

Realizando montajes de reacciones: Técnicas de reflujo

Técnicas utilizadas en el montaje de una reacción (o para llevar a cabo una reacción). Reacciones a temperatura elevada. Sistemas de refrigeración. Precauciones. Agitación. Adición de reactivos. Calefacción. Enfriamiento. Montajes experimentales.

INTRODUCCION:

Las reacciones a la temperatura de ebullición del disolvente, son algo relativamente habitual en los laboratorios químicos. En estos casos, se hace necesaria la utilización de algún sistema o dispositivo que permita la condensación del disolvente evaporado y su devolución al recipiente de reacción a fin de evitar su completa eliminación, al tiempo que mantener el sistema abierto para evitar que la sobre-presión generada por efecto del calentamiento dé lugar al estallido del matraz de reacción (Figura 1). En ocasiones el conjunto puede ser dotado bien con un sistema desecante a fin de evitar la entrada de agua en la reacción (Figura 2), o bien con sistemas que permitan la adición de reactivos durante el curso de la reacción, tales como Embudos de Adición (Figura 3) o jeringuillas (Figura 4)

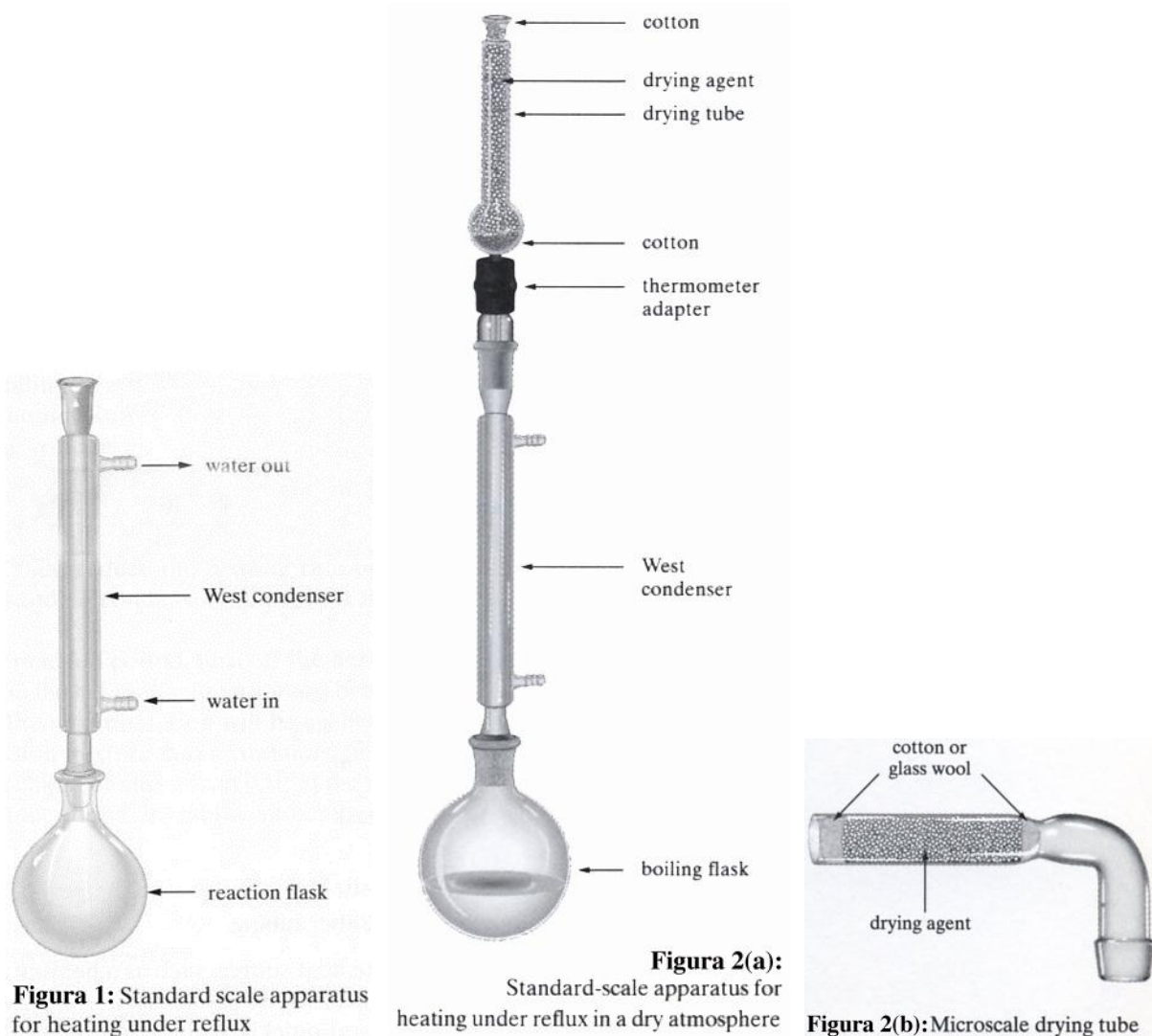


Figura 1: Standard scale apparatus for heating under reflux

Figura 2(a): Standard-scale apparatus for heating under reflux in a dry atmosphere

Figura 2(b): Microscale drying tube

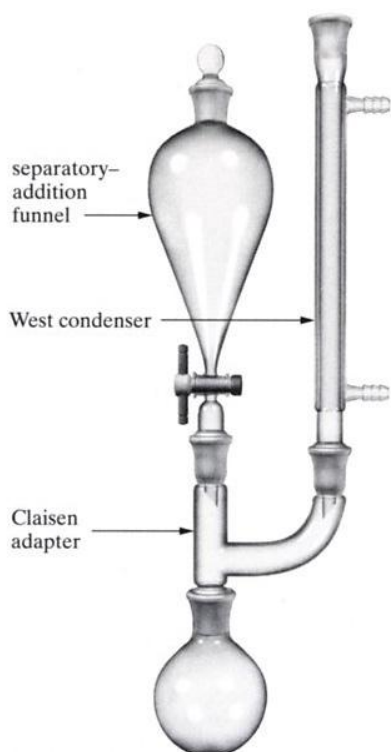


Figura 3: Apparatus for standard scale addition under reflux

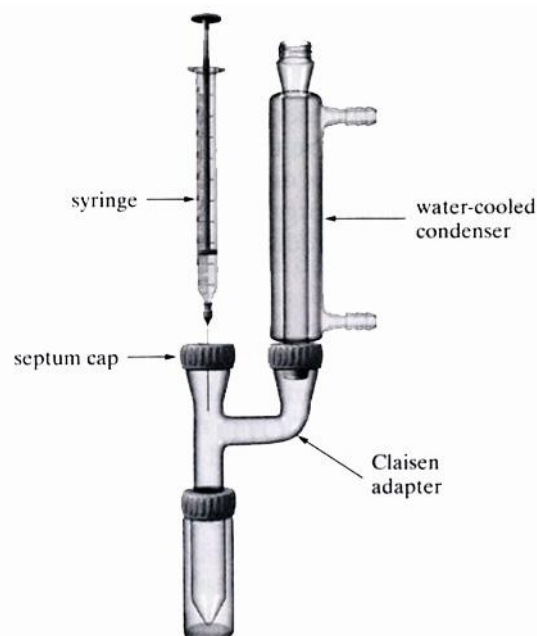


Figura 4: Apparatus for microscale addition under reflux

El aire fue el primer fluido utilizado como refrigerante. Durante siglos se han utilizado “*alambiques*” para la destilación de alcohol “*casero*” en los que un serpentín de cobre refrigerado con aire hacía las veces de condensador. Con el tiempo, y debido principalmente a su limitada capacidad para transferir calor, el aire fue rápidamente reemplazado por el agua. Esta sustitución ha sido tan drástica que en muchos laboratorios químicos actuales los condensadores de aire no sólo no se utilizan sino que ni tan siquiera existen como “*dotación*”. Como consecuencia, muchos estudiantes están familiarizados con diversos tipos de condensadores de agua, pero saben muy poco o desconocen totalmente los condensadores de aire.

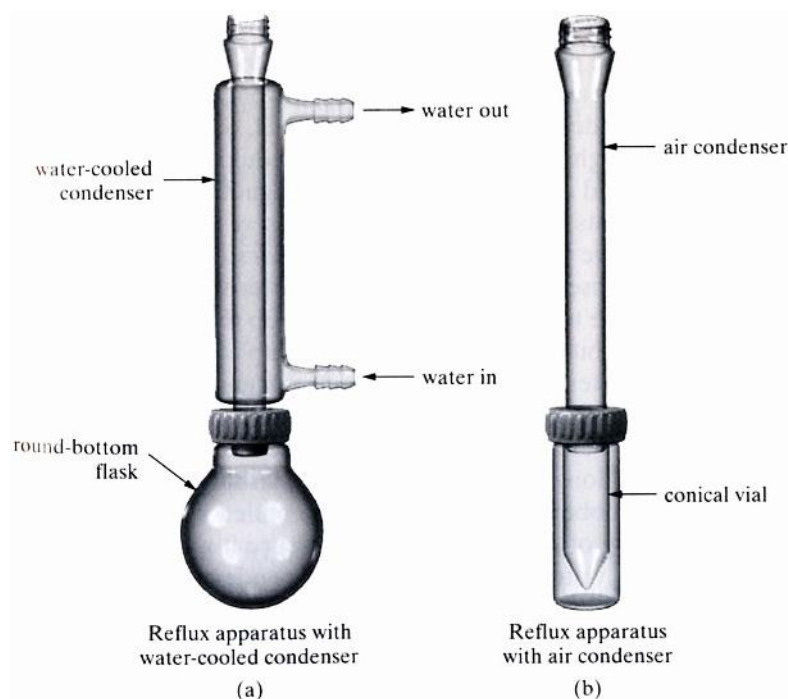


Figura 5: Microscale apparatus for heating under reflux

El condensador de aire, con respecto al condensador de agua, presenta una serie de ventajas que hacen del mismo una herramienta muy útil en el laboratorio.

- * Por un lado, supone un ahorro importante de agua, bienpreciado en nuestros días y más en algunos países cuyo suministro no está garantizado siquiera para consumo humano. Una alternativa es la utilización de circuitos cerrados de recirculación de agua de refrigeración, pero estos sistemas requieren la utilización de instalaciones de bombeo, con el consecuente consumo energético. El aire es gratis y abundante.
- * El refrigerante de aire tiene suficiente capacidad de condensación cuando se utilizan cantidades de disolventes no excesivamente grandes y estos tienen temperaturas de ebullición no particularmente bajas.
- * El refrigerante de aire evita todos los riesgos asociados a la utilización de agua y la vigilancia permanente que ello implica ante potenciales cortes del suministro o aumentos inesperados de presión, las fugas debidas a roturas del material que puedan poner en contacto el agua con reactivos químicos, dando lugar a reacciones más o menos violentas, o incluso interacción con el sistema eléctrico del laboratorio, dando lugar a cortocircuitos. Todos estos riesgos pueden ser el origen de incendios, lo que en un laboratorio químico constituye uno de los mayores peligros potenciales posibles, y cuyas consecuencias son devastadoras.

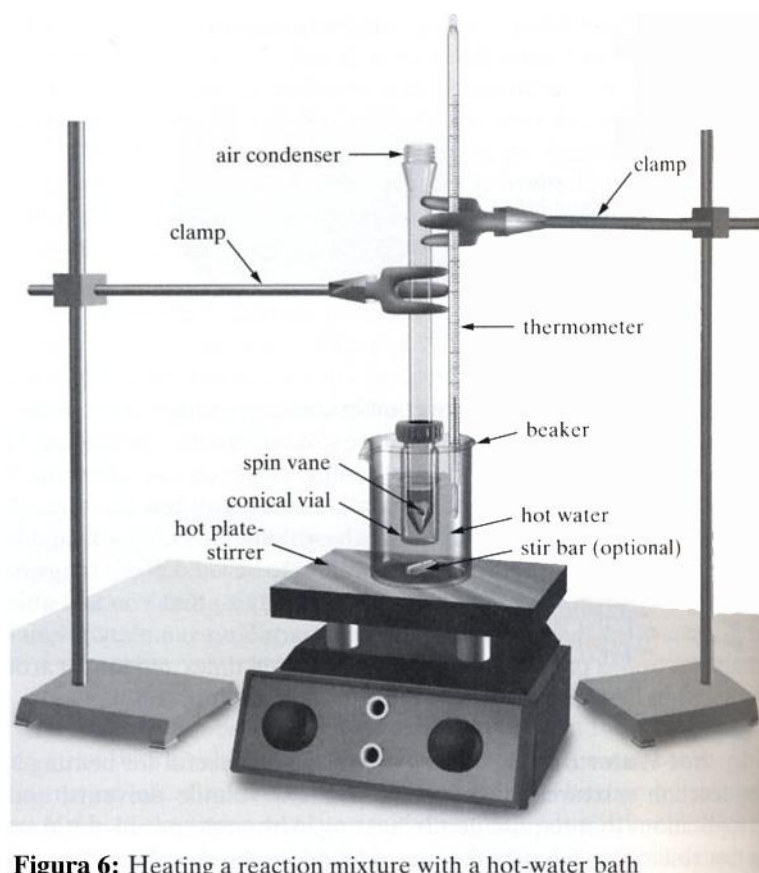


Figura 6: Heating a reaction mixture with a hot-water bath

En el presente experimento, los alumnos llevarán a cabo un reflujo a microescala, utilizando un refrigerante de aire sencillo, consistente en una varilla de vidrio de unos 6-8 mm de diámetro interno y unos 50-60 cm de largo, acoplados a matraces de unos 25 ml. Este sencillo sistema tiene capacidad suficiente para condensar vapores de disolventes como agua y tolueno, pero también disolventes más volátiles como la acetona.

En primer lugar, se monta un reflujo con un matraz de 25 ml con agua (100 °C) para ver que el sistema funciona correctamente.

En segundo lugar se repite el proceso, pero en esta ocasión se utilizará un disolvente más volátil, acetona (60 °C), verificando que el sistema funciona igualmente bien, y que el refrigerante de aire (varilla de vidrio) cumple perfectamente su función, condensar los vapores de disolvente y devolverlo al matraz de reacción.

Por último, se repite con un matraz de 25 ml con Tolueno (110 °C) en el que se ha introducido un trocito de sodio hilado (unos 5-8 cm, T_f^a 98 °C) con lo que además de ver el reflujo propiamente dicho, se verán las “*pelotitas*” de sodio metálico, color metálico ligeramente rosado, dando botes en el seno del disolvente (T_f^a del sodio 98 °C).

Recuperarlo todo (tolueno y pelotitas de sodio) en un vaso o matraz preparado a los efectos.