

Informe del trabajo práctico nº11

- **Profesora:**

Lic. Graciela.

Lic. Mariana.

- **Alumnas:**

Romina.

María Luján.

Graciela.

Mariana.

- **Curso:** Química orgánica 63.14 turno 1

OBJETIVOS

- Ejemplificar la utilidad de las sales de diazonio como intermediarios de síntesis.
- Verificar en el colorante azoico las características comunes a las moléculas coloreadas.
- Practicar el teñido de tejidos de diferente composición para comparar la afinidad del colorante.
- Ejemplificar una reacción de polimerización por condensación
- Verificar algunas propiedades de los polímeros
- Comprobar en la práctica la reactividad de los cloruros de ácido

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

PARTE A

Síntesis de colorante azoico Naranjall

Por un lado, se toma un vaso de precipitados y se disuelven en él 1,25g de β -naftol en 12,5ml de hidróxido de sodio 1N, calentando para solubilizar completamente el compuesto. Luego, se enfría en un baño de hielo-agua hasta una temperatura de 5°C.

Por otro lado, se toma un erlenmeyer y se disuelven 0,5g de carbonato de sodio en 25ml de agua destilada. A continuación, se le agrega 1,5g de ácido sulfanílico y se calienta hasta completar la disolución. Se enfría el erlenmeyer bajo un chorro de agua fría y se sumerge en un baño de hielo-agua. Se le agrega una solución de 0,75g de nitrito de sodio en 2,5ml de agua destilada. Se agita y se espera a que la temperatura disminuya hasta 5°C; en ese momento, se le agrega una solución de ácido clorhídrico concentrado en 2,5ml de agua, empleando un ampolla de decantación con su vástago sumergido hasta el fondo del erlenmeyer, para generar una reacción in situ del ácido nitroso.

Para finalizar, se toma la solución presente en el erlenmeyer y se añade lentamente a la del vaso de precipitados, manteniéndose ambas frías. Si fuese necesario agregar NaOH 1N hasta obtener una solución alcalina. Se agita bien la mezcla producida y se calienta hasta solubilizar todo el sólido presente, si se hubiera formado. Se añaden 5g de cloruro de sodio y se vuelve a calentar hasta que la sal se disuelva. Se deja enfriar a temperatura ambiente y después en un baño de hielo-agua. Por último, se filtra el producto al vacío mediante un embudo Buchner y se lava con

10ml de solución saturada de cloruro de sodio. Se deja secar sobre papel de filtro el colorante generado.

Si bien nosotras realizamos la experiencia, la última parte (a partir de la filtración) no se pudo realizar, por lo que obtuvimos una mezcla del colorante y no un sólido cristalizado. De todas maneras, dividimos la mezcla en dos partes y colocamos cada una en un vaso de precipitados, para continuar con los experimentos.

Teñido de algodón

Se toma un vaso de precipitados con el colorante y se acidifica el líquido con ácido acético hasta lograr un pH ácido, preferentemente menor a 4. Se colocan las fibras de algodón dentro del recipiente y se coloca el mismo en un baño a temperatura ambiente. Se calienta el baño de agua y, antes de llegar a ebullición, se le adiciona una punta de espátula de cloruro de sodio. Se lleva el agua a ebullición y se mantiene durante 15 minutos, agitando constantemente. Para terminar, se lava el algodón con agua fría hasta que no pierda más color.

Reducción ácida del colorante

Se tiene el otro vaso de precipitados con la muestra de colorante y se toman 100mg del mismo. Se le agrega una solución formada por 0,5g de cloruro estannoso en 1ml de ácido clorhídrico concentrado y se calienta con cuidado.

PARTE B

Síntesis de polímeros

Por un lado, en un tubo de ensayos, se mezclan 0,5g de ácido adípico con 1ml de cloruro de tionilo y se agregan 4 gotas de dimetilformamida como catalizador. Se tapa con un tapón de algodón para evitar el ingreso de humedad y, por consiguiente, la hidrólisis del producto. Se calienta en baño de agua, bajo campana, a una temperatura entre 50°C y 60°C y se espera 10 minutos hasta que finalice el desprendimiento de gas. El contenido del tubo se trasvasa a un erlenmeyer con 25ml de tetracloruro de carbono y se revuelve.

Por otro lado, se coloca en un vaso de precipitados 12,5ml de una solución que contiene 1,1g de hexametiléndiamina y 0,75g de hidróxido de sodio en 50ml de agua destilada.

Por último, se vierte la fase orgánica presente en el erlenmeyer sobre la fase acuosa en el vaso, con cuidado de hacerlo por sobre las paredes del recipiente y utilizando una varilla, para no

mezclar las fases. Se forma en la interfase una película de nylon, que se toma con la varilla, y el hilo que va surgiendo se enrolla en un tubo.

En nuestro caso, no pudimos obtener el hilo, sino pequeñas laminas en la interfase acuosa-orgánica.

Ensayos de solubilidad

Se toman 7 tubos de ensayo y a cada uno se le agrega acetona, alcohol etílico, tetracloruro de carbono, fenol, éter de petróleo, ácido fórmico o alcohol isopropílico. Luego, se coloca, en cada uno, una laminilla de Nylon 6,6 y se observa lo que ocurre.

Debido a que no pudimos realizar la experiencia por falta de Nylon 6,6, pedimos los resultados faltantes a otro grupo.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

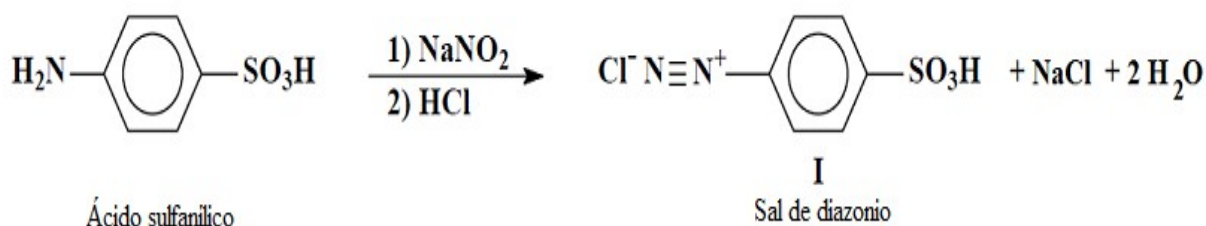
PARTE A

Aspecto físico del colorante Naranja II formado experimentalmente

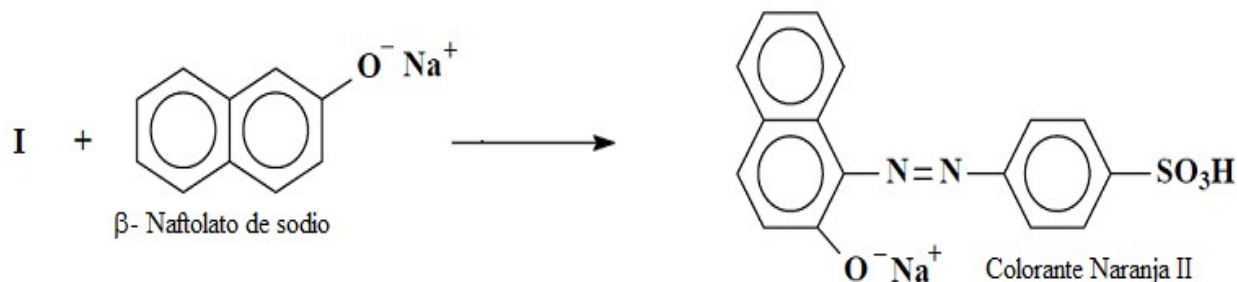
El colorante sintetizado es anaranjado fuerte y tiene un aspecto más bien opaco.

Los colorantes azoicos deben su color a la presencia de un grupo azo $-N=N-$, conjugado con anillos aromáticos por ambos extremos.

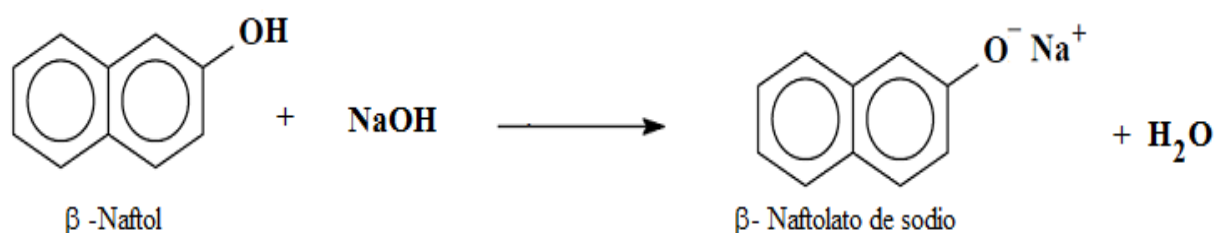
Reacciones involucradas en la experiencia



1) Diazotación del ácido sulfanílico



3) Copulación del ácido sulfanílico diazotado



2) Formación de β -Naftolato de sodio

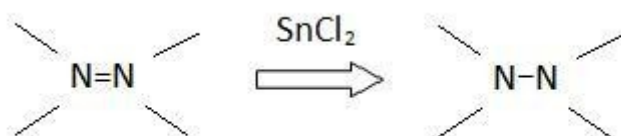
Los iones arildiazonio, por tener carga positiva, son electrófilos. Sin embargo, son electrófilos débiles debido a que la carga positiva se puede deslocalizar por resonancia. Estos iones reaccionan con anillos aromáticos fuertemente activados (fenoles y aminas aromáticas) para formar compuestos azoicos.

Los átomos de nitrógeno se mantienen en el producto. Esta reacción de sustitución electrofílica aromática se conoce con el nombre de acoplamiento diazoico debido a que en el producto están acoplados dos anillos aromáticos a través de un grupo azo.

Teñido de algodón

Los colorantes tiñen mejor las fibras textiles que poseen estructuras similares a la de ellos. En el caso del colorante Naranja II, tiñe mejor la lana que el algodón por esta razón. De todas formas, en la experiencia observamos que el colorante obtenido tiñó al algodón satisfactoriamente.

Reducción ácida del colorante



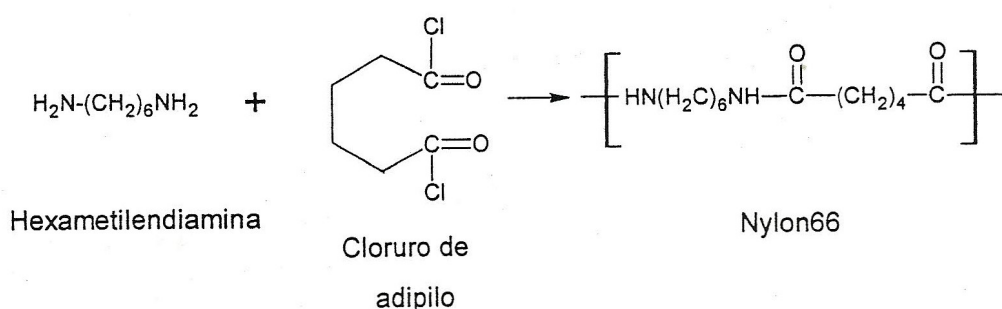
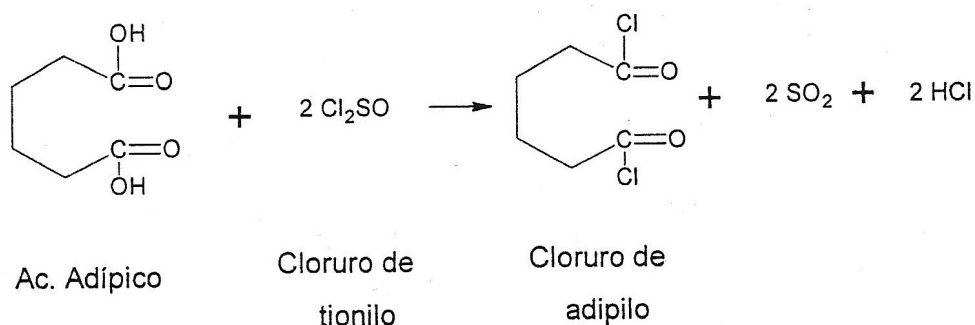
Desaparecen las dobles ligaduras.

PARTE B

Aspecto físico del polímero formado

En nuestro caso no logramos obtener hilos de nylon sino que obtuvimos láminas muy pequeñas, frágiles y de color blancuzco. Resultó imposible recogerlas de la interfase.

Reacciones de formación del Nylon 6,6



ENSAYOS DE SOLUBILIDAD

Compuesto	Solubilidad
Alcohol etílico	No es soluble. Flota ya que disminuye la densidad.
Alcohol isopropílico	No es soluble.
Ácido fórmico	Sí es soluble. (Se produce una saturación y precipita parte del producto)
Acetona	No es soluble. Flota
Tetracloruro de carbono	No es soluble. Flota
Éter de petróleo	No es soluble. Flota
Fenol	Sí es soluble
Hidrocarburo	No es soluble

CONCLUSIONES

En cuanto a la primera parte de la experiencia, creemos que la obtención del colorante Naranja II fue con un buen rendimiento ya que el producto obtenido poseía las características esperadas y además tiñó al algodón satisfactoriamente.

En la segunda experiencia, no pudimos obtener hilos de nylon sino que obtuvimos láminas muy pequeñas y frágiles, por lo que resultó imposible recogerlas de la interfase. Creemos que esto puede deberse a que vertimos una fase sobre la otra muy rápido y de golpe. Por esta razón debimos pedirles el nylon a otro grupo para poder realizar las experiencias.

Diagrama de flujo del Colorante Naranja II

