes:

1. Las causas más frecuentes de incendio o explosiones son: las destilaciones con recipiente recolector destapado y próximo a una llama; los bloques de calefacción a temperaturas elevadas (el CS_2 es muy inflamable); la destilación de disolventes (Éter) que contengan peróxidos; la ebullición o reflujo de ácido acético glacial con CrO_3 o de piridina con $KMnO_4$ sólido; la ignición espontánea de residuos de catalizadores; la destrucción inadecuada de residuos de Na, K, $NaNH_2$, $LiAlH_4$; la apertura de tubos cerrados al vacío; el arrojar cigarrillos o cerillas encendidas en la papelera o en los cubos de desperdicio.
2. Las quemaduras más frecuentes tienen lugar con: ácidos, bases y tubos o varillas de vidrio calientes.
3. Las heridas más frecuentes son: cortes y pinchazos provocados al intentar introducir o sacar tapones o mangueras o tubos de empalme, tubos de vidrio, termómetros o varillas.

En todos los trabajos de laboratorio es necesario tomar ciertas precauciones que reducen a un mínimo los ACCIDENTES. A continuación, se van a recordar algunas de gran utilidad:

1. USO INDESPENSABLE de bata de laboratorio preferiblemente blanca y que proteja su vestido.

El ácido sulfúrico concentrado se diluye con agua, vertiendo el ácido lentamente sobre el agua y agitando, NUNCA A LA INVERSA.

Los líquidos inflamables tales como el éter, el alcohol o la ligroína no se deben calentar directamente a la llama, sino mediante baño de agua, aceite o acetona; estos líquidos se deben manejar lejos de la llama.

2. Los aparatos o vasijas en los que haya desprendimientos gaseosos no deben cerrarse herméticamente, pues se crearían sobre presiones que provocarían explosiones; se exceptúan aquellos aparatos como autoclaves,

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	5 de 1

aparatos de hidrogenación y otro contruidos especialmente para trabajar a presión elevada.

3. Los tubos de ensayo no se deben calentar por el fondo, sino por la parte superior del líquido, de forma lenta, gradual y con agitación continua; deben estar inclinados y no apuntando al operador o a sus compañeros de trabajo.

4. Trabaje siempre en condiciones esmeradas de aseo y limpieza y anote cuidadosamente en su libreta los datos obtenidos. Deje su sitio de trabajo completamente limpio y ordenado y no arroje papeles ni desperdicios al suelo.

5. Los materiales sólidos inservibles no deben arrojarse a los vertederos o lavamanos sino a las canecas para tal fin. Tenga cuidado en la eliminación de sustancias que reaccionan violentamente con el agua, como cloruro de acetilo, ácido clorosulfónico, cloruro de aluminio, etc. Si se trata de residuos de SODIO o POTASIO deben destruirse con alcohol, nunca deben calentarse con agua. Los ácidos y las bases fuertes corroen las tuberías y por tanto no se debe arrojar a las cañerías y lavamanos a no ser que se diluyan extraordinariamente. En general, los desechos líquidos debe colocarlos en el depósito o caneca de residuos destinado para tal fin (En último caso, procure diluirlo con agua, si la única opción es el vertedero).

6. Procure usar UNICAMENTE la cantidad de reactivo que necesita, para evitar regresar el exceso al frasco.

7. Siempre que use la pipeta debe asegurarse de que está limpia antes de introducirla en otra solución o reactivo. Haga lo mismo con la espátula en el caso de reactivos sólidos.

8. Una vez que termine su práctica cerciórese de que los registros de agua y gas estén bien cerrados y los aparatos eléctricos desconectados.

9. Evite usar recipientes sin la certeza de que se encuentran vacíos y completamente limpios.

Evite el desperdicio de sustancias, la distracción y la negligencia.

1. Es recomendable el uso de anteojos y mascarillas de seguridad especialmente al manipular los solventes orgánicos por su alta toxicidad o al trabajar con equipos de vacío.

2. Antes de utilizar aparatos o reactivos han de conocerse las propiedades y funcionamiento de los mismos. (Inflamabilidad, toxicidad, voltaje, etc.).

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	6 de 1

Los reactivos no deben probarse, pues el mayor porcentaje de ellos son tóxicos en algo grado. Si es necesario apreciar su olor, hágalo abanicando los vapores hacia la nariz y evite olerlos directamente.

10. Cuando se introduzcan o saque varillas de vidrio en tapones han de suavizarse los extremos agudos del vidrio calentándolos o humedeciendo con agua o glicerina e ir moviendo rotacional mente para evitar cortes o pinchazos.

TRATAMIENTO DE ACCIDENTES

Los accidentes que con mayor frecuencia suelen ocurrir cuando no se toman las precauciones debidas en los laboratorios, son las heridas causadas por fragmentos de vidrio y las quemaduras. En todos los casos en que la lesión demande algún cuidado se debe acudir al médico; mientras tanto se debe aplicar los siguientes auxilios:

1. HERIDAS

Si la herida es de poca importancia, lávela con agua esterilizada y jabón, aplique un desinfectante y proteja con un vendaje esterilizado.

2. QUEMADURAS

a) Quemaduras causadas por fuego, vapor u objetos calientes: si la quemadura es de primer grado (enrojecimiento de la piel) aplique picrato de butesín y cubra con gasa la parte afectada. En las quemaduras de segundo grado (formación de ampollas) cubre la zona afectada con gasa impregnada con aceite de oliva.

Cuando la quemadura produce destrucción de los tejidos (tercer grado) cubra la herida con gasa y acuda al médico.

b) Quemadura causada por ácidos corrosivos: Lave con gran cantidad de agua y luego con solución al 5% de bicarbonato de sodio.

c) Quemaduras causadas por álcalis; lave con abundante agua y luego con solución al 1% de ácido acético.

3. ACCIDENTES EN EL OJO

a) Ácidos. Si el ácido es diluido lave el ojo repetidamente con solución al 1% de bicarbonato de sodio. Si el ácido es concentrado lave primero con abundante agua; por lo menos con un litro, manteniendo el ojo abierto, mediante el frasco lavador, procurando dirigir un chorro de agua a la córnea, sin preocuparse del traje y luego aplique la solución de bicarbonato sódico.

b) Álcalis. Procede como en el caso anterior, pero en lugar de bicarbonato sódico utilice solución al 1% de ácido bórico.

4. INCENDIOS



Guía Unificada de Laboratorios

Código

FLA-23 v.00

Página

7 de 1

En caso de incendio, póngase en lugar seguro antes de tratar de extinguirlo. Cuando se inflaman líquidos contenidos en matrices, vasos, se tapan con una placa de madera, vidrio de reloj, cápsulas de porcelana, malla, bayetilla para impedir la entrada del aire, con lo cual se extingue el fuego.

Así sí	Así NO
 <p>Se usan bata cerrada, lentes de seguridad y pantalones.</p>	 <p>No se enciende fuego dentro del laboratorio.</p>
 <p>Se usan zapatos bajos de piel y cerrados.</p>	 <p>Tampoco se usa falda ni zapatos descubiertos (sandalias).</p>
 <p>Se usa el pelo recogido y, cuando sea necesario, se usarán guantes.</p>	 <p>No se ingieren bebidas ni alimentos ni se usa el pelo suelto.</p>  <p>No se usan jamás zapatos altos.</p>

Figura 1. Recomendaciones de seguridad en el laboratorio

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	8 de 1

LABORATORIO No. 1

PROPIEDADES FÍSICAS “PUNTO DE FUSIÓN Y PUNTO DE EBULLICIÓN”

2. OBJETIVOS

- ❖ Aprender a determinar el punto de ebullición y el punto de fusión de un compuesto.
- ❖ Determinar la temperatura de ebullición de algunos líquidos puros.
- ❖ Corregir las temperaturas de ebullición de acuerdo con las variaciones en la presión atmosférica.
- ❖ Determinar la temperatura de fusión de algunos sólidos puros.

3. MARCO TEÓRICO

Punto de fusión

Cuando un sólido cristalino se calienta, sus átomos vibran con más energía. En cierto momento se alcanza una temperatura a la que estas vibraciones alteran el orden de la estructura cristalina, los átomos pueden deslizarse unos sobre otros, el sólido pierde su forma definida y se convierte en un líquido. Este proceso se llama *fusión* y la temperatura a la que sucede es la temperatura de fusión. El proceso inverso, la conversión de un líquido en sólido, se llama solidificación o congelación y la temperatura a la que sucede temperatura de congelación. El punto de fusión de un sólido y el punto de solidificación de un líquido son idénticos. Como ya se indicó anteriormente, a la temperatura de fusión el sólido y el líquido coexisten en equilibrio.

Si se calienta uniformemente una mezcla sólido-líquido en equilibrio, la temperatura permanece constante mientras el sólido se funde. Sólo cuando todo el sólido ha fundido, la temperatura empieza a ascender. De la misma manera, si extraemos calor uniformemente de una mezcla sólido-líquido en equilibrio, el líquido se solidifica a una temperatura constante. La cantidad de calor necesaria para fundir un sólido es la *entalpía de fusión*, H_{fus} , expresada en kJ/mol.

Un compuesto orgánico puro funde usualmente en un rango de fusión muy estrecho (normalmente un grado o menos). Un compuesto menos puro exhibe un rango más amplio, a veces 3° o incluso de 10-20°. Por esta razón el punto de fusión puede ser usado como un criterio de pureza. Un rango de fusión de 2° o menos indica un compuesto suficientemente puro para la mayoría de los usos.

Un compuesto orgánico impuro no solo muestra un rango de fusión más amplio sino también un punto de fusión más bajo que el compuesto puro. Por ejemplo,

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	9 de 1

una muestra pura de ácido benzoico funde a 121 - 122 °C pero una muestra impura puede presentar un rango de fusión de 115 – 119 °C.

Punto de ebullición

La ebullición es un proceso inducido en el cual la velocidad de evaporación de un líquido se aumenta, lo cual conlleva a un aumento en la presión de vapor del líquido. Cuando su valor iguala al valor de la presión atmosférica, todo el líquido pasa a vapor, es decir, ebulle.

El punto de ebullición de un líquido depende de la presión externa, por eso cuando se determina el punto de ebullición a una presión atmosférica diferente de 1 atm (760 mmHg), hay que hacer una corrección de valor obtenido.

La temperatura de ebullición se define como la temperatura a la cual la presión de vapor del líquido se iguala a la presión externa. Si la presión atmosférica es 1 atm (760 mmHg), se habla de temperatura de ebullición normal.

El método aquí descrito puede aplicarse a las sustancias líquidas y sólidas que no sufran reacción química por debajo del punto de ebullición y de fusión (por ejemplo, auto oxidación, redistribución, degradación, etc.). Y es aplicable a sustancias puras e impuras.

Corrección de la temperatura de ebullición

En el caso de los líquidos, la temperatura de ebullición se ve afectada por los cambios en la presión atmosférica debidos a las variaciones en la altura. A medida que un sitio se encuentra más elevado sobre el nivel del mar, la temperatura de ebullición se hace *menor*. A una altura de 1500 m o 0.84 atm (Medellín, por ejemplo), el agua ebulle a 95 °C mientras que al nivel del mar el agua hierve a 100 °C.

Con el propósito de realizar comparaciones con los valores reportados por la literatura, se hace necesario corregir la temperatura normal de ebullición en un factor proporcional a la diferencia de presiones. Los factores de corrección se muestran en la tabla 1 y dependen de la *polaridad* del líquido.

Tabla 1. Factores de corrección del punto de ebullición por cambios en la presión

Teb normal (°C)	Variación en T por $p = 10 \text{ mmHg}$	
	Líquidos no polares	Líquidos polares
50	0.380	0.320
60	0.392	0.330

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	10 de 1

70	0.404	0.340
80	0.416	0.350
90	0.428	0.360
100	0.440	0.370
110	0.452	0.380
120	0.464	0.390
130	0.476	0.400

Ejemplo 1. La temperatura normal de ebullición del agua es de 100 °C. ¿Cuál será el punto de ebullición del agua en Medellín ($p = 640$ torr) y Bogotá ($p = 560$ torr)?

Para Medellín:

$$\Delta p = 760 \text{ torr} - 640 \text{ torr} = 120 \text{ torr} = 120 \text{ mmHg}$$

$$F_c = \frac{120 \text{ mmHg} \times 0,370 \text{ }^\circ\text{C}}{10 \text{ mmHg}} = 4,4 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$T_e = 100 \text{ }^\circ\text{C} - 4,4 \text{ }^\circ\text{C} = 95,6 \text{ }^\circ\text{C}$$

Para Bogotá:

$$\Delta p = 760 \text{ torr} - 560 \text{ torr} = 200 \text{ torr} = 200 \text{ mmHg}$$

$$F_c = \frac{200 \text{ mmHg} \times 0,370 \text{ }^\circ\text{C}}{10 \text{ mmHg}} = 7,4 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$T_e = 100 \text{ }^\circ\text{C} - 7,4 \text{ }^\circ\text{C} = 92,6 \text{ }^\circ\text{C}$$

Ejemplo 2. La temperatura de ebullición del n-butanol (polar) en Medellín es de 112 °C, ¿cuál será el punto de ebullición normal del n-butanol?

$$\Delta p = 760 \text{ torr} - 640 \text{ torr} = 120 \text{ torr} = 120 \text{ mmHg}$$

$$F_c = \frac{120 \text{ mmHg} \times 0,382 \text{ }^\circ\text{C}}{10 \text{ mmHg}} = 4,6 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$T_e = 112 \text{ }^\circ\text{C} + 4,6 \text{ }^\circ\text{C} = 116,6 \text{ }^\circ\text{C}$$

Nótese que para 112 °C, el valor del factor de corrección en la tabla 1 se estima aproximadamente por *interpolación*. Consultar en qué consiste este método.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	11 de 1

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- Vaso de precipitado 150 mL
- 5 Tubos de ensayo
- Tubo Thiele
- Malla
- Soporte
- Pinzas
- Capilares
- Mechero
- Aro

5. REACTIVOS

- Glicerina
- Cloroformo
- Etanol
- 1-butanol
- Hexano
- Naftaleno
- Acido Benzoico
- Acetanilida
- Bifenilo
- Muestra problema liquida
- Muestra problema solida

6. PROCEDIMIENTO

Determinación del punto de ebullición

En diferentes tubos de ensayo, se añaden 2 mL de cada una de las sustancias relacionadas en la Tabla 1. Seguidamente, se introduce un capilar sellado por uno de sus extremos de modo que el extremo abierto toque el fondo del tubo y luego se introduce el termómetro. El sistema se coloca en un baño de glicerina, tal como se ilustra en la figura 1.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	12 de 1

Tabla 1. Determinación del punto de ebullición

Líquido	Polaridad	T _{eb} normal (°C)	T _{eb} corregida (°C)	T _{eb} experimental (°C)	Error (%)
Cloroformo	Polar				
Etanol	Polar				
1-butanol	Polar				
Hexano	No polar				
Muestra problema					

Se calienta gradualmente (2-3 °C/min) hasta que del capilar se desprenda un rosario continuo de burbujas. En seguida se *suspende* el calentamiento y en el instante en que el líquido entre por el capilar se lee la temperatura de ebullición. La determinación se repite para los demás líquidos.

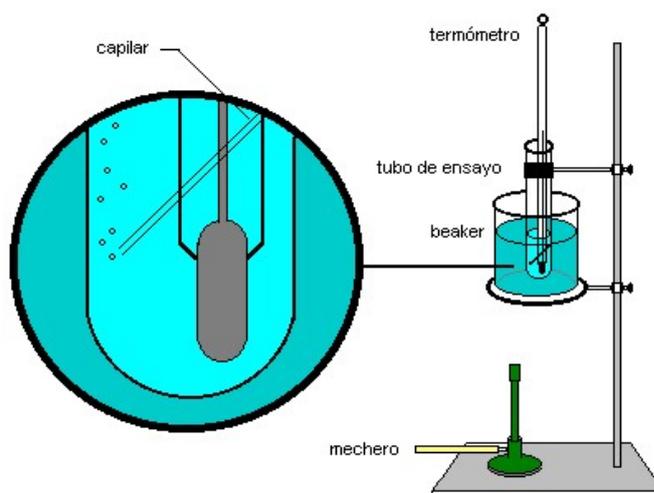


Figura 1. Montaje para determinación de punto de ebullición

Cálculos y resultados

Registrar en la tabla 1 los datos obtenidos en cada experimento; así mismo, corregir la temperatura normal de ebullición de cada líquido a la presión del laboratorio y calcular el porcentaje de error en la temperatura de ebullición experimental por comparación con los valores corregidos.

$$\% \text{ error} = \frac{T_{eb}(\text{lab}) - T_{eb}(\text{corr})}{T_{eb}(\text{corr})} \times 100$$



Determinación del punto de fusión

Se introduce una pequeña cantidad del sólido pulverizado en un capilar previamente sellado por un extremo, compactándolo bien hasta el fondo del extremo sellado. El capilar se sujeta al termómetro con una bandita de caucho, asegurándose que la muestra quede a la misma altura del bulbo del termómetro (figura 2). Se sumergen ambos en un baño de aceite sin que éste entre en el capilar.



Figura 2. Medición de la temperatura de fusión

Se inicia el calentamiento cuidando de que sea suave y gradual: 2 - 3 °C por minuto. Cuando se inicie la fusión del sólido, se *retira el mechero* y se anota la temperatura, luego se anota la temperatura a la cual ya se ha fundido toda la sustancia (la temperatura de fusión se reporta como un *rango*). El proceso se repite para todos los distintos sólidos, usando cada vez un capilar nuevo.

Tabla 2. Determinación del punto de fusión

Compuesto Sólido	Temp. de fusión reportada (°C)	Temp. de fusión experimental (°C)	Error (%)
Naftaleno			
Ácido benzoico			
Acetanilida			
Bifenilo			
Muestra problema			

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	14 de 1

7. NIVEL DE RIESGO: MEDIO

- Los líquidos inflamables tales como el éter, el alcohol o la ligroína no se deben calentar directamente a la llama, sino mediante baño de agua, aceite o acetona; estos líquidos se deben manejar lejos de la llama
- Los reactivos utilizados en esta práctica son inflamables, evitar las llamas.
- Evitar inhalar sus vapores.

8. BIBLIOGRAFÍA

Weissberger ed.: Technique of Organic Chemistry. Physical Methods of Organic Chemistry, 3rd. ed., Interscience Publ., Nueva York, 1959, Vol. I, Part I, Chapter VII.

IUPAC, Physicochemical Measurements: Catalogue of Reference Materials from National Laboratories, Pure and Applied Chemistry, 1976, vol. 48, 505-515.

CAREY, Francis. Química Orgánica. Tercera edición. Ed Mc Graw Hill. 1999

BRICEÑO, Carlos Omar. Química General. Ed Panamericana. 1994

LOZANO, Luz Amparo. Manual de laboratorio de Química Orgánica. UIS. 1993.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	15 de 1

LABORATORIO N° 2 CLASIFICACIÓN DE COMPUESTOS ORGANICOS DE ACUERDO CON SU SOLUBILIDAD

2. OBJETIVOS

- ❖ Determinar el comportamiento de solubilidad compuestos en disolventes orgánicos y en disolventes activos.
- ❖ Utilizar las pruebas de solubilidad en disolventes orgánicos para la selección del disolvente ideal en la recristalización de un sólido.
- ❖ Clasificar los compuestos orgánicos según su grupo funcional por pruebas de solubilidad en disolventes activos.

3. MARCO TEÓRICO

Un sólido es soluble en un disolvente cuando al mezclarlos forma una fase homogénea (generalmente en una relación de 0.1 g de soluto en máximo 3 mL de disolvente). Cuando esto sucede son vitales las fuerzas de asociación intermoleculares soluto-solvente. Las más importantes son: Fuerzas de Van Der Waals, Atracciones Dipolo-Dipolo y los Puentes de Hidrógeno. La solubilidad de un sólido en un disolvente está relacionada con la estructura química de ambos y por lo tanto con sus polaridades. En general podemos decir que lo semejante disuelve a lo semejante.

El disolvente ideal para recristalizar una sustancia es aquel en el que el soluto es poco soluble en frío y muy soluble en caliente. La solubilidad de un sólido en los disolventes activos, se lleva a cabo mediante Reacciones ácido-base, a temperatura ambiente.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- Espátula
 - 7 Tubos de ensayo
 - Pipeta graduada de 5 mL
 - Pinzas p/tubo de ensayo
 - Vaso de precipitado de 250 mL graduado
 - Recipiente eléctrico B.M.
 - Agitador de vidrio
 - Mechero con manguera
 - Vidrio de reloj,
 - Mortero
-

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	16 de 1

- Trípode
- Malla de asbesto

5. REACTIVOS

- Éter
- Difenilamina
- Sacarosa
- Ácido benzoico
- Ácido acético
- Alfa-Naftol
- Hexano
- Hidróxido de Sodio al 5%
- Bicarbonato de Sodio al 5%

6. PROCEDIMIENTO

Clasificación de acuerdo con el esquema de solubilidad

- En tubos de ensayo diferentes coloque 0.2 mL de la sustancia orgánica si es líquida ó 0.1 g si es sólida (la punta de la espátula). A la anterior medida de cada sustancia, agregue 3 mL de agua (primer solvente que se ensaya de acuerdo con el Esquema No.1) y agite vigorosamente cada tubo, golpeando el fondo del tubo contra la palma abierta de la mano. Observe si es soluble y si forma una sola fase. En este caso, coloque (+) en la Tabla 1; si es parcialmente soluble coloque (+/-) y si es insoluble y se forman dos fases coloque (-).
 - Las sustancias que sean solubles en agua se ensayan con éter (segundo solvente del Esquema No.1). Para esto, coloque nuevamente el compuesto orgánico en un tubo de ensayo y adicione 3 mL de éter. Clasifique en S1 ó S2 según la solubilidad en éste último.
 - Solamente las sustancias que sean insolubles en agua se ensayan con NaOH al 5% (tercer solvente). Para esto, en un tubo de ensayo limpio coloque de nuevo la muestra orgánica y agregue 3 mL de NaOH al 5%.
 - Las sustancias que sean solubles en NaOH se ensayan con 3 mL de NaHCO₃ al 5% (cuarto solvente). Clasifíquelas en los GRUPOS A1 ó A2, según sean solubles o insolubles en este cuarto solvente.
 - Las sustancias insolubles en NaOH se ensayan con HCl al 5% (quinto solvente) y si son insolubles en este solvente, según el ESQUEMA
-

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	17 de 1

No. 1, se ensayan con el último solvente ácido sulfúrico concentrado (sexto solvente).

TABLA 1. Resultados de solubilidad

COMPUESTO ORGÁNICO	Agua	Éter	Hidróxido de sodio (NaOH) 10%	Bicarbonato de sodio (NaHCO ₃) 10%	Acido Clorhídrico (HCl) 5%	Acido Sulfúrico (H ₂ SO ₄)	Grupo de solubilidad
Ácido benzoico							
Naftol							
Sacarosa							
Difenilamina							
Ácido acético							
Muestra problema							

NOTA: Investigue las fórmulas estructurales y principales propiedades de cada compuesto orgánico, para determinar la solubilidad siguiendo el esquema del anexo 1.

B. Solubilidad en disolventes orgánicos:

- Coloque en un tubo de ensayo 0.1 g de la muestra problema.
- Agregue 1 ml de disolvente, agite y observe (Prueba de solubilidad en frío).
- Sí los cristales no se han disuelto, repita el procedimiento agregando de mililitro en mililitro hasta completar 3 ml. Sí el sólido no se ha disuelto, es insoluble en frío; si se ha disuelto es soluble en frío.
- ♦ Sí la sustancia fue insoluble en frío, entonces caliente suavemente la muestra (Recuerde que los disolventes orgánicos deben calentarse con Baño María) con agitación constante (Mantenga constante el volumen de solución durante el calentamiento).
- ♦ Observe si hay solubilidad o no. Sí la hay, el sólido es soluble en caliente y es Insoluble en frío. Si el sólido fue soluble en caliente, enfríe a temperatura ambiente y luego coloque en baño de hielo. Observe si hay formación de cristales.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	18 de 1

TABLA DE RESULTADOS

Disolvente	Hexano	Cloruro de metileno	Acetat o de etilo	Acetona	Etanol	Metanol	Agua
Solubilidad en frio							
Solubilidad en caliente							
Formación de cristales							

7. NIVEL DE RIESGO

La eficiencia en el trabajo y la seguridad personal dependen del cumplimiento de ciertas normas, que, aunque en su gran mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer notar al principiante para que las tenga siempre presentes:

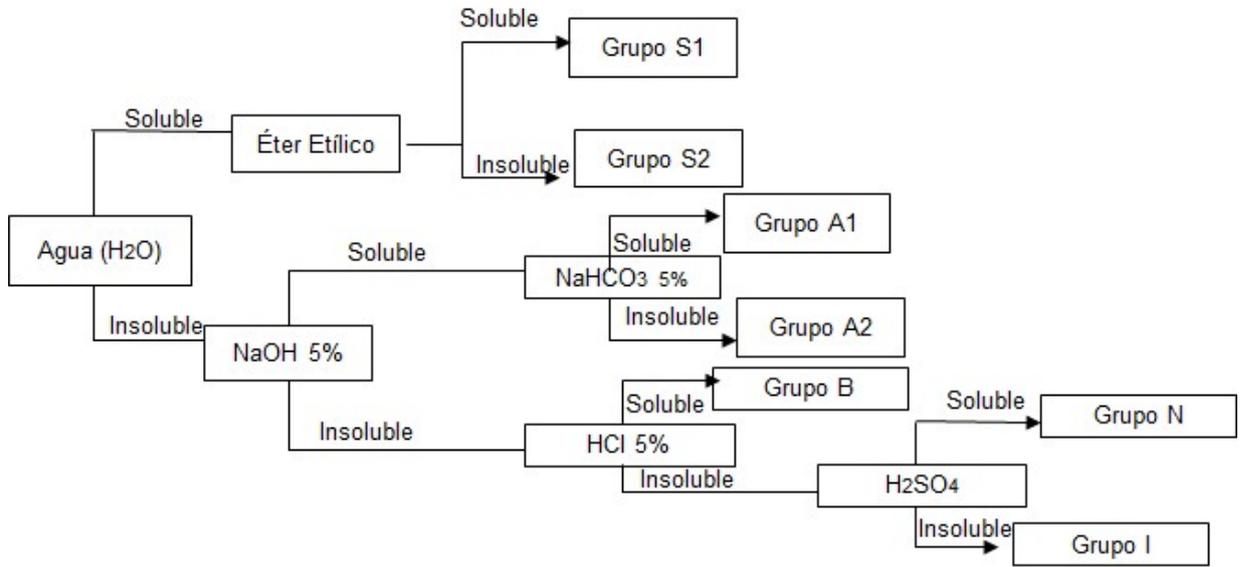
- USO INDESPENSABLE de blusa de laboratorio preferiblemente blanca y que proteja su vestido.
- Los tubos de ensayo no se deben calentar por el fondo, sino por la parte superior del líquido, de forma lenta, gradual y con agitación continua; deben estar inclinados y no apuntando al operador o a sus compañeros de trabajo.
- Trabaje siempre en condiciones esmeradas de aseo y limpieza y anote cuidadosamente en su libreta los datos obtenidos. Deje su sitio de trabajo completamente limpio y ordenado y no arroje papeles ni desperdicios al suelo.

8. BIBLIOGRAFÍA

- Weissberger ed.: Technique of Organic Chemistry. Physical Methods of Organic Chemistry, 3rd. ed., Interscience Publ., Nueva York, 1959, Vol. I, Part I, Chapter VII.
 - IUPAC, Physicochemical Measurements: Catalogue of Reference Materials from National Laboratories, Pure and Applied Chemistry, 1976, vol. 48, 505-515.
 - CAREY, Francis. Química Orgánica. Tercera edición. Ed Mc Graw Hill.1999
-



9. ANEXOS ESQUEMA DE SOLUBILIDAD



	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	20 de 1

LABORATORIO N° 3 IDENTIFICACIÓN DE GRUPOS FUNCIONALES ORGÁNICOS

2. OBJETIVO:

- El estudiante aprenderá a identificar los grupos funcionales que se encuentran en compuestos orgánicos de origen natural o sintético mediante pruebas específicas.

3. MARCO TEORICO

El comportamiento físico y químico de una molécula orgánica se debe principalmente a la presencia de uno o varios grupos, funciones o familias químicas.

Los grupos funcionales son agrupaciones constantes de átomos, en disposición espacial, y conectividad que portal regularidad confieren propiedades físico químicas muy similares a la estructura que poseen. En química orgánica los grupos funcionales mas importantes son los que se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Grupos funcionales orgánicos

Fórmula	Función	Sufijo si es grupo principal	Prefijo si es sustituyente (grupo secundario)	Ejemplo
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{R}-\text{C}-\text{OH} \end{array}$	Ácido	-oico	carboxi-	CH ₃ -COOH ácido etanoico
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{R}-\text{C}-\text{O}-\text{R}' \end{array}$	Éster	-oato de ... ilo	alcoxicarbonil-	CH ₃ -COO-CH ₃ etanoato de metilo
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{R}-\text{C}-\text{NH} \\ \swarrow \end{array}$	Amida	-amida	carbamoil-	CH ₃ -CH ₂ -C(=O)NH ₂ Propanamida
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{R}-\text{C}-\text{H} \end{array}$	Aldehído	-al	oxo-	CH ₃ -CH ₂ -CHO HO Propanal

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	21 de 1

$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{R}-\text{C}-\text{R}' \end{array}$	Cetona	-ona	oxo-	$\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{CO}-\text{C} \\ \\ \text{H}_3 \\ \text{Propanona} \end{array}$
$\text{R}-\text{OH}$	Alcohol	-ol	hidroxi-	$\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{OH} \\ \\ \text{H} \\ \text{Etanol} \end{array}$
$\begin{array}{c} \text{R}-\text{NH}_2 \end{array}$	Amina	-amina	amino-	$\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{NH}_2 \\ \\ \text{H}_2 \\ \text{Etilamina} \\ \text{Etanamina} \end{array}$
$\text{R}-\text{O}-\text{R}'$	Éter	-oxi ... ano - il ...ileter	oxa-	$\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{O}-\text{CH}_2 \\ \\ \text{CH}_3 \\ \text{Metoxietano} \\ \text{Etilmetiléter} \end{array}$
$\text{R}-\text{X}$	Halógeno	fluoro-, cloro-, bromo-, yodo-		$\begin{array}{c} \text{CH}_3-\text{CH}_2-\text{Br} \\ \\ \text{H} \\ \text{Bromoetano} \end{array}$

La mayoría de estos grupos funcionales se presentan en moléculas de origen natural. algunos de estas, por ejemplo los halogenuros de acilo, por su reactividad son poco frecuentes en la naturaleza y se utilizan más como intermediarios en síntesis orgánica.

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- 12 Tubos de ensayo
- 2 vasos de precipitado
- 2 pipetas pasteur
- 1 pipeta graduada
- 2 matraces aforados de 100 mL
- 2 matraces aforados de 50 mL
- Un erlenmeyer
- Agitador
- Espátula gradilla

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	22 de 1

5. REACTIVOS

- n-heptano
- Ciclohexeno
- Etanol
- Propionaldehído o butiraldehído
- Acetona
- Ácido acético
- Dietilamina
- KMnO₄
- AgNO₃
- NaOH
- NH₄OH
- H₂SO₄
- HNO₃
- 2,4- dinitrofenilhidrazina
- Na metálico
- fenolftaleína
- rojo de metilo
- azul de bromo timol
- amarillo de metilo
- azul de timol

6. PROCEDIMIENTO

Tabla 2. Sustancias para ser analizadas y cantidades sugeridas

No. Tubo	Sustancia	Volumen (gotas)
1	Ácido acético o propiónico	10
2	Agua destilada	10
3	Dietilamina	10
4	Propionaldehído o butiraldehído	10
5	Ciclohexeno	10
6	Propionaldehído o butiraldehído	2
7	Ciclohexeno	2
8	Acetona	10
9	Etanol	20
10	n-heptano	20

1. Rotule 10 tubos de ensayo una vez hecho proceda como se indica:

A. Adicione 10 gotas de agua destilada a los tubos 1 a 3, mezcle y adicione una tira de papel indicador universal. Recuerde que:

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	23 de 1

- Si la solución se torna roja hay un ácido carboxílico presente.
- Si la solución se torna azul-verdosa hay una solución básica presente muy probablemente amina.
- Si la solución se torna amarillo o amarillo-naranja, la disolución es neutra. En caso de no ser agua destilada, puede tratarse de un alcano o un alcohol. Si este último, es el caso proceda a la siguiente etapa siguiendo como guía el esquema.

B. Se adicionan 10 gotas de agua destilada y 5 gotas de disolución 0,02 M de KMnO_4 a los tubos 4 y 5. Se agita cada tubo por aproximadamente un minuto.

- Si después de este tiempo se observa la formación de un precipitado color café (MnO_2), se trata de un aldehído o un alqueno.
- Sino ocurre cambio la mezcla permanece violeta quiere decir que no ocurrió reacción y se trata de un alcano, alcohol o cetona.

C. Se agrega 2 mL de reactivo de Tollens a los tubos 6 y 7, se agita suavemente por dos minutos y se deja reposar por otros 5 minutos.

- Si observa la formación de un precipitado, o un espejo de plata se trata de un aldehído.
- Si no observa precipitado alguno se trata de un alqueno.

D. Se agregan a los tubos 9 y 10 una pequeña pizca de sodio metálico (precaución el sodio metálico debe manejarse con cuidado y alejarse del agua) agítense suavemente por 15 segundos y observe si ocurre reacción.

- Si el sodio metálico se disuelve y hay burbujeo, se trata de un alcohol.
- Si no se observa reacción se trata de un alcano.

E. Se agregan 2 mL de disolución de 2,4- dinitrofenilhidracina (es tóxica) al tubo 8. Agite fuertemente, si no se forma un precipitado inmediatamente deje en reposo por 10 minutos. Si se obtiene un precipitado amarillo naranja o rojizo, es prueba positiva para aldehídos y cetonas.

Si no se observa la formación de un sólido amarillo –anaranjado, la reacción no ha ocurrido y se trata de un alcano o de un alcohol.

Nota: lo recomendable es agregar una o dos gotas del aldehído o la cetona que se va a estudiar a 2 mL de etanol de 95% y agregar esta mezcla a 3 mL de 2,4 – dinitrofenilhidracina. si se hace reaccionar un aldehído con la 2,4 – dinitrofenilhidracina, puede producir una coloración amarilla anaranjada y confundirse con una cetona; si embargo, puede distinguirse entre ambos mediante la reacción con permanganato de potasio.

F. Se determina que grupo funcional hay en las muestras problema 1 y muestra problema 2 siguiendo el esquema.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	24 de 1

TABLA 3. Resultados grupos funcionales

TUBO No.	NOMBRE LA MUESTRA	GRUPO FUNCIONAL

7. NIVEL DE RIESGO: ALTO

La eficiencia en el trabajo y la seguridad personal dependen del cumplimiento de ciertas normas, que, aunque en su gran mayoría se derivan del sentido común, es necesario hacer notar al principiante para que las tenga siempre presentes.

8. BIBLIOGRAFÍA

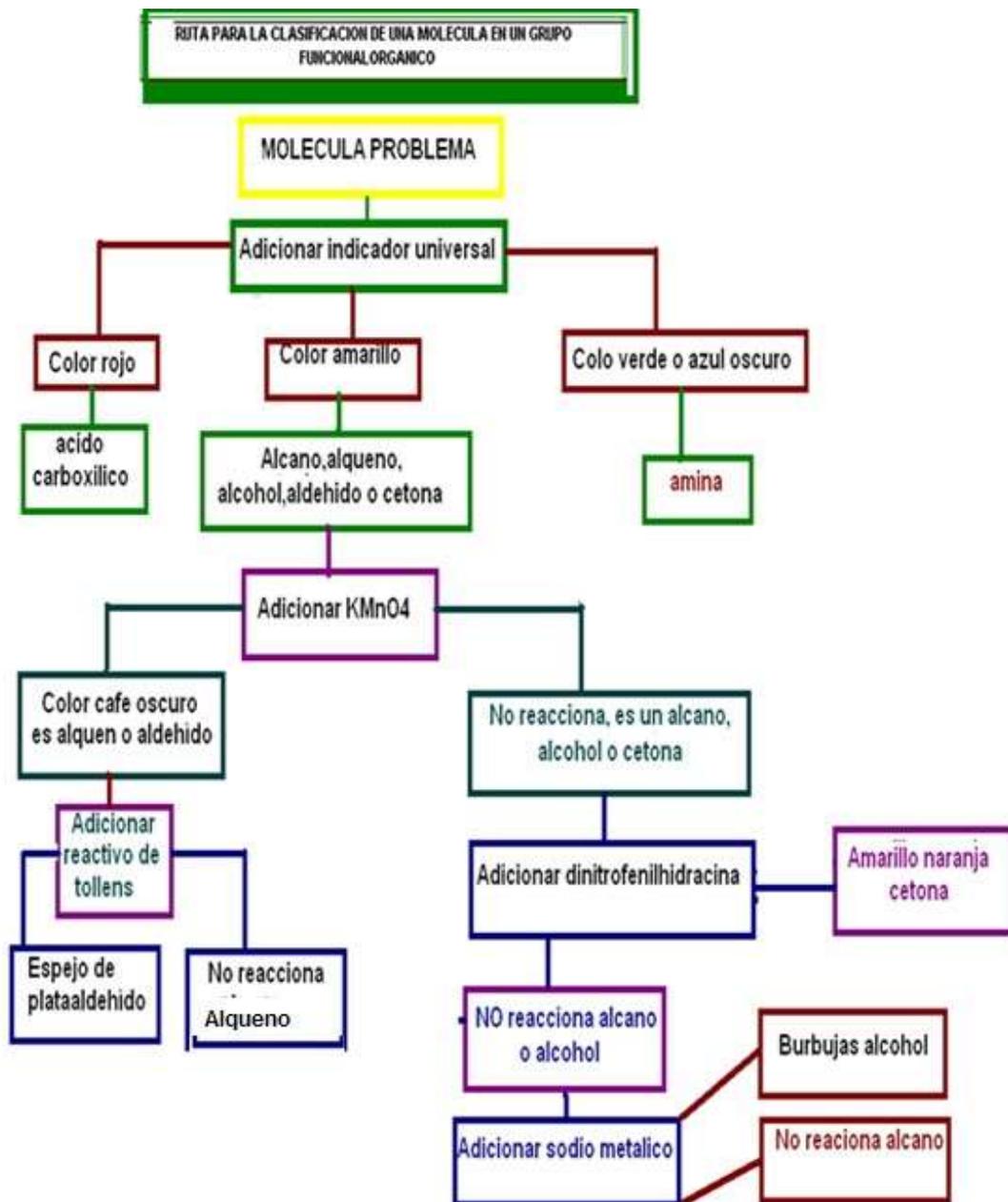
R. Weissberger ed.: Technique of Organic Chemistry. Physical Methods of Organic Chemistry, 3rd. ed., Interscience Publ., Nueva York, 1959, Vol. I, Part I, Chapter VII.

IUPAC, Physicochemical Measurements: Catalogue of Reference Materials from National Laboratories, Pure and Applied Chemistry, 1976, vol. 48, 505-515.

CAREY, Francis. Química Orgánica. Tercera edición. Ed Mc Graw Hill. 1999

BRICEÑO, Carlos Omar. Química General. Ed Panamericana. 1994

LOZANO, Luz Amparo. Manual de laboratorio de Química Orgánica. UIS. 1993.



	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	26 de 1

LABORATORIO Nº 4

OBTENCIÓN DE METANO

Objetivos

- Obtener metano en el laboratorio a partir de reactivos convenientes.
- Comprobar algunas reacciones con el metano obtenido.
- Comprobar la ley de los gases ideales y concepto de eficiencia de una reacción

Marco Teorico

Aunque la principal fuente de obtención de los alcanos o parafinas es el petróleo, una mezcla compleja de hidrocarburos que van desde el metano hasta tetra y pentacontanos, es de gran importancia la síntesis a partir de reacciones sencillas en el laboratorio, pues con ellas podemos comprobar otras reacciones que dan los alcanos (halogenación, combustión etc). Es de gran importancia recordar que por descomposición de compuestos orgánicos en condiciones anaerobias se obtiene metano. El metano se prepara fácilmente en el laboratorio por la descomposición térmica del acetato de sodio, e hidróxido de sodio en presencia de óxido de calcio como catalizador según la reacción:



El gas formado se recoge por desplazamiento de agua.

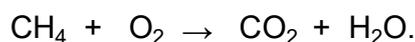
Procedimiento

1. Armar un sistema para recolectar gases por desplazamiento de agua.
2. Pulverizar en un mortero 1,5 g de acetato de sodio y 0.75 g NaOH y 0.75 g de óxido de calcio

Llevar la mezcla al sistema de recolección previamente armado y caliente suavemente hasta que funda y empiece a efervescer. Deje escapar las primeras porciones del gas para expulsar el aire del equipo y luego recoja el gas desprendido por la reacción.

Durante la práctica se harán tres verificaciones:

- En la primera se esperará hasta que la reacción empiece el desprendimiento de metano para realizar la verificación de la combustión del mismo, según la reacción:



- En la segunda parte se realizará la verificación (utilizando la ley de los gases

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	27 de 1

ideales) de la eficiencia de la reacción de producción de obtención de metano, se aplicarán los conceptos de reactivo límite y reactivo en exceso teniendo en cuenta la reacción inicial, a saber:



- En la tercera se verificarán algunas reacciones de metano. Hacer burbujear metano en un tubo de ensayo que contenga una solución de bromo en tetracloruro de carbono. Observe si hay algún cambio, y diga cual es la reacción (si la hay).

5. Materiales, equipos

- Mortero con pistilo
- Montaje para recolectar gases
- Soporte universal
- Tubo de ensayo con despredimiento y tapon
- Manguera
- Pinzas con nuez
- Cubeta
- 5 Tubos de ensayo
- Tapones de caucho
- Manguera
- Gradilla
- Embudo de decantación
- Balón con desprendimiento lateral
- Tubo de vidrio

6. Reactivos

- Acetato de sodio
- Hidróxido de sodio
- Oxido de calcio
- Agua destilada
- Carburo de calcio

7. Procedimiento

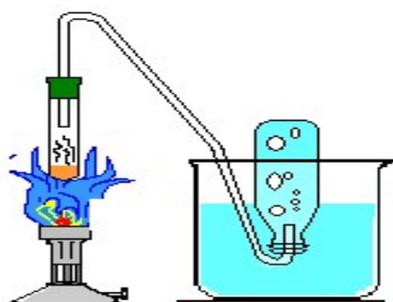


Figura 1. Montaje para la obtención de metano

No olvide que es de vital importancia antes de iniciar la reacción que el recipiente donde se va a recoger el metano esté totalmente lleno de agua para que por desplazamiento se obtenga el volumen del gas recogido.

Cabe recordar que una vez se verifique que la reacción está llegando a su fin se debe proceder a hacer la respectiva marca al recipiente contenedor del gas, (para posteriormente con un instrumento de volumetría obtener el volumen respectivo,) y retirar rápidamente del fuego y del agua , pues de lo contrario se creará vacío, haciendo que el agua ascienda al tubo de ensayo que está expuesto a la llama y este se parta.

8. Cuestionario

- ¿Qué propiedades físicas observa en el gas?
- ¿Cuál es la razón de estos resultados?
- ¿Qué coloración tiene la llama?
- Escriba las ecuaciones de las reacciones.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	29 de 1

OBTENCIÓN DEL ACETILENO

Objetivos

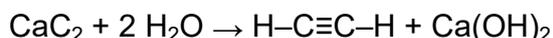
- Preparar un alquino, específicamente acetileno, por hidrólisis del carburo de calcio.
- Conocer pruebas de laboratorio sencillas que permitan la detección de centros de insaturación. además, realizar pruebas de formación de acetiluros para comprobar el carácter ácido de los hidrógenos del acetileno.

Marco Teórico

El acetileno es el primer miembro de la familia de los alquinos y el más importante. El acetileno se produce en la descomposición térmica de muchos hidrocarburos; industrialmente se obtiene por hidrólisis del carburo de calcio o por pirólisis a 1000 °C del metano.

La presencia de un triple enlace aumenta la actividad química de un hidrocarburo, en este caso del acetileno el cuál forma compuestos de adición, aunque con más lentitud que una olefina. Los hidrógenos del acetileno y los de todos los alquinos terminales son sustituibles por metales, propiedad química que los distingue de las olefinas y puede emplearse para separarlos y caracterizarlos.

REACCION DE OBTENCIÓN DE ACETILENO



PROCEDIMIENTO

En un matraz de dos bocas, exento de humedad, coloque 2 g de carburo de calcio, en una de las bocas del matraz adapte el embudo de adición con 7 mL de agua, en la otra boca conecte un tubo desprendimiento. Gotee lentamente el agua del embudo sobre el carburo, se desprende acetileno, el cual deberá burbujear por medio del colector en tubos de ensayo que contengan los reactivos específicos.

Reacciones de Insaturación

- Burbujear acetileno en 1 a 2 mL de una solución de bromo en tetracloruro de carbono. Observar e interpretar los cambios que ocurren.
- Burbujear acetileno en 1 a 2 mL de una solución acidulada de permanganato de potasio. Observar e interpretar los resultados.

Reacciones para formar acetiluros

- Burbujear acetileno a 1 o 2 ml de una solución de cloruro cuproso amoniacal.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	30 de 1

- Burbujear acetileno a 1o 2 ml de una solución de nitrato de plata amoniacal.

Hidrólisis de acetileno

- Burbujear acetileno en un matraz erlenmeyer enfriado exteriormente, que contenga 13 mL de agua y 6.5 mL de ácido sulfúrico concentrado y 0.5 g de sulfato de mercurio. Cuando termine el desprendimiento de acetileno, decante el contenido al matraz de bola de una boca y adapte un aparato de destilación simple. Calentar y recibir el destilado en un matraz erlenmeyer con 10 mL de solución de DFH, el matraz que contiene esta solución debe estar en baño de hielo.
- Filtrar el sólido al vacío, lavar con agua fría, secar y determinar el punto de fusión.

NOTA: Los acetiluros de cobre y de plata, secos, son explosivos, deben destruirse de la siguiente manera: deje asentar el precipitado con agua y elimínela por decantación; agregue 5 mL de ácido nítrico diluido (1:1) y caliente suavemente hasta descomponer el sólido.

Cuestionario

- Escriba las ecuaciones químicas de las reacciones que se llevan a cabo en las pruebas con el acetileno.
- Escriba todas sus observaciones y trate de darles una interpretación desde el punto de vista químico.
- ¿Qué volumen de acetileno medido en condiciones normales se podría obtener de 10 gr de carburo cálcico puro?

Actividades Previas para el estudiante

1. Puesto que el acetileno explotaría si se sujetara a presiones arriba de dos atmósferas ¿cómo es posible almacenar y vender acetileno en recipientes de acero?
2. Investigue algo referente a las principales aplicaciones industriales del acetileno.
3. ¿Quién lleva a cabo más rápidamente las reacciones de adición electrofílica, un alqueno o un alquino? ¿Por qué?

NIVEL DE RIESGO: ALTO

La eficiencia en el trabajo y la seguridad personal dependen del cumplimiento de ciertas normas, que aunque en su gran mayoría se derivan del sentido común,

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	31 de 1

es necesario hacer notar al principiante para que las tenga siempre presentes.

Bibliografía

4. MURRY, John. Química Orgánica. Thomson internacional, Quinta edición. México.2000.
 5. CAREY, Francis A. Química Orgánica. Mc Graw Hill. Tercera edición. Madrid. 1999. TEXTOS COMPLEMENTARIOS
- MORRISON Robert, BOYD Robert, Química Orgánica, Addison Wesley Iberoamericana, Quinta edición. México 1987.
 - Manual de laboratorio de química orgánica UTS. SITIOS WEB
 - es.wikipedia.org/wiki/Acetileno.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	32 de 1

LABORATORIO N° 5

“ANÁLISIS ELEMENTAL CUALITATIVO”

2. OBJETIVOS

- Construir a partir de los conocimientos previos una visión general de la química orgánica en términos de análisis cualitativo orgánico.
- Desarrollar la capacidad de interpretar y relacionar compuestos orgánicos a partir de los grupos funcionales.

3. MARCO TEORICO

FUNDAMENTOS DEL ANÁLISIS QUÍMICO ORGANICO

El conocimiento de los elementos que constituye un compuesto orgánico desconocido es esencial al tratar de caracterizarlo. Sin embargo, y antes de poder realizar los ensayos cualitativos pertinentes hay que transformar los elementos de su forma covalente en que interviene normalmente en los compuestos orgánicos en iones o en compuestos sencillos, para los que existen análisis cualitativos de rutina. Los elementos que suelen existir corrientemente en los compuestos orgánicos además del Carbono, Hidrógeno y Oxígeno, son el Nitrógeno, Azufre y los Halógenos. Estos son los que nos conciernen.

El ensayo preliminar de combustión de una muestra de 0,1 gramo de la sustancia desconocida llevada sobre la punta de una espátula o la tapa de un crisol a una llama resulta relevador. Si la muestra arde con llama luminosa dejando muy poco o ningún residuo, es casi seguro que la sustancia desconocida es orgánica (contiene carbono). El aislamiento de agua (por condensación de su vapor) confirma la existencia del hidrógeno. No se ensaya el oxígeno casi nunca.

Una modificación algo más refinada de este ensayo oxidante consiste en calentar una muestra de 0,1 gramo del compuesto desconocido con 1 ó 2 gramos de óxido cúprico en polvo, contenidos en un tubo de ensayo pequeño. El carbono se convierte en su dióxido que puede detectarse precipitando carbonato bórico de una solución de hidróxido de bario el hidrógeno se convierte en agua que se condensa en la parte superior, fría, del tubo.

El método para detectar azufre, nitrógeno y halógenos depende del hecho de la fusión con sodio de un compuesto orgánico que contengan estos elementos los convierte en iones fácilmente identificables

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	33 de 1

RECONOCIMIENTO DE AZUFRE, NITRÓGENO Y HALOGENOS

El azufre se ha convertido en ión sulfuro, que forma un precipitado negro de sulfuro de plomo al añadir acetato de plomo a la solución acidificada con ácido acético



El nitrógeno aparece tras la función como ión cianuro después de añadir sulfato ferroso en primer lugar y cloruro férrico a continuación ambos aun p.H, controlado aparece el característico color vivo que se denomina azul de Prusia:

4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

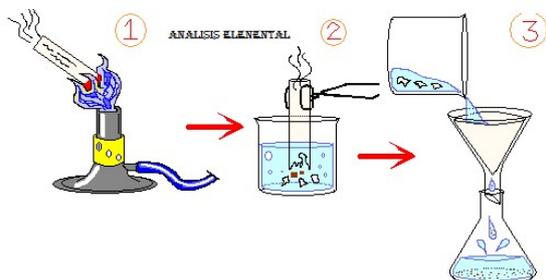
- Aro- mallo mechero- soporte
- tubo pirex
- Gradilla y 5 tubos de ensayo
- Capilares
- Pipeta de 1 mL
- Espátula
- Pipeta de 5 mL
- Agitador de Vidrio
- Vaso precipit Erlenmeyer 250 mL
- Picnómetro
- Termómetro de 300 °C
- Pinza de Madera
- Crisol

5. REACTIVOS

- Alcohol etílico
- Solución de acetato de plomo al 5 %
- Solución de fluoruro potásico al 5 %
- Solución de sulfato ferroso al 5 %
- Capilares

MONTAJE

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	34 de 1



6. PROCEDIMIENTO

A. ENSAYO DE COMBUSTIÓN

Coloque aproximadamente 0,1 g de la muestra en la tapa de un crisol o en la punta de una espátula y caliéntela (utilice pinzas si emplea la tapa de crisol) en la zona oxidante de una llama pequeña. Observe los posibles fenómenos siguientes: 1, fusión; 2, características de la llama; 3, formación de vapor de agua; 4, residuo tras calentar al rojo vivo, y 5, reacción del residuo con el papel de tornasol rojo y con el ácido clorhídrico.

Si ha habido fusión puede hacerse un punto de fusión de la sustancia. La llama observada indica que el compuesto es volátil o que forma productos de descomposición volátiles; una llama fuliginosa (con mucho hollín) sugiere una gran insaturación (probablemente un compuesto aromático). La condensación de vapor de agua en la parte exterior de un tubo de ensayo frío, mantenido por encima de la muestra que arde, confirma la presencia de Hidrógeno. Finalmente, un residuo indicará la existencia de un metal; un metal alcalino si el residuo es básico frente al tornasol y un metal pesado si el residuo es insoluble en ácido clorhídrico.

❖ LA FUSIÓN CON SODIO

Ponga un trocito de sodio limpio del tamaño de un guisante pequeño (diámetro de unos 4 mm) en un tubo de ensayo sujeto en posición vertical por medio de unas pinzas protegidas con asbestos y un soporte.

Caliente la parte inferior del tubo con una llama calorífica hasta que el sodio funda y los vapores de sodio se eleven unos 3 cm dentro del tubo. Separe la llama y rápida y cuidadosamente añada 4 gotas de la sustancia desconocida (ó 2 g si se trata de un sólido) de manera que caiga directamente sobre el vapor de sodio sin tocar las paredes del tubo. Caliente ahora el tubo al rojo por lo menos durante un minuto y finalmente déjelo enfriar a temperatura ambiente. Añada 3 ml de alcohol etílico, gota a gota, y triture el sólido carbonizado con el extremo de una varilla, para cerciorarse de la destrucción de todo el sodio que no haya reaccionado. Llene el tubo hasta la mitad con agua destilada.

Hierva con suavidad y precaución durante dos minutos cuidando de que no se

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	35 de 1

dirija a nadie y, finalmente, filtre la mezcla caliente conservando el filtrado alcalino como solución para practicar los ensayos posteriores.

B. RECONOCIMIENTO DE AZUFRE

Si la sustancia contiene azufre, por la fusión sódica este es convertido en sulfuro de sodio y el ión sulfuro puede determinarse por varias maneras:

Como sulfuro de plomo: Acidule un ml del filtrado de la fusión sodica con ácido acético y añada 2 gotas de acetato de plomo, un precipitado carmelita o negro o una coloración oscura indica la presencia de azufre.

REACCIONES:



Negro

Es necesario acidular el filtrado porque el acetato de plomo, en medio alcalino se hidroliza produciendo una coloración blancuzca.

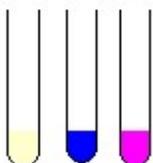
RECONOCIMIENTO DE NITRÓGENO

Es la más difícil debido a varios inconvenientes presentes en la fusión sódica. Muchas sustancias volatilizan antes de que la fusión comience.

Formación de ferrocianuro: Cerciórese de que el filtrado de la fusión sódica este básico (pH 13). En un tubo de ensayo coloque 2 ml del filtrado, agregue 2 gotas de sulfato ferroso 5 % y 5 gotas de fluoruro de potasio al 10 %, caliente la mezcla hasta ebullición y luego enfríe, agregue 2 gotas de cloruro ferrico al 2% y acidule con ácido clorhídrico 2 N, para disolver los hidróxidos de hierro formados. Si el filtrado de la fusión con sodio existen iones cianuro, aparecerá un precipitado azul o solución azul.

Si la solución es incolora o amarilla no hay nitrógeno, si el compuesto contiene azufre al agregar el sulfuro ferroso se obtiene un precipitado oscuro. Cuando se presenta en el compuesto nitrógeno y azufre la coloración es roja, que es debido a la formación de sulfocianuro férrico, siendo entonces un ensayo positivo tanto para azufre como para nitrógeno.

DETERMINACIÓN
DE NITRÓGENO



	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	36 de 1

RECONOCIMIENTO DE HALOGENOS

Todo el material debe estar perfectamente lavado con agua destilada, porque a veces se obtiene una turbidez debido a las impurezas.

A 1 mL del filtrado agréguele 1ml de ácido nítrico al 5 % hasta reacción ácida al tornasol, si hay nitrógeno o azufre presentes caliente la solución hasta reducir su volumen a la mitad, con lo cual se expulsa el ácido cianhídrico y el sulfhídrico, ya que si están presentes interfieren la prueba. Enfrió la solución y añada 2 gotas de solución de nitrato de plata al 2 %, la solución debe estar ácida para que los iones plata no precipiten como óxido o hidróxido. La formación de un precipitado blanco o amarillento indica la presencia de **cloro, bromo o yodo**. El fluor no da precipitado pues es muy inestable.

Diferencia entre cloro bromo y yodo: Cloque 1 ml del filtrado en un tubo de ensayo, añada 5 gotas de permanganato de potasio 0.1 N y 5 gotas de ácido nítrico 6 N, si el color del permanganato desaparece agregue otras gotas hasta que el color permanezca; agite el tubo por dos o tres minutos, añada 10 gotas de disulfuro de carbono y agite nuevamente por dos o tres minutos. Deje reposar la mezcla y añada 15 a 20 mg de ácido oxálico, agite nuevamente. Observe la coloración de la capa inferior correspondiente al bisulfuro de carbono, una coloración carmelita rojiza indica bromo y yodo, una coloración violeta o púrpura indica yodo solamente, si la capa permanece incolora no hay ni bromo ni yodo.

Si la coloración fue rojiza añada al tubo 2 gotas de alcohol alílico y agite la mezcla observe nuevamente el color si el color desaparece hay bromo, si cambia a violeta hay bromo o yodo. Si hay cloro este debe permanecer en la capa acuosa, saque esta capa y colóquela en otro tubo, añada 1 ml de ácido nítrico hierva durante dos

minutos, efrielo y añada 2 gotas de nitrato de plata un precipitado blanco es prueba positiva. ensayo no sirve para detectar el flúor, porque el fluoruro cúprico, CuF_2 , no es volátil a la temperatura de la llama del mechero Bunsen

C. EL ENSAYO DE BEILSTEIN

Se puede hacer un ensayo preliminar para saber si existen halógenos en la muestra desconocida, denominado ensayo de Beilstein, de la siguiente manera. Haga un minúsculo aro, de 2 o 3 mm de diámetro, en el extremo de un alambre grueso de cobre; clave el otro extremo en un corcho que servirá para cogerlo sin quemarse.

Caliente el alambre en la parte más calorífica de la llama de un mechero Bunsen hasta que no de ninguna coloración. Deje que se enfríe el alambre; coja con él un poco de la muestra desconocida y caliéntelo en el borde de la llama del mechero. Si aparece una coloración verde que se extiende a la parte superior de la llama, es muy probable que exista algún halógeno.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	37 de 1

TABLA DE RESULTADOS

1. ENSAYO DE COMBUSTION

MUESTRA	FUSION	Características de la llama	Formación de vapores	Residuos tras calentar	Reacción con papel tornasol	Con HCl

2. FUSION SODICA.

MUESTRA	Determinación de azufre	Determinación de nitrógeno	Determinación de halógenos	CL -Br—I

9. NIVEL DE RIESGO: ALTO

- En esta práctica se va a trabajar con sodio metálico recuerde usar tubos bien secos pues este es explosivo al hacer contacto con agua. y utilizar gafas de seguridad para manipularle.

8. BIBLIOGRAFÍA

R. Weissberger ed.: Technique of Organic Chemistry. Physical Methods of Organic Chemistry, 3rd. ed., Interscience Publ., Nueva York, 1959, Vol. I, Part I, Chapter VII.

IUPAC, Physicochemical Measurements: Catalogue of Reference Materials from National Laboratories, Pure and Applied Chemistry, 1976, vol. 48, 505-515.

CAREY, Francis. Química Orgánica. Tercera edición. Ed Mc Graw Hill. 1999

BRICEÑO, Carlos Omar. Química General. Ed Panamericana. 1994

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	38 de 1

LOZANO, Luz Amparo. Manual de laboratorio de Química Orgánica. UIS. 1993

www.uma.es/.../analisis elemental/analisis elemental.html

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	39 de 1

LABORATORIO N° 6 “Alcoholes”

1. OBJETIVO

- ✓ Comprobar la miscibilidad en agua de algunos alcoholes (de bajo peso molecular y la poca solubilidad de aquellos con alto peso molecular),
- ✓ Diferenciar los alcoholes (primarios, secundarios y terciarios)
- ✓ Identificar reacciones de oxidación

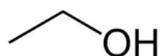
2. MARCO TEÓRICO

Propiedades físicas de los alcoholes

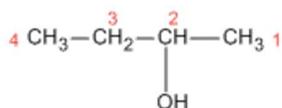
Los alcoholes primarios son aquellos en que el átomo de carbono unido al grupo hidroxilo (-OH) solo se halla enlazado a otro átomo de carbono. En el alcohol secundario, el carbono que une al grupo hidroxilo está unido directamente a otros dos carbonos. El alcohol terciario se caracteriza porque el carbono que contiene el grupo hidroxilo está totalmente sustituido por carbonos.

Ejemplos de los diferentes alcoholes:

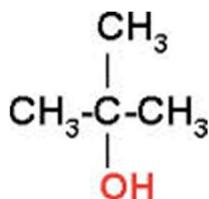
- 1-butanol alcohol primario



- 2-butanol alcohol secundario



- 2-metil-2-propanol alcohol terciario



	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	40 de 1

Sustancias

n-Butanol, 2-propanol y ter-butanol
 metanol, 2-propanol y ter-butanol
 Éter etílico, Ácido sulfúrico concentrado
 Papel Indicador
 Permanganato de potasio al 0.5 %
 Hidróxido de sodio al 5 %
 Reactivo de Lucas
 Sodio metálico
 agua destilada
 Acido sulfúrico al 10%
 Dicromato de potasio al 1%

Materiales

1 Gradilla
 8 tubos de ensayo
 2 pipetas Pasteur
 2 pipetas de 10 ml
 2 pipetadores
 1 espátula
 1 pinza metálica
 1 Churrusco
 1 Pinza de madera

3. Procedimiento

3.1. Solubilidad de los alcoholes en agua:

1. Agregar 0,5 ml de cada Alcohol en cada tubo de ensayo rotulado.
2. Adicionar 0,5 ml de agua destilada en cada uno de ellos, agitar fuertemente.
3. Observar y registrar si es soluble, no soluble o parcialmente soluble.

3.2. Ensayo de Lucas:

1. Colocar 0,5 ml de cada alcohol (metanol, 2-propanol y ter-butanol) en cada tubo y rotularlos.
2. Agregar 3 ml del reactivo de Lucas en cada tubo, agitar fuertemente y registrar el tiempo de la aparición de turbidez.

3.3. Oxidación con solución de KMnO_4 al 0.5 % (p/v) o $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ al 1 % (p/v):

1. Colocar 0,5 ml del alcohol (metanol, 2-metil-2-propanol y ter-butanol) en cada tubo y rotularlos.
2. A cada tubo añadir 2,5 ml de agua destilada, acidular con 1 ml de H_2SO_4 10 % (p/v).
3. Añadir 2 gotas de solución de KMnO_4 al 0.5 % (p/v), registrar lo observado.

3.4. Oxidación con $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ al 1 % (p/v):

1. Colocar en un tubo de ensayo 1 ml del alcohol (metanol 2-propanol y ter-butanol) en cada tubo y rotularlo.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	41 de 1

2. A cada tubo agregar 2 gotas de H₂SO₄ al 10 % (p/v) y 2 gotas de K₂Cr₂O₇ al 1 % (p/v).

3. Agitar fuertemente y registrar lo observado.

3.5. Prueba con Na metálico:

1. En un tubo de ensayo seco y limpio, adicionar 1 ml de los alcoholes (metanol, 2 -propanol, y ter-butanol).
2. Agregar un trozo pequeño (0.3 x 0.3 x 0.3 mm) de sodio metálico, enfriar la solución y observar.
3. Añada un volumen igual de éter, identifique la formación del precipitado.

3.6. Características de las Velocidades de Reacción:

- ✓ Los grupos funcionales que contienen un átomo de hidrógeno unido al oxígeno, al nitrógeno o al azufre pueden reaccionar con desprendimiento de H₂.
- ✓ La velocidad de reacción de los alcoholes, es mayor en aquellos que presentan entre 3 y 8 átomos de carbono.
- ✓ Los alcoholes de menor peso debe mantenerse en condiciones anhidras.
- ✓ Los alcoholes de peso molecular elevado, reaccionan lentamente.

3.7. Prueba con NaOH al 5 % (p/v):

- ✓ Colocar en cada tubo 1 ml del alcohol.
- ✓ Agregar luego 2 ml de NaOH 5 % (p/v).
- ✓ Agitar, dejar reposar y observar. ¿Hay solubilidad? ¿Las reacciones son exotérmicas o endotérmicas?, explicar.

4. TABLA DE RESULTADOS

ENSAYO	Alcohol primario	Alcohol secundario	Alcohol terciario
Solubilidad de alcoholes en agua			
Ensayo de Lucas			
K ₂ Cr ₂ O ₇ / H ₂ SO ₄			
KMnO ₄ /H ₂ SO ₄			
Reaccion con sodio			

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	42 de 1

Reaccion con NaOH 0.5%P/V			
------------------------------	--	--	--

5. Cuestionario

De los alcoholes utilizados en la practica, cual de ellos puede ser oxidado a cetona, realizar la reacción.

Clasifique los alcoholes como: primario, secundario o terciario, según usted crea conveniente, fundamente.

Según las pruebas realizadas, cual de ellas presentó resultados positivos y de mayor reacción frente al test de Lucas. Describa la reacción correspondiente.

6. NIVEL DE RIESGO: ALTO

- El sodio reacciona violentamente con el agua. No añada nunca agua a los residuos de sodio sin reaccionar ni vierta tubos de ensayo que los contengan en las pilas. Adicione suficiente alcohol etílico para que reaccione totalmente el Sodio y después enjuague el tubo tras verter su contenido en la pila).

Mantén las sustancias inflamables lejos de las llamas de los mecheros, y no las calientes o destiles directamente con el mechero

7.Referencias bibliográficas

Aubad, A.; López, J. Manual de Química Orgánica. Universidad de Antioquia, 1992.
 Brewster, R. Q.; Mc. Ewen, W. E.; van der Werf, C. A. Curso Práctico de Química Orgánica, 2da ed. Editorial Alhambra, Madrid, 1970. Pág. 308-314. Pavia, Donald. Introduction to Organic Laboratory Techniques. A contemporary Approach, 3rd ed. Harcourt Brace Jovanovich College Publishers, 1988.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	43 de 1

LABORATORIO N° 7

PROPIEDADES QUÍMICAS DE ALDEHIDOS Y ACETONAS

2. OBJETIVOS

- Comprender las relaciones entre propiedades físicas, químicas y estructura molecular de los aldehídos y cetonas.

3. MARCO TEORICO

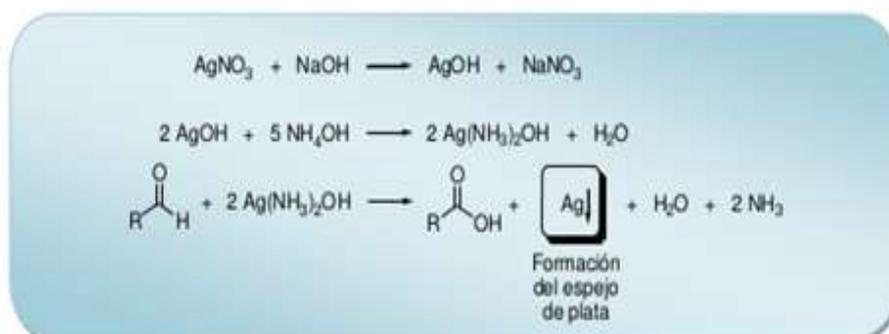
Los aldehídos alifáticos se pueden preparar a partir de los alcoholes primarios y las cetonas alifáticas a partir de los alcoholes secundarios mediante una oxidación cuidadosamente controlada. El reactivo más usado es una solución acuosa de ácido sulfúrico y di cromato sódico o potásico. Las cetonas son más resistentes a la oxidación que los aldehídos y los alcoholes primarios y secundarios.

La oxidación de los alcoholes primarios y secundarios con Dicromato es una reacción muy exotérmica controlándose generalmente por adición gradual del di cromato.

La gran facilidad de oxidación de los aldehídos constituye la base de un procedimiento sencillo para la destrucción entre aldehídos y cetonas; se conocen cierto numero de oxidantes suaves que se reducen solamente por los aldehídos y que son afectados por las cetonas y los alcoholes.

Los aldehídos y cetonas son sustancias muy reactivas, se polimerizan, se condensan y forman derivados de adición, se pueden reducir y los aldehídos se oxidan con mucha facilidad.

Entre los oxidantes que se usan para reconocer aldehídos y cetonas están: reactivo de Tollens, Fehling, Schiff: También se usa el permanganato de Potasio, El Bisulfito Sodio y el Amoníaco.



4. MATERIALES, EQUIPOS E INSUMOS

- Gradilla

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	44 de 1

- Seis tubos de ensayo
- Tres vasos precipitados de 400, 600 ó 100ml
- Mechero
- 3 Pinzas de madera

5. REACTIVOS

- Formaldehído
- Acetaldehído
- Acetona
- Acido sulfúrico
- Reactivo de Fehling A y B
- Permanganato de Potasio
- Reactivo de Schiff
- Soporte con aro
- Reactivo de Tollens
- Reactivo de Schiff
- Hidróxido de Sodio

6. PROCEDIMIENTO

En tres tubos de ensayo ponga 2ml de solución A de Fehling y 2ml de solución B de Fehling, numérelos y a cada tubo agregue 1ml de Formaldehído, acetaldehído y acetona respectivamente. En un vaso de precipitado de 400 ó 600ml añádale 250ml de agua, caliéntela y cuando este hirviendo introduzca los tres tubos, continúe calentándolo durante diez minutos el vaso, saque los tubos y observe en cual ha aparecido un precipitado rojizo y en cual no. Escriba y balancee las ecuaciones correspondientes.

Con el Reactivo de Tollens

(Espejo de plata) en tres tubos de ensayo coloque 1ml de Formaldehído adicione a cada tubo 2ml de reactivo de Tollens. Los tres tubos se introducen en el baño de agua caliente y se calientan durante diez minutos. Observe y anote los resultados. Escriba las ecuaciones correspondiente. Acetaldehído, acetona

Con Permanganato.

En tres tubos de ensayo ponga 1ml de Formaldehído, acetaldehído, Acetona respectivamente, previamente marcados, adicione a cada tubo 2ml de solución de Permanganato de Potasio al 3% acidule con unas gotas de ácido sulfúrico diluido, observe lo que sucede en cada tubo de ensayo y explique a que se deben los cambios observados y cuando no lo hubiera, explique por que. Escriba las reacciones para cada caso.

Con el Reactivo de Schiffs

En tres tubos de ensayo, numerados, coloque 1ml de "Formaldehído, Acetaldehído y Acetona respectivamente. Agregue a cada tubo una o dos gotas

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	45 de 1

de Reactivo de Schiff. Observe lo ocurrido en cada tubo escriba las ecuaciones correspondientes.

Formación de Resinas. Efecto de los Álcalis. En tres tubos de ensayo ponga en cada uno de ellos 1ml de Formaldehído, Acetaldehído y Acetona, adicione a cada tubo 1ml de solución de Hidróxido de Sodio (GN) caliente los tubos de 5 a 5 minutos. Observe los cambios ocurridos en cada tubo. Explique cómo pueden haberse formado las resinas.



Espejo de plata para la prueba positiva de Tollens.

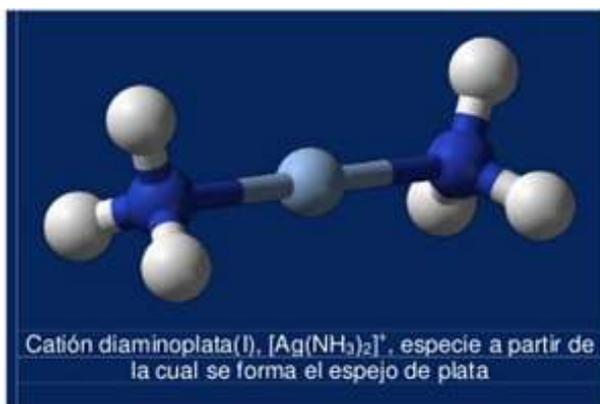


TABLA DE RESULTADOS

MUESTRA	FELLING	TOLLENS	KMnO ₄	SCHIFF	OBSRVACION	ANALISIS

7. NIVEL DE RIESGO

- Ácido sulfúrico concentrado se diluye con agua, vertiendo el ácido lentamente sobre el agua y agitando, NUNCA A LA INVERSA
QUEMADURAS
- a) Quemaduras causadas por fuego, vapor u objetos calientes: si la quemadura es de primer grado (enrojecimiento de la piel) aplique picrato de butesín y cubra con gasa la parte afectada. En las quemaduras de segundo grado (formación de ampollas) cubre la zona afectada con gasa impregnada con aceite de oliva.
- Cuando la quemadura produce destrucción de los tejidos (tercer grado)

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	46 de 1

cubra la herida con gasa y acuda al médico.

- **b)** Quemadura causada por ácidos corrosivos: Lave con gran cantidad de agua y luego con solución al 5% de bicarbonato de sodio.
- **c)** Quemaduras causadas por álcalis; lave con abundante agua y luego con solución al 1% de ácido acético.

8. BIBLIOGRAFÍA

BREWSSTER, R. y otros. Curso práctico de Química Orgánica, Editorial Alambra 1970 páginas 94 a 96.

DOMÍNGUEZ Xorge, Experimentos de Química Orgánica , Editorial Limusa Weley 1968 páginas 67 a 70.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	47 de 1

LABORATORIO N° 8 OBTENCIÓN DE ACIDOS CARBOXILICOS

1. OBJETIVOS

- Identificar químicamente los ácidos carboxílicos y sus derivados.
- Determinar la relación estructura-reactividad química de los ácidos carboxílicos y sus derivados.
- Sintetizar acetato de isoamilo por reacción de esterificación.

2. MARCO TEORICO

La propiedad química más importante de los ácidos carboxílicos, es su acidez, debido a su grupo carbonilo. Además, los ácidos carboxílicos forman numerosos derivados importantes, entre ellos los ésteres, amidas, etc.

El grupo funcional carboxilo (-COOH) es parte fundamental de la estructura molecular de los ácidos carboxílicos. En éste se resumen las propiedades físicas, químicas y bioquímicas de los grupos funcionales carbonilo e hidroxilo. En general los ácidos carboxílicos y sus derivados se caracterizan por tener dentro de su estructura molecular el grupo carbonilo; presentan propiedades químicas similares obviamente con particularidades propias derivadas de las diferencias estructurales. Estos compuestos participan principalmente en reacciones de sustitución nucleofílica y en reacciones ácido-base formandose los carboxilatos y los α -carbaniones en algunos de los derivados.

Los ácidos carboxílicos, ésteres, amidas y anhídridos de origen natural y sintético son abundantes y ampliamente utilizados como fármacos, saborizantes, antioxidantes, conservadores de alimentos, etc. Esto justifica la búsqueda constante de nuevas alternativas biosintéticas y de síntesis química orientada hacia la obtención de dichos compuestos.

El ácido benzoico se presenta de manera natural en la benzoína y en varias sustancias balsámicas, de las que se puede obtener por sublimación, pero en pequeñas cantidades, se puede sintetizar a partir de una gran variedad de compuestos como el Tolueno, Anhídrido Ftálico Benzaldehído, etc. Los procesos de síntesis química para el ácido benzoico son diversos y de fácil realización como se manifiesta en la síntesis de éste ácido a partir de una metil-cetona (acetofenona) en presencia de hipoclorito (reacción del haloformo).

El ácido benzoico se usa básicamente como fungistático, algunos de sus derivados, como el ácido 2,3,6-Tricloro benzoico (2,3,6-TBA) muestran prometedoras propiedades herbicidas en el maíz, el ácido 3-amino-2,5-dicloro benzoico se emplea como herbicida en maíz y soya.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	48 de 1

Los ésteres pueden ser preparados por esterificación directa de un ácido con un alcohol en presencia de catálisis ácida (ácido sulfúrico, ácido clorhídrico) y por alcoholisis de cloruros de ácidos, anhídridos de ácidos y nitrilos.

Ocasionalmente se pueden obtener por el calentamiento de sales metálicas de ácidos carboxílicos con un halogenuro de alquilo o con otro agente alquilante.

La esterificación directa es una reacción de adición nucleofílica, catalizada por ácidos, de un alcohol del grupo carbonilo del ácido carboxílico. Debido a que la reacción es reversible y el equilibrio no procede a favor de la formación del éster, es necesario desplazar la reacción hacia la derecha para obtener un buen rendimiento, esto puede lograrse por el uso de exceso de reactivos, eliminación de uno de los productos o bien con la combinación de ambas estrategias.

Los cloruros y anhídridos de ácidos reaccionan rápidamente con alcoholes primarios y secundarios para dar los ésteres respectivos.

Los anhídridos de ácido son menos reactivos que los cloruros de ácidos pero reaccionan con la mayoría de los alcoholes usando condiciones más drásticas. Los ésteres, compuestos derivados de los ácidos carboxílicos se encuentran ampliamente difundidos en la naturaleza. Los hay de bajo y alto peso molecular. Los de bajo peso molecular son líquidos de olor agradable y constituyen la esencia de las flores y frutos, a los que proporcionan olores característicos. Los de alto peso molecular forman parte de las grasas vegetales y animales. Estos compuestos tienen una gran aplicación en la industria de las esencias, perfumería, en la alimentaria, en la de plásticos, en pinturas como disolventes, en la industria jabonera, y en la farmacéutica. Por ejemplo, los derivados del ácido salicílico se han usado en medicina durante muchos años; el ácido salicílico se encuentra en la naturaleza en forma de éster en una gran variedad de glicósidos y aceites esenciales.

El éster metílico de este ácido se presenta en el aceite de gaulteria y en muchas otras fragancias de flores, hojas y corteza. El éster fenílico del ácido salicílico, conocido como salol, se usa como antiséptico intestinal, mientras que el ácido acetil salicílico se usa como analgésico.

3. Actividades previas

3.1 El alumno investigará porque en general los aldehídos y cetonas sufren reacciones de adición y en cambio los ácidos carboxílicos y sus derivados reaccionan principalmente por reacciones de sustitución.

3.2. Investigar en que tipo de compuestos de origen natural se encuentran presentes los grupos, ácido carboxílico, amida, éster, haluros de ácido y anhídrido.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	49 de 1

3.3. Explicar por lo menos dos métodos por los cuales se logra la eliminación de agua en la esterificación.

3.4. Describir los usos importantes del éster preparado.

3.5 Investigar las propiedades fisicoquímicas y farmacológicas del acetato de isoamilo

3.6. El alumno investigará y escribirá las cada una de las reacciones desarrolladas en esta práctica.

3.7. El alumno realizará un diagrama de bloques para la síntesis del acetato de isoamilo

4. SECCIÓN EXPERIMENTAL.

4.1. Material y equipo

1 Pipeta graduada de 5 ml
 12 tubos de ensayo
 3 Vasos de precipitados 100 ml
 1 Embudo de filtración
 1 Matraz redondo de 50 ml
 1 Refrigerante
 1 Matraz redondo de 100 ml
 Bomba de agua
 1 Gradilla Balanza analítica
 1 Plancha de calentamiento

Reactivos

Etanol
 sustancia Problema:
 Acido acético, cloruro de acetilo
 Acido Benzoico, Anhídrido acético
 Solución de NaOH al 0.5N y al 10%
 Anilina
 Papel filtro
 Acido salicilico
 Solucion etanolica de verde de bromocresol al 0,02%
 Metanol
 Acetato de etilo
 H₂SO₄ concentrado
 HCl

5. Procedimiento experimental

5.3.1. Reacción de neutralización de los ácidos carboxílicos (formación de una sal).

Adicionar a tres tubos de ensayo 2 ml de agua y dos gotas de verde de bromocresol, además:

- El primer tubo se tomara como control.
- Al segundo tubo agregar dos gotas de ácido acético.
- Al tercer tubo agregar un cristal de ácido benzoico y solubilizar.
- A cada uno de los tres tubos anteriores adicionar gota a gota una solución de NaOH 0.5M hasta el nivel del indicador bromocresol.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	50 de 1

- Anotar las observaciones.

Reactividad química de los derivados de ácidos carboxílicos.

5.3.2.1. Hidrólisis

Adicionar a cuatro tubos de ensayo 5mL de agua y unas gotas de verde de bromocresol, además a cada uno de ellos:

- El primero tubo se tomara como control (Control).
- Al segundo tubo agregar 4 gotas de anhídrido acético.
- Al tercero agregar 4 gotas de cloruro de acetilo.
-

5.3.2.2. Síntesis de acetato de isoamilo (esencia de plátano)

En un matraz de fondo redondo de 50 o 100 ml, adicionar:

- 3.0 ml de alcohol isoamílico y 4 ml de ácido acético glacial.
- Posteriormente adicionar lentamente y con precaución 0.7 ml de H_2SO_4 y agitar.
- Adicionar tres trocitos de porcelana y calentar a reflujo durante una hora.
- Enfriar a temperatura ambiente la mezcla de reacción y pasarla a un embudo de separación.
- Adicionar 15 ml de agua fría y mezclar para lavar.
- Dejar separar las fases (el acetato de isoamilo siempre queda en la parte superior).
- Eliminar la fase acuosa y adicionar lentamente 10 ml de una solución al 10 % de $NaHCO_3$.
- Agitar el embudo de separación teniendo cuidado de liberar la presión, dejar en reposo para separar y eliminar la fase acuosa.
- Finalmente lavar con 15 ml de agua, separar y secar el producto con sulfato de sodio anhidro.
- Medir el volumen para determinar el rendimiento de la reacción.

5.4. Precauciones.

- No oler directamente ningún reactivo ni mezcla de reacción.
- Todos las sustancias que se usan en esta práctica son corrosivas.
- Manejar los anhídridos y los haluros de ácido dentro de la campana de extracción.
- Evitar el contacto de la piel con los reactivos.

6. RESULTADOS.

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	51 de 1

6.1. Considerando las observaciones realizadas durante la experimentación, establecer el orden creciente de reactividad de los ácidos y sus derivados, en las reacciones de sustitución nucleofílica.

6.2. Justificar las diferencias en las velocidades de reacción de los derivados de los ácidos carboxílicos.

6.3. Realizar todas las ecuaciones químicas de las reacciones formadas durante la experimentación.

6.4. Consultar y comparar el punto de fusión de la aspirina (reportado en la bibliografía) y el rendimiento de la reacción (porcentaje de Error).

5.5. Realizar los cálculos pertinentes.

7. DISCUSION DE RESULTADOS.

El alumno analizará e interpretará los resultados experimentales sobre la reactividad de los ácidos carboxílicos y derivados de ácidos, en base a las actividades previas investigadas y al desarrollo de esta práctica.

8. CONCLUSIONES

En base a los objetivos planteados, el estudiante presentará como mínimo 3 conclusiones fundamentadas, según sus resultados con su respectivo comparativo bibliográfico.

9. BIBLIOGRAFÍA.

- Wilcox C.F. Jr., Experimental Organic Chemistry, a small scale approach. Ed. Mc. Millan. 1978.
- Pavia, D.L. Lampan, G.M., Kriz, S.G., Introduction to Organics Laboratory Technique. W.B. Saunders Company. London. 1976.
- Vogel, A.I., a Textbook of PRÁCTICAL Organic Chemistry. rd Ed. Longmans. London. 1982.
- Pasto D.J. Johnson C.R., Determinación de Estructuras Orgánicas. Ed. Reverte S.A. México. 1974.
- Brewster, R.Q. Vander Werf, G.A. Mc Ewen, W.E., Curso de Química Orgánica Experimental. Ed. Alhambra España 1977.
- Jacobs Thomas L., Truce William E. Robertson G. Ross, Laboratory Practice of Organic Chemistry. Mc Millan New York 1974.
- Muñoz Mena E, La Experimentación en Química Orgánica. Publicación Cultural S.A. México 1979.
- McMurry, j., Química organica, 5 edición, mexico, ed, International Thomson Editores S.A. de C.V., 2001.
- Fox, M.A. y Whitesell, J.K., Química organica, 2ª, Edición, Mexico, Ed, Pearson Education, 2000.
- <http://libroterarios.blogspot.com/2015/07/quimica-organica-wade-5ta-edicion.html>

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	52 de 1

ASPECTOS DEL PRODUCTO Y ENSAYOS PRELIMINARES

MUESTRA PROBLEMA

En la identificación de una sustancia orgánica, el primer paso es tener alguna información general de la naturaleza del compuesto desconocido. Las pruebas siguientes sirven para este propósito y realizadas con gran precaución constituyen una valiosísima ayuda.

1. **ESTADO FISICO:** Debe anotarse si la sustancia desconocida es líquida o sólida. Esta información es usada para consultar las tablas de compuestos.
2. **PUREZA DEL COMPUESTO:** En caso de que la sustancia sea líquida, debe hacerse una destilación simple sobre una muestra de 5 ml, recogiendo dos fracciones si las diferencias en los puntos de ebullición de ellas no es mayor de 1 o 2 grados centígrados y los índices de refracción no difieren apreciablemente, el líquido puede considerarse puro. Si la sustancia es sólida, el punto de fusión definido con un rango no mayor de 1 o 2 grados centígrados, se considera como criterio de pureza especialmente si dicho valor es constante después de una o dos recristalizaciones.
3. **OLOR:** Muchos tipos de compuestos orgánicos tienen olores característicos. No es posible describir los olores de una manera precisa, pero el estudiante puede familiarizarse con el de algunos compuestos. En general los ésteres tienen olores agradables; los mercaptanos o tioles, isonitrilos, tienen olores desagradables. Dentro de los que tienen olores característicos tenemos los fenoles, las aminas, los ácidos, el benzaldehído el nitrobenzénico tienen olores a almendras amargas, sin embargo el olor es más pronunciado en los compuestos de bajo peso molecular.
4. **COLOR:** En la gran mayoría de los compuestos orgánicos son incoloros, sin embargo, muchos tienen colores definidos debido a la presencia de un grupo cromóforo en las moléculas. Los nitrocompuestos son generalmente amarillos, los nitrosos son azules o verdes fundidos o en solución, los azo compuestos y muchos derivados del trifenilmetano, son altamente coloreados lo mismo que los compuestos con estructura quinóidea.
5. **ANÁLISIS FUNCIONAL:** Después de que se clasifique por solubilidad el compuesto en un grupo determinado, es necesario localizarlo dentro de un grupo. Para esto debe identificarse de manera segura la función a que pertenece la sustancia. Es aconsejable cuando va a averiguar entre varias funciones, comenzar por aquellas que tengan reacciones más definidas. Cuando el compuesto es bi o poli funcional se clasifica dentro de la función más característica; así un aldehído halogenado se clasifica

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	53 de 1

en aldehídos y un hidroxiaácido en los ácidos.

- 6. EXAMEN PRELIMINAR DE LITERATURA:** Conocidos los resultados preliminares, las propiedades y la función a la cual pertenece el compuesto debe consultar bibliografía y preparar una lista de los posibles compuestos cuyas características sean vecinas a las encontradas en el análisis. Como criterio para esta lista deben tomarse las sustancias cuyo punto de fusión y ebullición no se aparte de cinco grados por encima o por debajo del encontrado. Al mismo tiempo deben estudiarse los ensayos especiales o métodos que permitan una distinción entre los posibles compuestos.
- 7. PRUEBA DE IGNICIÓN:** Se realiza en un crisol o espátula. Se toma un poco de muestra y se acerca a la llama. Muchos líquidos arden con la llama característica, que dan idea de la naturaleza del compuesto. Así los hidrocarburos aromáticos dan llama fuliginosa con bastante hollín, debido a su alto contenido de carbono. Los hidrocarburos alifáticos dan llamas amarillas pero con menos hollín. Si el contenido de oxígeno aumenta en el compuesto la llama se vuelve azul como en el caso de los alcoholes. Los compuestos halogenados arden con llama fuliginosa, los polihalogenados no entran en ignición sino cuando la llama se aplica directamente a la sustancia. Los azúcares arden con olor a panela quemada y las proteínas con olor a caucho, cuero quemado. Si la sustancia explota o es inflamable, es un dato que sirve para trabajar con precaución en ensayos futuros. Si queda un residuo permanente casi blanco indica la presencia de metales, si se trata de alcalinos estos se encontrarán en estado de carbono que dan reacción alcalina al tornasol y desprenden CO₂ con HCl, si son alcalinotérreos se encontrarán como óxidos anfóteros darán reacción ácida al tornasol. El mercurio y el arsénico no dejan residuos. Si hay hierro o cromo el residuo puede ser coloreado.
- 8. ENSAYO DE INSTAURACIÓN: con permanganato de potasio (bayer):** los compuestos fácilmente oxidables pueden reducir el ion permanganato, causando la desaparición del color púrpura del permanganato de potasio y la aparición de un color carmelita de óxido de manganesillo. Aplicado a hidrocarburos, el ensayo es positivo para alquenos y alquinos y compuestos que tengan dobles enlaces. Tome una muestra del compuesto agregue dos gotas de HCl y 5 gotas de permanganato de potasio agite fuertemente por 30 segundos, si el color del permanganato de potasio cambia su color a carmelita es posible la presencia de dobles o triples enlaces. (si la sustancia es sólida puede solubilizar en un poco de alcohol y aplicar la prueba).

	Guía Unificada de Laboratorios	Código	FLA-23 v.00
		Página	54 de 1

9. ENSAYO CON INDICADORES:

Con papel universal: con este ensayo puede determinarse el pH aproximado de la sustancia. Para esto coloque 10 mg de la sustancia en un vidrio de reloj y agréguele 0,5 de agua, ensaye esta solución con papel indicador universal y compare el color con tabla. **Con papel tornasol:** se realiza en caso de no tener papel universal, el mismo procedimiento anterior y se determina el carácter ácido o básico. **Con rojo congo:** coloque 10 mg del compuesto en un vidrio de reloj y añada dos gotas de solución indicadora de rojo congo. Un color azul indica un pH menor de 4,8; si el color es rojizo indica un pH mayor de 4,8.

10. ACCION ACIDO BASE:

Con bicarbonato de sodio: puede comprobarse la presencia de ácidos o compuestos que hidrolizan para dar ácidos más fuertes que el carbónico, de la siguiente manera: disuelva unos mg del compuesto en un ml de agua y añada de 5 a 10 gotas de solución saturada de bicarbonato de sodio, el desprendimiento de un gas o burbujas indica la presencia de un ácido. Si la sustancia es insoluble en agua se diluye en alcohol y un volumen igual de agua antes de añadir el bicarbonato.



ANEXOS
MATERIAL DE VIDRIO Y EQUIPOS DE LABORATORIO

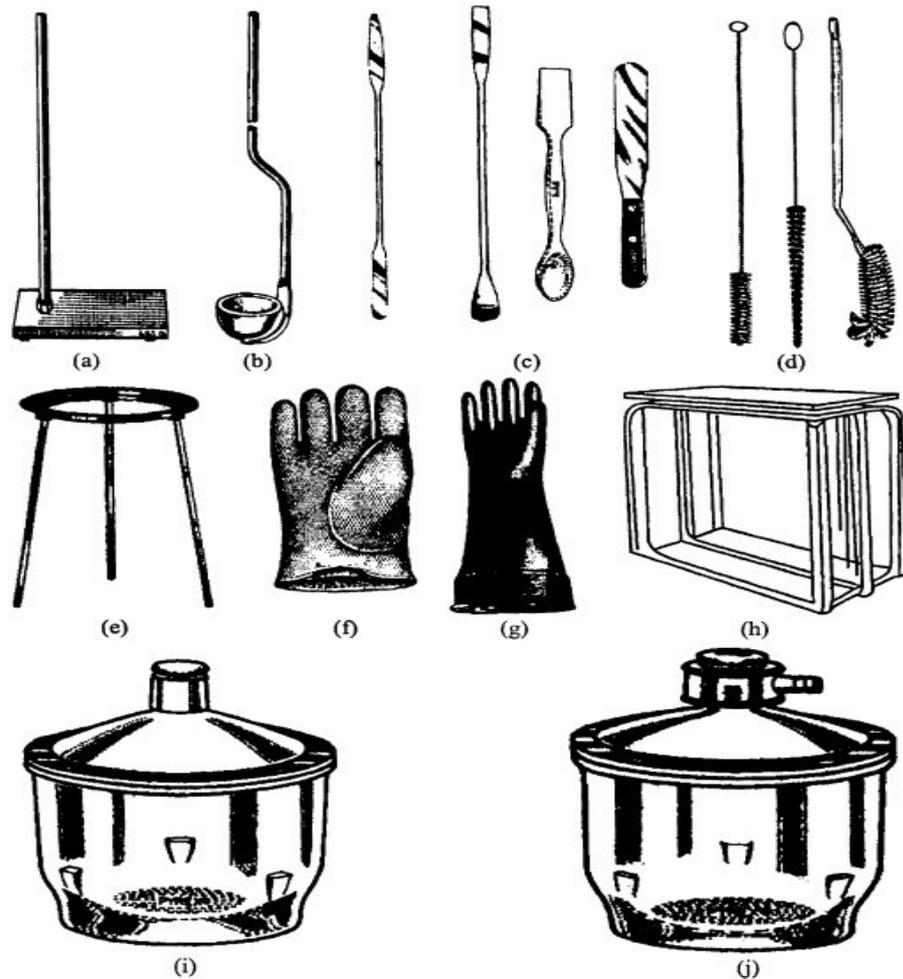


Figura B 2 a) Soporte universal, b) cucharilla de ignición, c) espátulas, d) escobillas, e) tripié de hierro, f) guantes de asbesto, g) guantes resistentes a ácidos, h) jarra de revelado de placas cromatográficas, i) desecador, j) desecador con adaptador para vacío.

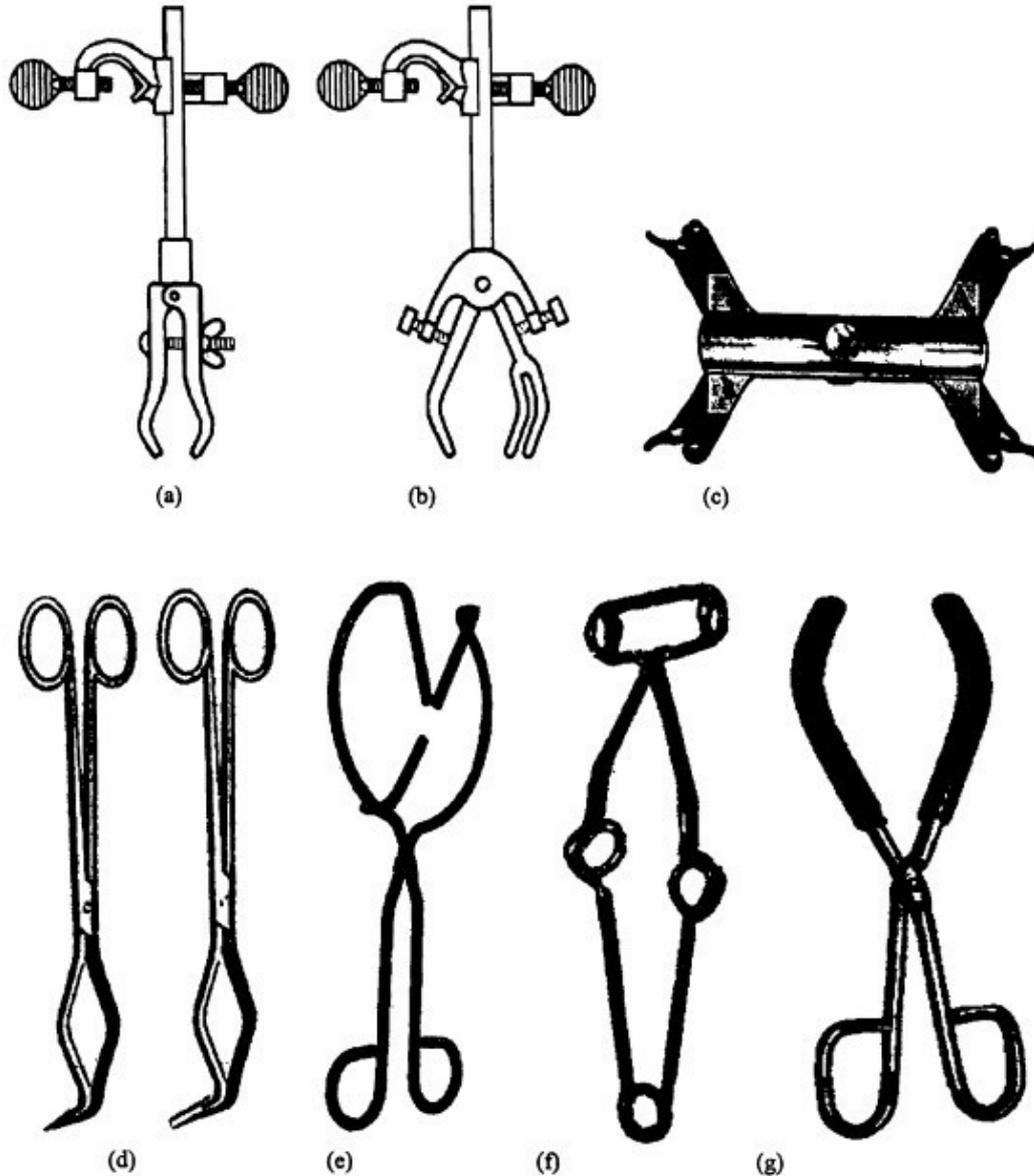


Figura B 4 a) Pinzas con nuez, b) pinzas de tres dedos con nuez, c) pinzas dobles para bureta, d) pinzas para crisol, e) pinzas para cápsula de porcelana, f) pinzas para tubo de ensaye, g) pinzas revestidas para vaso de precipitado.

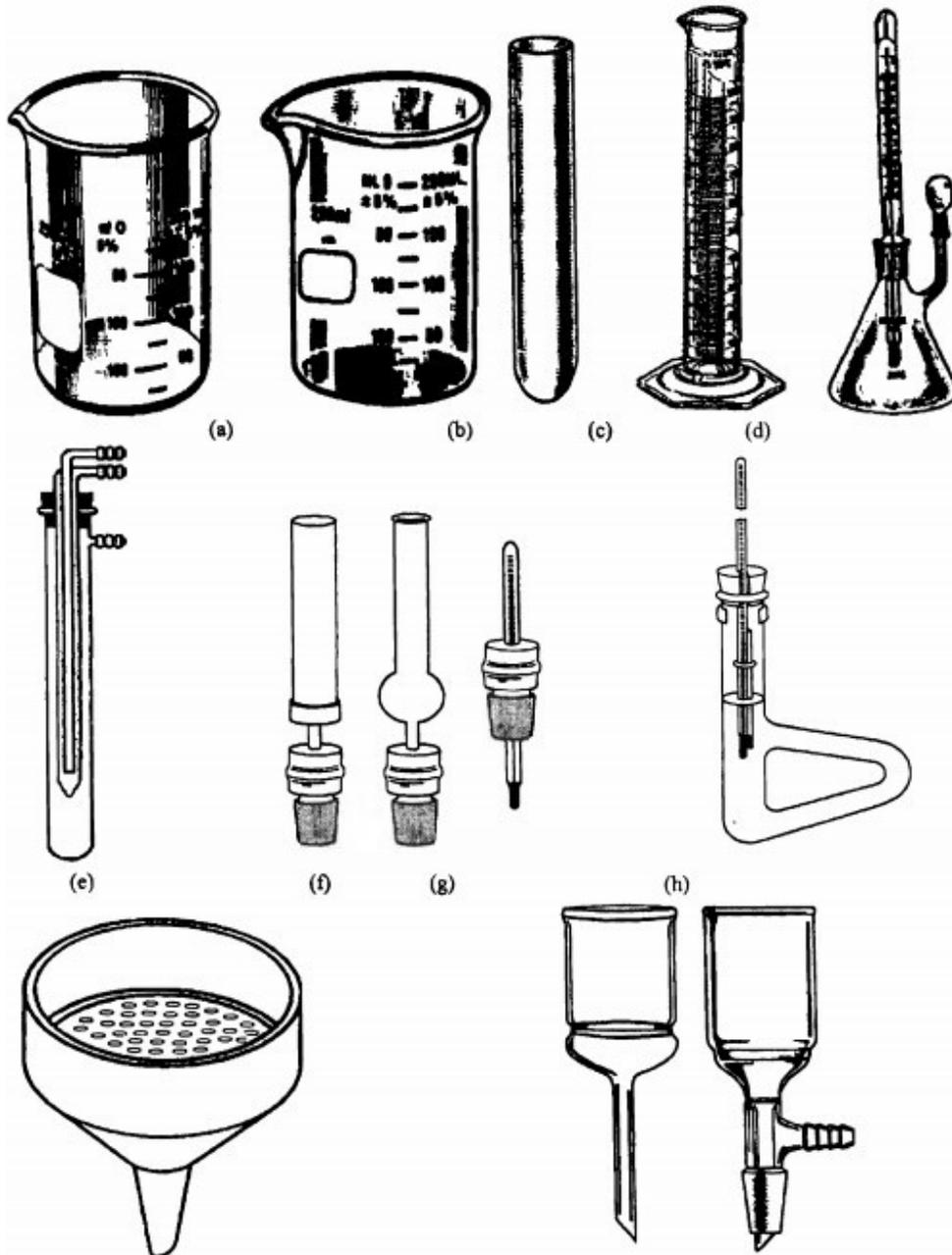


Figura B 5 a) Vasos de precipitado, b) tubo de ensaye, c) probeta graduada, d) picnómetro, e) dispositivo de sublimación o "dedo frío", f) tubos para desecador, g) adaptador para termómetro, h) tubo de Thiele, i) embudo Büchner de porcelana, j) embudos Büchner con disco poroso.

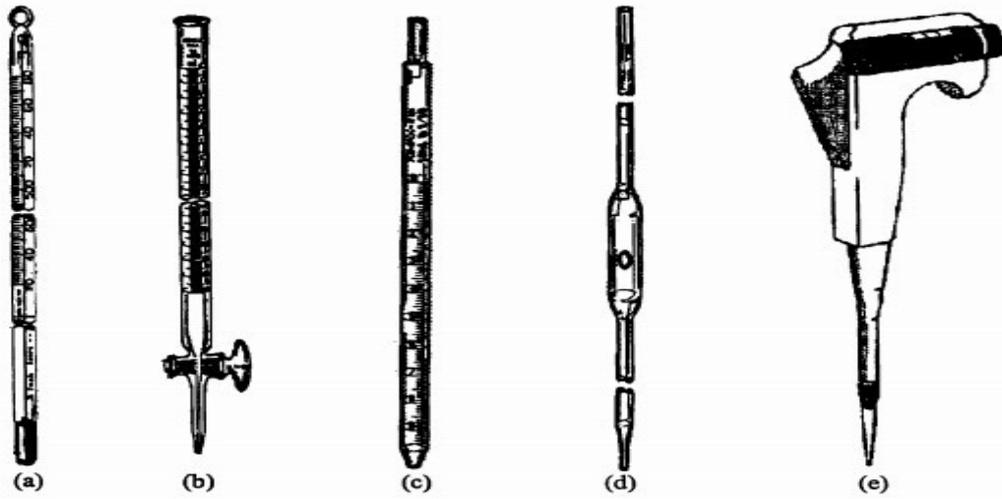


Figura B 7 a) Termómetro, b) bureta, c) pipeta graduada, d) pipeta volumétrica, e) micropipeta automática.

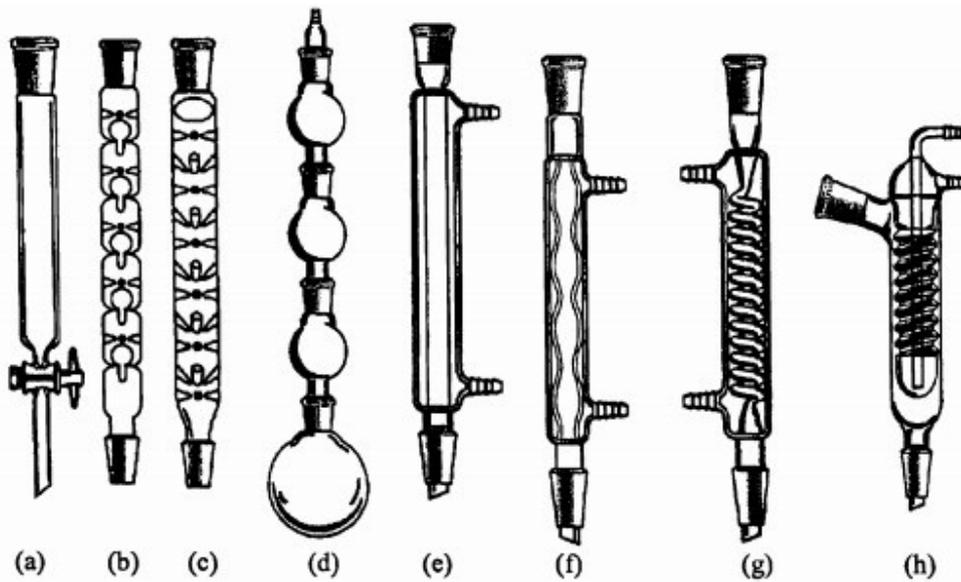


Figura B 7 a) Columna para cromatografía, b) columna Vigreux, c) columna Snyder, d) columna de bulbos Kugelrohr, e) condensador Liebig con camisa interna, f) condensador Allihn o de rosario, g) condensador de Graham o de serpentin, h) condensador Friedrichs.

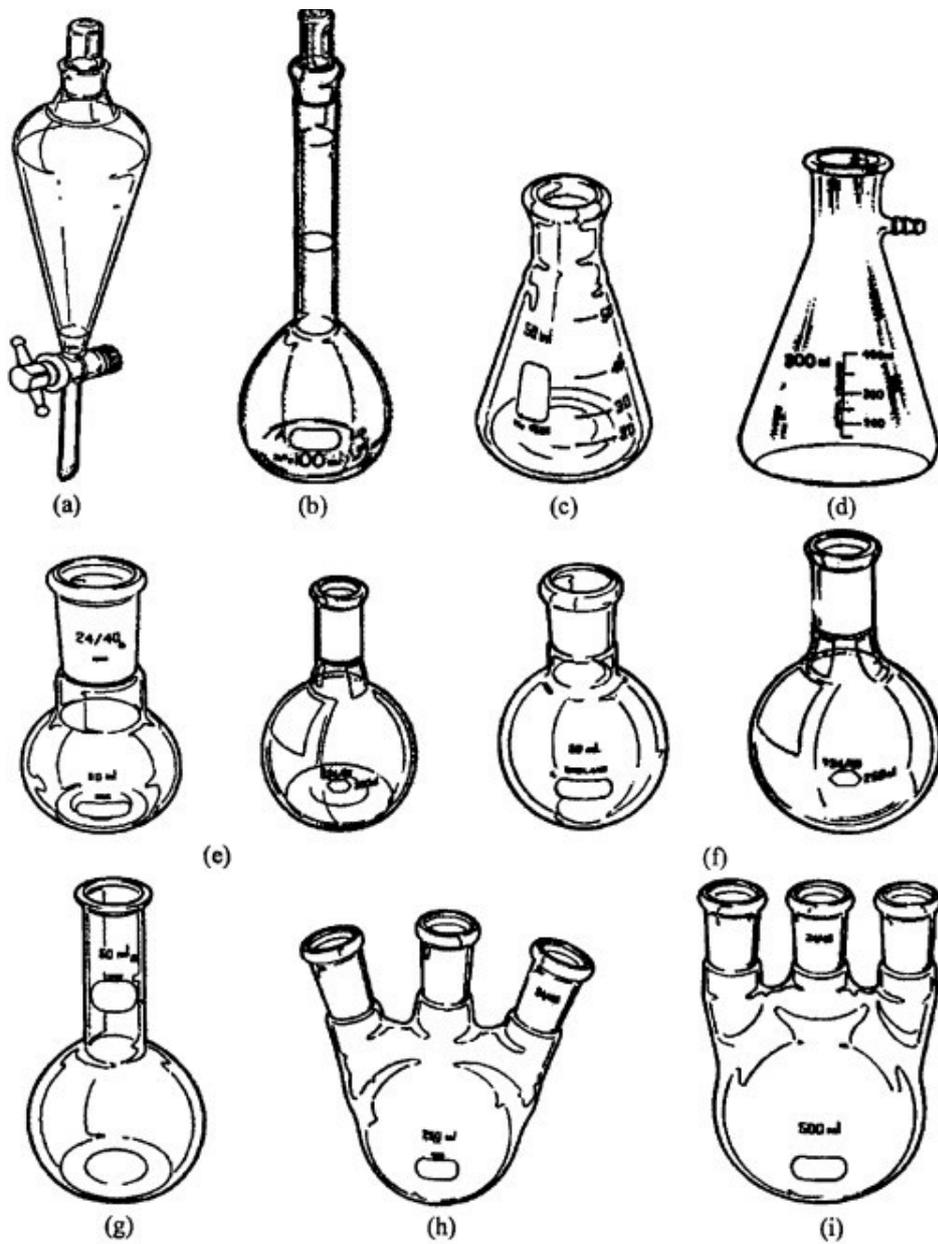


Figura B 9 a) Embudo de separación, b) matraz aforado, c) matraz Erlenmeyer, d) matraz Kitazato, e) matraces redondos con fondo plano, f) matraces redondos, g) matraz redondo de cuello largo sin junta esmerilada, h) matraz de tres bocas de 250 ml, i) matraz de tres bocas de 500 ml.

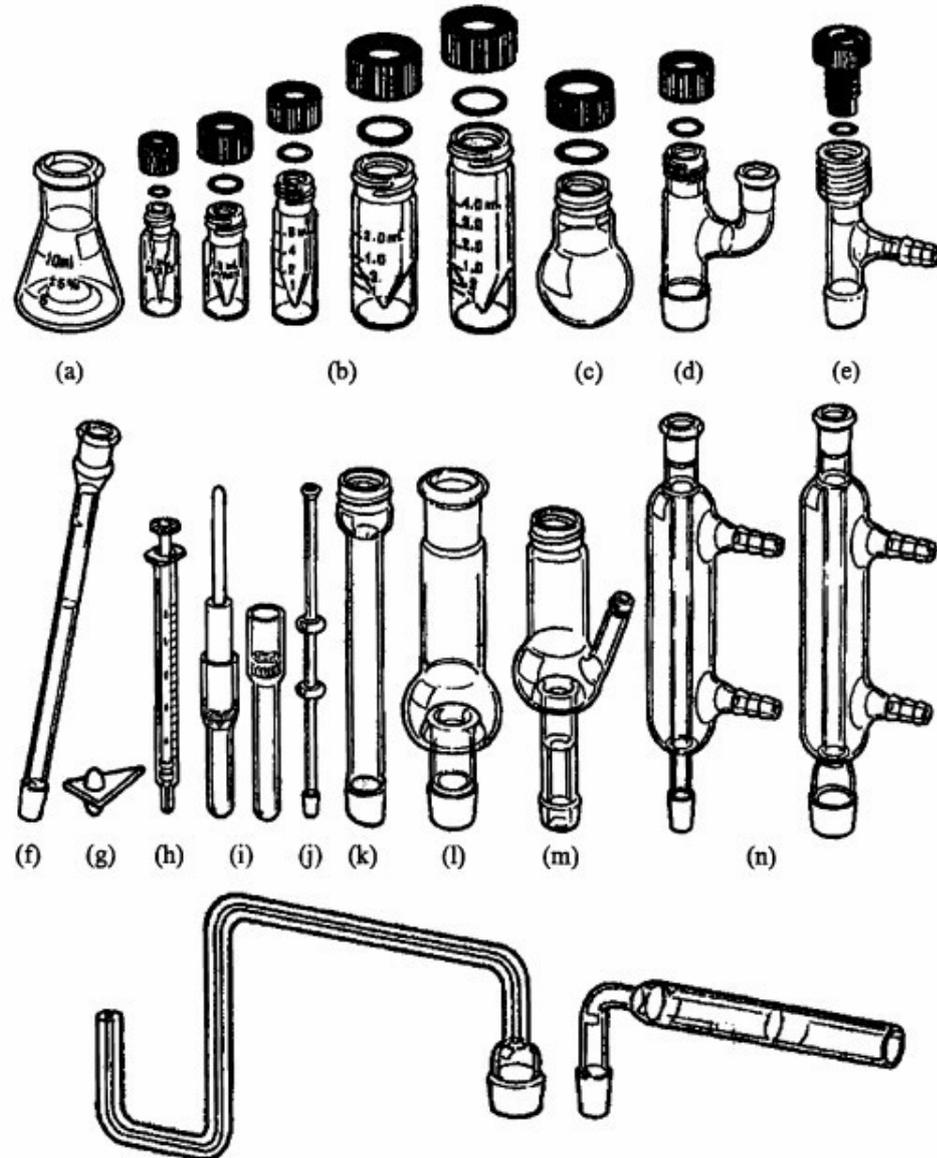


Figura B 10 Equipo básico de micrométodos: a) Matraz Erlenmeyer, b) viales, c) matraz redondo, d) junta Claisen, e) adaptador para destilación a vacío, f) condensador de aire para reflujo, g) agitador magnético, h) jeringa, i) cristalizador de Craig, j) tubo colector de muestras de cromatografía de gases, k) condensador de aire, l) destilador de Hickman simple, m) destilador de Hickman con adaptación lateral, n) condensadores, ñ) tubo de seguridad para burbujeo de gases, o) tubo conector para desecador.



ANEXOS B
MONTAJES UTILIZADOS EN EL LABORATORIO

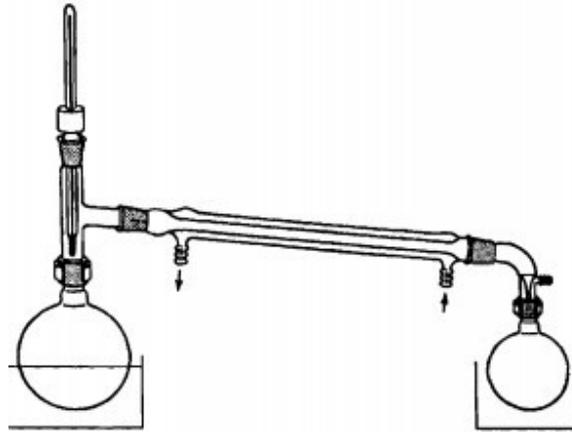


Figura C 1 *Sistema de destilación simple.*

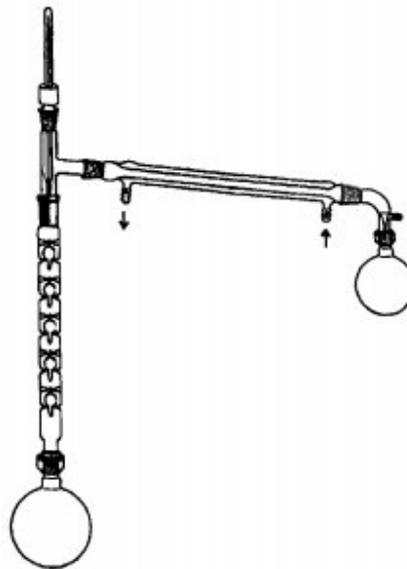


Figura C 2 *Sistema de destilación fraccionada con columna Vigreux; ésta puede sustituirse con un condensador Liebig empacado con fibra de vidrio.*

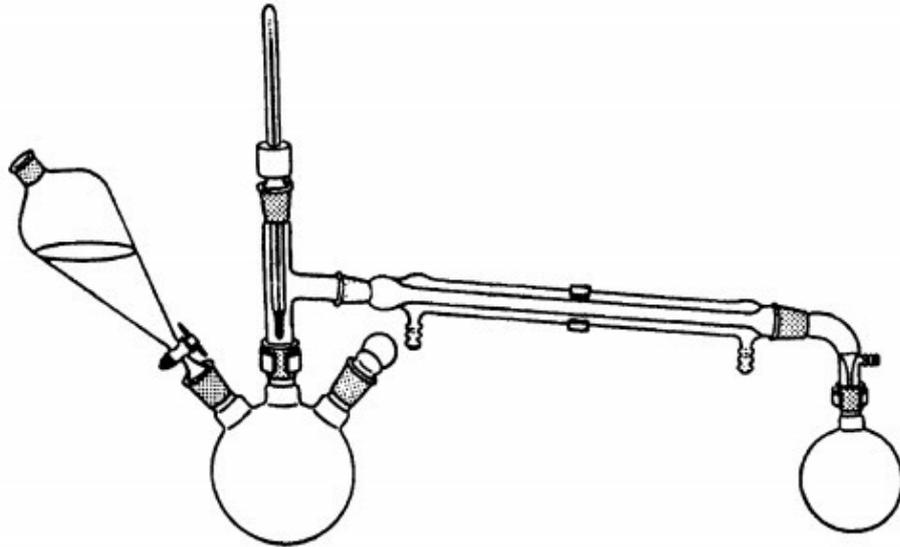


Figura C 3 Sistema de destilación simple con adición lateral en matraz de tres bocas.

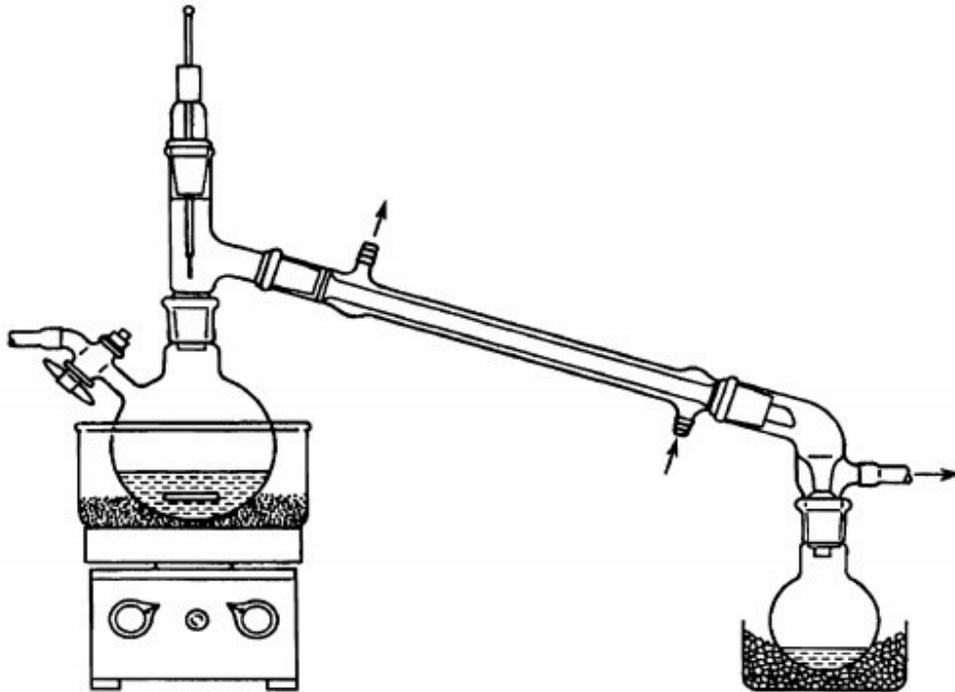


Figura C 4 Sistema de destilación simple en matraz de dos bocas, con llave para flujo de atmósfera inerte y conexión a vacío.

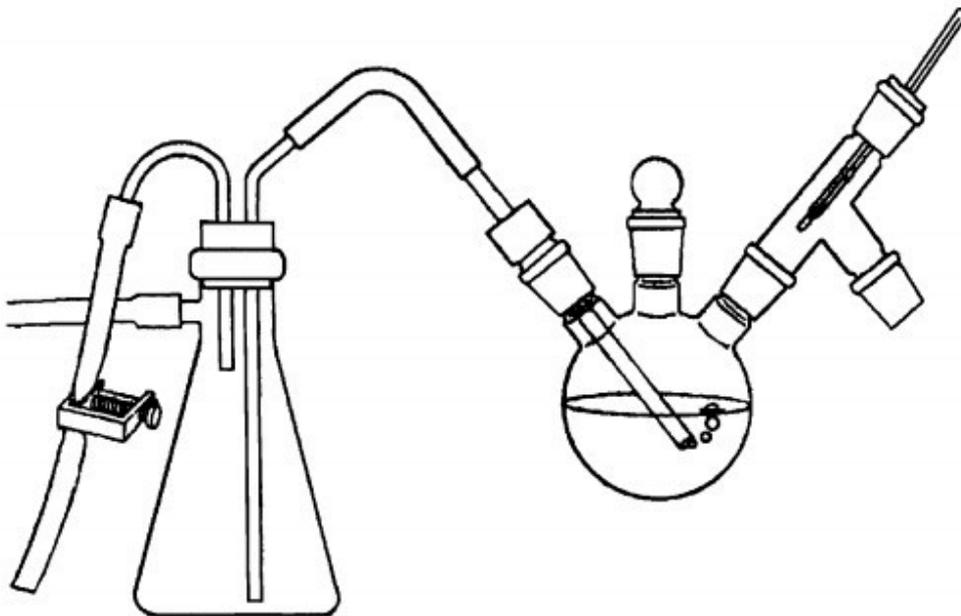


Figura C 5 Sistema de destilación por arrastre de vapor en matraz de tres bocas.

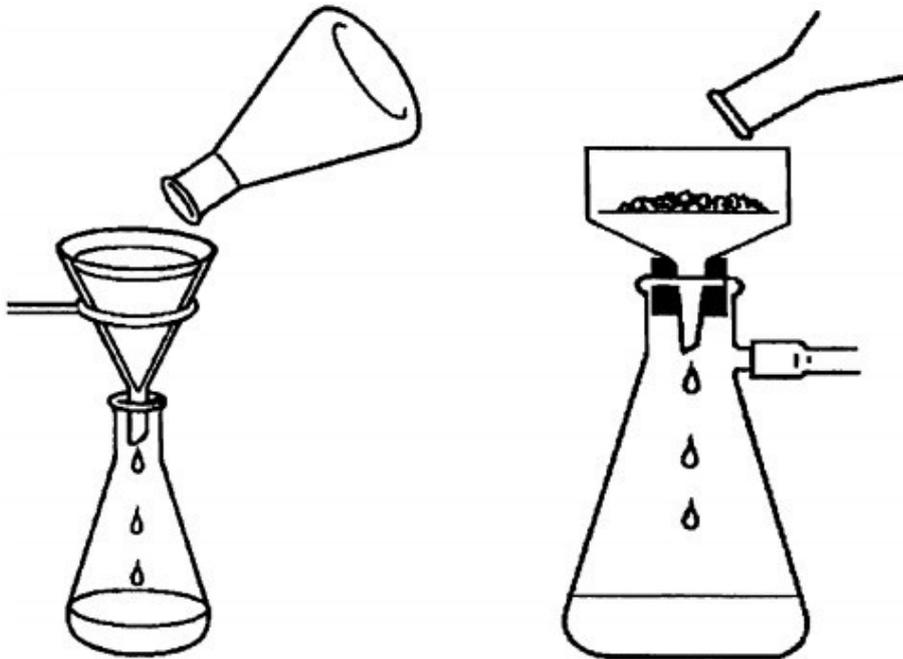


Figura C 6 Filtrado simple en papel y b) filtrado a vacío en embudo Buchner y matraz Kitazato.

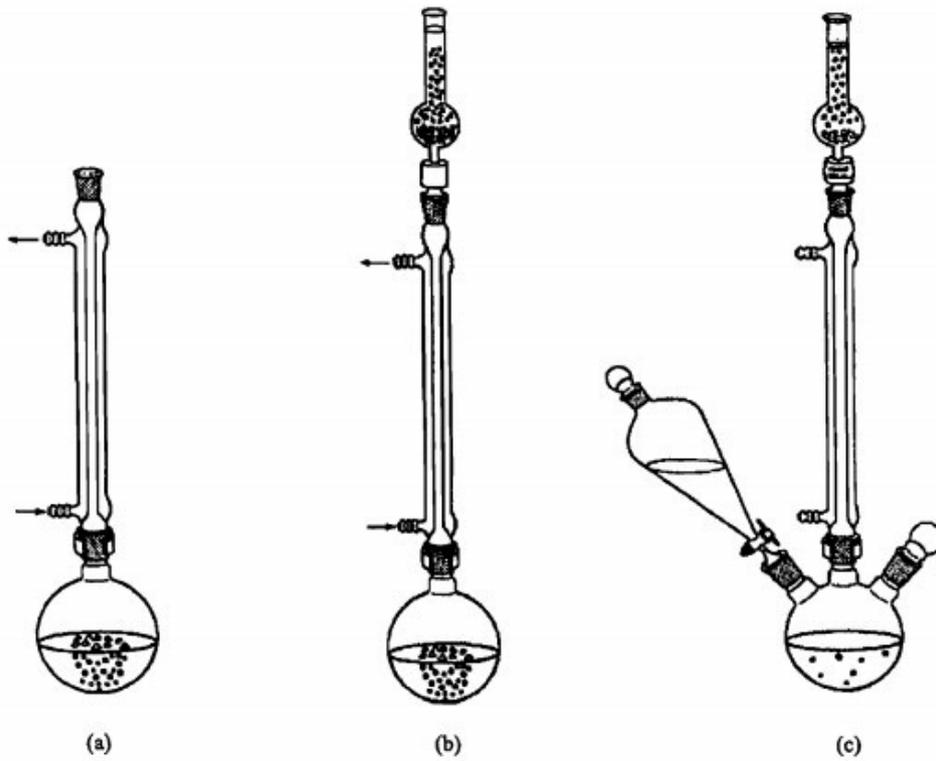
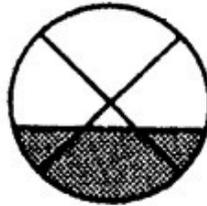


Figura C 7 Sistema de reflujo simple, b) sistema de reflujo con desecador, c) sistema de reflujo con desecador y embudo de adición en matraz de tres bocas.



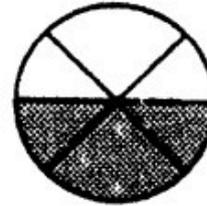
Por arriba

(a)



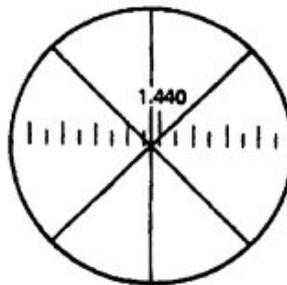
Por abajo

(b)



Óptimo

(c)



(d)

Figura C 10 Lecturas en el refractómetro de Abbe: a) Ajuste por arriba, b) ajuste por abajo, c) ajuste ideal, d) lectura del valor del índice de refracción.

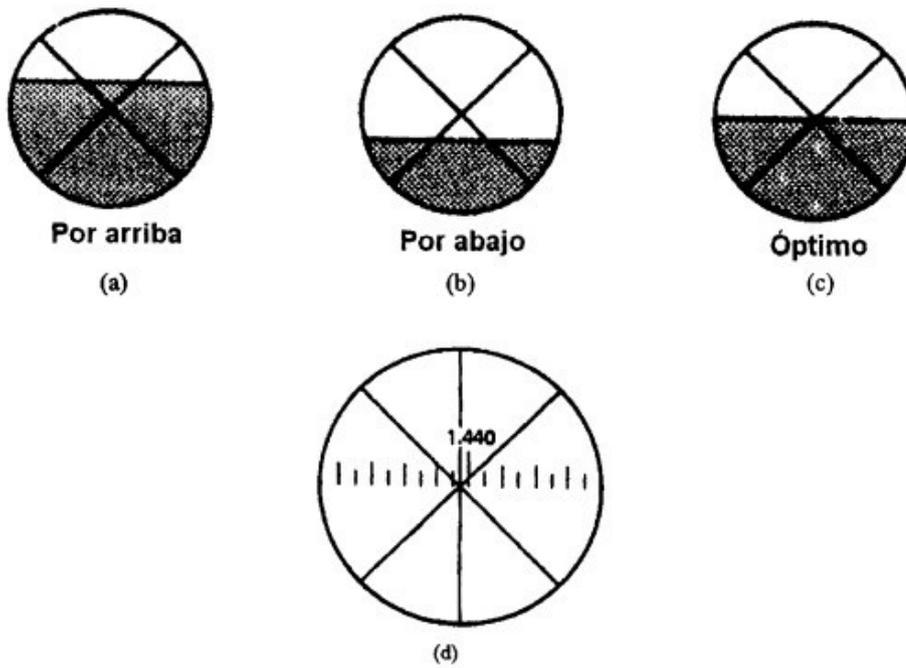


Figura C 10 Lecturas en el refractómetro de Abbe: a) Ajuste por arriba, b) ajuste por abajo, c) ajuste ideal, d) lectura del valor del índice de refracción.

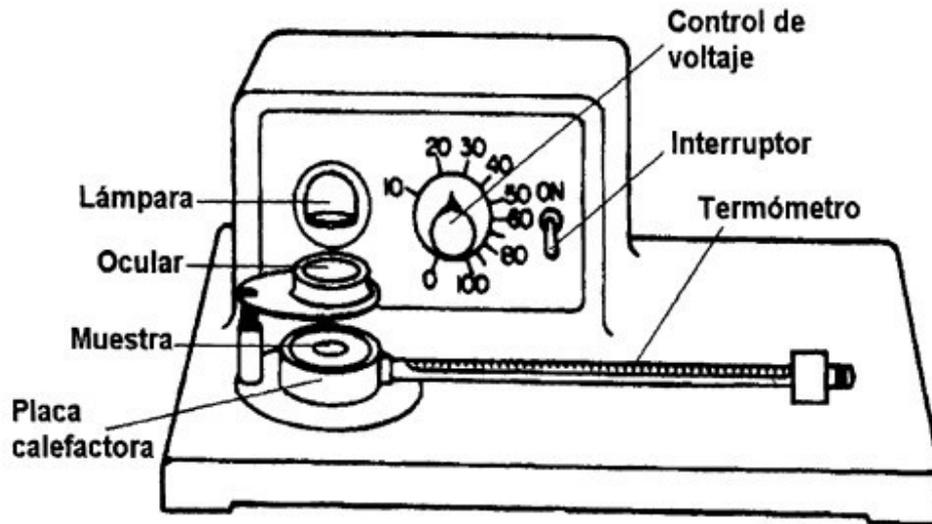


Figura C 11 Aparato de Fisher-Johns para medir el punto de fusión.



ANEXOS C:

SUSTANCIAS PELIGROSAS

SUSTANCIAS PELIGROSAS MÁS COMUNES

Sustancia	Riesgo	Método de eliminación
2-aminofenol: $C_6H_4(OH)NH_2$	Ocasiona dermatitis y es tóxico si se ingiere	Diluya en gran cantidad de agua y deséchelo
Sales de aminobenceno y sales de anilina: $C_6H_5NH_2HC$	Polvos tóxicos	Al usarlos evite el contacto con los ojos y la piel Puede diluirse con abundante agua y desecharse
Compuestos de bario	Todas las sales solubles de bario deben considerarse muy tóxicas	Diluya y elimine con abundante agua. Los sulfatos pueden eliminarse en la forma normal en que se eliminan los sólidos
Bromo, Br_2	Causa quemaduras graves Es muy corrosivo e irritante de la piel y el sistema respiratorio	Evite respirar sus vapores; trate con disolución de carbonato de sódico, mezcle y elimine con abundante agua
Cromatos y dicromatos: K_2CrO_4 , $Na_2Cr_2O_7$, etc.	El polvo irrita los ojos y el sistema respiratorio La exposición prolongada de la piel puede ocasionar úlceras. Al contacto con materia orgánica (combustible) puede provocar incendios	Diluya con abundante agua hasta formar una suspensión y elimínela
Cianuros: KCN, NaCN, etc.	Tóxicos por ingestión Tóxicos por inhalación del gas HCN (producido por la acidificación de las sales). Se absorben por la piel	Coloque cuidadosamente los sólidos en un recipiente, disuelva en agua y neutralice con solución de clorato de sodio, dejando reposar un día, al cabo del cual pueden eliminarse



Guía Unificada de Laboratorios

Código

FLA-23 v.00

Página

72 de 1

Sustancia	Riesgo	Método de eliminación
Fluoruros: KF	Tóxicos si se ingieren, su polvo irrita la piel, los ojos y el sistema respiratorio	Evite el contacto y diluya y elimine con abundante agua
Formalina (solución de metal)	Tóxico por inhalación o al Tragar. Irrita la piel, los ojos y el aparato respiratorio	Aléjelo de toda fuente posible de ignición. Evite todo contacto, diluya y elimínelo con agua. Ventile bien la zona afectada y trátela con carbonato de sodio
Ácido fórmico: HCOOH	Causa quemaduras e irrita la piel, los ojos y el sistema respiratorio	Lave bien con abundante agua y trate con carbonato de sodio
Fenol: C ₆ H ₅ OH	Tóxico por ingestión, se absorbe por la piel. Ocasiona quemaduras y daño grave en los ojos	Evite todo contacto, mezcle con arena y quémelo en lugar seguro
Metales de alcalinos: Li, Na, K, etc.	Al contacto con el agua reaccionan violentamente produciendo hidrógeno, que puede incendiarse violentamente	Na: neutralice lentamente con pequeñas cantidades de etanol en una campana de extracción y lejos de cualquier flama. Al cesar la reacción, se diluye con agua y se elimina. K: es más reactivo. Por ello debe primero dispersarse en glicerol, para que reaccione lentamente. Ya disuelto se agrega etanol y al terminar toda reacción, se diluye y elimina con abundante agua
Cloruro de aluminio: AlCl ₃	Reacciona violentamente con el agua, produciendo HCl gaseoso que ocasiona desde irritación hasta quemaduras graves de la piel, los ojos y el sistema respiratorio	Mezcle con arena, diluya pequeñas cantidades de la mezcla en un gran volumen de agua y elimínelo



Guía Unificada de Laboratorios

Código

FLA-23 v.00

Página

81 de 1

Sustancia	Riesgo	Método de eliminación
Óxidos y peróxidos: H_2O_2	Los óxidos y peróxidos de metales alcalinos reaccionan vigorosamente con el agua, formando soluciones alcalinas y un aerosol del hidróxido metálico en el aire	Se lava y desecha con abundante agua
Ácido clorhídrico: HCl	Vapor nocivo, causa quemaduras graves en piel, ojos y sistema respiratorio	Evite todo contacto e inhalación de sus vapores. Diluya con grandes cantidades de agua. Neutralice con carbonato sódico y lave con abundante agua
Ácido nítrico HNO_3	Causa quemaduras e irritación. Agente oxidante muy fuerte que puede producir óxidos de nitrógeno muy tóxicos	Evite el contacto y la inhalación. Diluya con abundante agua y neutralice con carbonato sódico
Ácido sulfúrico: H_2SO_4	Causa quemaduras graves y reacciona vigorosamente con el agua	Evite el contacto o la inhalación. Diluya con abundante agua y espolvoree carbonato sódico sobre cualquier derrame
Hidróxido de amonio: NH_4OH	Causa quemaduras graves; es muy corrosivo e irritante de la piel y el sistema respiratorio	Evite el contacto y la inhalación. Diluya con abundante agua
Oxalatos	Tóxicos	Diluya con agua y elimine
Agua regia: consiste en 4 partes de $HCl_{(conc)}$ + 1 parte de HNO_3	Los riesgos de los ácidos, más la posibilidad de formación de vapor de cloruro de nitrosilo	Trátela como al $HCl_{(conc)}$



Guía Unificada de Laboratorios

Código

FLA-23 v.00

Página

82 de 1

Sustancia	Riesgo	Método de eliminación
Óxidos y peróxidos: H_2O_2	Los óxidos y peróxidos de metales alcalinos reaccionan vigorosamente con el agua, formando soluciones alcalinas y un aerosol del hidróxido metálico en el aire	Se lava y desecha con abundante agua
Ácido clorhídrico: HCl	Vapor nocivo, causa quemaduras graves en piel, ojos y sistema respiratorio	Evite todo contacto e inhalación de sus vapores. Diluya con grandes cantidades de agua. Neutralice con carbonato sódico y lave con abundante agua
Ácido nítrico HNO_3	Causa quemaduras e irritación. Agente oxidante muy fuerte que puede producir óxidos de nitrógeno muy tóxicos	Evite el contacto y la inhalación. Diluya con abundante agua y neutralice con carbonato sódico
Ácido sulfúrico: H_2SO_4	Causa quemaduras graves y reacciona vigorosamente con el agua	Evite el contacto o la inhalación. Diluya con abundante agua y espolvoree carbonato sódico sobre cualquier derrame
Hidróxido de amonio: NH_4OH	Causa quemaduras graves; es muy corrosivo e irritante de la piel y el sistema respiratorio	Evite el contacto y la inhalación. Diluya con abundante agua
Oxalatos	Tóxicos	Diluya con agua y elimine
Agua regia: consiste en 4 partes de $HCl_{(conc)}$ + 1 parte de HNO_3	Los riesgos de los ácidos, más la posibilidad de formación de vapor de cloruro de nitrosilio	Trátela como al $HCl_{(conc.)}$