
PROBLEMA EXPERIMENTAL Nº 1

Puntaje: 20 PUNTOS

	1.1 - 1.7	1.8	1.9	1.10	1.11	1.12	1.13
43,5 Marcas	24	1	6	4	4	2	2,5

**OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LOS ÁCIDOS FUMÁRICO Y
MALEICO**

Objetivo: Obtener los ácidos maleico y fumárico a partir de anhídrido maleico. Purificar y caracterizar ambos productos.

Introducción:

Se te proporcionó una muestra de anhídrido maleico ($C_4H_2O_3$) pesada con precisión (aproximadamente 4 g), contenida en un vial con el rótulo: “**XX-X** (tu código de estudiante) **/Anhídrido Maleico / Peso: X,XXX g**”.

La hidrólisis de anhídrido maleico produce ácido maleico (que en adelante identificaremos como **A**), el cual aislarás por filtración y secarás en estufa para determinar el rendimiento de la reacción.

En las aguas madres quedará una considerable cantidad de **A** disuelto, que tratarás con HCl y calor a fin de obtener ácido fumárico, **B**. Éste se aislará también por filtración y se determinará el peso obtenido.

Realizarás el ensayo de Br_2/H_2O sobre **A** y **B** y los analizarás por cromatografía en capa delgada utilizando placas de sílica-gel.

ETAPA I: Hidrólisis del anhídrido maleico, obtención del compuesto A.

1. Escribe en tu hoja de respuestas el peso exacto de la muestra de anhídrido maleico que se te proporcionó.
2. Mide 5 mL de agua con la pipeta o con la probeta (cilindro graduado) de 10 mL y viértelos en el Erlenmeyer de 50 mL.
3. Lleva el agua a ebullición. Para tal fin, coloca el Erlenmeyer sobre la tela metálica y calienta el agua utilizando el mechero de Bunsen y el trípode. Apaga el mechero y retira el Erlenmeyer utilizando la pinza de madera.
4. Agrega con cuidado y cuantitativamente el anhídrido maleico al Erlenmeyer y agita la mezcla hasta que desaparezca el sólido.
5. Deja reposar 10 minutos y luego enfría la solución en un baño de hielo, utilizando uno de los recipientes de Telgopor®. Obtendrás los cristales del compuesto **A**.

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LOS ÁCIDOS FUMÁRICO Y MALEICO (continuación)

6. Filtra los cristales con la jeringa, siguiendo el procedimiento descrito en el Anexo, tal como se te explicó oportunamente. Recoge el líquido filtrado en el tubo gordo (20 mm de diámetro).
7. Lava los cristales dos veces con 20 gotas de agua helada cada vez y recoge las aguas de lavado junto con el líquido filtrado en el mismo tubo gordo.
8. Separa esta solución para realizar la Etapa II.
9. Retira cuidadosamente los cristales de la jeringa y colócalos en el cristizador pequeño rotulado con tu código de estudiante y la letra **A**. Este cristizador ha sido pesado previamente y el supervisor escribirá ese dato en tu hoja de respuestas durante la sesión.
10. Separa una pequeña cantidad de **A** y colócala en dos tubos de ensayo: uno para la cromatografía en capa delgada y el otro, para el ensayo con agua de bromo. Rotula estos tubos convenientemente. Los cristales que separes para estos fines no afectarán al rendimiento y serán debidamente considerados durante la corrección del examen.
11. Lleva tu cristizador a la estufa, que estará a 80°C. Deberás dejarlo allí durante 90 minutos como mínimo. El supervisor retirará tu cristizador de la estufa y lo transportará a tu puesto de trabajo dentro del recipiente de Telgopor® con CaO.
12. Cuando el cristizador haya alcanzado la temperatura ambiente, pésalo y registra ese dato en tu hoja de respuestas. En este momento, solicita la firma del supervisor.

ETAPA II: Obtención de ácido fumárico (B)

1. Rotula con tu código de estudiante el tubo gordo que contiene el líquido filtrado en la Etapa I, paso 6.
2. Agrega a esta solución 4 mL de HCl concentrado medidos con la probeta de 10 mL.
3. Se te proveyó un tapón de goma con un tubo de vidrio que cumplirá la función de refrigerante de aire. Tapa el tubo gordo con este dispositivo.
4. Transporta el sistema así armado a la campana (capilla de gases) y colócalo en alguna de las gradillas contenidas en los baños de agua a ebullición.
5. Déjalo allí durante 15 minutos, retíralo con tu pinza de madera y espera hasta que se enfríe.

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LOS ÁCIDOS FUMÁRICO Y MALEICO (continuación)

6. Separa por filtración utilizando la jeringa los cristales de **B** así obtenidos. Enjuégalos muy bien con agua destilada.
7. Retira cuidadosamente los cristales de la jeringa y colócalos en el pequeño cristizador rotulado con tu código de estudiante y la letra **B**. Este cristizador ha sido pesado previamente y el supervisor escribirá ese dato en tu hoja de respuestas durante la sesión.
8. Separa una pequeña cantidad de **B** y colócala en dos tubos de ensayo: uno para la cromatografía en capa delgada y el otro, para el ensayo con agua de bromo. Rotula estos tubos convenientemente. Los cristales que separes para estos fines no afectarán al rendimiento y serán debidamente considerados durante la corrección del examen.
9. Lleva tu cristizador a la estufa, que estará a 80°C. Deberás dejarlo allí durante 15 minutos como mínimo. El supervisor retirará tu cristizador de la estufa y lo transportará a tu puesto de trabajo dentro del recipiente de Telgopor® con CaO.
10. Cuando el cristizador haya alcanzado la temperatura ambiente, pévalo y registra ese dato en tu hoja de respuestas. En este momento, solicita la firma del supervisor.

ETAPA III: CARACTERIZACIÓN

1. Vierte la mezcla de solventes acetato de etilo : metanol : ácido acético (4:1:0,01) provista, en el recipiente para cromatografía, hasta una altura de 2-3 mm desde el fondo.
2. Tapa el recipiente y déjalo saturar con los vapores de la mezcla de solventes durante 10-15 minutos.
3. Toma un tubo de ensayo que contenga el sólido **A** y uno que contenga **B**. Agrégales con pipeta Pasteur 3 gotas de la mezcla de solventes metanol:acetona (1:1) provista. Si **B** no se disuelve entibia en los baños de agua que están en la campana unos minutos.
4. Siembra (aplica) una gota en la placa de sílica gel para cromatografía. Desarrolla el cromatograma en el recipiente saturado.
5. Retira la placa y revélala con vapores de yodo.
6. Dibuja un esquema de la placa en tu hoja de respuestas.
7. Introduce la placa en su envase original y entrégala junto con tus hojas de respuestas al finalizar el examen.

**OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LOS ÁCIDOS FUMÁRICO Y
MALEICO (continuación)**

8. En un tubo de ensayo vacío y seco vierte 0,5 mL de agua, para que te sirva como blanco de reacción.
9. Vierte 0,5 mL de agua en cada uno de los restantes 2 tubos de ensayo que contienen los sólidos **A** y **B**.
10. Agrega, con pipeta Pasteur, 7 gotas de solución de agua de bromo a cada uno de los 3 tubos. Observa después de 10 minutos.
11. Registra tus observaciones en la hoja de respuestas.
12. Deduce las estructuras de los compuestos **A** y **B**.

Datos

	Solubilidad en agua a 20°C (expresada en g/100g de agua)
Ácido maleico (A)	79,0
Ácido fumárico (B)	0,7