



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONÓMA DE MÉXICO FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA

Ingeniería Química Ciclo Básico

Manual de Laboratorio de Ciencia Básica III Tercer semestre

Fecha de aprobación: 27/07/ 2022

Vigente hasta 27/07/2025





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	2/ 110

Autores Edición 1977-1978

- Q. Francisca Leonora Sánchez y García Figueroa
 - Q. Jorge Rivas Montes
 - Q. Miki Otani Imura
 - Q. Yolanda García Rojas
 - Q. Encarnación María Estela Jiménez
 - I.Q. Concepción Lourdes García Pérez
 - Q. Víctor Meza Ramírez
 - I.Q. Alejando Ruiz Cancino
 - Q.I. Víctor Ontañon Moreno
 - Q.F.B. Alfonso Luna Vásquez
- Q.F.B. María de los Ángeles Torres Castellanos

Compiladores, revisores y autores 1997

- Q. Fernando A. Cantú Garza 🔏
- Q. María Teresa Mendoza Mata

Compiladoras y revisoras de la edición 2010

Q. María Teresa Mendoza Mata Q.F.B María de los Ángeles Torres Castellanos





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	3/ 110

Profesores colaboradores de la revisión, reestructuración y actualización de la versión 1

I.Q. María Alejandra Valentán González

Mtro. Alfonso Macario Luna Vásquez

Q.A. Eduardo Giles Velázquez

I.Q. Francisco Javier Mandujano Ortiz

Biol. María Eugenia Ibarra Hernández

M. en I. María Estela de la Torre Gómez Tagle

Q.F.B. Lorenzo Antonio Torres Barrientos

Q. Encarnación María Estela Jiménez

Dra. Francisca Leonora Sánchez y García Figueroa

Mtra. Eloísa Anleu Ávila

Q.F.B. Jorge Leonardo Sánchez Morales



Dra. Elisa Blanca Viñas Reyes

Dra. Ana Lilia Maldonado Arellano

Coordinación del trabajo

M. en C. Pedro Lavias Hernández

I.Q. Andrea Hernández Fernández

Dra. Ana Lilia Maldonado Arellano

Responsable de la edición electrónica

Dra. Ana Lilia Maldonado Arellano





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	4/ 110

CONTENIDO

Introducción	6
El Curso	7
Objetivos del curso	8
Unidades del Curso	10
Trabajo de Laboratorio	12
Material de laboratorio	12
I.Reglamento interno de laboratorio de ciencia básica	14
II.De los cambios de grupo	16
III.De la Asistencia	16
IV.Del uso de las instalaciones	16
V.Del trabajo en el laboratorio	16
VI.Del préstamo del material	17
VII.Criterios de Evaluación	17
VIII.Del informe	19
IX.Varios	19
Propedéutica	20
Normas fundamentales para trabajar en el laboratorio	20
Lavado de Material	24
Calibración del termómetro	25
Propedeútica	28
Problemario de Disoluciones	29
Destilación, Purificación de Disolventes	40





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	5/ 110

Cromatografía, Extracción y separación de pigmentos vegetales 48
Cristalización I 54
Cristalización II 59
Cristalización III 65
Extracción, purificación e identificación de cafeína a partir de un producto comercial té negro 68
Extracción, purificación e identificación de cafeína a partir de un producto comercial II. Café Instantáneo 74
Destilación por arrastre con vapor de agua. Separación del aceite esencial de clavo e identificación de Eugenol 81
Separación del aceite esencial de canela e Identificación del Cinamaldehído 85
Separación del aceite esencial de anís e Identificación del Anetol 91
Destilación a Baja Presión 97
Bibliografía Básica 101
Bibliografía general 102





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	6/ 110

INTRODUCCIÓN

La Química Orgánica tiene un papel muy importante para el Ingeniero Químico, puesto que en las actividades propias de la industria o en la investigación se trabaja con una serie de sustancias de origen orgánico, por ello surge la necesidad del estudio de la Química Orgánica.

En el Laboratorio de Ciencia Básica III, se trabajará con la materia prima que contiene productos orgánicos naturales o sintéticos y se enfocará preferentemente la atención hacia la praxis más que a la teoría propiamente dicha de la Química Orgánica, que ésta es estudiada, analizada y reforzada en la asignatura de Química III. Lo anterior significa que en el Laboratorio de Ciencia Básica III, el estudiantado podrá familiarizarse con el uso y manejo de sustancias orgánicas; así como en el conocimiento de las operaciones unitarias y con las técnicas más comunes y aparatos que se emplean para aislar, purificar, identificar y sintetizar productos de origen orgánico. Se pretende que mediante esta asignatura se introduzca a las alumnas y alumnos, en la parte subsecuente del uso de las sustancias orgánicas dentro de la industria como una referencia de las actividades a desempeñar en el campo laboral y la forma correcta de llevarlo a cabo.

Con la información y la práctica adquirida en este laboratorio y los dos anteriores, la etapa de preparación teórico-práctica del estudiantado de Ingeniería Química concluye y se espera que sirvan de plataforma de conocimientos para los demás laboratorios del ciclo llamado propiamente profesional, así como en el área a desempeñar profesionalmente en una empresa.

Quím. Jorge Rivas Montes / I.Q. Marisol Efigenia Flores





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	7/ 110

EL CURSO

El Laboratorio de Ciencia Básica III es una asignatura teórico-práctico de Química Orgánica general para Ingenieros Químicos, en el que, a través de una serie de experimentos diseñados para el estudiantado, se introducirán a la práctica profesional de la Química Orgánica experimental, a escala laboratorio.

En este laboratorio, el estudiantado se capacitará en la aplicación de operaciones unitarias y técnicas de uso común empleadas en los procesos para la obtención de productos químicos naturales o sintéticos a partir de la materia prima y su caracterización.

El hecho de que en este laboratorio se le dé importancia a las operaciones unitarias y técnicas básicas para la Química Orgánica, de ninguna manera significa que se pretenda impartir un curso en el ámbito de técnico. Es por ello que se busca ante todo que el estudiantado analice los fundamentos teóricos (físicos y químicos) y prácticos en que se basa cada una de las operaciones unitarias y técnicas básicas.

Es importante hacer notar que, no se trata de aplicar y estudiar la técnica per se, sino más bien de saber el cómo, el por qué y el con qué se va a efectuar el experimento, a fin de poder ejercitarse en los aspectos técnicos para obtener productos orgánicos. Lo anterior se llevará a cabo, aplicando los siguientes puntos:

- Proceso y etapas (Identificación de operaciones unitarias)
- Materias primas y/o alimentaciones.
- Reacciones químicas que se llevan a cabo.
- Productos principales.
- Subproductos.
- Residuos o "salidas".
- Materiales, equipo y servicios requeridos en cada etapa del proceso.
- Cálculo del rendimiento y cálculo de transferencia de masa de una reacción (cuando aplique).
- Aplicar las medidas de seguridad requeridas en el desarrollo del experimento
- Manejo adecuado de los reactivos.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	8/ 110

 Disposición correcta de los excedentes de reactivos, así como de los productos y subproductos obtenidos.

El laboratorio de Ciencia Básica III que se imparte en esta Facultad, tienen un total de 10 créditos y se dispone de 10 horas semanales para realizar los experimentos

El tipo de enseñanza del laboratorio de Ciencia Básica III es activa y cada unidad se revisará de acuerdo con los lineamientos que marca la propia enseñanza.

Objetivos del curso

- 1. Aplicar el Método Experimental para validar la hipótesis de los experimentos de cada unidad de que consta el curso.
- 2. Analizar previamente a la experimentación, los fundamentos teóricos de cada una de las operaciones unitarias y técnicas mencionadas.
- 3. Aplicar, de acuerdo al experimento, las operaciones unitarias y las técnicas más comunes en la Química Orgánica experimental para:
 - a) Aislar un producto natural o sintetizado
 - b) Purificar el producto aislado o sintetizado
 - c) Identificar o caracterizar el producto purificado
 - d) Almacenar y/o empacar el producto identificado
 - e) Recuperar la mayor parte posible de los reactivos empleados en las operaciones anteriores.
 - f) Mejorar la eficiencia de los procesos anteriores o proponer proyectos.
- 4. Elegir el material y equipo de laboratorio idóneo de acuerdo a la planeación del experimento en turno.
- 5. Hacer uso correctamente de:
 - a) El material
 - b) El equipo
 - c) Las sustancias empleadas en cada experimento





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	9/ 110

- 6. Elaborar los informes del trabajo experimental de acuerdo a los lineamientos seguidos en un artículo científico.
- 7. Concientizar al alumno de la importancia que representa el Laboratorio de Ciencia Básica III, en su formación profesional.

Para que estos objetivos sean logrados, será necesario que el estudiante:

- Ponga en práctica los conocimientos adquiridos en los laboratorios de Ciencia Básica I y II y en las materias teóricas. En caso de no conocer totalmente el tema se requiere que se investigue.
- 2. Comprenda perfectamente qué se va a hacer, cómo, con qué y por qué.
- 3. Consulte bibliografía específica para adquirir los conocimientos necesarios tanto de teoría como práctica.
- 4. Pregunte y aclare en la discusión de las actividades, toda duda surgida al consultar la bibliografía.
- 5. Haga uso correctamente de las técnicas propias de cada experimento.
- Maneje y aplique desde la nomenclatura para sustancias orgánicas la predicción de reacciones, los cálculos estequiométricos, hasta los conceptos para elucidar el camino mediante el cual se efectúa una determinada reacción.
- 7. Implementar las normas y hojas de datos de seguridad para evitar que el laboratorio sea un peligro potencial.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	10/ 110

UNIDADES DEL CURSO

En el Laboratorio de Ciencia Básica III se llevarán a cabo diferentes experimentos, en los que los conocimientos involucrados en ellos son acumulativos, ya que se van apoyando y relacionando de manera progresiva durante el desarrollo del semestre.

Los experimentos son los siguientes:

Propedéutica y Destilación Cromatografía y Cristalización Análisis Elemental Extracción líquido-líquido y Destilación Síntesis Orgánica

Al realizar progresivamente los experimentos se cubrirán temas relacionados con:

- 1. Normas de seguridad
- 2. Prevención de accidentes y primeros auxilios
- 3. Preparación de disoluciones
- 4. Métodos de separación de sustancias:
 - a) Extracción continua y discontinua
 - b) Destilación fraccionada
 - c) Cromatografía en capa fina y columna
- 5. Aplicación de algunas propiedades físicas para caracterizar o identificar sustancias orgánicas
- 6. Análisis químico de una sustancia orgánica
 - a) Análisis elemental orgánico
 - b) Análisis funcional orgánico
 - c) Métodos espectroscópicos
- 7. Operaciones unitarias





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	11/ 110

Bajo este rubro, se encuentran las operaciones fundamentales que permitirán al estudiantado ejecutar segura y correctamente los experimentos.

A continuación, se numeran las diferentes técnicas que se abordarán en el transcurso del semestre.

- 1. Determinación de algunas propiedades físicas:
 - a) Solubilidad
 - b) Punto de ebullición
 - c) Puntos de fusión
 - d) Índice de refracción
 - e) Densidad
- 2. Separación de una sustancia orgánica por operaciones unitarias:
 - a) Extracción
 - b) Destilación
 - c) Cromatografía
 - d) Sublimación
- 3. Purificación de una sustancia orgánica por operaciones unitarias:
 - a) Cristalización
 - b) Cromatografía
 - c) Sublimación
 - d) Destilación
- 4. Analizar o caracterizar físicamente un compuesto orgánico mediante su color, olor y apariencia (Pruebas Organolépticas).
- 5. Caracterizar un compuesto orgánico mediante un:
 - a) Análisis elemental orgánico
 - b) Análisis funcional orgánico
- 6. Identificar un compuesto orgánico mediante un:
 - a) Derivado
 - b) Cromatografía
 - c) Punto de fusión mixto





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	12/ 110

TRABAJO DE LABORATORIO

El trabajo del laboratorio de Ciencia Básica III, estará guiado por el método experimental y la enseñanza activa y se desarrollará bajo la siguiente óptica:

- 1. Investigación de las actividades de cada experimento (entregadas física o digitalmente)
- 2. Revisión y discusión de las actividades señaladas en los protocolos de los experimentos
- 3. Presentación del plan de trabajo, que incluya introducción, parte experimental como se cita en la guía para la elaboración del informe.
- 4. Realización del experimento: ¿Qué realizaré? ¿Cómo lo realizaré? ¿Con qué lo voy a llevar a cabo? ¿Qué obtendré? Proponer opciones a los imprevistos (plan B)
- 5. Discusión de los resultados obtenidos por equipos y por grupo por experimento
- 6. Entrega del informe
- 7. Aplicación del examen por bloque de experimentos o por cada experimento, de acuerdo al criterio del asesor o asesora.

Material de Laboratorio

En este laboratorio se proporcionará material propio para la experimentación orgánica. Sin embargo, cada estudiante deberá tener su material básico que se describe en la siguiente lista, en la que se incluye material adquirido para trabajar en los semestres anteriores, indicándose con un asterisco.

Cantidad	Material	Cantidad	Material
1*	Bata de algodón blanca	20	Portaobjetos
1*	Lentes de seguridad	6	Frascos goteros de 30 ml
1	Libreta o cuaderno	2	Jerga





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

	Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
Ī	SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	13/ 110

4*	Tubos de ensayo (15 cms x 1.5 cms)	10	Tubos capilares
1*	Piseta de 250 ml	0.5m*	Varilla de vidrio para hacer Agitadores
1*	Vaso de precipitados de 100 ml	1.5 m.	Manguera para vacío de pared gruesa
	Perlas de ebullición	3 m	Manguera de pared delgada
1*	Vaso de precipitados de 150 ml	1*	Vidrio de reloj de 9 cm de diámetro
2	Pliegos de papel filtro de filtración rápida	2	Pliegos de papel filtro de filtración lenta
1*	Espátula	3	Frascos ámbar para guardar sustancias, de boca ancha y con tapa de 25-30 ml de cap.
1*	Brocha pequeña		Estropajo y detergente
1*	Escobillón para lavar tubos de ensayo	1	Recipiente de plástico para sus materiales de 6 lts de capacidad
1	Paquete chico de algodón	1	Recipiente de plástico de 5 lts de capacidad
10	Ligas de diferentes tamaños	1	Recipiente de plástico de 3 lts de capacidad
1	Hilo de algodón blanco	1	Rondana de hule (de cámara de llanta)
2	Rollos de papel higiénico	3	Frascos de vidrio de 250 ml con tapa
1	Rollo chico de papel aluminio	1*	Escobillón para lavado de probetas (grande)
4	Frascos de "Gerber" de 170 grs.		





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	14/ 110

I. LINEAMIENTOS INTERNOS DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA I, II y III

- 1. Es obligatorio trabajar con equipo de protección personal: bata de algodón y manga larga, limpia que cubra hasta la rodilla, lentes o goggles, guantes (si se requieren) y calzado cerrado, no zapatillas.
- 2. Portar vestimenta que cubra la mayor parte de su cuerpo (no short, no falda corta, pantalón sin orificios, sin joyería), con cabello recogido sin excepción, sin gorra.
- 3. Al inicio del semestre (la primera semana), el profesor junto con los alumnos deberá identificar las áreas de seguridad, de material roto, de depósito de residuos y también verificará el funcionamiento de instalaciones eléctricas, gas y agua. Así mismo deberá enseñar a los alumnos el manejo de equipos e instrumentos de laboratorio y el llenado de las bitácoras que utilizarán durante el semestre. En caso de alguna falla deberá reportarlo al coordinador del ciclo básico.
- 4. Registrar el uso del equipo de laboratorio en la bitácora correspondiente supervisado por el profesor.
- Realizar la limpieza de su mesa de trabajo antes, durante y después de las actividades experimentales. Reportar al coordinador del ciclo básico y al Sistema de Gestión de la Calidad si el lugar se encontró sucio antes de iniciar el trabajo.
- 6. No trabajar fuera de horario o en otro laboratorio.
- 7. Prohibido comer, fumar e ingerir bebidas de cualquier índole dentro del laboratorio.
- 8. No llegar a laboratorio en estado inconveniente.
- Solamente se podrá utilizar teléfono celular, computadora u otro dispositivo para realizar actividades propias de laboratorio con autorización del profesor(a) a cargo del grupo.
- 10. Durante la actividad experimental, el alumno podrá utilizar un locker para el resguardo de objetos personales (bolsa, mochila, libros) colocando su propio candado y desocuparlo al finalizar su horario de clase.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	15/ 110

- 11. Se deberá consultar las hojas de seguridad y manejo de los reactivos que utilizará con la finalidad de conocer las propiedades físicas, químicas y tóxicas de los reactivos y productos que se generan.
- 12. La disposición de los residuos deberá realizarse en los espacios destinados para tal fin, identificados en color amarillo, portando la etiqueta de residuos químicos oficial, no utilizar envases de plástico de acuerdo con lo establecido en el procedimiento 06 del Sistema de Gestión de la Calidad.
- 13. No realizar experimentos sin autorización y sin asesoría del profesor(a) a cargo del grupo.
- 14. No almacenar reactivos y/o sustraerlos para uso propio.
- 15. No quedarse con material sin la autorización del profesor. Prohibido quedarse con equipo de laboratorio.
- 16. Solicitar reactivos de acuerdo a los lineamientos del CERFyS...
- 17. Todas las anotaciones deberán registrarse en una bitácora personal.
- 18. Al finalizar el curso es obligación de los alumnos desocupar las gavetas en las fechas establecidas por el CERFyS, de lo contrario serán abiertas (rompiendo los candados); el material y pertenencias que se encuentren en éstas serán puestos a disposición del jurídico.
- 19. No permanecer en el laboratorio realizando cosas ajenas a los experimentos fuera del horario de clases. Los alumnos no podrán acceder al laboratorio fuera de su horario de clase.
- 20. La supervisión del profesor(a) incluye asegurarse de la entrega de material de su grupo.
- 21. Es responsabilidad de los alumnos y profesores revisar que los servicios como gas, energía eléctrica, agua, campanas de extracción, entre otros, al final de la clase queden debidamente cerrados o apagados y la limpieza de sus mesas de trabajo.
- 22. Apegarse a los lineamientos de seguridad e higiene en cuestión de salud vigentes (cubrebocas, guantes, gel antibacterial, lavado continuo de manos, etc.)
- 23. Lavarse las manos antes de abandonar el laboratorio.
- 24. Todas las actividades realizadas en los laboratorios deberán estrictamente apegarse a este reglamento.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	16/ 110

II. DE LOS CAMBIOS DE GRUPO

1. Los cambios de grupo deberán ser oficiales.

III. DE LA ASISTENCIA

- Existe una tolerancia para la entrada al laboratorio de 15 minutos como máximo.
- 2. Se requiere un 80% de asistencia.
- 3. El alumno que permanezca en el laboratorio sin trabajar será merecedor de inasistencia

IV. DEL USO DE LAS INSTALACIONES

- 1. Es responsabilidad de todos cuidar de la conservación y preservación de las instalaciones del laboratorio.
- 2. Los profesores que trabajan en un mismo laboratorio, están autorizados a llamar la atención a los alumnos que cometan desmanes y hagan mal uso de las instalaciones.
- 3. Los laboratorios son lugares de trabajo, no de juego.

V. DEL TRABAJO EN EL LABORATORIO

- 1. Nunca escudarse en lo que dicen o hacen los demás, para justificar actos
- 2. Usar las medidas de seguridad más adecuadas, de acuerdo a cada experimento, para evitar accidentes.
- 3. Para poder realizar un experimento, éste deberá ser revisado y autorizado por el profesor.
- 4. Para hacer uso correcto de la balanza analítica es indispensable usar siempre lo siguiente:
 - a) Brocha pequeña
 - b) Recipiente adecuado para pesar (vidrio de reloj o vasos de precipitados pequeños)
 - c) Espátula pequeña





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	17/ 110

- d) Libreta para anotar
- e) Trapo para asear el área de la balanza
- 5. La balanza analítica se empleará exclusivamente para pesar cantidades menores a 1 g, caso contrario, usar la granataria.
- 6. El laboratorio contará con una cubeta y/o tambo de arena para absorber la sustancia química. En caso de accidente y/o derrame y/o fuga el profesor a cargo del grupo consultará las medidas de emergencia establecidas en las hojas de seguridad y avisará al coordinador de ciclo básico y al responsable del CERFyS. En caso necesario acudir de inmediato al consultorio médico de campus II

VI. DEL PRÉSTAMO DEL MATERIAL

- 1. No se prestará material considerado como básico.
- 2. Para el préstamo de material de laboratorio es necesario que el alumno trámite su credencial correspondiente en el CERFyS.
- Apegarse a las disposiciones del CERFyS y al Sistema de Gestión de la Calidad

VII. CRITERIOS DE EVALUACIÓN (LCBI, LCBII, LCBIII)

Para evaluar el profesor reunirá evidencias de los aprendizajes logrados por los alumnos, empleando los siguientes instrumentos:

1. Lista de control de actividades 40 - 50%

2. Exámenes Parciales 10 - 30%

3. Informes 10 - 30%

4. Otros Hasta un 10%





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	18/ 110

Lista de control de actividades:

Se evidencía con la bitácora del alumno o la lista control de actividades definidas por el profesor, se evalúa todo lo concerniente al trabajo práctico esto incluye, entre otras cosas, la aplicación del método experimental, el conocimiento teórico aplicado o generado en el experimento, la discusión de las actividades particulares de cada experimento, anteproyecto, cálculos, materiales, tareas, problemarios.

Exámenes Parciales:

Se realizará al final de cada unidad un examen parcial.

Si los criterios de evaluación son suficientes para calificar al estudiante, lo eximirá del examen ordinario.

Informes:

En el informe escrito (impreso y/o digital) se evalúan: los resultados del trabajo experimental, su discusión y conclusiones finales. La elaboración del informe sigue los lineamientos de un artículo científico. Se realizará un informe por cada experimento realizado.

Otros.

En este apartado se podrán evaluar aquellas actividades que no estén contempladas en el rubro de la lista de control de actividades.

El uso de este criterio de evaluación quedará a consideración del profesor(a).

Observación

El profesor(a) asigna el porcentaje de cada rubro que sumados deberá corresponder al 100%.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	19/ 110

VIII. DEL INFORME

- 1. El informe del trabajo experimental es individual sigue los lineamientos de un artículo científico, escrito a máquina o computadora y manuscrito.
- 2. El informe será calificado en términos de su contenido y no de su cantidad.
- 3. En caso de que el informe no tenga nota aprobatoria se tendrá que corregir para tener calificación aprobatoria.
- 4. Entregar el informe fuera de tiempo bajará su calificación.

IX. VARIOS

- 1. Cualquier problema que pudiera surgir en el desarrollo normal del curso, comunicarlo inmediatamente al coordinador del ciclo básico.
- 2.Cuando la apertura del inter laboratorio se demore más de lo razonable, comunicárselo inmediatamente al jefe de la coordinación de laboratorios (CERFyS)





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	20/ 110

PROPEDEÚTICA

AUTOR: QUIM. FERNANDO A. CANTÚ GARZA †

Se denomina propedéutica a los conocimientos previos que se necesitan para estudiar una disciplina. En el Laboratorio Química Orgánica son: normas de seguridad, primeros auxilios, manipulación: de sustancias, material y equipo de Laboratorio.

El Laboratorio es un lugar potencialmente peligroso ya que en él se manipulan líquidos inflamables, material de vidrio frágil y productos químicos tóxicos y corrosivos. La mayoría de los accidentes en el Laboratorio se deben primordialmente a la falta de previsión, mala manipulación y negligencia en seguir las normas de seguridad.

La seguridad dependerá básicamente de la conducta en el trabajo y del conocimiento previo que el alumno tenga sobre cómo evitar y saber actuar en caso de accidentes.

NORMAS FUNDAMENTALES PARA TRABAJAR EN EL LABORATORIO

- 1. Proteger los ojos siempre que se trabaje o esté en el Laboratorio ya sea con lentes de seguridad, googles o careta de seguridad para evitar proyecciones en los ojos. Los lentes de contacto especialmente los denominados de córnea son muy peligrosos ya que en casos de salpicaduras con álcalis o ácidos son difíciles de lavar rápidamente, en general no es recomendable usar lentes de contacto en el Laboratorio ya que siempre es posible sufrir salpicaduras en los ojos y no hay un medio que dé 100 por ciento de protección; en el caso de lentes de contacto del tipo duro, las explosiones son muy peligrosas ya que lesionan directamente la córnea, en caso de lentes graduados, éstos deberán de ser de vidrio endurecido e inastillables o bien de plástico resistente con protecciones laterales.
- 2. No trabajar solo en el Laboratorio. Siempre hacerlo cuando haya otra persona presente o bien esté a una distancia a la que se le pueda llamar en caso de emergencia
- 3. Trabajar siempre con bata y lentes de seguridad en el Laboratorio.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	21/ 110

ALGUNAS NORMAS QUE SE DEBEN SEGUIR

- 4. No oler directamente las sustancias, cuando se quiera oler atraer los vapores indirectamente hacia la nariz, haciendo un cuenco con la mano. El Laboratorio debe estar bien ventilado y cuando se realicen reacciones que produzcan humos o vapores tóxicos trabajar en la campana y usar trampas que <u>ELIMINEN</u> esos vapores.
- 5. No probar las sustancias utilizadas en el Laboratorio, está estrictamente prohibido comer o beber alimentos en el Laboratorio
- 6. Evitar el contacto de los productos químicos con la piel, los materiales sólidos se trasvasan usando espátulas, cuando se sufra una salpicadura de una sustancia tóxica y/o corrosiva lavar la zona afectada con mucha agua y jabón, si existe duda sobre la toxicidad, preguntar al asesor para tomar las medidas pertinentes. Para el caso particular de quemaduras, evitar que la lesión entre en contacto con sustancias tóxicas o corrosivas. Nunca usar disolventes orgánicos como acetona o alcohol para lavar lesiones causadas por compuestos orgánicos ya que aumentan su absorción en la piel, es preferible lavarse con agua y jabón.
- 7. Nunca calentar sistemas cerrados, se les debe tener abiertos a la atmósfera o bien conectado al sistema de vacío.
- 8. Al insertar una varilla, tubo, o termómetro en un tapón de corcho o hule primero hacer el orificio del tamaño adecuado, lubricar con glicerina o agua jabonosa, utilizar un trapo para proteger las manos en caso de ruptura, así también se recomienda que al insertarlo se haga dejando la mínima distancia de separación entre la mano que sostiene el tapón y la que sostiene a la varilla, tubo o. termómetro que se va a insertar.
- 9. Se deben usar zapatos cubiertos cuando se trabaja en el Laboratorio, evitar el uso de sandalias o zapatos de tipo abierto.
- 10. Las personas que tengan pelo largo, recogérselo para evitar el riesgo de que se inflame.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	22/ 110

- 11. Localizar la posición de: los extintores, puertas de emergencia, botiquín, lava ojos, regaderas de emergencia y lavadero más próximo a la zona de trabajo.
- 12. Evitar el uso de flama abierta cuando se tengan sustancias inflamables en el Laboratorio.
- 13. Cuando se manipulan líquidos inflamables observar las siguientes reglas:
 - 13.1 Nunca calentar un líquido inflamable en un recipiente abierto.
 - 13.2 El calentamiento se hace por medios indirectos ya sea utilizando una parrilla con resistencia cubierta, una canasta de calentamiento, un baño de aceite o bien para líquidos de punto de ebullición menor al agua (92.81 ° c en la ciudad de México) se puede utilizar un baño María calentando con resistencia cerrada, sumergida en el baño y en la campana.
 - 13.3 Cuando se desea concentrar o evaporar un líquido inflamable, hacerlo siempre en la campana usando calentamiento indirecto o bien usando el rotavapor.
 - Nunca agregar cuerpos de ebullición a líquidos calientes que no los contienen ya que se produciría una violenta ebullición y proyección del líquido.
 - 13.5 Cuando se calienta un líquido inflamable revisar que esté abierto a la atmósfera, que todas las conexiones estén bien y que el aparato no esté sujeto a esfuerzos (las pinzas deben tener forro de hule o plástico, se les debe apretar al toque y no al máximo ya que al calentar se dilata el vidrio y puede romperse).
 - 13.6 Cuando se está destilando un líquido inflamable nunca permitir que el goteo del destilado esté muy alejado del recipiente y de que no haya flama abierta próxima al aparato de destilación, es también importante revisar que el reóstato o variak no produzca chispas ya que esto causaría que se inflame el destilado.
 - 13.7 Esta estrictamente prohibido fumar en el laboratorio





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	23/ 110

- 14. Lubricar las juntas esmeriladas del material, siempre que se utilicen álcalis como hidróxido de sodio, potasio, u otras sustancias corrosivas o destilación a baja presión.
- 15. El ácido sulfúrico se debe diluir siempre agregando el ácido al agua y no a la inversa.
- 16. Al encender el mechero BUNSEN, asegurarse que no haya disolventes inflamables próximos y primero encender el cerillo, segundo abrir la llave del gas y tan pronto se termine de usarlo, apagarlo
- 17. Al transferir líquidos con pipetas deberá utilizarse una perilla de seguridad o émbolos de jeringa, nunca con la boca.
- 18..Los desechos de sustancias tóxicas y corrosivas, generados en los experimentos llevados a cabo en el Laboratorio, deberán de ser eliminados adecuadamente, ya sea mediante un tratamiento químico o bien colocándolos en envases adecuados correctamente etiquetados para que después sean tratados. (pedir etiquetas a la Coordinación de Laboratorios de Campus II).
- 19. Investigar otras normas de seguridad solicitadas en las actividades de propedéutica.

Para activar el servicio médico de urgencias:

- 1. Identifíquese, proporcionado su nombre y puesto.
- 2. Ubicación: Dé el mayor número de referencias posibles y las vías de acceso.
- 3. Mecanismo de lesión.
- 4. Número de lesionados.
- 5. Apoyo. Especifique si requiere de apoyo adicional de Vigilancia o Bomberos.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	24/ 110

LAVADO DE MATERIAL

Un aspecto de gran importancia en el trabajo de Laboratorio, es mantener el material de vidrio limpio y seco para así abreviar tiempo en la realización de lo experimentos y evitar impurezas provenientes de un experimento anterior. El material de vidrio se debe manipular con cuidado y no someterlo a presiones extremas ya que es frágil y costoso, así también, se recomienda a los experimentadores que tan pronto lo dejen de usar, lo enjuaguen abundantemente con agua o bien con disolvente y después con agua para que así los residuos remanentes se eliminen al máximo y sea más fácil su limpieza, cuando no se hace esta simple operación, los materiales remanentes se pegan firmemente a las paredes de los recipientes haciendo más difícil su limpieza.

Así también, cuando se emplean álcalis como sosa cáustica o potasa cáustica en el material de junta esmerilada se debe desensamblar el aparato tan pronto como sea posible y enjuagarlo de inmediato para evitar que estos álcalis ataquen al vidrio, dañándolo permanentemente, o bien las uniones del material esmerilado vayan a quedar soldadas permanentemente, causando una pérdida del material involucrado.

En el lavado de material se utilizan diversos métodos, desde el más simple y comúnmente usado para lavar los platos empleando agua, jabón o polvo limpiador y zacate: una mezcla que da excelentes resultados en el Laboratorio es utilizar polvo limpiador con acetona. Para casos más difíciles se pueden utilizar mezclas de disolventes o bien mezclas ácidas como agua regia o la famosa mezcla crómica que debe su poder limpiador a su gran capacidad oxidante; ésta se prepara con 35 mL de una disolución saturada de dicromato de sodio o de potasio en un

litro de ácido sulfúrico concentrado (al preparar la mezcla se debe agregar el ácido a la disolución saturada y no a la inversa, ya que se producirían proyecciones, se recomienda que al prepararla o bien al utilizarla se deben usar lentes de seguridad, goggles; o careta de seguridad, guantes de neopreno y pinzas). Cabe señalar, que al agregar la mezcla crómica a un recipiente éste debe estar perfectamente escurrido, una vez terminado el lavado con la mezcla crómica es necesario enjuagar profusamente para eliminar los residuos ácidos y de sales crómicas, actualmente no se recomienda esta mezcla por su alta toxicidad, (cancerígena).

El secado del material de vidrio se puede hacer básicamente de varias formas: ya sea dejándolo escurrir por varias horas a temperatura ambiente, enjuagándolo con





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	25/ 110

un disolvente como acetona, etanol, o bien utilizando una estufa a 110 °C. Una vez seco se recomienda cubrir el material con una capucha de papel de aluminio para evitar que se acumule el polvo dentro de él, y que esté listo para usarse de inmediato.

Investigar otras mezclas limpiadoras (Unidad Propedéutica).

CALIBRACION DEL TERMÓMETRO POR MEDIO DE LA DETERMINACIÓN DE SUS PUNTOS FIJOS

AUTOR: QUIM. FERNANDO A. CANTÚ GARZA †

Los puntos fijos del termómetro en escala centígrada, son el punto superior que corresponde al punto de ebullición del agua a la presión barométrica del lugar (100 $^{\circ}$ C al nivel del mar 760 mm Hg, 92.8 $^{\circ}$ C en la ciudad de México 585 mm Hg) Y el punto inferior que corresponde al punto de congelación del agua pura 0 $^{\circ}$ C. Una vez obtenidos estos puntos fijos, es fácil corregir las lecturas del termómetro usando el factor de grado (f) o sea el valor verdadero de cada división del termómetro. Si se designa a T como la temperatura, se .puede encontrar fácilmente en el manual de la Chemical Rubber Company (C.R.C.) corregida para la presión de la Ciudad de México a 585 mm Hg, a Tl la lectura termométrica del punto superior y a T2 a la del punto inferior. Aplicando la siguiente ecuación se tendrá lo que cada división o grado del termómetro vale realmente.

$$f = \frac{T}{T_1 - T_2}$$
 Donde f es el factor de grado. Ec (l)

Por ejemplo, al determinar los puntos fijos de un termómetro, se encontraron los siguientes valores: T = 92.8 $^{\circ}$ C que corresponde a la temperatura de ebullición del agua en la Ciudad de México a 585 mm Hg, TI = 92,3 $^{\circ}$ C punto superior y T2 = 0.5 C punto inferior.

Aplicando la ecuación I tenemos que:

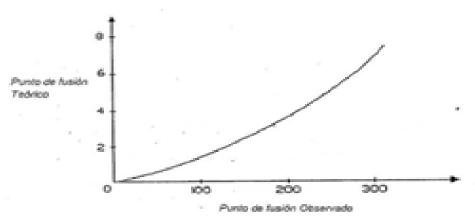




MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	26/ 110

$$f = \frac{92.8}{92.3 - 0.5} = 1.011$$



El factor de grado calculado presenta un valor de 1.011 lo que significa que cada división es mayor a la unidad en 0.011. Por lo tanto, para obtener lecturas correctas de la temperatura en ese termómetro calibrado se debe multiplicar por dicho factor. Por ejemplo, si la lectura observada es de 50 °C el valor real de la temperatura será de 50.550C.

CORRECCIÓN EN LA DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE FUSIÓN (p.f.)
AUTOR: QUIM. FERNANDO A. CANTÚ GARZA. †

Los puntos de fusión determinados en el Laboratorio por lo general difieren con los valores informados en la literatura, esto se debe a varias causas de error, entre ellas están: la calibración, del termómetro, exceso de muestra al determinar el p.f., calentamiento muy rápido, error de paralaje, etc.

Para la calibración del termómetro se hace una gráfica como se muestra en la figura I.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	27/ 110

Esta gráfica puede ser obtenida determinando cuidadosamente los puntos de fusión de una serie de compuestos de p.f. conocidos y comparando su punto de fusión experimental con el informado en la literatura.

<u>Punto de fusión</u> (p.f.) Es la temperatura a la cual un sólido, se encuentra en equilibrio con el líquido.

El punto de fusión, se determina en el momento en que empieza a fundir el primer cristal y se termina, cuando el último cristal funde, el criterio de pureza, se considera en un intervalo de 0.5 a 1.0 OC.

Si las sustancias están impuras, el p.f. se abate o sea es menor al informado en la literatura, además su intervalo de fusión será más amplio (mayor a un grado Celsius).

Las sustancias empleadas para la calibración deberán ser puras y, estar secas para obtener buenos resultados, obviamente la curva de calibración se aplicará sólo al Instrumento y termómetro usado en el experimento.

Sustancia	Merck Index
p-diclorobenceno	53.5 °C
m-dinitrobenceno	89-90 °C
Acetanilida	113-115°C
Ácido benzoico	122.4°C
Ácido salicílico	157-159°C
3,5-	205-207°C
dinitrobenzoico	
p-nitrobenzoico	242.4°C
Semidifenilurea	238°C

A continuación se sugieren una serie de sustancias para la calibración:





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	28/ 110

PROPEDEUTICA

OBJETIVOS

- Adquirir un criterio sobre prevención de accidentes
- Administrar los primeros auxilios.
- Reconocer los diferentes tipos de para su uso apropiado.
- Resolver problemas referentes a la preparación de disoluciones expresadas en diferentes tipos de concentración,
- Aplicar las diferentes técnicas de lavado y secado para el material de vidrio en forma correcta.

ACTIVIDADES: El alumno realizará una investigación bibliográfica sobre:

- 1. Normas de seguridad en el Laboratorio, botiquín de primeros auxilios.
- 2. Primeros auxilios en caso de quemaduras con compuestos orgánicos inorgánicos por ingestión, en la piel y en los ojos. Asimismo, con fuego (mechero, parrilla, etc.).
- 3. Lavado y secado de material de vidrio, disoluciones limpiadoras, qué son, cómo se preparan y una secuencia para su uso, cómo se eliminan manchas específicas como de: Mn02, 12, Fe203, grasa, carbón, etc.
- 4. Tipos o clases de incendios (A, B, C, D y E) y diferentes tipos de extintores, sustancias extinguidoras, triángulo y tetraedro del fuego.
- 5. Antídoto Universal, Emético y Emoliente ejemplos, cuándo y cómo se usan.
- 6. Cómo se desechan los residuos tóxicos y corrosivos de sustancias líquidas y sólidas de compuestos orgánicos e inorgánicos en el Laboratorio, así como disoluciones de estos últimos.
- 7. Que es un reactivo R.A., Q.P., Grado técnico, Grado espectro, etc., ejemplos de éstos y cuándo se usan.
- 8. Como trasvasar líquidos o sólidos orgánicos e inorgánicos.
- 9. Manejo de material de vidrio: cómo insertar una varilla o un termómetro a un tapón de corcho o de hule. Cortes de tubo y varilla de vidrio, cómo desechar padecería de vidrio o material roto.
- 10. Preparación de disoluciones valoradas: normales, molares, molales, osmomolares osmomolales y porcentuales (%P/P, %PN, %V/P y %V/V) definición, fórmula con unidades cada una.
- 11. Resolución de problemas anexos a este manual.
- 12. Tratamiento del tezontle para ser usado como cuerpos de ebullición,





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	29/ 110

PROBLEMARIO DE DISOLUCIONES

AUTOR: MARIA TERESA MENDOZA MATA

Resolver y entregar en el informe de destilación y purificación de disolventes.

- Indique la masa del soluto y el volumen de agua que se requieran pata preparar las siguientes disoluciones:
- a) 180 g de una disolución de KOH al 4%
- b) 250 mL de una disolución de CaC12 al 40% con una densidad de 1.40 g/mL.

R = a) 7.2 g de soluto, 172.8 mL de agua b) 140 g de soluto, 210 mL de agua

2. ¿Cuántas moles de ácido están presentes en 75 ml de H3POa a 85% cuya densidad es de 1.685 g/mL?

R= 1,0961 moles de ácido.

3. Una disolución que se prepara mezclando 20 mL de metanol (CH30H) y 80 mL de agua, tiene una densidad de 0.9717 g/mL. Si a la misma temperatura el agua y el metanol tienen las densidades de 0.9982 g/mL y 0.7917 g/mL, respectivamente, calcule los porcentajes: peso/peso, volumen/volumen y molar del metanol en la disolución.

Nota: la disolución sufre contracción de volumen, (disminuye el volumen)

R= 16.6% p/p de MeOH por peso 20.3% v/v de MeOH por vol. y 10.0% molar de MeOH

- 4. Determine la molaridad de las siguientes disoluciones:
 - a) 15 g de NaOH en 3.5 L b) 5.2 g de H2S04 en 30 mL.

R: a) 0.1071 M b) 1.7687 M

5, Determine las cantidades de soluto necesarias para preparar:





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	30/ 110

a) Tres litros de Na2S04 0,35 M b) 0.3 litros de KCI 2.5 M

R= a) 149.1420 g b) 55.9200 g

NOTA: Cuando no se especifica qué tipo de por ciento es, se trata de % p/p, la densidad del agua es de 1 g/mL, las disoluciones se comportan de manera ideal, no habiendo contracción de volumen a excepción de que se indique lo contrario en un caso particular.

6. ¿Cuál es la normalidad de una disolución de NaOH que tiene 36%p/p de NaOH cuya densidad es igual 1.39 g/mL?

R= 12.5100 N

7. ¿Qué porciento p/p tiene una disolución de HCI cuya densidad es 1,018 g/mL y una concentración de 40.76 g/L?

R = 40% p/p

8. ¿Cuál es la concentración en g/mL de una disolución de KOH 0.05 N?

R = 0.0028 g/mL.

9. Se tiene una disolución de HCI 0.119 N y otra 0.0897 N del mismo ácido. ¿Qué volumen de cada disolución se debe emplear para preparar 4 litros de una disolución exactamente 0.1 N?

R: Vi = 1,4061 L Nt = 0.1190 N = 2.5939 L N2 = 0.0897 N

I0. ¿Cuántos gramos de hidróxido de sodio con 73% p/p de NaOH se deben disolver en 5 litros para que la disolución sea 0.5 N?

R= 136,9863 g

11. Se tienen 535.5 g de una disolución con 50.10% p/p de NaOH ¿Cuántos gramos de otra disolución con 1.20º/0 p/p de NaOH se deberán agregar para que la disolución final contenga 40% p/p de NaOH?





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	31/ 110

R = 139.3956 g

12. Se tienen 25 litros de una disolución con 12 g/l— ¿Qué volumen se debe agregar de otra disolución con 45 g/L si se desea que la disolución final tenga 20 g/L?

R=8 L

13. A 400 mL de disolución 0.2 N de HCl se le agregan 20 g de Cloruro de hidrógeno aumentando el volumen de la disolución 16 mL. ¿Cuál será la normalidad resultante?

R= 1.5095 N

14. una disolución contiene 40.1 g de NaCl, 20.2 g de CH30H y 100.2 g de agua. Calcule el porcentaje por peso de cada componente.

R: 25.0% NaCl, 12.6% CH30H y 62.4% de 1420.

- 15 Calcula la molaridad y la molalidad del cloruro de sodio NaCl y MeOH para la disolución descrita en el problema (14) ;d= 1.010g/Ml.
- R= 4.6979 M NaCl 6.8410 m de NaCl
 - 4.3263 M MeOH 6.2999 m MeOH
 - 16 El H2SO4 concentrado tiene una densidad de 1.98 g/ml y una pureza de 98% p/p

Calcule la: Normalidad, molaridad, molalidad, %p/v, %v/v, %v/p. N

R = 39.6 N, 19.8 M, 500 m, 194.06 % p/v, 96.04 % v/v 48.5 % v/p

17 Calcular el volumen de HCl al 36% en peso , densidad 1.8 g/ml que se necesita para preparar:

500Ml de HCl al 20% en peso d= 1.10 g/ml

R= 259.0ml de HCL





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobació	ón Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML0	5 27/07/2022	1	32/ 110

18 calcule el %p/v ,%v/v, %v/p de una solución de HCl concentrado de 37% P/P de pureza y una densidad 1.19 g/ml.

R = 25.0 % v/v, 44.0 % P/v, 21.0 % V/p

19. ¿Cuántos mL de HCI 0,5 N reaccionarán completamente con 0.51 g de CaC03 de 96%P/p?

R=10.6 mL

20. Si se disuelven 45 g de ácido sulfúrico de 75% a 2 litros ¿cuál es la normalidad de la disolución obtenida?

R= 0.3444 N

- 21. Calcule la masa de soluto de sustancia y el volumen de disolvente para preparar:
- a) 250 mL de NaOH al 20% P/p, d 1.2191 g/mL
- b) 125 mL de KOH al 2.6% P/p, d = 1.022 g/mL
- c) 100 de NazC03, al 12%P/p, d = 1.1244 g/mL.

R= a) 60.9550 g + 243,8200 g de H20, o aforar a 250 mL

- b) 33215 g + 124.4285 g de H20, o aforar a 125 mL
- c) 13.4928 g + 98.9472 g de H20, o aforara 100 mL
- 22. ¿Qué peso de cada uno de los siguientes compuestos se requiere para preparar 1 L de una solución 0.6 M de: a) CH3COONH4 b) Al (NO3)9H2O c) CuS045H2O, y d) FeC124H2O?

R= a) 69.3720 g, b) 337.6260 g, c) 224.7120g d) 1789290 g

23. ¿Cuántos gramos de HCI con 36 % P/p de HCI se deben disolver a 2.0 L para que la disolución sea 2 N?

R= 405.5556 g de HCI





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	33/ 110

24. ¿Cuántos gramos de NaOH se necesitan para preparar 600 mL de disolución 0.32

N?

R= 7.6800 g de NaOH

25. Disolviendo 60 g de NaOH en agua hasta hacer un volumen de 1000 mL ¿Qué normalidad resulta?

R = 1.5000 N

26. A 50 g de H2S04 se les agrega agua hasta llegar a un volumen de 600 mL ¿Qué normalidad tendrá la disolución preparada?

R= 1.7007 N

27. Calcule la concentración. de una sal en una disolución, en tanto por ciento, suponiendo que se ha preparado diluyendo 200 g de disolución del 40% con 800 mL de agua.

R=8.0%

28 Calcule. la concentración, en tanto por ciento $%^P/p$ y de ácido nítrico, en una disolución preparada mezclando 400 mL de agua y 200 mL de ácido nítrico concentrado (d = 1,4 g/mL. concentración 63%P/p).

R = 25.9% p/p y 29.4% P/v

29. ¿Qué porciento de CaCb tiene una disolución cuya densidad es d = 1.066 g/mL y una concentración de 85.3 g/L?

R = 8.0%

30, Calcule la concentración final, si se mezclan 100 g, de NaOH de 40% con
 200 g de otra disolución de NaOH al 20% ambas p/p

R: 26.7 %





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	34/ 110

31. Calcule la concentración de KOH, si 90 kg de una disolución de KOH de un 42% p/p

Se diluyen con 135 kg de agua.

R=16.8%

32. Numerosos blanqueadores para lavandería usan hipoclorito de sodio o de calcio como ingrediente activo. El "Clorox", por ejemplo contiene aproximadamente 52 g . NaOCI/L de disolución. ¿Cuál es la molaridad de está disolución?

R = 0.6986 M

33. El ácido láctico es el responsable del sabor ácido del "yoghurti". La reacción de este ácido con el agua de Cal puede expresarse por:

¿Qué volumen de una disolución de Ca(OH)2 0.125 M se requiere para neutralizar todo el ácido láctico contenido en 3.5 L de una disolución 0.650 M?

R = 9.1 L

34. ¿Cuál es la molalidad de una disolución preparada disolviendo 30.0 g de urea CO(NH2)2 en 600 ml- de agua?

 $R = 0.8325 \, \text{m}$

- 35. Calcule la normalidad de las siguientes disoluciones acuosas:
- a) Una disolución 4.0 m de H2S04, con una densidad de 1.20 g/mL
- b) Una disolución de NaOH al 20% PIP y d = 1.22 g/mL

R = a) 88966 N b) 6.1000 N.

36. Se quiere hacer una disolución acuosa al 30% de sacarosa, ¿cuántos gramos de azúcar y cuántos gramos de agua habrá que utilizar para preparar un kilogramo de disolución?





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	35/ 110

R= 300 g de la sustancia en 700 g de agua.

37. ¿Cuántos gramos de H2S04 hay en 0.050 L de una disolución 0.50 M?

R = 2.4500 g

38. Calcule la cantidad de mL de NaOH 2.5 N necesarios para neutralizar completamente IO mL de H2S04 la cual tiene una gravedad especifica de 1.84 y una pureza del 98% ^P/p

R = 147.2 mL

39. En una disolución de HCI estandarizada fue encontrado que 28.5 ml del ácido reaccionaron completamente con 0.40 g de Na2C03 puro. ¿Cuál es la normalidad de la disolución ácida?

R= 0.2ô48 N

40. ¿Qué peso en gramos de CaC03 serán necesarios para reaccionar completamente con 25 mL de una disolución de H2S04 0.225 N?

R = 0.2815 g

41, ¿Cuántos mL de H2S04 2.5 N neutralizarán completamente a otra disolución que contiene 0.25 g de NaOH (85% de pureza)?

R = 2.1 rnL

42. Calcule el peso de sulfato de plomo (PbS04) obtenido por la acción del H2S04 en exceso sobre 47 mL de Pb(CH3CO2)2 0.5 N

R: 3.5632 g

43. Calcule la normalidad de 50.0 mol de HN03 el cual fue neutralizado por 48.5 mL de KOH 0.4N.

R = 0.3880 N





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	36/ 110

- 44. Una disolución, contiene 15 g de CaC12 en un volumen total de 190 ml; exprese esto en. los siguientes términos (si no se puede diga que datos le hacen faltan. a)
 - R = a) 78.9474 g/L b) Hace falta la densidad de la disolución.
 - C) 7.9%P/V
- d) 0,7113 M..
- 45. ¿Cuántos mL de agua son requeridos para preparar 60 mL de H2S04 9 N si se parte de H2S04 18 M?

R=45 mL

- 46. ¿Cuántos ml- de KOH 0.4 N serán necesarios para neutralizar IO mL de los siguientes ácidos: a) HCI 0.1 N, b) H3P04 0.05 N, c) H2S04 0.1 N y d) HN03 1 N?
- R = a) 2.5, b) 1,25, c) 2.5, d) 25
- 47. ¿Cuántos mL de HCI 1,2 N reaccionarán completamente con una disolución que contiene 0.267 g de Na2C03 puros?

R: 4.2 MI

48. Si 20.0 mL de una disolución de H2S04 reaccionan completamente con 0.265 g de Na2C03, calcule la normalidad del ácido.

R = 0.2500 N

- 49. ¿Cuántos mL de HCI 0.5 N reaccionarán completamente con 0.5 g de CaC03 96%
- R) 19.6 rnL
- 50.¿Qué volumen de H2S04 36 N serán necesarios para preparar 30 mL de H2S04 1.2N?

R=1 mL

51. ¿Qué cantidad de agua se' necesitará adicionar a 700 mL de una disolución de H2S04 1.2 N para que la concentración final sea 1.0 N?





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	37/ 110

R = 140 mL de agua

52. ¿Cuántos mL de disolución de NaOH 8 N se necesitarán para preparar: a) 1000 mL de una disolución 0.25 N, b) 1000 mL de disolución al 5%? Si faltan datos indíquelo.

R = a) 31.3 mL b) falta la densidad.

53. ¿Cuál es el tanto por ciento de H2S04 en una disolución IO N (cuya d= 1,29 g/mL?.

R = 38 %

54. ¿Cuántos gramos de HCI habrá en un equivalente gramo de HCI?

R = 36.5 g

55.Se tienen 0.15 moles de H2S04 ¿Cuántos equivalentes gramo se tienen para la reacción completa?

R = 0.30 equivalentes gramo.

56.En 0.15 moles de H3P04. Para la reacción completa, ¿cuántos gramos de H3P04 se tienen?.

R = 14.7000 g

57: ¿Cuántos equivalentes gramo hay en I ,0000 g de HCI?

R = 0.0274 equivalentes gramo

58. se tienen 3.65g de H2SO4 ¿ A cuántos equivalentes gramo equivale esta cantidad para una reacción compleja?

R=0.0745 equivalentes gramo

59. ¿Cuántos equivalentes gramo son 3.66x1022 moléculas de HCL?





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	38/ 110

R=0.0608

60. Nos dan 20.5g de una acido desconocido, dicha cantidad produce 2.05x1022 H^+ ¿Cuál es el peso

de un equivalente gramo del ácido desconocido? Nº de Avogadro 6.023x1023

R=602.200g

61.Se nos dan 2.00g de NaOH ¿ cuantos equivalentes gramo base son?

R=0.0500 equivalentes gramo

62.¿Para la reacción completa de 2g de Ca(OH)2 ¿ Cuantos equivalentes gramo de la base

Intervienen?

R=0.0540 equivalentes gramo

63. Una base desconocida produce 0.030 moles de OH por 0.78 g de base ¿ cuál es el peso

equivalente en gramo base?

R= 26 equivalentes gramo

64. Se nos dan 0.032 equivalente gramo de HCl ¿Cuántos equivalentes gramo de una base X

Necesitamos para neutralizarlos?

R= 0.032 equivalentes gramo

65. si nos dan 0.206 equivalentes de Ca(OH)2 y suponiendo que la reaccion es completa.

¿Cuántos gramos de H3 PO4 haran falta para neutralizarlo?

R=6.7293q

66. Si nos dan 0.206 equivalentes de Ca(OH)2 y suponiendo que la reacción es completa. ¿Cuántos gramos de 1-13 P04 harán falta para neutralizarlos? .

R = 6.7293 g





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	39/ 110

¿Cuál es el peso de un equivalente gramo de H3P04 en cada una de las siguientes reacciones?

$$H_3PO_4 + NaOH$$
 \longrightarrow $NaH_2PO_4 + H_2O$ $R= 32:6433 g$ $H_3PO_4 + 2 NaOH$ \longrightarrow $Na_2HPO_4 + H_2O$ $R= 48.9650 g$ $R= 97.9300 g$

68. Una disolución se prepara a 25 ⁵ C mezclando 15 g de sulfato de sodio con 125 mLde agua. Considerando que la densidad del agua a esa temperatura es de 1.0 g/mL ¿Cuál es la molalidad del sulfato de sodio en disolución?

R = 0.8448 m

69. ¿Cuántos gramos de NaCl hay en 60 g, de una disolución de cloruro de sodio al 15% en agua?

R = 9.0 g

70. ¿Cuántos gramos de azúcar deberán ser disueltos en 60 g. de agua para preparar.

una disolución al 25%?

R 20 g•

71. Una disolución de H2S04 tiene una densidad de 1.343 g/mL 44% pureza PIP ¿Cuántos gramos de H2S04 contienen 60 mL de esta disolución?

R = 35.4552 g





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	40/ 110

DESTILACIÓN, PURIFICACIÓN DE DISOLVENTES

Autor Fernando A. Cantú Garza.†

OBJETIVOS

- Aplicar al disolvente elegido o asignado el tratamiento previo para eliminar las impurezas más abundantes, indicando las reacciones que se llevan a cabo en el proceso de purificación y de detección de las impurezas.
- Escribir las reacciones que se llevan a cabo en el proceso de síntesis del disolvente
- Purificar por medio de destilación, los disolventes más comunes empleados en el Laboratorio después de tratamiento previo.
- Reconocer las diferentes fracciones en una destilación: cabeza, corazón y cola.
- Diferenciar cuándo debe de usarse una destilación simple, una fraccionada y una a baja presión.

INTRODUCCIÓN

EL método tradicional para separar. Y purificar" compuestos "líquidos, es la destilación Actualmente, continúa siendo el método a "elegir" para purificar líquidos. La industria petrolera utiliza esta técnica para separar los diferentes componentes del petróleo crudo, también en la industria de preparación de bebidas alcohólicas como whisky, vodka, tequila, etc.

La técnica de destilación, es útil para separar mezclas de compuestos con diferente punto de ebullición y consiste en la vaporización del líquido por calentamiento, condensación de dicho vapor y recolección del condensado en otro recipiente. La recolección del condensado se hace de acuerdo con las lecturas de la temperatura; intervalos cortos de ± 2 °C indica alta pureza, en cambio intervalos amplios de 5 °C o más indica que la pureza del destilado es baja, El uso de disolventes puros en las operaciones tanto de rutina como de investigación en el Laboratorio de Química Orgánica es, de gran importancia ya que evita introducir impurezas. Las técnicas





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	41/ 110

.de destilación que se aplicarán en este experimento serán: Destilación simple y fraccionada.

ACTIVIDADES

El alumno realizará una investigación bibliográfica sobre:

- 1. Usos y generalidades de la destilación simple y fraccionada, fundamentos teóricos.
- 2. Interpretación gráfica de la Destilación Fraccionada.
- 3. Forma de montar los aparatos para la destilación simple y fraccionada, esquemas con los nombres de las partes que la integran.
- 4. Factor de enriquecimiento, plato teórico y la fórmula para el número de platos teóricos.
- 5. Punto de ebullición, corrección con respecto a la presión, ecuación de Clausius Clapeyron y Nomograma.
- 6. Efecto de los solutos no volátiles y volátiles en la temperatura de ebullición, gráfica de estos, ejemplos.
- 7. Ley de Raoult, disoluciones ideales, desviaciones negativas y positivas a la ley (gráficas de P vs C, T vs C) punto de burbuja, punto de rocío, isoterma, isópleta, isobara e isocora.
- 8. Azeótropo definición y cinco ejemplos de cada tipo de éstos. Diferentes técnicas para romperlos.
- 9. Presión <u>de vapor y v</u>olatilidad, (ver video NO 97 en la
- 10. Concepto de Reflujo. cuando se usa y esquema del aparato.
 - 11. Diferentes tipos de condensadores, Trampas de Dean Stark, Dean Stark invertida, de Barret, sus usos y, esquemas de éstos.
- 12. Diferentes tipos de columnas de fraccionamiento; efectividad de éstas y esquemas.
- 13. Fuentes de calentamiento directas e indirectas y sus usos.
- 14. Diferentes tipos de cuerpos de ebullición y sus usos.
- 15. Tipos de lubricantes empleados en el Laboratorio para las juntas esmeriladas, según el tipo de operación efectuada.
- 16. Agentes Desecantes Tabla II.
- 17. ¿Qué es un agente desecante?
- 18. Importancia del secado.
- 19. Secado por medios mecánicos





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	42/ 110

- 20. Agentes desecantes químicas, condiciones que éstos deben reunir para ser buenos desecantes.
- 21. Términos: Delicuescente, Higroscópico y Efluorescente,
- 22. Disolventes activos, usos y ejemplos.
- 23. Emulsión y cómo romperla.
- 24. Métodos de preparación y tratamientos previos para purificación de los disolventes de uso común en el Laboratorio de Química Orgánica: Metanol, etanol, acetona, acetato de etilo, cloroformo, éter etílico, tolueno, benceno, hexano, heptano, cloruro de metileno, dicloroetano, etc., reacciones que se llevan a cabo en la detección de impurezas y en el tratamiento previo, extracción con disolventes activos para eliminación de las impurezas más importantes, emulsiones y cómo se rompen y purificación de los disolventes por destilación.
- 25. Escriba los datos de los disolventes y desecantes que se piden en las tablas l "-II.
- 26. Discutirá los puntos anteriores antes de realizar la práctica.
- 27. Elaborará un proyecto que incluya: Resumen, Objetivo, Hipótesis, 'Variable dependiente e independiente, Material, Reactivos y su costo (consultar el catálogo de Aldrich), Diagramas de bloque, Esquemas de los aparatos.
- 28. Desarrollará la práctica considerando que cada alumno en forma individual o por equipo y con base en los puntos discutidos se procederá a purificar por destilación 150 mL del (los) disolvente (s) asignado(s); cada 5 mL. anotará la temperatura para hacer una gráfica de volumen con respecto a temperatura, indicando en ella cada una -de las partes de la destilación y calculará el rendimiento práctico.
- 29. Entregar al asesor, el disolvente(s) puro debidamente etiquetado, nombre del compuesto, p. eb. d, n °, nombre del equipo, grupo y fecha en un recipiente adecuad

Ref.					





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	43/ 110

Formula y nombre	Propiedade s ísicas PM,pe,d,n ^D , ɛ,ΔH,Pf	Método de preparació n industrial. Reacciones	Impureza y detección, reacciones que se efectúan	Tratamiento previo para purificar, reacciones que se efectúan v	Miscibilida d con agua y flash point	Toxicidad	Precauciones
Metanol CH3OH							
Etanol C2H5OH							
Acetona C3H6O							
Acetato de etilo							
Cloroformo CHCl3							
Éter etílico (C2H5)2O							
Benceno C6H6							
Hexano C6H14							
Cloruro de metileno							
Dicloroetan o C2H4CI2							





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	44/ 110





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	45/ 110

Sodio	Potasio	Magnesio	Pentoxido de fosfato	Hidruro de calcio	Silica	Alúmina	Tetrahidrur o de litio y aluminio

CUESTIONARIO

Resolver y anexar al informe

- 1. ¿Qué es un disolvente?
- 2. ¿Cómo puede saberse si la purificación por destilación se ha logrado?
- 3. ¿En qué casos se utiliza una destilación en condiciones anhidras y cómo puede llevarse a cabo? Dibuje el esquema del aparato.
- 4. Dé un ejemplo de cada tipo de sustancias desecadoras (ácidos, bases y sales)
- 5. ¿Cómo puede controlarse la ebullición de un líquido?





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	46/ 110

- 6. ¿Cuántos tipos de destilación hay?, ¿en qué caso se usa cada una? , esquemas de los aparatos, indicando los nombres de las partes que integran al aparato.
- 7. ¿Qué es una mezcla azeotrópica?, dé ejemplos de éstas. Escribir tres métodos para romper los azeotropo.
- 8. ¿Qué es presión de vapor de un líquido?
- 9. Si un líquido presenta un punto de ebullición de 35°C y otro de 77°C, ¿cuál presentará mayor presión de vapor? Explíquese.
- 10. Se va a destilar cloroformo sobre cloruro de calcio, éste actuará como soluto no volátil, si o no explíquese.
- 11. ¿Cuándo se dice que un líquido está en reflujo?
- 12. Explique su fundamento teórico y dibuje los aparatos para eliminar mecánicamente el agua de un disolvente parcialmente miscible con ella que: a) es menos denso que el, agua y b) es más denso que el agua
- 13. ¿Cómo sabe que en una destilación está saliendo la fracción cabeza, corazón y cola?
- 14. Durante la destilación fraccionada "usualmente se aísla la columna; ¿con qué finalidad 'se hace esto?
- 15. ¿Cómo sabría que un líquido se descompuso al destilarlo?
- 16. ¿Quién presentará un punto de ebullición mayor: Compuestos polares o compuestos no polares, explíquese.
- 17. ¿Cómo podría determinar el punto de ebullición de un compuesto que hierve a-650C?
- 18. ¿Cuál es la razón de que la alimentación de agua en un refrigerante se haga siempre por la parte de abajo?
- 19. ¿Cuándo es recomendable usar un refrigerante de aire?
- 20. ¿Qué función tienen los cuerpos de ebullición al calentar un líquido?
- 21. ¿Qué significa el término higroscópico, delicuescente y eflorescente?, dé un ejemplo para cada caso.
- 22. ¿Por qué cuando se enfría un líquido cuya ebullición se controla con cuerpos de ebullición, se recomienda agregar otros nuevos? Explique:
- 23. ¿Qué tipo de lubricante(s) usaría para los siguientes casos: Destilación de Benceno, reflujo de etanol en medio alcalino con NaOH y destilación a baja presión de Eugenol
- 24. Describa los métodos para purificar cada uno los disolventes de la Tabla I por





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	47/ 110

25. El punto de ebullición del cloroformo a 760mmfh es de 61.2°C ¿qué punto de ebullición presentara a 585 mmHg (calcule la ecuación de clapeyron)





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	48/ 110

CROMATOGRAFÍA

EXTRACCIÓN Y SEPARACIÓN DE PIGMENTOS VEGETALES

AUTORES. FERNANDO A. CANTÚ GARZA †, QUÍM. MA. TERESA MENDOZA MATA

OBJETIVOS

- Extraer el pigmento de un producto natural asignado por el profesor haciendo 'uso de la técnica más adecuada.
- Elegir mediante cromatografía en capa delgada el eluyente o mezcla de eluyentes adecuados para separar los diferentes pigmentos de un producto natural por cromatografía en columna.
- Separar por medio de cromatografía en columna los. Pigmentos vegetales.
- Verificar por cromatografía en capa delgada que se logró la separación de los pigmentos en cromatografía en columna.
- Utilizar reveladores físicos y químicos.

INTRODUCCIÓN AL EXPERIMENTO.

La cromatografía es un método que permite separar los componentes de una mezcla de compuestos por distribución entre dos fases, ' una de las cuales es móvil y la otra estacionaria. La fase estacionaria puede ser un sólido o un líquido, este último debe de estar inmóvil sobre un soporte inerte. La fase móvil puede ser un líquido o un gas. Dependiendo de la naturaleza de las fases usadas; la cromatografía puede clasificarse en varios tipos: sólido-líquido, liquido-líquido, sólido-gas y líquido-gas; por esta diversidad la cromatografía en las últimas décadas ha adquirido un gran valor, ya que su empleo ha contribuido no solo a la identificación sino también al aislamiento de compuestos que son de origen biológico; aún en cantidades muy pequeñas, dichos compuestos generalmente poseen propiedades físicas y químicas muy semejantes; siendo muy difícil por otras técnicas conseguir tales resultados. Por lo que, al enfrentarse con el problema de separar una mezcla completamente desconocida lo mejor es emplear un ensayo cromatográfico por medio de la cromatografía en capa fina, la cual dará detalles acerca de la complejidad de la mezcla a separar. La cromatografía en capa delgada





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	49/ 110

es uno de los métodos analíticos más sencillos ya que se utiliza poca cantidad de muestra, pues es sensible en alto grado y requiere de poco tiempo para separar compuestos estructuralmente muy parecidos. Los resultados de la cromatografía en capa delgada •son muy valiosos pues ayudan a seleccionar el adsorbente y eluyentes adecuados que puedan ser empleados para una separación de cromatografía en columna. Para obtener buenos resultados de la cromatografía en columna, se deben seleccionar perfectamente las variables de las cuales depende la separación en bandas de los compuestos de la mezcla.

Debido a la alta sensibilidad de estas técnicas, son de gran importancia en ciencias químicas, biológicas y médicas, además de utilizarse mucho en la industria.

ACTIVIDADES

El alumno realizará una investigación bibliográfica concerniente a los siguientes puntos:

- 1. Compuestos que dan color a los vegetales.
- 2. Propiedades físicas, químicas y tóxicas de los pigmentos que se van a extraer y de los disolventes empleados
- 3. Extracción de su(s) pigmento(s) por maceración, extracción continua y discontinua.
- 4. Métodos de concentración, en qué consiste cada uno.
- 5. Cromatografía.
 - 5.1 . Definición.
 - 5.2 .Fundamento teórico.
 - 5.3 .Clasificación de la cromatografía, dependiendo de la naturaleza de las fases involucradas.
 - 5.4 . Clasificación de la cromatografía dependiendo del fenómeno involucrado.
 - 5.5 . Nombre de las técnicas.
 - 5.6 .Adsorbentes ordenados de menor a mayor actividad, sus fórmulas, características principales que intervienen en las propiedades del adsorbente.
 - 5.7 . Eluyentes ordenados de menor a mayor polaridad, fórmulas.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	50/ 110

- 5.8 .Capacidad de adsorción de los grupos funcionales de los compuestos orgánicos, ordenados de menor a mayor capacidad de adsorción.
- 5.9 .Interacciones de los compuestos con la fase estacionaria (Pavía).
- 5.10 Clasificación de reveladores físicos y químicos, destructivos y no ejemplo de cada uno en qué casos se emplean (ninhidrina, cloruro férrico, ácido sulfúrico, 12, 2,4- dinitrofenihidrazina etc.)
- 5.11 Coeficiente de partición en cromatografía.
- 5.12 Polaridad en cromatografía.
- 6. Cromatografía en capa delgada (analítica y preparativa)
 - 6.1 Equipo utilizado.
 - 6.2 Dimensiones de las placas o soporte.
 - 6.3 Limpieza del soporte.
 - 6.4 Preparación de la papilla: Disolvente(s) empleado(s) y proporción '(adsorbente y disolvente).
 - 6.5 Preparación de las placas inmersión y revestimiento.
 - 6.6 Activación y almacenamiento de las placas.
 - 6.7 Aglutinante o adhesivo empleado en los adsorbentes.
 - 6.8 Cámara de elución.
 - 6.9 Cantidad de absorbente a utilizar con relación a la cantidad de muestra a separar.
 - 6.10 Precauciones al prepararlas y efectuarlas. parámetros que afectan la preparación.
 - 6.11 Definiciones de los términos de R! y Rx. qué ceso se usa cada uno Reproducibilidad de 'los valores de Ejemplifique en una cromatografía el de éstos.
 - 6.12 Aplicaciones de la cromatografía en capa delgada analítica y preparativa, ejemplifique éstas.
 - 6.13 Cómo se lleva a cabo la cromatografía en placa preparativa.
 - 6.14 Ventajas y desventajas de la cromatografía en capa delgada analítica y preparativa.
 - 6.15 Cómo se lleva a cabo cromatografía de sustancias incoloras.
 - 7. Cromatografía en columna.
 - 1. Equipo utilizado.
 - 2. Relación diámetro longitud de columna.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	51/ 110

- 3. Limpieza de material.
- 4. Empaque por vía húmeda y via seca.
- 5. Relación de Cantidad de muestra y adsorbente.
- 6. Precauciones en la preparación y realización.
- 7. Velocidad de flujo.
- 8. Tipo de elución: simple, fraccionada por gradiente y análisis frontal.
- 9. Recolección de fracciones en cromatografía en columna y placa preparativa.
- 10. Cómo se lleva a cabo la cromatografía en columna de sustancias incoloras.
- 11. Defina los siguientes conceptos:
 - 7.11.1. Adsorción.
 - 7.11.2. Absorción.
 - 7.11.3. Eluyente.
 - 7.11.4. Eluato.
 - 7.11.5. Fase estacionaria y móvil.
 - 7.11.6. Grado de resolución.
 - 7.11.7. Velocidad de flujo.
 - 7.11.8. KD en cromatografía.
 - 7.11.9. Partición.
- 8. Discusión de los puntos anteriores.
- 9. Desarrollará la parte experimental considerando lo siguiente:
- 9.1 Extraer por un procedimiento adecuado el (los) pigmento(s) del producto natural asignado por el profesor.
- 9.2 Concentrar el extracto y realizar la cromatografía en capa delgada para encontrar el eluyente ideal y posteriormente eluír los compuestos en la cromatografía en columna.
- 10. Elaborará un Proyecto que incluya: Resumen, Objetivo, Hipótesis, Variable dependiente e independiente, Material, Reactivos y su costo (consultar el catálogo de Adrich), Diagramas de bloque, Esquemas de los aparatos.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	52/ 110

CUESTIONARIO

Resolver y anexar al informe

- 1. ¿A qué grupos de compuestos pertenece(n) el (los) pigmento(s)?
- 2. ¿A qué se debe que estos compuestos sean coloridos?
- 3. Explique la diferencia entre cromatografía de adsorción y partición.
- 4. ¿Cuáles son las. ventajas y desventajas de la cromatografía en capa fina en comparación con la cromatografía en columna?
- 5. Explique la diferencia(s) que existe(n) entre el adsorbente utilizado en cromatografía en capa delgada y el de columna. Hacer una lista de ellos en orden creciente de actividad.
- 6. Hacer una lista de los eluyentes usados comúnmente en cromatografía en columna y capa delgada en orden creciente de polaridad.
- Hacer una lista de capacidad de adsorción de los grupos funcionales de los compuestos orgánicos.
 - 7.1. ¿Qué compuesto es más retenido una amina o un alqueno, ejemplifique en una placa cromatografíca?
- 8. ¿Cómo se prepara el capilar para aplicar la muestra en la cromatoplaca?
- 9. ¿Por qué es necesario que la cámara de elución esté saturada con los vapores del eluyente?
 - 10. Explique cada uno de los siguientes términos: Eluyente, eluato, elución fraccionada, adsorción, partición, elución, adsorbente, actividad del adsorbente y afinidad por el adsorbente.
 - 11. ¿Cómo se clasifica la cromatografía en función de fase estacionaria?
 - 12. ¿Cuál es la función de la fase móvil y cómo se lleva a cabo la separación en la cromatografía de adsorción?
 - 13. ¿Cómo se prepara la papilla para la cromatografía en capa fina?, por lo menos dos métodos.
 - 14. ¿Cuándo es conveniente activar una placa y cómo se activa?
 - 15. ¿Qué espesor debe tener la fase estacionaria en una C.C. D?
 - 16. Al comparar los RF de dos compuestos se encontró que eran iguales, ¿podría pensarse que se trata del mismo compuesto? Explique brevemente.
- 17. Explique brevemente si existe una relación entre la cantidad de adsorbente y las dimensiones de la columna para separar tuna mezcla de compuestos.
- 18. ¿Cómo debe de ser la polaridad del eluyente al empacar una columna?
- 19. Con relación al Rx:





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	53/ 110

- 19.1. ¿Cuándo se usa el Rx en cromatografía en capa delgada?
- 19.2. ¿Qué significa la obtención de Rx igual a uno?
- 20 ¿Cuál es el orden de polaridad en que salen los compuestos de una cromatografía en columna?
 - 21 ¿A qué se llama frente del eluyente en cromatografía en capa delgada?, demuéstrelo en una placa.
 - ¿Cómo se controla la salida de los componentes en una cromatografía en columna?
 - ¿Por qué no debe dejarse secar la columna cromatografía? En caso de que se fracture ¿Qué se recomienda hacer?
 - ¿Por qué es importante que las muestras a separar por cromatografía deban estar lo más secas posible?
 - 25 ¿Por qué al cargar una columna se recomienda que la muestra lleve la mínima cantidad de disolvente?
 - 26 ¿Qué pH presenta la alúmina?, mencione tres casos
 - 27 ¿Por qué cuando se usa alúmina como adsorbente no se recomienda usar acetona como eluyente?
 - 28 ¿Cuáles son los pasos a seguir para la preparación de una placa preparativa?
 - 30 ¿Qué diferencia existe entre cromatografía encapa delgada analítica y cromatografía en placa preparativa?
 - 31 ¿Cómo se clasifican los reveladores en forma general?
 - 32 Cuando una sustancia orgánica no se revela con 12 0 luz ultravioleta, ¿qué otros reveladores pueden usarse para observar la sustancia?
 - 33 Con relación a la cromatografía en placa preparativa, conteste lo siguiente.
 - 33.1 ¿Cuándo se usa?
 - 33.2 ¿Cómo se aplica la muestra?





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	54/ 110

- 33.3 ¿Cómo se recupera la muestra?
- 33.4 ¿Cómo comprueba que la muestra se obtuvo pura?

34 Que relevador específico usaría cuando se tiene un:

- 34.1 Aminoácido
- 34.2 Fenol
- 34.3 Cetona
- 34.4 Hidrocarburo insaturado

CRISTALIZACIÓN I

AUTORES: Q. FERNANDO A. CANTÚ GARZA †, Q. Mª. TERESA MENDOZA MATA

OBJETIVOS

- Extraer: el ácido acetilsalicílico de un fármaco como; aspirina, cafiaspirina, etc. y el paracetamol de un fármaco como, mejoral, paracetamol forte, etc.
- Purificar el ácido acetilsalicílico por el método de cristalización.
- Elegir las condiciones que deberá reunir un disolvente para ser empleado en una cristalización.
- Observar la influencia que presenta el llevar a cabo, una cristalización a temperatura ambiente y una cristalización por enfriamiento rápido, respecto al tamaño y pureza de los cristales.
- Emplear carbón activado (Norita) para eliminar impurezas coloridas.
- Cristalizar el ácido acetilsalicílico empleando par de disolventes.
- Emplear el punto de fusión como criterio de pureza en compuestos sólidos.
- Aplicar la técnica del punto de fusión mixto como criterio de identidad de compuestos sólidos.
- Emplear la cromatografía en capa delgada como criterio de pureza y de identidad
- Calcular el por ciento de rendimiento de su compuesto puro.

INTRODUCCIÓN AL EXPERIMENTO





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	55/ 110

La cristalización depende de la solubilidad de los compuestos en los disolventes. La solubilidad de los compuestos en los disolventes usados está muy relacionada con la estructura química de ambos. Los procedimientos detallados para una cristalización dependen de la cantidad del producto a purificar, de sus propiedades físicas y químicas.

Generalmente la solubilidad de un sólido empleando cualquier disolvente, ésta aumentará con la temperatura. Hay varios tipos de cristalización: Con un solo disolvente, mezcla de disolventes y cristalización fraccionada.

La velocidad a la cual se lleve a cabo una cristalización influye en el tamaño y pureza de los cristales que 'se forman. Para aumentar esta pureza, se pueden realizar sucesivas cristalizaciones observándose ésta mediante el punto de fusión.

Actividades

- 1. El alumno realizará una investigación bibliográfica sobre los siguientes puntos:
- 2. Propiedades físicas químicas y toxicas de: Ácido acetilsalicílico, Ácido salicílico, cafeína, Celita, Almidón, carbón activado (Norita), acetaminofén (paracetamol) y acetanilida.
- 3. Método de extracción sólido liquido del compuesto activo presente en el fármaco a emplear.
- 4. Cristalización y fundamento teórico de ésta.
- 5. Elaborar una tabla indicando: Formula, punto de ebullición, punto de fusión, constante dieléctrica, miscibilidad con agua e infidelidad de los siguientes disolventes: Benceno, acetato de etilo, alcohol etílico, acetona, hexano, alcohol metílico, cloroformo, éter de petróleo, éter etílico, tolueno, cloruro de metileno, dicloroetano y agua; ordenándolos de menor a mayor polaridad.
- 6. Método para determinar la solubilidad de un compuesto sólido en el laboratorio, elección de un disolvente para una cristalización (elaborar un cuadro de solubilidad).





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	56/ 110

- 7. Propiedades que debe reunir un disolvente para usarlo en una cristalización de una sustancia orgánica.
- 8. Escribir los pasos a seguir en una cristalización con un disolvente, para de disolventes y cristalización fraccionada.
- 9. Características de par de disolventes, ejemplos de estos.
- 10. Tratamiento con carbón activado (decoloración y cantidad empleada para este fin).
- 11. Coadyuvante de filtración ¿Qué es, para qué, cuándo y cómo se usa?
- 12. Métodos para inducir la cristalización
- 13. Indique los tipos de filtración y de doblado de papel filtro y cuando se usa cada uno.
- 14. Utilización correcta del vacío ya sea de una fuente directa o la línea de vacío.
- 15. Tipo de secado de cristales.
- 16. Generalidades y métodos de determinación de punto de fusión. Uso y manejo de aparatos Fisher Johns, tubo de Thiele, elaborar esquemas. Consultar el video de Uso del Fisher-Johns en la biblioteca de campus II con su asesor.
- 17. Factores experimentales que influyen en la determinación del punto de fusión.
- 18. Propiedades coligativas respecto al punto de fusión de un sólido impuro.
- 19. Técnicas para tomar puntos de fusión menor a cero grados centígrados.
- 20. Punto de fusión mixto, técnica a seguir para tomar éste, aplicación e interpretación de los resultados del punto de fusión mixto.
- 21. Elaborará un proyecto que incluya: Resumen, Objetivos, Hipótesis, Variables dependientes e independientes, Material, Reactivos y su costo (consulta el catálogo de Adrich), Diagrama de bloques, esquemas de los aparatos -a utilizar.
- 22. Discusión de los puntos anteriores.
- 23. Desarrollo de la parte experimental.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	57/ 110

- 24. Calculará el porciento de rendimiento de su compuesto puro.
- 25. Entregará sus cristales debidamente etiquetados (nombre del compuesto, en que disolvente lo cristalizó, p.f., nombre del equipo, fecha) en un recipiente adecuado a su asesor.

CUESTIONARIO

Resolver y anexar al informe.

- 1. ¿Qué se entiende por líquidos miscibles e inmiscibles?
- 2. ¿Qué es una disolución saturada, sobresaturada?.
- 3. ¿Qué diferencia existe entre cristalización y precipitación?
- 4. Mencione algunos de los motivos de pérdida de las sustancias en una cristalización.
- 5. ¿Cómo se puede cristalizar un sólido cuándo no se encuentra el disolvente ideal?
- 6. Si una sustancia con impurezas coloridas es insoluble en hexano y soluble en acetato de etilo, describa los pasos a seguir para purificarla por cristalización.
- 7. ¿Qué características debe presentar una sustancia para secarla en la estufa?
- 8. Se tiene benceno y agua como par de disolventes, ¿creé Ud. que se puedan emplear como par de disolventes? Explique brevemente.
 - 9. ¿Cuándo se prefiere usar una filtración por gravedad y cuándo una al vacío?
 - 10. Si las impurezas principales de un compuesto que cristaliza de agua, son carbón y azúcar; ¿qué sugiere para purificarlo? Explique mediante un diagrama de bloques.
 - 11 ¿Qué son las Aguas madres? ¿En qué paso de la cristalización se obtienen éstas?
 - 12. ¿Qué tipo de calentamiento se empleara al usar disolventes orgánicos?
 - 13. ¿Cuándo se emplea un par de disolventes para la cristalización? ¿Qué requisitos deben cumplir para ser empleados cómo par?





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	58/ 110

- 14. Se tiene un compuesto sólido que presenta impurezas coloridas, solubles en etanol en caliente e insolubles en frio escriba los pasos a seguir de cómo lo purificaría.
- 15, La solubilidad del ácido benzoico en 100 mL de agua es de: 0.21 g a 10 °C, 0.27 g a 18 °C, 2.75 g a 80 °C y 6.80 g a 92 °C. Dos alumnos cristalizan muestras de 10 g de ácido benzoico en agua. El primero disuelve el ácido a 80 °C y la filtra a 10 °C. El segundo lo disuelve a 92 °C y lo filtra a 10 °C. Calcule la cantidad de agua qué necesita cada alumno y la cantidad de ácido benzoico qué se recupera en cada caso.
- 16. ¿Qué es punto de fusión?, ¿qué intervalo es el aceptable para que un compuesto sea puro? ¿Qué criterio sigue para interpretar el intervalo de fusión?
- 17. ¿Qué criterios sigue para la interpretación de un punto de fusión mixto?
- 18. ¿Podrá ocurrir además del cambio físico algún cambio químico al fundir una sustancia? Explique.
- 19. Con base a las propiedades coligativas, explique el por qué se abate el punto de fusión de una sustancia que presenta impurezas. Explique mediante una gráfica de tensión de vapor contra temperatura.
- 20. ¿Cuál es la importancia del punto de fusión mixto, y cómo se lleva a cabo esta técnica? ¿Qué se espera al comparar los puntos de fusión de un producto crudo sin cristalizar y un producto cristalizado? Explique brevemente.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	59/ 110

CRISTALIZACIÓN II

AUTOR: Quím.Ma.TERESA MENDOZA MATA.

OBJETIVOS.

- Purificar dos o tres sustancias sólidas por el método de cristalización, empleando para ello diferentes disolventes.
- Emplear el método de cristalización como una de las técnicas más usadas para la purificación de sólidos.
- Elegir el disolvente adecuado para una cristalización, mediante pruebas de solubilidad.
- Observar la influencia que presenta el llevar a cabo, una cristalización a temperatura ambiente y una Cristalización por enfriamiento rápido, respecto al tamaño y pureza de los cristales.
- Emplear carbón activado (Norita) para la eliminación de impurezas coloridas.
- Cristalizar alguno de los compuestos sólidos por par de disolventes.
- Emplear el punto de fusión como una de las constantes físicas más usadas para la caracterización de compuestos sólidos y como criterio de pureza.
- Aplicar la técnica del punto de fusión mixto como criterio de identidad de compuestos sólidos.
- Llevar a cabo la técnica de cromatografía en capa delgada como criterio de identidad y de pureza.
- Calcular el por ciento de rendimiento de sus compuestos puros.

INTRODUCCIÓN AL EXPERIMENTO

"La cristalización depende de la solubilidad de los compuestos en los disolventes. La solubilidad de los compuestos, en los disolventes usados está muy relacionados con la estructura química de ambos. Los procedimientos detallados para una cristalización dependen de la cantidad del producto a purificar, de sus propiedades físicas y químicas.

Generalmente, -la solubilidad de un sólido empleando cualquier disolvente, ésta aumentará con la temperatura. Hay varios tipos de cristalización: Con un solo disolvente, mezcla de disolventes y cristalización fraccionada.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	60/ 110

La velocidad a la cual se lleve a cabo una cristalización influye en el tamaño y pureza de los cristales que se forman. Para aumentar esta pureza, se pueden realizar sucesivas cristalizaciones. Observándose ésta mediante el punto de fusión.

Como se sabe las sustancias puras tienen un punto de fusión constante y funden en un, intervalo pequeño de temperatura (1 °C). Las sustancias impuras siempre disminuyen su punto de fusión y presentan un intervalo grande de temperatura mayor a 1 °C.

ACTIVIDADES

- 1. El alumno realizará una investigación bibliográfica sobre los siguientes puntos:
- 2. Cristalización y fundamento teórico de ésta.
- 3. Elaborar una tabla de disolventes ordenándolos de menor a mayor polaridad indicando: fórmula, punto de ebullición, punto de fusión, constante dieléctrica, miscibilidad con el agua e inflamabilidad de los siguientes disolventes: Hexano, cloroformo, tolueno, agua, benceno, etanol, acetato de etilo, éter de petróleo, acetona, éter etílico, cloruro de metileno. Propiedades físicas, químicas y tóxicas de: urea, éster trimirístico, ácido acetílsalicílico, ácido benzoico, benzoina, acetanilida, etc.
- 4. Método para determinar la solubilidad de un compuesto sólido en el Laboratorio, elección del disolvente ideal para una cristalización, (ejemplifique con un cuadro).
- 5. Propiedades que debe reunir un disolvente para usarlo en una cristalización de una sustancia orgánica.
- 6. Escribir los pasos a seguir en una cristalización con un disolvente, para de disolventes y cristalización fraccionada.
- 7. Características de par de disolventes, ejemplos de estos.
- 8. Tratamiento con carbón activado (norita) decoloración y cantidad empleada para este fin.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	61/ 110

- 9. Coadyuvante de filtración ¿Qué es, para qué, cuándo y cómo se usa?
- 10. Métodos para inducir la cristalización
- 11. Indique los tipos de filtración y de doblado de papel filtro y cuando se usa cada uno.
- 12. Utilización correcta del vacío ya sea de una fuente directa o la línea de vacío.
- 13. Tipo de secado de cristales.
- 14. Generalidades y métodos de determinación de punto de fusión. Uso y manejo de aparatos Fisher Johns, tubo de Thiele, elaborar esquemas. Consultar el video de Uso del Fisher-Johns en la biblioteca de campus II con su asesor.
- 15. Factores experimentales que influyen en la determinación del punto de fusión.
- 16. Propiedades coligativas respecto al punto de fusión de un sólido impuro.
- 17. Dibuje el diagrama de fases de la fusión que describe el comportamiento de la mezcla de dos componentes A Yb a diferentes concentraciones.
- 18. Técnicas para tomar puntos de fusión menores a cero grados centígrados. Punto de fusión mixto, técnica a seguir para tomar éste, aplicación e interpretación de los resultados del punto de fusión mixto.
- 19. Cromatografía en capa delgada como criterio de pureza e identidad.
- 20. Discusión de los puntos anteriores,
- 21. Elaborará un proyecto que incluya: Resumen, Objetivos, Hipótesis, Variables dependientes e independientes, Material, Reactivos y su costo (consulta el catálogo de Adrich), Diagrama de bloques, esquemas de los aparatos a utilizar.
- 22. Desarrollo de la parte experimental.
- 23. Calculará el por ciento de rendimiento del compuesto puro.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	62/ 110

24. Entregará los cristales debidamente etiquetados (nombre del compuesto, en qué disolvente lo cristalizó, p.f., nombre del equipo, fecha) en un recipiente adecuado a su asesor.

CUESTIONARIO

Resolver y anexar al informe.

- 1. ¿Es posible purificar por cristalización un sólido que tenga impurezas insolubles en frio? Explique.
- 2. ¿Qué es una disolución saturada, sobresaturada?
- 3. ¿Es posible purificar por cristalización un compuesto que presente impurezas coloridas? Explique.
- 4. ¿Qué características deberá presentar un sólido para poder ser cristalizado de un disolvente?
- 5. ¿Qué diferencia existe entre una cristalización y precipitación?
- 6. Mencione alguno de los motivos dé pérdida de las sustancias en una cristalización.
- 7. ¿Qué sucede si no se usa el disolvente ideal en una cristalización?
- 8. Si una sustancia es insoluble en agua a todas las temperaturas y soluble en etanol a todas las temperaturas, describa mediante un diagrama de bloques los pasos a seguir para purificarla por cristalización:
- 9. ¿Qué características debe presentar una sustancia para secarla en la estufa?
- 10. Se tiene cloroformo y agua como par de disolventes, ¿creé Ud., que se puedan emplear como par de disolventes? Explique.
- 11. ¿En qué paso de la cristalización se usa una filtración por gravedad y cuándo una al vacío? Para qué se emplea cada una?
- 12. Si las impurezas principales de un compuesto que cristaliza de agua son carbón y azúcar, qué sugiere para purificarlo. Explique mediante un diagrama de bloques.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	63/ 110

- 13. ¿Qué son las aguas madres? ¿En qué paso de la cristalización se obtienen éstas?
- 14. ¿Cuándo se emplea un par de disolventes para la cristalización? ¿Qué requisitos deben cumplir para ser empleados como par?
- 15. ¿El carbón activado se usará únicamente para sólidos o también para líquidos, para quitar impurezas coloridas? Explique.
- 16. ¿Qué pasos lleva a cabo para eliminar las impurezas coloridas que presenta un ...compuesto orgánico sólido?
- 17. Escriba cuatro pares de disolventes que puedan ser empleados en una cristalización.
- 18. La solubilidad del ácido benzoico en 100 mL de agua es de: 0.21 g a 10° C, 0.27 g a 18° C, 2.75 g a 80° C y 6.80 g a 92° C. Dos alumnos cristalizan muestras de IO g de ácido benzoico en agua. El primero disuelve el ácido a 80° C y la filtra a 10° C. El segundo lo disuelve a 92° C y lo filtra a 10° C. Calcule la cantidad de agua que necesita cada alumno y la cantidad de ácido benzoico que se recupera en cada caso:
- 19. ¿Qué es punto de fusión?, ¿Qué intervalo es el aceptable para que un compuesto sea puro? ¿Qué criterio sigue para interpretar el intervalo de fusión?
- 20. ¿Qué criterios sigue para 'la interpretación de un punto de fusión mixto? ¿Cuál es la importancia del punto de fusión mixto?
- 21. ¿Podrá ocurrir además de un cambio. físico, algún cambio químico al fundir una sustancia? Explique.
- 22. Con base a las propiedades coligativas, explique el por qué se abate el punto de fusión de un compuesto que presenta impurezas. Explique mediante una gráfica de tensión de vapor y temperatura.
- 23. Dibuje el diagrama de fases de la fusión que describe el comportamiento de la mezcla de dos componentes A y B a diferentes concentraciones.
- 24. ¿Cómo será el punto de fusión de una sustancia, antes y después de purificarla por cristalización? Explique.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	64/ 110

- 25. Diga si sustancias de punto de fusión igual son necesariamente iguales. Explique.
- 26. ¿Por qué en ocasiones la velocidad de calentamiento hace que varíe el punto de fusión?
- 27. ¿Qué factores alteran el punto de fusión de una sustancia? Mencione por lo menos cuatro.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Cá	odigo	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FES	SZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	65/ 110

CRISTALIZACIÓN III

AUTORES: Q.F.B. M'. DE LOS ANGELES TORRES C. y QUIM. MIKI OTANI IMURA

OBJETIVO

- Sintetizar benzoina a través. de la condensación benzoínica.
- Purificar la benzoina usando la técnica de cristalización.

INTRODUCCIÓN AL EXPERIMENTO

En este experimento el alumno usará la condensación benzoínica para sintetizar benzoina y posteriormente purificarla por el método de cristalización.

Condensación Benzoinica: El benzaldehído no posee hidrógeno alfa y, por lo tanto no experimentará por si solo una condensación aidólica. En disolución fuertemente básica, el benzaldehído, como otros aldehídos que carecen de hidrógeno alfa, experimentan la reacción de Cannizaro, dando alcohol bencílico y benzoato de sodio.

Sin embargo, en la presencia de ion cianuro y en disolución hidroxialcohólica el benzaldehído sufrirá una reacción de condensación, llamada condensación benzoínica, para dar una a- hidroxicetona llamada benzoína la cual es ampliamente usada en síntesis orgánicas.

Los compuestos orgánicos sólidos cuando se aíslan de reacciones orgánicas, rara vez se encuentran puros (ejemplo benzoína); • generalmente se contaminan con pequeñas cantidades de otros compuestos (impurezas), las cuales se producen simultáneamente con el producto deseado.

La purificación de compuestos cristalinos impuros se efectúa generalmente por cristalización con un disolvente adecuado o mezcla de disolventes.

ACTIVIDADES

El alumno realizará una investigación bibliográfica sobre los siguientes puntos:

- 1. Fundamento de cristalización.
- 2. Disolventes comúnmente empleados para la cristalización.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	66/ 110

- 3. Propiedades de los disolventes físicas, químicas y tóxicas.
- 4. Fundamento teórico de solubilidad (polaridad y constante dieléctrica).
- 5. Características que debe reunir el disolvente adecuado para una cristalización,
- 6. Formas de inducir una cristalización.
- 7. Cristalización por par de disolventes.
- 8. Uso de adsorbentes, generalidades sobre el carbón activado.
- 9. Explique qué es el líquido madre o aguas madres.
- 10. Generalidades y métodos de determinación del punto de fusión simple y mixta. Uso 'del tubo de Thiele y del aparato Fisher-Johns. Consultar el video del Uso del Fisher-Johns en la biblioteca de campo II con su asesor.
- 11. Intervalo de punto de fusión de un compuesto como criterio de pureza.
- 12. Técnicas de: secado de producto; doblado de papel filtro y uso del embudo Büchner.
- 13. Utilización correcta del vacío ya sea de una fuente directa o la línea de vacío.
- 14. Propiedades físicas, químicas y tóxicas de la benzoína, etanol, benzaldehído y .cianuro de sodio.
- 15. Reacción que se lleva a cabo en la síntesis de la benzoína.
- 16. Tratamiento con carbón activado (Norita) paso a seguir.
- 17. Coadyuvante de filtración, Celita y ¿Cómo se usa y cuándo?
- 18. Elaborar un proyecto que incluya: resumen, objetivo, hipótesis, variable dependiente e independientemente, Material, reactivos y su costo (consultar al catálogo de aldrich) diagramas de bloque, Esquemas de los aparatos.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	67/ 110

PROCEDIMIENTO

Síntesis y purificación de benzoina.

- 1. Investigar; el procedimiento para la obtención de 5 g, de benzoina. Posteriormente elegir el disolvente adecuado para la purificación (cristalización) de este compuesto. (Elaborar una tabla donde tenga los disolventes ensayados y la solubilidad del producto en el disolvente tanto en frío como en caliente), una vez elegido el disolvente proceder a la purificación del producto, si se considera necesario emplear el carbón activado (en cantidad adecuada); determinar la pureza del producto.
- 2. Cristalizar por par de disolventes; elegir un par de disolventes para purificar la benzoína.
- 3. Identificar la benzoína de un total de cinco muestras por medio de la técnica de punto de fusión mixto.
- 4. Entregará al asesor sus cristales debidamente etiquetados (nombre del compuesto, en qué disolvente lo cristalizó, p.f., nombre del equipo, grupo y fecha) en un recipiente adecuado.

CUESTIONARIO

Resolver y anexar al informe.

- 1. ¿Qué importancia tiene purificar una. sustancia? ¿Qué es pureza desde el punto de vista químico?
- 2. Diferencia entre cristalización y precipitación.
- 3. Mecanismo de la reacción.
- 4. Calcular el rendimiento de la benzoina, con base al benzaldehído y compararlo con el rendimiento que reporta la técnica.
- 5. Elaborar el cuestionario de Cristalización I y II.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	68/ 110

EXTRACCIÓN, PURIFICACIÓN E IDENTIFICACIÓN DE CAFEÍNA A PARTIR DE UN PRODUCTO COMERCIAL TÉ NEGRO.

AUTORES: ING. Quim. ALEJANDRO RUIZ CANCINO†, Quím CONCEPCIÓN L GARCIA PÉREZ, Quim MIKIOTAM IMURA, Quím. VICTOR MEZA RAMIREZ.

OBJETIVOS

- Extraer cafeína a partir de té negro.
- Deducir la ecuación de Nerst a partir del KD.
- Elegir el sistema de disolventes para la extracción con base a la miscibilidad y al KD
- Purificar la cafeína por sublimación.
- Determinar cualitativamente la presencia de nitrógeno.
- Identificar por 'pruebas físicas y químicas a la cafeína.

INTRODUCCIÓN AL EXPERIMENTO.

Los alcaloides forman parte de un grupo heterogéneo de bases vegetales nitrogenadas, que se encuentran en las plantas, principalmente las que pertenecen a la familia de las Papaveráceas: adormidera, amapola, etc.; Solanáceas: tabaco, patata; belladona; Rubiáceas: Café, quina, ipecacuana, ' etc. Algunos tienen efectos fisiológicos, características. Tóxicas o curativas para el organismo animal.

La cafeína (1,3,7-trimetilxantina, teína). Se encuentra en el té, el café, la guaraná, el mate, la nuez de cola y en pequeñas cantidades en el cacao. La cafeína pertenece al grupo de los alcaloides cuya sustancia básica es la purina. Está relacionada con la teobromina del cacao y con la teofilina, que se encuentran en muy pequeñas cantidades en las hojas de té. Se utiliza en la preparación de las bebidas a base de cola, en medicina como estimulante del sistema nervioso central y como diurético.

La cafeína fue aislada por primera vez como sustancia pura por Runge en 1820. Fue preparada casi simultáneamente, por Pelletier Caventou y Robiquet Strecker demostró en 1861, que era metil-teobromina

La cafeína se ha extraído principalmente del té, hojas del arbusto <u>Camellia Sinensis</u> (<u>Theasinensis</u>), de la familia de las Teáceas. Es originaria de los altos valles del sudeste de Asia y se cultiva en la India, China, Japón, Ceilán y Brasil. El té verde del comercio es la hoja natural seca; el té negro es la hoja fermentada y seca. El color del té negro se debe probablemente a la acción de la oxidasa sobre el tanino.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	69/ 110

En el té verde la oxidasa ha sido destruida rápidamente por el calor, mientras que el té negro se fermenta por la oxidasa antes de secarlo. El té negro contiene hasta 4 por ciento de cafeína y el té verde no suele contener más de 3 por ciento.

La cafeína se vende por IO general en forma anhidra, porque el hidrato es <u>efluorescente</u> y tiene que envasarse en recipientes herméticamente cerrados. En ambas formas debe ser blanca e inodora.

La sublimación, es el proceso por el cual una substancia cristalina absorbe una cantidad

determinada de energía por unidad de masa y pasa directamente al: estado de vapor. El

calor de sublimación de una sustancia, es la cantidad de calor necesaria para pasar a la

fase vapor una unidad de masa de dicha substancia a una determinada temperatura que

es igual a la suma de sus calores de fusión y vaporización a esa temperatura.

La sublimación es usualmente una propiedad de substancias relativamente no polares

y las cuales tienen también una estructura altamente simétrica y presiones de vapor altas.

La elección del método y aparato de sublimación depende de: La estabilidad del producto frente a la temperatura de su presión de vapor, la forma en que se obtenga el sublimado, la cantidad de producto a purificar y del rendimiento que se desea alcanzar.

ACTIVIDADES

El alumno realizará una investigación bibliográfica sobre los siguientes puntos:

 Propiedades físicas, químicas y tóxicas de la cafeína, carbonato de calcio, carbonato de sodio, acetato de plomo, cloroformo, cloruro de metileno, dicloroetano, sodio metálico, hidróxido de amonio, sulfato ferroso, fluoruro de potasio, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido salicílico, benceno, tolueno,





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	70/ 110

hexano, éter de petróleo, salicilato de cafeína, murexida, azul de Prusia y Celita, usos de la cafeína, componentes presentes en el Té negro.

- 2. Extracción a reflujo.
- 3. Extracción líquido-líquido (discontinua), fundamento teórico. Deducir la ecuación de Nerst partir del KD e indicar el significado de cada una d? las literales presentes.
- 4. Sublimación: Fundamento teórico, gráfica de Presión de vapor Vs Temperatura, Importancia y usos, método(s) de Laboratorio para llevarla a cabo.
- 5. Métodos para identificar la cafeína: Cromatografía en capa delgada usando un "estándar, punto de fusión mixto. ¿Qué es un derivado?, preparación de un derivado (salicilato de cafeína).
- 6. Identificación de Nitrógeno presente en la cafeína, análisis cualitativo elemental anexar reacciones, fusión alcalina.
- 7. Identificación del grupo purina: Reacción de la Murexida
- 8. Emulsión y métodos para romperlas.
- 9. Efecto salino.
- 10. Métodos para determinar la solubilidad de las sustancias.
- 11. Filtración sobre Celita
- 12. Elaborará un proyecto que incluya: Resumen, Objetivos, Hipótesis, Variables dependientes e independientes, Material, Reactivos y su costo (consulta el catálogo de Aldrich), Diagrama de bloques, esquemas de los aparatos a utilizar.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	71/ 110

- 13. Discusión de los puntos anteriores.
- 14. Desarrollo de. la parte experimental.
- 15. Discusión de los resultados.
- 16. Entregar a su asesor el producto(s) obtenido(s) debidamente etiquetado(s), (nombre del compuesto(s), p.f., nombre del equipo grupo y fecha) en un recipiente adecuado.

CUESTIONARIO

Resolver y anexar al informe

- Por medio de la fusión alcalina además del nitrógeno ¿qué elementos pueden ser identificados? Escriba todas las reacciones que se llevan a cabo, con cada uno de los elementos.
- 2. ¿Cuál es la razón de agregar carbonato de calcio durante el reflujo de las hojas del té negro? Si hay reacciones escríbalas.
- 3. Una disolución acuosa que contiene cafeína ha de extraerse en la forma más completa posible con 30 mL. de cloroformo. ¿Emplearía todo el cloroformo en una extracción, o realizaría tres extracciones de 10 mL.? Explique su elección en función al coeficiente de distribución.
- 4. ¿Qué problemas pueden surgir al intentar filtrar una solución etérea a presión reducida? ¿Qué otras técnicas pueden usarse?
- 5. ¿Tiene algún inconveniente agregar las piedras de ebullición al líquido caliente?
- 6. En un diagrama de presión de vapor vs temperatura. ¿Cómo explica usted que el estado líquido no exista como intermediario en la sublimación?
- 7. ¿Cómo podría determinar el punto de fusión de la cafeína en el laboratorio?¿Que variables(s) controlaría?
- 8. ¿A qué se debe que cuando en una substancia se encuentra impura, su punto de fusión se altere?





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	72/ 110

- 9. En caso de que usted tenga una sustancia que se pueda purificar por sublimación y usted no quiere utilizar este método ¿cuál elegiría, con base a qué?
- 10. ¿Cómo puede determinar los puntos de fusión del benceno (5.5°C), dioxano (11.8°C) y orto benzonato de metilo (-12.4°C)
- 11. La solubilidad de uñ compuesto "X" es: 100g/L en agua y 450g/L en éter a 25

 ⁰ C. Si el éter es usado para extraer el compuesto 'X' de una disolución acuosa, ¿cuál es el coeficiente de distribución?
- 12. Se tienen las siguientes expresiones:

$$\frac{C_1}{C_2} = K_0 - (1) \quad \text{Si } C_1 > C_2 \quad K_0 = ? - (2)$$

$$\frac{C_2}{C_1} = K_0 - (3) \quad \text{Si } C_1 < C_2 \quad K_0 = ? - (4)$$

$$C_n = C_0 \left[\frac{K_0 V_2}{K_0 V_2 + V_1} \right]^n - (5) \quad y \quad C_n = C_0 \left[\frac{V_2}{K_0 V_1 + V_2} \right]^n - (6)$$

CI = concentración o la solubilidad de la sustancia en la fase orgánica.

C2 = concentración o la solubilidad de la sustancia en la fase acuosa.

C0=cantidad inicial u original de la sustancia.

Cn = cantidad de la sustancia remanente que queda en I? fase acuosa después de las extracciones.

KD= constante o relación de distribución en que el numerador es la concentración de la sustancia en la fase acuosa C2 y en el denominador la concentración de la sustancia en la fase orgánica CI.

KD = constante o relación de la distribución en que el numerador es la concentración de la sustancia en la fase orgánica CI y en el denominador la concentración de la sustancia en la fase acuosa.

VI = volumen orgánico.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	73/ 110

V2= volumen acuoso.

n = número de extracciones.

De acuerdo a lo anterior conteste lo que a continuación se le pide:

- 12.1 ¿Para qué tipo de extracciones se utilizan las ecuaciones (I) y (3)?
- 12.2 Según la ecuación (I) ¿Qué interpretación física le da a la constante o relación de distribución en las expresiones (2) y (4)?
- 12.3 Para la demostración de las ecuaciones (5) y (6), Se parte de las ecuaciones (I) o (3).¿De cuáles partiría usted, (I) o (3) para demostrar (5) y Explique
- 13, Supongamos que cuatro gramos de ácido butírico contenidos en se desean extraer con 500 MI de éter etílico Ko = 3.
 - 13.1 Calcule la cantidad de ácido butírico que se extrae, si se utiliza todo el éter en una sola vez.
 - 13.2 ¿Cuánto ácido butírico, se extraerá si se hacen cinco extracciones sucesivas con porciones de 100 mL?
- 14. ¿Qué valor mínimo de KD es necesario para extraer el 9é?9% de un soluto en 50 ml- de disolución acuosa con cinco extracciones sucesivas con 50 mL de éter?
- 15, Si cinco extracciones sucesivas con porciones de 100 mL de éter etílico extraen nueve décimas del soluto de una disolución acuosa, ¿qué fracción del soluto se extraerá con diez extracciones similares, si el KD = IO





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	74/ 110

EXTRACCIÓN, PURIFICACIÓN E IDENTIFICACIÓN DE CAFEÍNA A PARTIR DE UN PRODUCTO COMERCIAL II. CAFÉ INSTANTÁNEO

Autor: QUÍM. MA. ESTELA E. JIMÉNEZ.

OBJETIVOS

- Obtener experimentalmente cafeína a partir de café instantáneo empleando técnicas de extracción.
- Purificar por el método de sublimación e identificar por pruebas físicas y químicas .el producto aislado.

GENERALIDADES

Los testimonios históricos del uso .de las drogas están presentes en los más antiguos documentos conocidos, y es lógico pensar que los hombres primitivos, nómadas y cazadores, en constante contacto con la naturaleza, conocieron y usaron las propiedades de algunas plantas medicinales de acción sobre el sistema nervioso. Hoy en día, más de mil millones de personas, es decir una de cada cuatro, consumen productos psicotrópicos naturales o sintéticos. Dentro de estos productos se encuentran las bebidas toleradas, que son consumidas por una gran mayoría en cantidades enormes y pon los tóxicos menores, que se encuentran en las plantas que contienen cafeína como: el ¿café, el té negro y verde, el mate, la nuez de cola, la pastaguarana, el ilex casina y el cacao. Además .de los refrescos de cola, el tabaco, etc., que contienen en pequeña cantidad, sustancias activas que actúan sobre el sistema nervioso central. Siendo, estos tóxicos, menores, fáciles de conseguir y baratos. Por lo cual se les considera como drogas de las mayorías. El café es uno de estos productos psicotrópicos más consumidos en el mundo. En grandes dosis se pueden dar las características de una verdadera adicción. Si el café se ingiere en su estado natural resulta de un sabor amargo, casi no se puede beber. Por lo que la mayor parte de café que se vende en América Latina, se somete a un tratamiento para consumo general. La parte restante es el café soluble que para su proceso se utiliza el café de grano ya tostado y molido, se vacía en un percolador gigante haciéndole pasar agua caliente, lo cual permite extraer los sólidos solubles. Estos sólidos una vez secos, se convierten en el polvo soluble que





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	75/ 110

se envasa en frascos, el cual mezclando una cucharadita en agua caliente se obtiene café al instante

INTRODUCCIÓN AL EXPERIMENTO

Para aislar a la cafeína a partir del café soluble, es necesario eliminar las sustancias con diferentes propiedades químicas que se encuentran junto con ella, como son los taninos, glucosa, ácido clorogénico, cafeol, furfural, pigmentos y sus productos de descomposición que le dan el característico a la disolución.

La separación de los diferentes compuestos presentes en el café soluble, dependerá de sus propiedades físicas. Ya que la cafeína, los taninos y el ácido clorogénico son solubles en agua caliente, tomando en cuenta que los taninos y el ácido clorogénico son ácidos, es necesario agregar una sustancia que reaccione formando las sales de dichos ácidos, de ahí que se puedan separar.

Posteriormente, la cafeína se podrá remover de la' fase acuosa, por medio de la extracción discontinua utilizando un disolvente orgánico en el que sea muy soluble, el cual se eliminará por algún método de concentración, teniendo así un extracto crudo de cafeína que podrá ser purificado por el método sublimación, finalmente se le podrá determinar su pureza por métodos físicos. Así como, por métodos químicos se identificará la cafeína a través de un derivado, y también se llevarán a cabo pruebas para la identificación del nitrógeno y esqueleto purina presente en la cafeína.

REQUISITOS

- 1. Generalidades sobre extracción.
- 2. Métodos de concentración.
- 3. Determinación de pureza.
- 4. Propiedades físicas, químicas y toxicas de los-disolventes.
- 5. Agentes desecantes.
- 6. Métodos de filtración.

ACTIVIDADES





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	76/ 110

El alumno realizará una investigación bibliográfica para conformar su plan de trabajo Sobre los siguientes puntos:

- 1. Propiedades físicas, químicas y tóxicas de la cafeína, cafeol, ácido clorogénico, taninos, furfural, acetato de plomo, subacetato de plomo, carbonato de calcio, carbonato de sodio, hidróxido de sodio, hidróxido de amonio, sodio metálico, sulfato ferroso, cloruro férrico, fluoruro de potasio, ácido sulfúrico ácido nítrico, ácido salicílico, salicilato de cafeína, murexida, por ciento de cafeína presente en el café, usos de la cafeína.
- 2. extracción liquido-liquido discontinua
 - 2.1. Fundamento teórico.
 - 2.2. Deducción de la fórmula de la Ley de distribución de Nerst.
 - 2.3. Emulsiones y métodos para romperlas.
- 3. Sublimación:
 - 3.1. Generalidades.
 - 3.2. Fundamento teórico.
 - 3.3. Gráfica de presión de vapor vs temperatura.
- 4. Pruebas químicas para la caracterización de la cafeína:
 - 4.1. Análisis elemental cualitativo.
 - 4.2. Fusión alcalina, precauciones, procedimiento y reacciones químicas . para identificación del nitrógeno.
 - 4.3. Análisis de grupos funcionales.
 - 4.4, Reacción de la murexida para identificación del grupo purina, precauciones y procedimiento.
- 5. Métodos físicos y químicos para identificación de cafeína:
- 5.1 Físicos.
 - 5.1.1. Cromatografía en capa delgada.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	77/ 110

- 5.1 .2. Punto de fusión mixto.
- 5.2: Químico.
 - 5.2.1. Preparación de un derivado,
 - 5.2.2, Condiciones que debe reunir un derivado óptimo.
 - 5.2.3. Procedimiento y reacción del derivado,
- 6. Elaborará un proyecto que incluya: Resumen, Objetivo, Hipótesis, Variable dependiente e independiente, Material, Reactivos y su costo (consultar el catálogo de Aldrich), Diagramas. de bloque, Esquemas de los aparatos.

Desarrollará la parte experimental integrando en el diseño, las actividades indicadas en los puntos anteriores y partirá de 20 g. de café instantáneo. Se recomienda traer café instantáneo por contener mayor cantidad de cafeína, un frasco de 200 g. alcanza para IO equipos.

7. Entregar a su asesor el producto(s) obtenido(s) debidamente (nombre del compuesto(s), p.f., nombre del equipo grupo y fecha) en un recipiente adecuado.

CUESTIONARIO

Resolver y anexar al informe de trabajo.

- 1. En el experimento de cafeína ¿qué factores importantes se deben tomar en cuenta, para obtener un rendimiento máximo de cafeína?
- 2. Para la extracción experimental de la cafeína contestar:
 - 1. ¿Cuáles son los métodos de extracción que utilizó?
 - 2. Esquemas del material utilizado en cada caso.
- 3. Escriba cuatro sustancias que puedan usarse para que reaccionen los taninos hidrolizables en el experimento de cafeína.
- 4. ¿Por qué se usa agua y no un disolvente orgánico para aislar la cafeína del producto comercial? Explique





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	78/ 110

- 5. ¿Porque es necesario separar la cafeína de la parte acuosa?
- ¿Qué utilidad presenta la ecuación de Nerst en la extracción discontinua?
 Explique.
- 7. Escriba (cuatro) características que debe tener el disolvente que se usa para aislar a la cafeína de la fase acuosa,
- 8. ¿Cómo y por qué se debe de eliminar la humedad de la fase orgánica antes de concentrar ésta? Explique.
- 9. Se tiene un compuesto X que presenta las siguientes solubilidades: 3.4 g/L en H2O, 450 g/L en EtOH, 222 g/L CHCL3 y 33.3 g/L en CCl4.
 - 9.1 Elija el sistema de disolvente(s) ideal(es) para hacer las extracciones.
 - 9.2 Calcule la KD
 - 9.3 Calcule la cantidad total extraída del compuesto (X), a partir de los siguientes datos: Cantidad Inicial de X 1.7 g, volumen acuoso 500 mL, volumen orgánico tres porciones de cada uno
- 10. Se tiene 1.0 g de cafeína disuelta en 100ml de agua y se quiere extraer el 90% de cafeína ¿Cuántas extracciones se requieren hacer si se dispone de 100ml de cloroformo? Usando la mínima cantidad de disolvente en cada extracción. Solubilidad de la cafeína 1g/46ml H2O y 1g/5.5CHl3
- 11. Escriba la reacción para la obtención de silicato de cafeína y calcule el rendimiento practico de este a partir de los siguientes datos: 500mg de cafeína,230mg de ácido salicílico y 350 mg de salicilato obtenido.
 - 12. Para la concentración del extracto orgánico puede utilizarse:
 - 12.1 Una destilación simple
 - 12.2 Rotavapor.
 - 12.3 Evaporación por baño María.
 - 12.4 Qué criterio se sigue para utilizar cada uno?

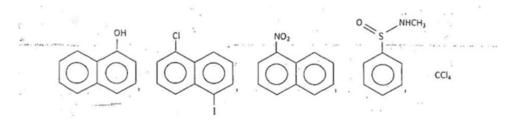




MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	79/ 110

- 13. ¿Por qué al producto obtenido del extracto orgánico en lá obtención de la cafeína, se le llama producto crudo?
- 14. ¿Qué es la sublimación? escriba qué propiedades debe tener una sustancia para que sublime,
- 15. Dibuje el aparato que usó en el Laboratorio para sublimar a la cafeína indicando las partes que lo integran y las precauciones que se deben de tener al sublimar ésta.
- 16. Dibuje dos aparatos, diferentes al usado en el Laboratorio• para sublimar compuestos.
- 17. Escriba que ventajas y desventajas presenta el método de sublimación respecto al método de cristalización.
- 18. Se tienen los siguientes compuestos:



En relación a su análisis elemental, contestar las siguientes preguntas:

- 18.1 ¿Con cuáles de los compuestos anteriores es conveniente hacer una fusión alcalina? Explicar.
- 18.2 ¿Qué identificaría en cada compuesto? Escribir las reacciones.
- 18.3 Con el o los compuestos que no realizó la fusión alcalina, ¿Cómo los identificaría? Explique.
- 19. Si en el proceso de la fusión alcalina a usted se le olvida agregar el etanol, ¿cuáles son las consecuencias que esperaría





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	80/ 110

- 20. En cuál(es) de los siguientes compuestos esperaría positiva la prueba de la murexida? ¿Por qué?
- 21. En caso de no tener Cafeína estándar en el Laboratorio. ¿Qué prueba(s) física (s) no podría llevar a cabo experimentalmente, ¿Por qué?
- 22. Al realizar el derivado de la cafeína en el Laboratorio, no se obtiene el punto de fusión informado en la literatura. ¿Cuáles serían las causas? Explique.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	81/ 110

DESTILACIÓN POR ARRASTRE CON VAPOR DE AGUA

SEPARACIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE CLAVO E IDENTIFICACIÓN DE EUGENOL

AUTOR': QUÍM. CONCEPCIÓN L. GARCÍA P.,QUÍM. MIKI OTANIIMURA, QUÍM. VICTOR MEZA RAMIREZ, 1.0. ALEJANDRO RUIZ CANCINO†

OBJETIVOS

- Escribir el fundamento teórico de la destilación de arrastre con vapor.
- Extraer el aceite esencial del clavo por destilación de arrastre con vapor.
- Aislar el eugenol a partir del aceite esencial de clavo, por par dé disolventes activos.
- Identificar al eugenol por medio de pruebas físicas y químicas.

GENERALIDADES

Los aceites esenciales o esencias vegetales son mezclas de un número variable de substancias orgánicas olorosas. En un aceite esencial pueden encontrarse compuestos alicíclicos y aromáticos, así como sus derivados oxigenados. Los compuestos más comunes derivan biogenéticamente, del ácido mevalónico; se les cataloga como monoterpenoides y sesquiterpenoides. Las propiedades fisicoquímicas de los aceites esenciales son muy diversas, debido a que el grupo engloba substancias muy heterogéneas. En la esencia de una planta puede encontrarse solo uno o bien más de veinticinco compuestos.

Un aceite esencial puede localizarse en un determinado órgano vegetal, flores, hojas, frutos y hasta raíces o en toda la planta, la composición puede ser igual o diferente.

El clavo es el botón seco del árbol del clavo <u>Eugenia caryophyllata Thumb</u> (caryophyllus aromaticus L.)

El origen geográfico exacto del árbol del clavo no es conocido, Es probable que sea del clima tropical de Asia, Es un tanto de forma columnaria y hojas perennes. Tiene de 0.915 m a 2.135 m de altura. En general en zanzibar y en Pemba son pequeños debido a las condiciones poco favorables.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	82/ 110

Se usa como especia, estimulante (mascando o fumándolo), en perfumería, odontología y medicina. El rendimiento usual del derivado (aceite esencial) en los botones es de 17 a 18 por ciento, en los tallos 6 por ciento y en las hojas de 2 a 3 por ciento. El 85 — 90 por ciento de la esencia es eugenol, de 9 — 10 por ciento acetileugenol y trazas de furfural, metil n-amílcetona, cariofilina, salicilato de metilo, óxido de cariofileno, alcohol metílico, bezoato de metilo, metil n-amilcarbinol (2-heptanol), alcohol metilfurfurilico, metil n-heptilcarbonico, vainillina, pineno y valeraldehído.

INTRUDUCCIÓN AL EXPERIMENTO

En algunos casos, uno o más de los componentes de una substancia son de punto de ebullición demasiado alto o muy termosensitivos como para destilase a presión atmosférica. En esos casos la destilación en un solo paso puede llevarse a cabo al vacío. Frecuentemente es más cómodo realizar la destilación a presión atmosférica con la ayuda de vapor para reducir la presión parcial dé los componentes originales.

El vapor se usa en algunas operaciones comerciales, especialmente para arrastrar substancias disueltas en líquidos de elevado punto de ebullición. También, se usa en operaciones intermitentes en pequeña escala para separar substancias valiosas de otras relativamente no volátiles. Hay casos de procesos en la industria en las que el uso del vapor es más costoso que el del vacío en consecuencia, el uso principal del vapor se encuentra en las destilaciones por arrastre en el Laboratorio.

ACTIVIDADES

- 1. Propiedades físicas, químicas y tóxicas del eugenol, acetileugenol, éter etílico, cloroformo, sulfato de sodio, cloruro de benzoilo, cloruro férrico y benzoato de eugenol. Usos del eugenol.
- 2. Destilación por arrastre con vapor, fundamento teórico, cálculo de la masa de agua necesaria para arrastrar el eugenol, esquema de aparatos usados (con los nombres que lo integran).
- 3. Disolventes activos, ejemplos de éstos y sus usos.
- 4. ¿Extracción líquido/líquido continua y discontinua, aparatos. Análisis de su fundamento, equipo para efectuarla y utilidad de la extracción líquido/líquido con disolventes y disolventes activos.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	83/ 110

- 5. Coeficiente de distribución de Nerst, fórmula y explicación de ésta. Cálculo del número y volumen de .las-extracciones para separar al eugenol de la fase acuosa.
- 6. Método para recuperar el disolvente usado en la extracción,
- 7. Cromatografía en capa delgada.
- 8. Fenoles: Comportamiento como ácidos, método característico para su identificación y preparación de un derivado benzoato de eugenol.
 - II. Elaborará un proyecto que incluya: Resumen, Objetivos, Hipótesis, Variables dependientes e independientes, Material, Reactivos y su costo (consulta el catálogo de Aldrich), Diagrama de bloques, esquemas de los aparatos a utilizar indicando las partes que lo integran.
 - III. Discusión de los puntos anteriores.
 - IV. Desarrollo de la parte experimental.
 - V. Discusión de los resultados.
 - VI. Entregar a su asesor el producto(s) obtenido(s) debidamente etiquetado(s), (nombre del compuesto(s), p.f., n °, d, nombre del equipo grupo y fecha) en un recipiente adecuado.

CUESTIONARIO

Resolver y anexar al informe

- 1.¿Qué compuesto es la base de las sustancias que se encuentran en los aceites esenciales?
- 2. Explique brevemente los siguientes conceptos básicos de la regla de las fases:
 - 2.1. Equilibrio homogéneo y Heterogéneo.
 - 2.2. Sistema.
 - 2.3. Fase.
 - 2.4. Componentes.
- 3. Escriba las fórmulas para la presión de vapor.
- 3.1. Para una mezcla de líquidos mutuamente miscibles entre sí.
- 3.2. Para una mezcla de líquidos mutuamente inmiscibles entre sil





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	84/ 110

- 3.3. ¿Cómo se aplican las diferencias entre estas dos fórmulas para la destilación por arrastre con vapor?
- 4. ¿Cuál es el concepto de temperatura de burbuja y temperatura de rocío?
- 5. ¿Qué sucede al agregar NaOH al 10% en el extracto clorofórmico del aceite esencial?
- 6. ¿Se puede usar el rotavapor en lugar de una destilación simple para eliminar el disolvente utilizado en las extracciones?, explique
- 7. Calcule dI peso molecular de una sustancia desconocida que es arrastrada con vapor de agua en una relación de 3.51 g de sustancia / I g de agua a una temperatura de 90 ° C y una presión de 410 mm Hg; si la presión atmosférica es de 585 mm Hg.
- 8.¿Por qué se debe evitar un exceso de cloruro de benzoilo en la preparación del derivado?
- 9.¿Cuál es el objeto de preparar un derivado el benzoato de eugenol?
- 10. Proponer el mecanismo de reacción más probable para la formación del derivado.
- 11. Se desea separar una mezcla por extracción selectiva ácido-base de los siguientes compuestos: Ácido benzoico, anilina y naftaleno los cuales se encuentran en éter etílico.: -¿Qué sugiere para obtener cada uno por separado? Expliquemediante un diagrama de flujo, sí hay reacciones escríbalas
- 12. Escriba el método para identificar el grupo funcional fenol con: dicloroetano l cloruro férrico, etanol/cloruro férrico y agua / cloruro férrico.
- 13. ¿Cuál de los siguientes compuestos es más polar. El eugenol o el benzoato de eugenol? Explíquelo mediante una C.C.D. sugiera el adsorbente y eluyentes.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	85/ 110

SEPARACIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DE CANELA E IDENTIFICACIÓN DEL CINAMALDEHIDO

AUTORES: QUÍM MA. TERESA MENDOZA MATA [Q. ALEJANDRO RUIZ CANCINO†

OBJETIVOS

- Describir el fundamento teórico de la destilación por arrastre con vapor.
- Efectuar una destilación de arrastre con vapor de agua de la canela para extraer los aceites esenciales,
- Diferenciar el uso de una destilación simple, fraccionada con respecto a una destilación de arrastre con vapor de agua.
- Emplear una extracción liquido-líquido discontinua.
- Llevar a cabo la preparación de un derivado del 'producto obtenido cinamaldehído.
- Identificar el aceite esencial, su principal componente cinamaldehído, mediante métodos físicos y químicos. Índice de refracción, densidad cromatografía en capa delgada, derivado, reacciones características para la identificación del compuesto.

OBJETIVO TERMINAL

Al finalizar el experimento el alumno podrá aplicar la destilación por arrastre con vapor de agua, cuando se requiera extraer y posteriormente aislar el principal ¿Componente de su fuente natural o Como producto de una reacción química.

GENERALIDADES

Los aceites esenciales o esencias vegetales son productos contenidos en las plantas formados por 'la acción del agua sobre las sustancias que contienen, Los aceites esenciales se encuentran normalmente en las glándulas o los espacios intercelulares de los tejidos vegetales que pueden estar diseminados -por toda la planta o bien concentrados en las flores o en las semillas.

Los compuestos más comunes derivan biogenéticamente del ácido mevalónico; se les cataloga como monoterpenoides y sesquiterpenoides. Los aceites esenciales son más o menos densos que el agua, su densidad varia entré '0.759 y 1.096 g/mL; olor fuerte, penetrante, más o menos agradable, sabor acre, ardiente y algunas





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	86/ 110

veces cáusticos, muchas son las plantas que los producen; entre las más notables conviene mencionar las familias de las coníferas, rutáceas y crucíferas.

La canela, se presenta en forma de tubos cilíndricos formada por numerosas cortezas delgadas enrolladas por bordes, Se obtiene de la corteza del árbol Cinnamomun Zeylanicum, originaria de Ceilán, Sumatra y Borneo; cultivada también en partes tropicales como África, América y Asia, la Canela contiene aldehído cinámico, taninos, sacarosa, de la 2 por ciento de aceite volátil] la esencia de la canela es utilizada en perfumería y en medicina como carminativo y antidiarreico.

INTRODUCCIÓN

La disolución en corriente de vapor o arrastre con vapor de agua es una ingeniosa técnica para la separación de sustancias insolubles en agua y ligeramente volátiles de otros no volátiles mezclados con ellos.

El arrastre en corriente de vapor hace posible la purificación adecuada de muchas sustancias de punto de ebullición elevado mediante una destilación a baja temperatura. Esta técnica es particularmente útil cuando la sustancia en cuestión hierve por encima de 100 °C a la presión atmosférica o se descompone en su punto de ebullición o por debajo de éste. Algunas sustancias pueden ser arrastradas en corriente de vapor, esto se debe principalmente a que algunos compuestos no son sumamente solubles entre sí con el agua, en este caso, la presión del sistema es la suma de las presiones parciales de los componentes. También, se puede llevar a cabo la separación de los compuestos que forman puentes de hidrógeno intermoleculares, en una destilación por arrastre con vapor de agua. Algunas veces, después de haber llevado a cabo la destilación por arrastre con vapor de agua, el destilado puede estar compuesto por sustancias de carácter ácido y básico; pudiéndose' separar estas sustancias por medio de una extracción líquido-líquido ácido base neutro con disolventes activos.

ACTIVIDADES

El alumno realizará la investigación bibliográfica de los siguientes puntos:





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	87/ 110

- Propiedades físicas químicas y tóxicas de: Cinamaldehido, clorhidrato de hidroxilamina, hidróxido de sodio, alcohol etílico, anilina, ácido acético, 2,4dinitrofenilhidrazina, cloruro férrico, anhídrido crómico, dicloroetano, éter de petróleo. Usos del Cinamaldehído,
- 2. Destilación por arrastre con vapor de agua.
- 3. Fundamento teórico de la destilación por arrastre con vapor.
- 4. Ventajas y desventajas de esta destilación, con respecto a la destilación a baja presión.
- 5. Usos de la destilación por arrastre con vapor.
- 6. Características qué deben tener los compuestos para que sean arrastrables con vapor.
- 7. Deducción de la fórmula que se emplea para calcular. la cantidad de agua necesaria en una destilación por arrastre con vapor.
- 8. Aparato(s) empleado(s) en una destilación por arrastre con vapor indicando los nombres de las partes que lo integran.
- Efecto salino.
- 10. Extracción con disolventes activos líquido-líquido, para separar una mezcla de ácido salicílico, fenol y anilina.
- 11. Disolventes activos que se emplean con más frecuencia; así como la concentración en que se usan.
- 12. Extracción liquido-liquido discontinua.
- Fórmula de la ley de la Distribución de Nerst.
- 14. Cálculo del número y el volumen de las extracciones para separar al Cinamaldehído de la fase acuosa.
- 15. Derivado físicas, químicas y tóxicas de la oxima y su reacción.
- 16. Identificación del grupo funcional aldehído; métodos y reacciones.
- 17. Elaborará un proyecto que incluya: Resumen, Objetivos, Hipótesis, Variables dependientes e independientes, Material, Reactivos y su costo (consulta el catálogo de Aldrich), Diagrama de bloques, esquemas de los aparatos a utilizar. Entregar al asesor, el producto(s) obtenido(s) puro debidamente etiquetado(s), (nombre del compuesto, p. eb. d, nº nombre del equipo, grupo y fecha) en un recipiente adecuado.

CUESTIONARIO

Resolver y anexar al informe

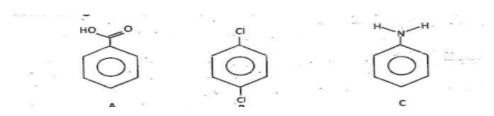




MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	88/ 110

- 1. Escriba el fundamento teórico de la destilación por arrastre con vapor de agua usos de esta destilación.
- 2. Explique brevemente en que consiste la formación de. puentes de hidrógeno intermolecular e, intermolecular. ¿Qué influencia tienen éstos en una destilación por arrastre con vapor de agua?
- 3. Escriba dos ventajas que presenta adicionar Cloruro de sodio a la fase acuosa donde se. encuentra la canela, en una destilación por arrastre con vapor de agua.
- 4. Explique por qué el vapor que se condensa durante la destilación por arrastre con vapor es generalmente turbio.
- 5. Escriba mínimo cuatro características que deba tener una sustancia para que ésta sea arrastrable con vapor.
- 6. Explique brevemente cuándo se lleva a cabo una extracción líquido-líquido discontinua con disolvente activo.
 - 7. Se tiene la siguiente mezcla de compuestos disueltos en éter etílico:



Mediante un diagrama de flujo explique cómo separaría los compuestos indicados anteriormente, mencionando los reactivos necesarios y las reacciones que se llevan a cabo.

8. De los compuestos que se indican a continuación; escriba ¿cuál(es) será(n) arrastrable(s) con vapor de agua?, explicando con base a qué hizo su elección.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	89/ 110

HO OH OH OCH3

OH OCH3

OH OCH3

$$CH_2CH=CH_2$$

A B C D

p.e. = 255°C p.e. = 217°C p.e. = 161.5°C

Poco sol. en agua 1.3g/100 ml. de escasamente sol. en H2O, miscible en H2O, soluble en de H2O, éter etilico. Benceno etilico.

9. Escriba cuatro métodos físicos para identificar al Cinamaldehido y al derivado que obtuvo en

el laboratorio.

10. Escriba tres reacciones que sirvan para identificar el grupo funcional aldehído del

Cinamaldehído...

11. Complete las siguientes reacciones en el caso de que éstas se lleven a cabo:

12. A presión normal 760 mm Hg, una mezcla de Naftaleno hierve a 93⁰ C I? presión, de vapor de agua es de 744 mm Hg:





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	90/ 110

- 12.1 ¿Qué cantidad de Naftaleno habrá codestilado con 1 50 g de agua?
- 12.2 ¿Cómo haría para determinar la relación molar de cada uno en la fase vapor?
- 13. A 90°C la presión de vapor de una sustancia "X" (PM = 112.5 g/mol) es de 240 mm Hg., Calcule el porcentaje en peso de 'X" en el destilado, cuando 'X" se somete a una destilación por arrastre con vapor de agua a una presión de 760 mm
- 14. Calcular el peso molecular de un compuesto 'A" que ha sido arrastrado con vapor a partir de los siguientes datos: El codestilado destila a 99.4°C a una presión atmosférica de 585 mm Hg, dando una mezcla de agua y compuesto "A" en una relación 2 g/ I g, la presión de vapor de agua a 99.4 z c es de 555 mm Hg.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	91/ 110

SEPARACIÓN DEL ACEITE ESENCIAL DEL ANISE IDENTIFICACIÓN DEL ANETOL

AUTORES: Quim. MA. ANTONIETA AGUILAR VIQUEZ, QIJIM. MARIA TERESA MENDOZA MATA Y QLJIM, FERNANDOA. CANTÚ GARZAQ.

OBJETIVOS

- Describir el fundamento teórico de la destilación de arrastre con vapor.
- Extraer el aceite esencial del anís y aislar su principal. componente el aneto! mediante la técnica de arrastre con vapor y extracción con disolventes activos.
- Realizar una extracción líquido-líquido discontinuo.
- Preparar un derivado (ácido anisico) del principal componente del aceite esencial del anís, el anetol.
- Utilizar disolventes activos para eliminar las impurezas más importantes del anetol en el aceite esencial del anís (ácido anísico y anisaldehído); bicarbonato de sodio al 5 por ciento y. bisulfito de sodio al 5 por ciento respectivamente.

GENERALIDADES

Las fragancias que desprenden muchos vegetales 'se deben a los aceites esenciales volátiles, los cuales se han utilizado desde la antigüedad como fuentes de fragancias y sabores; Estos aceites etéreos, aceites esenciales o simplemente esencias; tienen como componentes químicos más importantes a: hidrocarburos, alcoholes, aldehídos, cetonas, fenoles, ácidos y algunos componentes, de azufre,

En la actualidad los aceites esenciales tienen un uso, muy variado, pues se utilizan en: medicina, perfumería, en la industria alimentaria o como fuente de materias primas. La mayoría de estos aceites esenciales se obtienen por arrastre con vapor de agua; que constituye una técnica muy rápida, eficaz y económica en nuestro Laboratorio de Química 'Orgánica.

El anís (<u>Pimpinela Anisum L</u>.) contiene del 2 al 6 por ciento de esencia, pequeñas cantidades de almidón, de azúcar y hasta 19 por ciento de materia proteica. La esencia del anís se compone principalmente de aneto! (entre 80 y 90 por ciento) el





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	92/ 110

cual le proporciona su olor característico, así como metilcavicol (estragol) en pequeñísimas cantidades y productos de oxidación del aneto! (p-inetoxibenzaldehido y ácido pmetoxibenzoico).

El aceite esencial del anís se utiliza principalmente; como antiséptico en las pastas dentífricas, como antirreumático y en la industria alimentaria como saborizante.

INTRODUCCIÓN

La destilación por arrastre con vapor de agua es muy útil para separar las esencias de los vegetales ya que dichas esencias son por lo general inmiscibles con el agua.

Este proceso conduce de por sí a la purificación de líquidos que hierven a una temperatura demasiado alta, o que descomponen cuando se calientan a sus puntos .normales de ebullición y por tanto no se pueden separar mediante una destilación fraccionada normal; entonces se utiliza vapor de agua para separar, los vapores se .condensan para dar agua pura y liquido puro, luego las capas pueden separarse con .facilidad. En estas condiciones es posible destilar líquidos de punto de ebullición elevado a temperaturas por debajo del punto de ebullición del agua.

Debido a la tensión de vapor comparativamente alta del agua y al hecho de que su peso molecular es bajo comparado con las sustancias que está "arrastrando" con vapor, es posible purificar la sustancia sin tener que destilar una cantidad excesiva de agua, de ahí la gran utilidad de la destilación por arrastre con vapor, puesto que permite separar sustancias de peso molecular elevado y baja presión de vapor en forma económica fácil y rápida.

ACTIVIDADES

- I. El alumno realizará una investigación bibliográfica sobre:
- 1. Propiedades físicas, químicas y tóxicas de: Ácido anísico, anisaldehido, anetol, acido sulfúrico di-lodo anetol, lodo metálico, alcohol etílico, diclorometano, benceno, acetato de etilo, bisulfito de sodio, permanganato de potasio y dióxido de manganeso, usos del anetol.
- 2. Fundamento teóricos obre la destilación por arrastre con vapor de agua.
- 3. Diferentes tipos de aparatos empleados en la destilación por arrastre con vapor de agua.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	93/ 110

- 4. Empleo de la ecuación que relaciona la cantidad de los líquidos inmiscibles en una destilación por arrastre con vapor; determinaciones que pueden hacerse con dicha ecuación.
- 5. Tipos de extracción y cuándo se emplea cada una de ellas: a) sólido-liquido, b) líquido-líquido y c) ácido-base.
- Efecto salino.
- 7. Extracción con disolventes activos para eliminar impurezas, ejemplos de éstos.
- 8. Técnicas para eliminar el disolvente de un aceite volátil.
- 9. Pruebas químicas para la identificación de los grupos funcionales del anetol métodos y reacciones del: a) doble enlace, b) grupo éter fenólico y c) anillo aromático.
- 10. Preparación del ácido anisico como un derivado del anetol.
- 11. Proceso de sublimación como método alternativo; de purificación del ácido anísico.
- 12. Cristalización del ácido anísico por par de disolventes.
- 13. Método para la determinación del punto de fusión de un compuesto que sublima.
- 14. Uso de la cromatografía en capa delgada; para seguir el curso de una reacción química.
 - II. Aplicar conceptos, técnicas, métodos etc. vistos en las unidades anteriores.
 - III. Elaborará un proyecto que incluya: Resumen, Objetivos, Hipótesis, Variables dependientes e independientes, Material, Reactivos y su costo (consulta el catálogo de Aldrich), Diagrama de bloques, esquemas de los aparatos a utilizar.
 - IV.-Discutir los puntos anteriores así como los resultados obtenidos.
 - V. Entregar al asesor, el producto(s) obtenido(s) puro debidamente etiquetado(s), (nombre del compuesto, p. eb. d, n , p.f., nombre del equipo, grupo y fecha) en un recipiente adecuado.

CUESTIONARIO

Resolver y anexar al informe

1. En una destilación .por arrastre con vapor de agua, el punto de ebullición de la mezcla de líquidos inmiscibles es mayor que el punto de ebullición normal, de





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	94/ 110

cualquiera de los componentes de dicha mezcla. Explique el porqué de este fenómeno.

- 2. ¿Qué características debe presentar una substancia para ser arrastrable con vapor de agua?
- 3. ¿Cuáles son las ventajas y desventajas de la destilación por arrastre con vapor de agua sobre la destilación a presión reducida?
- 4. ¿por qué las sustancias que se destilan por arrastre con vapor no siguen la Ley de Raoult?
- 5. En una destilación por arrastre con vapor. ¿A qué se llama codestilado?
- 6. Explique por qué el destilado; en una destilación por arrastre con vapor es turbio.
- 7. De las siguientes substancias señale la(s) que se destila(n) por arrastre con vapor de agua.
- 8. Si las substancias del problema siete se encuentran en una mezcla; disueltas en . éter etílico; indique como las separaría mediante una extracción ácido-base elabore un diagrama de flujo y escriba las reacciones que se llevan a cabo.



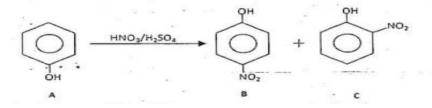
9. Cuando se llevó a cabo una reacción de nitración sobre el fenol "A" se obtuvo una mezcla de dos isómeros "B" y "C".





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	95/ 110



Si la mezcla de los isómeros "B" y 'C" se somete a una destilación por arrastre de agua contestar:

- 9.1 ¿Cuál de los compuestos B o C permanece en el residuo?
- 9.2 ¿Cuál de los dos compuestos destila B o C?
- 9.3 Diga la característica(s) principal(es) por la(s) que el compuesto señalado en el punto anterior destila por arrastre con vapor de agua.
- 10. Escriba la estructura de los siguientes compuestos:
 - 10.1 Anetol.
 - 10.2 p-metoxibenzaldehido.
 - 10.3 Acido anísico.
 - 10.4 Picrato de anetol
- 11. ¿Con qué finalidad se preparan el ácido anísico y el picrato de anetol?
- 12. Explique por qué al llevar a cabo la oxidación del aceite esencial del anís solo se obtiene como producto el ácido anisico.
- 13. Mencione •dos técnicas mediante las cuales se pueda purificar al ácido anisico ¿cuál de ellas es la más eficaz?
- 14. Un líquido que es inmiscible con el agua se destila por arrastre con vapor de agua a 98 ⁹C y 760 mm de Hg. Se descubre que en el destilado el 21% lo constituye el peso del liquidó orgánico, si la presión de vapor del agua a 98 ⁰C es de 750 mm de Hg calcule el peso molecular de dicho líquido orgánico.
- 15. Se destila por arrastre con vapor de agua / Clorobenceno (C3H5CI) a 734 mm de Hg y 90 °C, las presiones de vapor del Clorobenceno y del agua a esa temperatura son 208 y 526 mm de Hg respectivamente. Calcule la cantidad de agua que se requiere para destilar 500 mL de Clorobenceno, la densidad del Clorobenceno es 1.107 g/mL.
- 16. ¿Cuál será la composición de Bromobenceno (COH5Br) y agua en el destilado a la presión de 760 mm de Hg y 95 °C? La presión de vapor del





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	96/ 110

Bromobenceno a esta temperatura es de 120 mm de Hg y la del agua 640 mm de Hg.

- 17. Una mezcla de un compuesto" A" y agua se somete a una destilación por arrastre con vapor a 95° C, a esa temperatura la presión de vapor del agua es de 640 mm de Hg, contestar lo siguiente:
 - 17.1 ¿Cuál es la presión de vapor de "A" durante la destilación?
 - 17.2 ¿Cuál es la relación del número de moles de " A" con respecto al número de moles de agua en el destilado?





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	97/ 110

DESTILACIÓN A BAJA PRESIÓN

AUTORES: Q. VICTOR ONTAÑON MORENO, Q. MA. TERESA MENDOZA MATA, Q. FERNANDO A. CANTÚ GARZA †.

OBJETIVO.

- Obtener un compuesto orgánico de uso, farmacéutico, salicilato de metilo.
- Seguir el curso de la reacción por cromatografía en capa delgada.
- Separar el producto de la reacción por extracción líquido-líquido.
- Describir el fundamento teórico de la destilación a baja presión y del índice de refracción
- Purificar el producto de la reacción por medio de destilación a baja presión
- Determinar el índice de refracción.
- Calcular la presión a la cual destila el producto, relacionando la temperatura del destilado con el punto de ebullición normal mediante el uso del Nomograma. Calcular el rendimiento práctico del salicilato de metilo con base en el reactivo limitante.

INTRODUCCIÓN AL EXPERIMENTO

Los ésteres son una clase de compuestos ampliamente distribuidos en la naturaleza, los más simples tienen olores muy agradables. En muchos casos, aunque no siempre, los sabores característicos y las fragancias de las flores y frutos se deben a compuestos con el grupo funcional éster. Una excepción son los aceites esenciales. Las propiedades organolépticas olor y sabor de frutas y flores frecuentemente pueden deberse a un sólo éster pero más frecuentemente, se deben a una mezcla de ellos.

En este experimento se preparará, el salicilato de metilo. El cual se aisló por primera vez en 1843 de la Gualteria. Este compuesto tiene propiedades analgésicas y antipiréticas casi idénticas al ácido salicílico. El carácter medicinal es debido probablemente a que el salicilato de metilo puede ser hidrolizado ácido-salicílico en condiciones alcalinas que se encuentran en el tracto intestinal.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	98/ 110

El salicilato de metilo puede administrarse internamente y también puede absorberse a través de la piel; de aquí su aplicación en los linimentos.

En este experimento, además de ilustrar la preparación de compuestos de interés farmacéutico, también mostrará al estudiante el método de la destilación a baja presión para purificar líquidos que descomponen a temperaturas elevadas y el uso del refractómetro.

ACTIVIDADES

- I. El alumno realizará una investigación bibliográfica que cubra los siguientes puntos:
 - Propiedades físicas, químicas y tóxicas de: Salicilato de metilo, ácido salicílico, metanol, ácido sulfúrico, bicarbonato de sodio y cloruro de calcio anhidro. Uso del salicilato de metilo.
 - 2. Reacción de esterificación, condiciones de reacción y su mecanismo. Equilibrio de la reacción; técnica de calentamiento a reflujo (esterificación de Fisher).
 - 3. Cromatografía en capa delgada: Fundamento teórico, forma de preparar las placas, aplicación de la muestra, elución y revelado.
 - 4. Destilación a baja presión, simple y fraccionada, fundamento teórico de éstas, diferentes aparatos para colectar las fracciones en la destilación a baja presión, esquemas de los aparatos empleados, indicando las partes que los integran, normas de seguridad para llevar a cabo una destilación a baja presión en el Laboratorio.
 - 5. Fundamento teórico del índice de refracción: uso del refractómetro, precauciones que se deben seguir en su manejo, esquema del aparato.
 - 6. Manómetro, su uso y esquemas de los diferentes tipos de éstos.
 - 7. Nomograma y uso de éste.
 - 8. ¿Qué es un mecanismo de reacción?
 - 9. Métodos para controlar la ebullición en una destilación a baja presión.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	99/ 110

- II. Elaborar un diagrama de flujo pata la obtención del salicilato de metilo.
- III. Discutir con el profesor los puntos anteriores.
- IV. Desarrollar la parte experimental de acuerdo a lo investigado en la bibliografía.
- V. Elaborará un proyecto que incluya: Resumen, Objetivos, Hipótesis, Variables dependientes e independientes, Material, Reactivos y su costo (consulta el catálogo de Aldrich), Diagrama de bloqueé, esquemas de los aparatos a utilizar.
- VI. Entregar al asesor, el producto obtenido debidamente etiquetado, (nombre del compuesto, p.eb. d, n°, nombre del equipo, grupo y fecha) en un recipiente adecuado.

CUESTIONARIO

Resolver y anexar al informe

- 1. Escriba la reacción de esterificación que se lleva a cabo en el experimento y su mecanismo de reacción.
- 2. ¿Cuál es la función del ácido sulfúrico en la reacción de esterificación?
- 3. ¿Cuál es el objeto de agregar alcohol metílico en la preparación del éster?
- 4. ¿Cómo afecta en el equilibrio de la reacción de obtención del salicilato de metilo la eliminación del subproducto?
- 5. ¿Por qué se usa bicarbonato de sodio en la extracción? ¿Qué sucedería si se usara hidróxido de sodio al 5 por ciento? Escriba las reacciones que se efectúan en ambos casos.
- 6. En caso de que los reactivos para la esterificación empleados no estuvieran puros. ¿Sería necesario purificarlos? Justifique su respuesta.
- 7. ¿Por qué método probaría Ud., que se ha llevado a cabo la reacción de esterificación?





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	100/ 110

- 8. Con relación la destilación a presión reducida, conteste lo siguiente:
 - 8.1 Mencione cinco métodos para controlar la ebullición en una destilación a. baja

presión, ventajas y desventajas de ellos.

- 8.2 Escriba seis normas de seguridad para llevar a cabo la destilación.
- 8.3 Cuándo es recomendable hacer este tipo de destilación?
- 9. ¿Es posible obtener un rendimiento de 100 por ciento para el éster en la reacción de esterificación? Justifique su respuesta.
- 10. Escriba el significado de analgésico y antipirético.
- 11. Mediante un esquema explique el fundamento teórico en que se basa el aparato para determinar el índice de refracción.
- 12. Explique brevemente, ¿Cómo afecta la temperatura en la determinación del índice de refracción?
- 13. Escriba tres de las precauciones más importantes para usar correctamente el refractómetro.
- 14. Escriba cuatro pruebas físicas para identificar al salicilato de metilo.
- 15. Mediante C.C.D. indique ¿Cómo se observa la reacción a los 30' y término de ésta?





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	101/ 110

BIBLIOGRAFIA BÁSICA

- 1 Ault A. Techniques and Experiments for organic chemistry. 6^a ed. ,U.SA: University Science Books; 1998.
- 2 Brewester RQ. et al Curso Práctibo de Quimica Orgânica Experimental. Madrid: Alhambra; 978...
- 3 Browning DR. Cromatografia, Barcelona: Toray-Masson; 1971
- 4 Domínguez X. Experimentos de química Orgánica. Barcelona: Reverte. 1967.
- 5 Dupond DH, Gokel GW. Experimental Organic Chemistry. 2. New York: McGraw-Hil. 1987.
- 6 Eaton DC. Laboratory Investigation in Organic Chemistry. New York: McGraw Hill; 1989.
- 7 Fumiss B.S.. et ali Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry. 4^a., London and New York; 1978.
- 8 Guy K. Organización y Administración de Laboratorios. IJrmo. S.A. de Ediciones Espafia; 1976. p. 243-268
- 9 Pavia DL. Lamp man GM. Kriz GS. Introduction to Organic Laboratory Techniques.
- 10 Saunders College Publishing 3^a ed. U.S.A: Saunders College Publishing; 198B.
- 11 Pavia DC. Lamp man GM. Kriz GS. and Engel G. Introduction to Organic Laboratory
- 12 Techniques A-Microscale Aproach, Saunders College Publishing
- 13 ed.; U.S.A.: Sagn<ers College Publishing; 1995.
- 14 Pavia DL. Lamp man GM. Kriz GS. and Engel Introduction to Organic Laboratory. Technique A mall Scale Approach. Saunders College Publishing. Saunders College Publishing. U.S.A. 1998.Manual.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	102/ 110

BIBLIOGRAFÍA GENERAL

A continuación se presentan una lista de libros que permitirán efectuar las investigaciones para llevar a cabo los experimentos.

- 1. Abbot D. introducción a la Cromatogtafia, Madrid: Alhambra; 1973.
- 2. Adams •R, Johnson J R, Wilrox Jr CF. Laboratory Experiments in Organic Chemistry. ed. New York: MacMillan Publishing.Co; 1979.
- 3. Ault A. Techniques and Experiments for Organic Chemistry. 6a ed, U.S.A.: University Science Books; 1998.
- 4. Bates RB, Schaefer JP. Research Techniques in Organic Chemistry. London: Prentice Hall; 1971.
- 5. Bell CES Clark AK. Taller, Roding, O.D.; Organic Chemistry Laboratory: Standard and Microscale experiments. ? ed. D.F.: Saunders College Publishing; 1997.
- 6. Benson WS. Cálculos Quimicos. Limusa. México; 1979
- 7. Bettelheim F, Landesberg J. Laboratory Experiments for Introductory Organic Chemistry. Saunders College Publishing; 1997
- Bode R y Gonzålez RM. "Selecciones del Reader's Digest" Méx.; S.A., de C. V.1935.
- 9. Boikes S. How to solve General Chemistry Problems 5a ed. IJ.'S.A.: Prentice-Hali. Inc; 1976.
- 10. Brewester RQ. et al Curso Práctico de Quimica Orgânica Experimental. Madrid: Alhambra; 1978.
- 11. Brewester RQ. Unitized Experiments in Organic Chemistry. 4a ed: Thomsöh International; 1977.
- 12. Brieger G. Quimica Organica Moderna Curso Practico de Laboratorio. U.S.A.: Harper and Row Publishers Inc; 1970,
- 13. British Pharmacopea. Editada por la British Pharmacopea Commissioni London England; 1988.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	103/ 110

- 14. Butrille D, Rivas RJ, Villareal F.; Experimentos de Quimica, Pane II y III, ANUIES, Edicol, México; 1975.
- 15. Brown WH. Introduction to Organic Chemistry Laboratory, U.S.A.: Saunders College Publishing; 1997.
- 16. Browning DR. Cromatografia, Barcelona: Toray-Masson; 1971.
- 17. Budavari S. The Merck Index. II a ed. U. S. Merck and Rahway; 1989.
- 18. Bukingham J. editor, Dictionary of Organic Compounds. 5a ed. London: Chapman and Hall; 1982-1992.
- 19. Cahpbell BN, McCarthy MA. Organic Chemistry Experiments-Microscale and SemiMicroscale. Brooks/Cole; 1994.
- 20. Carret AB. Curso Práctico de Quimica General, Madrid: Alhambra 1969.
- 21. Coetzee JF. Recomended Methods far Purification of solvents and Test for Impurities. Oxford: Pergamon Press; 1982.
- 22. Cole WH. Puestow CB. Primeros Auxilios. México: Interamericana; 1990.
- 23. Considine D De. The Van Nostrand's Scientific Encyclopedia. Van Nostrand Reinhold Co., New York; 1989.
- 24. Cooper M. Cooperative chemistry Laboratory Manual. U.S.A.: McgrawHiII;1 996.
- 25.D D Perrin and WLF. Armarego "Purification of Laboratory Chemicals" 3a ed. Gran Bretafia: Butterworth-Heinemann 1988.
- 26. Dean J A. Lange Mamual de Quimica. 13a ed, México: McGraw Hill. 1990.
- 27. Dominguez X. Fitoquimica. México: Limusa; 1973.
- 28. Dominguez X. Experimentosde Quimica Organicat-Barcelona: Reverté S.A:; 1967.
- 29. Doyle MP, Mungall W S. Experimental Organic Chemistry. New York: John Wiley and Sons Inc; 1980.
- 30. Dupond D HI G W Gokel. Experimental organic chemistry. ? ed.: U.S.A.: MacGraw-Hill; 1987.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	104/ 110

- 31. Durts H D and G W Gekel. Experimental organic chemistry. ? ed. U.S.A.: McGraw-Hill; 1987.
- 32. Eaton D C. Laboratory investigation im organic chemistry. U.S.A.: McGraw Hill1989.
- 33.E Krell. Handbook of laboratory Distillation. 5' ed. Amsterdam Oxford New York. 1982. vol II
- Edwars D L. Cromatografia Principios y Técnicas. El Manual Moderno S.A. México, 1995.
- 35. Fessenden R J. Fessenden J S. Landgrebe, A. Organic laboratory techniques, oa ed. U.S.A.: BrookslCole 1993. Orgaziü Q.F.
- 36. Fieser L F. Experimentos de Quimica organica.-ed. Baicélofia: Reverté SA.: •1967.
- 37. Fieser L F, Kenneth W. Organic experiments inorganic chemistry. 7a Cd. U.S.A.: D. C Heath; 1997.
- 38. Fontané J C, Garcia M. Manual Práctico de Laboratdrio quirnico y farmacéutico. Barcelona; 1979.
- 39. Franco R, Ortega D. Análisis quimico. México: ANUIES Edicol; 1975.
- 40. Furniss B S. et al; Vogel's textbook of practical organic chemistry. 4a ed. London and New York: 1978.
- 41. Gabb M H E E. Latchen, Manual de soluciones de Laboiatorio•. Espaha: Ediciones Bellaterra S.A.; 1973.
- 42. Garcy S. Coyne the laboratory companion. Wiley Intercience; 2006.
- 43. Gavifio T G. Técnicas bi016gicas selectas dé Laboratorio y de campo. México: Limusa; 1975.
- 44. Gilbert JC, Stephen F M. Experimental organic chemistry: A Miniscale and Microscale Approach. 20 ed. Saunders College Publishing; 1998.
- 45. Gilbert W. Castellan "Fisicoquimica" ? ed} México: •Pearson-Addison wesley Iberoamericana S.A.; 1993.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	105/ 110

- 46. Giral J. Productos quimicos y fermacéuticos. México: Atlante S.A; 1946
- 47. Gordon A J. Ford R A. The chemist's companion. U. S. A.: John Wiley and Sons; 1972.
- 48. Gortler L B, Tripp R L. Techniques & ExperimentS in organic chemistry. 2a ed. U.S.A.: Avery Publishers; 1979.
- 49. Grinberg N. Modern Thin Layer chromatorphy chomatographic Science Series, U.S.A.: Marcel Dekker, 1990.
- 50. Gross J. Pigments in Vegetables chlorophils and carotenoids. U.S.A.: Van Nostrand Rinehold; 1991.
- 51. Guy K. Organización y Administración de.Laboratorios. Espafia: Urmo, S.A. 1976.
- 52. Hamilton L F, Simpson S G. Cålculos de quimica analitica. México: McGraw-Hill; 197B.
- 53. Hardegger E. Introduccián a las práctica de quimica orgánica. Espaöa: Reverté; 1965.
- 54. Hart H, Hart DJ, Craine L E. Laboratory manual for organic chemistry A Short Course. ed. U.S.A.: Houghton Mifflin Company; 1995. Q.F.B.
- 55. Hardwood L M, Moody C J. Experimental. organic chemistry._U.S.A.: Blackwell Science; 1989.
- 56. Hazards in the Chemical Laboratory. 6a ed., . S.C. Royal Society of Chemistry; 1992
- 57. Hill R and Barbaro J. Experiments in organic chemistry, ed. U.S.A: Contemporary Publishing; 1998.
- 58. Holman W, Hessley R K. Contemporary microscale organic chemistry. U.S.A.: Kendall Hunt; 1993.
- 59. Hostettmann K, Hostettmann M, Martson A. Preparative chromatography techniques. Germany: Springer-Verlag; 1986.
- 60. J A Beran Laboratory manual for prińciples of general chemistry. 5a ed. John Wile & Sons Inc. 1994.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	106/ 110

- 61. James E, Brandy Gerard E, Humiston. Quimica biblioteca cientifica y tecnológica, Edición Ciencias y Tecnicas, S.A. de C.V.; Tomos 1-5.
- 62. Jolin A, Riddick William B. Bunger organic solvents. ed.' Wiley —Inter Ciencie, A division of john Wiley & Sons; 1970 Vol. II
- 63. Jones M M, Rawsoln, JW. Laboratory manual for chemistry man. and society. U.S.A: Sanders;, 1972.
- 64. Jork Hr Funk W, Ficher W, Włmrner H. Thin layer chromatography. Germany: VCH 1990.
- 65. Keese R, Muller R K, Toube T P. Métodos de Laboratorio de quimica orgănica. Mexico: Limusa; 1990.
- 66. Krager B I, Snyder I R, Horvath C. An introduction to separation science. U.S.A.: John Wiley & sons; 1973.
- 67. Landgrebe J A. Theory and practice in the organic laboratory. 3a ed. 13. S. A.: Brooks/Cole Massachusetts; 1977.
- 68. Landgrebe J A Theory and practice in the organic laboratory with microscale and standard scale experiments. 4a ed. U.S.A.: Brooks/Cole; 1993.
- 69. Lange N A, Forker G M. Handbook of chemistry. I la ed. U,S.A.: McGraw-Hill; 1961.
- 70. Lefevre J Marc. Manual de primeros auxilios de urgencia. España: CientificoMśdica; 1977.
- 71. Lehman J W, Operational organic chemistry: a laboratory course ? ed. U.S.A.: Prentice Hall; 1988.
- 72. Leonard J, Lyngo B and Procter G. advanced practical organic chemistry 2a ed. Chapman and Hall; 1994
- 73.Linde R D. CRC Hanbook of chemistry and physics. 73 ed. U.S.A: CRC Press; 1992-1993.
- 74. Hacketl y Robblis. Manual de seguridad y primeros auxilios. Alfa omega; 1992.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	107/ 110

- 75. Maron, S Prutton C. Fundamentos de Fisicoquimica. México: Ed. Limusa, S.A. de c.v. 2010
- 76. Martin F W et al traducido de la 120 ed. en Ihglés por Carrera, O. G. y Contro Malo, F. ? ed. México: Farmacia Práctica de Remington; 1975.
- 77. Mayö D W, Pike R M, Butcher S Si Trumper P. Microscale techniques for the organic laboratory. U.S.A.: John Wiley and Sons; 1991.
- 78. Mayo D W, Pike R M, Butcher S S, Trumper P. Microscale organic laboratory: with multistep and multiescale syntheses 3a ed. U.S.A.: John Wiley and Sons; 1996.
- 79. Mohrig J R/ Hammond C N. Organic chemistry laboratory manual I a balanced approach: microscale and macroscale. U.S.A.: W. H. Freeman & Co; 1997.
- 80. Morhig R. and Neckers D C. "Laboratory experiments in organic chemis try" U.S.A.: D Van Nostrand Company; 1979
- 81. Moore J A, Dalrymple D L. Experimental methods in organic chemistry. U:S.A.: W, B. Saunders co; 1971
- 82. Moore W R, Winston Ai Laboratory manual of organic chemistry: a microscale approach. McGraw-Hill; 1996.
- 83. Most C F, Experimental organic chemistry. U.S.A.: John Wiley and Sons; 198B.
- 84. Bufioz M E. La experimentación en quimica orgánica. México: Publicacián Cultural S.A.; 1975.
- 85. Murray Z, McKee J. Essentials of small scale syntheses. U.S.A.: Wm. C. Brown; 1997.
- 86. Murray Z, Mckee J. Small scale syntheses: a laboratory text in organic chemistry. U.S.A.: Wm. C. Brown; 1997.
- 87. Nathan J P. Separaciones cromatográficas. México, U.S.A.: ANUIES Edicol S. A; 1976.
- 88.B. Nimitz J. Expriments of organic chemistry: from microscale to macroscae. U.S.A.: Printice-hall 1990.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	108/ 110

- 89. Openshaw H J. Manual de Laboratorio de análisis químico cualitativo. Espaöa: Alhambra S. A; 1975.
- 90. Orozco F. Análisis químico. cuantitativo. México: Porrua; 1970.
- 91. Palmer W C. Química física experimental. Argentina: Eudeba; 1966.
- 92. Pasto J M. Experiments and techniques in organic chemistry. U.S.A.: Prentice Hall, Englewood Clitts; 1992.
- 93. Pasto J M. Laboratory text for in organic chemistry. 20 ed. U. S. A.: Prentice Hall, Englewood Clitts; 1979.
- 94. Pavia D L. et al. "Introduction to organic laboratory techniques" 'W.B" U. S. A: Saunders Company; 1976.
- 95. Pavia D L, Lampman G M, Kriz G S. Introduction to organic laboratory techniques. 3a ed. U. S. A.: Saunders College Publishing; 1988.
- 96. Pavia D L, Lampman G M Kriz G S and Engel G. Introduction 10 Organic Laboratory Techniques A Microscale Aproach. U. S. A: Saunders Cöllege Publishing. 1995.
- 97. Pavia D L, Lampman G M Kriz G S and Engel Introduction to Organic Laboratory Techniques.' A mall Scale Approach Saunders College Publishing. U. S. A. Saunders Céllegé Publishing; 1998
- 98. Pecsok R L, Shields L D. Métodos modernos de análisis quimicos. México: Limusa; 1977.
- 99. Perrin D. D. and Armarego W. L. F. Purification of laboratory chemicals. 3a ed. U. S. A.: Pergamon Press; 1988.
- 100. Perry R H, Hilton C H. Chemical engineers handbook. 5a ed. Tokio: Mc Graw Hill, Kogakusha; 1973.
- 101. Randerath K. Enciclopedia de la quimica industrial Cromatografia en Capa Fina. Espafia: urmo; 1978. vol 8
- 102. Reichardt C. Solvents and solvents. effects in organic chemistry. Germany: V. C, H., 1990.





Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-FESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	109/ 110

- 103. Riddick J A, Bunger W, B and Sakano T K. Organic solvent physical properties and methods of purifications: 4a ed. US. S. A.: edited by A. Weissberger, John Wiley and Sons, Inc.; 1986
- 104. Roberts R M, Gilbert J C, Wingrobe A. S. Modern experimental organic chemistry, 4a ed. U. S. A: Saunders College Publishing Company; 1935.
- 105. Roberts R M, Gilbert J C, Martrin F. Modern experimental organic chemistry: a mini-scale approach. U.S.A.: Saunders College Publishing Company; 1994.
- 106. Robert J, Silbey Robert A, Alberty and Moungi G Bawendi. "Phisical chemistry" ed. IJ.S.A.: John Wiley and Sons; 2005.





MANUAL DE LABORATORIO DE CIENCIA BÁSICA III

	Código	Fecha de aprobación	Versión	Página
SGC-F	ESZ-IQ-ML05	27/07/2022	1	110/ 110

Control de cambios

Fecha de revisión	Versión	Descripción de la modificación	Sección
26/11/2019	0	Creación del Manual de Laboratorio	N/A
27/07/2022	1	Reestructuración del Manual de Laboratorio	Toda