

Manual de prácticas de laboratorio

QUIMICA ORGÁNICA AVANZADA



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
UABC



FACULTAD DE INGENIERÍA ARQUITECTURA Y DISEÑO
(FIAD)



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología

Vo. Bo.
Dr. Juan Ivan Nieto Hipólito
Director FIAD



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



La asignatura de Química Orgánica Avanzada, de carácter teórico-práctica, pertenece a las materias optativas que se imparte en la etapa disciplinaria y terminal de la Ingeniería en Nanotecnología que ofrece FIAD de UABC.

El presente Manual de Laboratorio de prácticas tiene como objetivos:

- Que el alumno adquiera las habilidades y destrezas necesarias para un trabajo óptimo de Laboratorio de Química Orgánica a nivel avanzado.
- Que el alumno comprenda y maneje en forma adecuada las técnicas de purificación, determinación y síntesis de compuestos orgánicos, especialmente de materiales poliméricos.

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



Reglas de operación para las prácticas de laboratorio

El alumno(a) de Ingeniería en Nanotecnología deberá seguir las siguientes indicaciones para realizar los experimentos de Química Orgánica Avanzada:

1. Asistir a su correspondiente sesión de 4 h por semana.
2. Llegar con puntualidad al laboratorio, según el horario establecido para el grupo al que se haya inscrito. La entrega de material se efectuará únicamente durante la primera media hora del horario de inicio de sesión. Ningún alumno(a) podrá iniciar su práctica en caso de que el monitor(a) o profesor(a) esté presente. En el caso de que el profesor(a) no se presente dentro de los primeros 15 minutos del horario de inicio de sesión, la práctica quedará suspendida.
3. Será estrictamente necesario que actualicen su Seguro Social Facultativo y entreguen una fotocopia del comprobante al profesor(a) de laboratorio antes de que se realice la segunda práctica.
4. Es indispensable que el alumno cuente con su guía práctica de laboratorio para cada sesión, así como de los útiles o materiales adicionales que le sean solicitados por su profesor(a). Para el caso en que la guía correspondiente no sea suministrada 24 horas antes de la sesión, el alumno podrá solicitarla personalmente o vía correo electrónico al profesor(a) de laboratorio.
5. Escuchar la explicación del profesor(a) sobre el experimento a realizar. Se requiere que el alumno estudie previamente el tema de la práctica en la bibliografía indicada en la correspondiente guía o por el profesor(a).
6. El alumno(a) solicitará el material para realizar el experimento para cada sesión. Deberá revisarlo cuidadosamente. De presentarse algún desperfecto en el material, deberá reportarlo con el profesor(a) y anotarlo en el formato. Al finalizar la práctica, el alumno debe devolver el material LIMPIO y en el mismo estado en que se recibió.
7. En caso de que se rompa el material de manera irreparable, debe depositarse en un contenedor habilitado para dicho fin. El alumno o grupo de trabajo deberá de llenar y firmar el vale de adeudo de material.

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



Para la reposición de material roto o extraviado será estrictamente necesario que el estudiante lo reponga con las mismas especificaciones. Este deberá entregarse al encargado de laboratorio. El plazo máximo de reposición será una semana anterior a la entrega de calificaciones finales. En caso de que el alumno(a) no pague sus adeudos en el tiempo previsto, no tendrá calificación de prácticas. Al ser Química Orgánica Avanzada una asignatura Teórico-Práctica, la materia se considerará como no aprobada y la calificación será de 50.

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



EVALUACIÓN

1. El alumno(a) entregará un informe escrito sobre el trabajo realizado en cada experimento, de acuerdo a las indicaciones del profesor(a).
2. El profesor podrá realizar un examen al inicio de las sesiones o prácticas que considere necesario, con el propósito de evaluar el previo estudio de las guías.
3. El alumno(a) deberá realizar el 100% de los experimentos planteados para la asignatura, aprobando con su informe y exámenes el 80% de los mismos.
4. Para determinar si el estudiante aprobó una sesión o práctica, la calificación mínima del informe y el correspondiente examen deberá ser 60. Cada calificación tendrá como máximo valor individual 100 puntos. Reunidos estos requisitos, la práctica estará aprobada. Si alguna de las calificaciones es menor a lo indicado anteriormente, la práctica estará reprobada.
5. La calificación final de la Enseñanza Experimental del alumno(a) se determinará sumando las calificaciones obtenidas en cada informe, dividiendo dicho resultado por el número total de prácticas realizadas. Dicho resultado será multiplicado por 0.8 (equivalente al 80%). De igual forma, las calificaciones de los exámenes serán sumadas y dicho resultado será dividido por el número total de exámenes realizados. El promedio obtenido por las calificaciones de exámenes será multiplicado por 0.2 (equivalente al 20%). La calificación final será la suma de los equivalentes a informes (80%) y exámenes (20%).
6. Para aquellos alumnos con inasistencia justificada, se realizará una práctica de reposición cuando el calendario de prácticas así lo permita. Esta práctica no sule a una reprobada, por consiguiente, el promedio final de calificación se calculará con base al número total de prácticas realizadas. El experimento a realizar será indicado por el profesor(a) de laboratorio.
7. La nota del informe tipo artículo será dividido de la siguiente forma:

Parte del informe	Nota
Resumen	20
Introducción y Objetivos	20
Metodología	10
Resultados y Discusión	30
Conclusiones	10
Referencias	10
Total	100

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



Practica 1

Estudio de hinchamiento de polímeros hidrofílicos

OBJETIVO

Reconocer las propiedades de los hidrogeles o polímeros hidrofílicos para absorber y retener altas cantidades de agua, conservando su forma, además de sus potenciales aplicaciones biomédicas y tecnológicas.

INTRODUCCIÓN ⁽¹⁾

Los hidrogeles son sistemas poliméricos hidrófilos formados por una red tridimensional que tiene la capacidad de absorber una gran cantidad de agua, hinchándose y aumentando considerablemente su volumen sin perder su forma hasta alcanzar el equilibrio de hinchamiento tal como ha sido reportado por *Katime et al.* ^[2]. En estado seco (xerogel) es un material sólido y duro, pero cuando entra en contacto con las moléculas del disolvente, éste se difunde dentro del hidrogel, hinchándose hasta alcanzar un equilibrio fisicoquímico ^[2,3]. Los hidrogeles han sido estudiados para una amplia variedad de aplicaciones tecnológicas que están relacionadas con su capacidad para absorber, retener y liberar lentamente agua, tales como: medicina, medio ambiente, agricultura y otros campos de la industria ^[1]. La difusión incluye la migración de agua en los espacios preexistentes o dinámicamente formados entre las cadenas del hidrogel. El hinchamiento del hidrogel implica una mayor escala segmentaria en movimiento, con un aumento de la distancia de separación entre las cadenas del hidrogel ^[3-6]

Los hidrogeles diseñados para su uso en campos como la biomedicina, farmacéutica, medio ambiente, aplicaciones agrícolas, han recibido una significativa atención en los últimos años, por lo tanto, el análisis de los mecanismos de difusión del agua en estos polímeros es también importante. Estos mecanismos incluyen la difusión del agua hacia y a través de la red tridimensional que compone a estos materiales. Esta práctica tiene como objetivo evaluar el efecto que tiene el grado de entrecruzamiento o densidad de entrecruzamiento de hidrogeles sobre la rapidez y capacidad para absorber agua.

PARTE EXPERIMENTAL

Materiales

- Hidrogeles de poliácido acrílico (PAAc) sintetizados con diferentes grados de entrecruzamiento (si no se cuenta con ellos, realizar práctica de síntesis de hidrogeles)
- Baño maría (baño termostático)
- Probeta 100 mL
- Vaso 100 mL

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



- Pinzas o espátula
- Termómetro
- Papel secante
- Vidrio reloj
- Lija

PROCEDIMIENTO

1. Lijar las superficies del hidrogel hasta alcanzar una estructura uniforme (cilindros o discos)
2. Pesar el hidrogel en estado seco (xerogel), medir sus dimensiones y registrarlo en la bitácora
3. Ajustar la temperatura del baño termostático a 37 °C (temperatura corporal humana) con la ayuda del termómetro
4. Medir 100 mL de agua con la probeta y verterlos en el vaso
5. Sumergir el vaso en el baño a 37 °C hasta que el agua del vaso alcance dicha temperatura (después de 15 min)
6. Ajustar su cronómetro o reloj para medir el peso del polímero durante el proceso de absorción de agua, según la siguiente tabla:

Tiempo (min)	Peso (g)
0	
5	
10	
15	
20	
25	
30	
40	
50	
60	
80	
100	
120	
180	

Después de la primera hora el peso se medirá el peso a valores de tiempo cercanos a 24, 48 y 72 horas.



7. Antes de cada medición se debe secar el exceso de agua en el hidrogel con la ayuda del papel secante. El procedimiento debe ser igual entre cada medida. Se puede utilizar pinzas o espátulas para sacar el material entre cada medición de peso, teniendo precaución de no romper el material.

RESULTADOS

1. Utilizar las siguientes ecuaciones para calcular el porcentaje de hinchamiento (%H) y el porcentaje de agua (%W) de tres polímeros con diferentes grados de entrecruzamiento

$$\%H = \frac{M_t - M_0}{M_0} 100 \quad (1)$$

$$\%W = \frac{M_t - M_0}{M_t} 100 \quad (2)$$

Donde M_t es el peso del polímero hidratado en el tiempo t , mientras que M_0 es el peso del xerogel.

2. Graficar los resultados de %H vs tiempo, y %W vs tiempo. Analizar
3. Reportar los valores de H_∞ y W_∞ , los cuales representan el hinchamiento y la capacidad de retención de agua límite, es decir, el máximo grado de H y W
4. Medir las dimensiones del hidrogel en su máximo hinchamiento

Tarea:

Consultar mecanismos de difusión de solutos en polímeros

REFERENCIAS

1. Benítez J.L., Contreras D, Guzmán P, Ramírez A, Prin J.L, Rojas de Gáscue B. Estudio de la difusión y cinética de hinchamiento de hidrogeles de poliacrilamida. Revista Iberoamericana de polímeros, (2011), 12, 292-299.
2. Katime I, Katime O y Katime D “Los materiales inteligentes de este milenio: Los hidrogeles macromoleculares. Síntesis, propiedades y aplicaciones”. Servicio Editorial de la Universidad del País Vasco, Bilbao España (2004)
3. Caykara T, Kiper S, Demirel G, Eur. Polym. J., 42, 348 (2006)
4. Caykara T, Recai I, Colloid. Polym. Sci., 282, 1282 (2004)
5. Karadag E, Saraydin D, Turk. J. Chem. 26, 863 (2002)
6. Karadag E, Saraydin D, Güven O. Macromol. Mater. Eng., 286, 34 (2001)

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



Practica 2

Estudio de hinchamiento de polímeros hidrofílicos (continuación)

OBJETIVO

Realizar tratamiento matemático de los resultados de hinchamiento de polímeros hidrofílicos o hidrogeles según la ley de Fick. Reconocer la influencia del entrecruzamiento sobre las capacidades de hinchamiento de un polímero

INTRODUCCIÓN ^[1,2]

Los hidrogeles han despertado gran interés por su capacidad para ser utilizados en la liberación de solutos (fármacos, por ejemplo). Estos materiales conforman los sistemas de liberación controlados por el disolvente. Estos son matrices poliméricas poliméricas o sistemas con depósito donde la liberación es controlada por la penetración de un disolvente, vía ósmosis o hinchamiento. Son sistemas monolíticos en los que el compuesto activo se encuentra disuelto o disperso en un soporte de polímero hidrófilo, entrecruzado o no, el cual se hincha sin disolverse cuando se pone en contacto con un medio acuoso. Estos sistemas polímeros se denominan hidrogeles y han despertado gran interés porque con ellos es posible, al menos teóricamente, conseguir una velocidad de liberación constante ^[3]. En estos sistemas el grado de hinchamiento (y por tanto la cantidad de fármaco liberada) depende del balance hidrófilo/hidrófobo de la matriz polimérica y del grado de entrecruzamiento. La migración del fármaco al medio acuoso desde un sistema de esta naturaleza implica un proceso de absorción de agua y otro simultáneo de desorción del compuesto bioactivo por un mecanismo de difusión controlado por el hinchamiento que sufre el polímero. Cuando el agua penetra en la matriz hidrófila, el polímero, que presenta inicialmente un estado vítreo, se hincha y su temperatura de transición vítrea puede alcanzar valores inferiores a la temperatura del medio que la rodea pasando con ello a un estado tipo elastomérico. En estas condiciones, el soluto difunde desde las regiones hinchadas al medio externo y la liberación de éste está controlada por la velocidad y posición de la interfase vítrea/elástica.

Para la difusión de un fármaco en una malla elastomérica, se obtiene la siguiente solución de la ecuación de Fick, para tiempos pequeños:

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



$$F = \frac{M_t}{M_\infty} = kt^n \quad (\text{Ec. 1})$$

Donde M_t y M_∞ representan las cantidades del disolvente difundidas en el hidrogel en el tiempo t y en el infinito (en el equilibrio), respectivamente. k es una constante relacionada con la estructura de la red, y el exponente n es un número para determinar el tipo de difusión que tiene en cuenta el modo de transporte del agua.

Para polímeros en formas cilíndricas un valor de n entre 0,45 y 0,50 indica un mecanismo de difusión Fickiana, mientras que si se cumple que $0,50 < n < 1$ indica que la difusión es de tipo no Fickiana o anómala ^[4]. La ecuación (1) es aplicada en los estados iniciales del hinchamiento y la gráfica de $\ln F$ en función del $\ln t$, da como resultado una línea recta hasta casi 60% de aumento de masa del hidrogel. De esta línea recta, la pendiente daría el valor de n , mientras que del intercepto con el eje vertical se determina el valor de k .

Para procesos de difusión no Fickianos o anómalos, se adquiere el significado de que durante el proceso de hinchamiento, el fenómeno de difusión, está simultáneamente acompañado por la relajación viscoelástica del polímero. Para Caykara et al ^[5-6], valores de n mayores de 0,50 revelan la existencia de ciertos acoplamiento entre la difusión molecular y la tensión de relajación desarrollada durante el hinchamiento de los hidrogeles. Por su parte, para Singh et al ^[7], la difusión no Fickiana se produce cuando la difusión de las moléculas de agua en la matriz polimérica y los grados de relajación de las cadenas poliméricas, son comparables.

El coeficiente de difusión, D , del disolvente en la matriz polimérica se calculó usando la siguiente ecuación:

$$F = \frac{M_t}{M_\infty} = 4 \sqrt{\frac{Dt}{\pi l^2}} \quad (\text{Ec. 2})$$

donde D es el coeficiente de difusión, t el tiempo y l el espesor de la muestra. Por lo tanto, la representación de M_t/M_∞ en función de la raíz cuadrada del tiempo, $t^{1/2}$, genera una línea recta, de cuya pendiente se puede obtener el valor de D .



PARTE EXPERIMENTAL

1. Con los resultados obtenidos en la práctica 1, representar las gráficas de $\ln F$ vs $\ln t$ en los intervalos de tiempo adecuados (línea recta), y determinar los valores de k y n para cada polímero evaluado.
2. Determinar los valores de D a partir de la ecuación 2. Comparar los resultados para cada polímero evaluado en la práctica 1.
3. Con datos adicionales entregados por el profesor, realizar los cálculos de F , k , n y D . Analizar las diferencias con los sistemas utilizados en la práctica 1.

Tarea:

1. Con base en fundamentos reportados en la literatura, elaborar una discusión de los resultados obtenidos de la práctica 1, explicando las diferencias entre cada polímero evaluado

REFERENCIAS

1. Benítez J.L., Contreras D, Guzmán P, Ramírez A, Prin J.L, Rojas de Gáscue B. Estudio de la difusión y cinética de hinchamiento de hidrogeles de poliacrilamida. Revista Iberoamericana de polímeros, (2011), 12, 292-299.
2. Sáez V, Hernáez E, Sanz Angulo L. Mecanismos de liberación de fármacos desde materiales poliméricos. Revista Iberoamericana de polímeros (2004), 5(1), 55-70.
3. Langer, R.S., Pepas, N.A., Biomaterials, 2, 201 (1981)
4. González N, Prin JL, Benítez JL, Ramírez A, García A, Ramírez M, Sabino M y Rojas de Gáscue B. Rev. LatinAm. Metal. Mat., 32, 36 (2012)
5. Mendizábal E, Lara JL, Guitrón O, Salazar G, Katime I. Rev. Iberoamer. Polim., 8, 54 (2007)
6. Brennan NA, Coles ML, Comstock TL, Levy B. Ophthalmology, 109, 1172 (2002)
7. Singh B, Sharma D K, Gupta A. J. Hazar. Mat.154, 278 (2008)



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



Practica 3. Parte I

Estudio de absorción y liberación de solutos desde polímeros hidrofílicos

OBJETIVOS

Aprender a realizar curvas de calibración para lograr evaluar la carga y liberación de un fármaco desde un polímero hidrofílico o hidrogel. Reconocer los perfiles de carga y liberación “*in vitro*” de sustancias farmacológicas desde matrices poliméricas.

INTRODUCCIÓN ^[1]

En la mayoría de los sistemas de liberación controlada, el fármaco, pesticida o cualquier otro agente biológico, se introduce en el interior de lo que se denomina transportador, siendo éste normalmente un material polímero. La velocidad de liberación de la sustancia deseada está prácticamente controlada por las propiedades del polímero, aunque por otra parte, existen otros factores de menor influencia, tales como el pH del medio en el que se va a realizar la liberación. Teniendo en cuenta estos factores, es posible conseguir sistemas de liberación que actúen lentamente y de forma continua durante largos periodos de tiempo. La utilización de estos materiales supone un gran avance en la administración de fármacos, debido a que si se tienen en cuenta los sistemas conocidos hasta ahora, los perfiles de actuación son muy diferentes. Con la mayoría de los sistemas convencionales para la administración de un fármaco, el nivel de dicha sustancia en el organismo, alcanza un valor máximo y después cae hasta un mínimo, siendo necesaria la aplicación de una nueva dosis. Además, si el máximo o el mínimo de concentración del fármaco en el medio se sitúan por encima del nivel de toxicidad o por debajo del nivel mínimo efectivo, se pueden producir de forma alternante períodos de toxicidad y de ineficacia. Esta situación es particularmente problemática si ambos niveles (toxicidad y efectividad) están muy próximos. En este punto, los sistemas poliméricos presentan la ventaja de que son capaces de mantener la concentración de fármaco entre esos dos niveles a partir de una única dosis, así como de liberarla de una forma continua en un tiempo determinado.

Para que la sustancia que se va a liberar alcance el lugar de liberación deseado, en primer lugar, se tiene que producir la difusión de la misma desde la superficie de su transportador hasta el medio que lo rodea y a partir de ahí, mediante un marcador alcanzará el lugar sobre el que deberá ejercer su efecto. Una de las tareas más laboriosas en el campo de la tecnología de la liberación controlada, reside en el desarrollo de formulaciones polímeros (tipo matriz) capaces de liberar fármacos a velocidad constante durante un tiempo determinado. Una aproximación es la utilización de polímeros hidrófilos que presenten la capacidad de hincharse en un medio acuoso, sin disolverse, y de liberar el fármaco disuelto

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



o disperso en ellos, proporcionando una velocidad prácticamente constante. La migración del fármaco al medio acuoso desde un sistema de esta naturaleza implica un proceso de absorción de agua o fluido biológico, y otro simultáneo de desorción del fármaco, mediante un mecanismo de difusión, controlado por el hinchamiento que sufre el material polimérico^[2].

A partir de numerosos estudios realizados sobre estos sistemas de liberación controlada, se puede concluir que existen cuatro mecanismos generales mediante los cuales es posible clasificar los sistemas de liberación controlada: 1) sistemas controlados por difusión, 2) sistemas controlados químicamente, 3) sistemas activados por un disolvente y 4) sistemas controlados magnéticamente. En esta práctica se estudiará la carga y liberación de un soluto que puede ser un fármaco, utilizando un polímero hidrofílico.

PARTE EXPERIMENTAL

Materiales

- Fármaco (puede ser ácido acetilsalicílico, ácido salicílico, vancomicina)
- Polímeros hidrofílicos (pueden ser de poliácido acrílico (PAAc) u otros)
- Matraces aforados 50 mL, 100 mL, 250 mL, 10 mL
- Espátula de acero
- Viales (10 -20 mL capacidad)
- Papel secante
- Celdas UV
- Equipo UV
- Vidrio reloj
- Agitadores magnéticos
- Plancha de agitación
- Piseta
- Agua desionizada
- Pipetas volumétricas y graduadas
- Baño termostático y termómetro

PROCEDIMIENTO

A. Construcción de curva de calibración

- Preparar 8 disoluciones acuosas del fármaco en el intervalo de concentración especificado por el profesor (0.4-0.02 mg de fármaco/mL de solución, por ejemplo). Utilizar la solución más concentrada como disolución madre, para realizar diluciones a partir de esta. Para ello se deben utilizar los matraces aforados y los instrumentos

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



de medición apropiados. El estudiante deberá mostrar los cálculos de disolución al monitor o profesor encargado de la práctica. Las disoluciones deberán ser protegidas con papel aluminio para evitar su interacción directa con la luz visible (en caso de no contar con viales oscuros o ámbar para su almacenaje)

- Tomar alícuotas de cada una de las 8 disoluciones del fármaco y medirlas en el equipo de UV-vis, ajustando la longitud de onda al máximo de absorción del fármaco (280 nm para vancomicina, por ejemplo). El equipo debe operarse bajo la supervisión y siguiendo las recomendaciones del profesor encargado de la práctica. Registrar los resultados en la bitácora.
- Con los datos de absorción para cada disolución acuosa, se construye una gráfica de absorción vs concentración de fármaco. Esta debe ser una línea recta (con intercepto con el eje vertical ajustado a cero (0)), la cual debe arrojar una ecuación del tipo $Abs = m[Farmaco \text{ mg/mL}]$, siendo m el valor de la pendiente. Esta será la ecuación de calibración, que será utilizada posteriormente para determinar la concentración de fármaco cargada o liberada en un tiempo t .

B. Carga de fármaco

- Para la carga de fármaco en el polímero primero se vierte una cantidad entre 10-30 mL de disolución de fármaco en un vial o frasco con tapa.
- Este vial es colocado en un baño termostático ajustado previamente a una temperatura entre 10-25 °C
- Se pesa la pastilla de polímero. El peso se registra como peso inicial ($t=0$ min)
- Se coloca la pastilla en el interior de la disolución de fármaco, que debe estar ya estabilizado a la temperatura de trabajo.
- Al cabo de 2 horas se toma una alícuota del medio de carga y se mide su absorción en UV, a la longitud de onda utilizada para la construcción de la curva de calibración. Esta medición debe realizarse en el menor tiempo posible, tratando de que toda la cantidad utilizada en la alícuota regrese completa al medio de carga.
- De igual manera, se miden los medios de carga a tiempos aproximados de 24, 48, 72 y 96, o los que el profesor responsable de la práctica considere pertinentes.
- Con los datos obtenidos se realizan gráficas de concentración de fármaco vs tiempo; y porcentaje de fármaco cargado vs tiempo. Para determinar la concentración de fármaco liberada en un tiempo t , se debe utilizar la ecuación de calibración estimada en el punto A.
- Una vez se toman los últimos datos de carga de fármaco, se retira el polímero de la disolución, y se coloca a secar al vacío hasta obtener xerogel.



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



REFERENCIAS

1. Sáez V, Hernáez E, Sanz Angulo L. Mecanismos de liberación de fármacos desde materiales poliméricos. Revista Iberoamericana de polímeros (2004), 5(1), 55-70.
2. Hopfenberg, H. B., Apicella, A., Saleeby, D. E., J. Membr. Sci., 8, 273 (1981).
3. Muñoz-Muñoz F, Bucio E, Magariños B., Alvarez-Lorenzo C., Concheiro A. Journal Applied Polymer Science. 2014, 131. March 15

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



Practica 3. Parte II

Estudio de absorción y liberación de solutos desde polímeros hidrofílicos

PARTE EXPERIMENTAL

Materiales y reactivos

- Viales de 10-20 mL
- Polímeros previamente cargados con fármaco
- Papel secante
- Pinzas o espátula
- Baño termostático
- Vasos 50 o 100 mL
- Termómetro
- pH-metro

C. Estudios de liberación de fármacos

1. Preparar un buffer fosfato pH = 7.4. Para la preparación de 1 L de disolución se preparan 802 mL de 0.1 M de K_2HPO_4 y 198 mL de 0.1 M KH_2PO_4 , luego se mezclan y se ajusta el pH con HCl o NaCl diluidos, según sea el caso.
2. Para cada polímero se elige un vial, en el cual se llevará a cabo la liberación del fármaco. En este vial se adicionan de 5 a 10 mL de disolución tampón pH 7.4. Este vial, tapado, es colocado en un baño maría previamente ajustado a 37 °C, durante 15 minutos o hasta alcanzar el equilibrio a dicha temperatura.
3. Se prepara la tabla en la que se recolectarán los datos de liberación del fármaco (Tabla 1). Se lava la celda UV y se alista el equipo bajo las condiciones (longitud de onda) que designe el profesor. Para iniciar el estudio, se adiciona el polímero al medio de liberación ($t = 0$), y se toma una pequeña alícuota a cada tiempo de la tabla 1 para medirla en UV. Después de cada medición, la alícuota debe retornar al medio de liberación, tratando de no perder cantidades de líquido, y de que la medición sea en el menor tiempo posible.



Tabla 1. Tiempo y resultados de absorción del estudio de liberación de fármacos

Tiempo (min)	Abs (UV-vis)
0	
5	
10	
15	
20	
25	
30	
45	
60	
90	
120	
150	
180	
240	
24 horas	

- Una vez terminado el estudio, los polímeros son lavados con agua destilada durante dos días, con el propósito de eliminar el resto de fármaco desde su interior y pueda ser reutilizado para estudios posteriores. Al término del lavado, se seca al vacío o en estufa de secado convencional, sin superar los 50 °C. Se almacena el material.

Tarea.

- ¿Qué se puede concluir del estudio y del polímero que utilizó para medir la carga y liberación de fármacos?
- ¿Cuál es la importancia de una liberación controlada de fármacos y cuáles son las condiciones para obtenerla?
- ¿Cuáles son los sistemas de liberación existentes hasta el momento?

INFORME

Realizar informe analizando y discutiendo resultados de liberación. Utilizar reportes en revistas indexadas como soporte para realizar su análisis.



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



REFERENCIAS

Ruiz, J. C., C. Álvarez-Lorenzo, P. Taboada, G. Burillo, E. Bucio, K. De Prijck, H. J. Nelis, T. Coenye y A. Concheiro (2008). "Polypropylene Grafted with Smart Polymers (PNIPAAm/PAAc) for Loading and Controlled Release of Vancomycin", *Eur. J. Pharm. Biopharm.*, 70, 467-477.

Muñoz-Muñoz, F., J. C. Ruiz, C. Álvarez-Lorenzo, A. Concheiro y E. Bucio (2009). "Novel Interpenetrating Smart Polymer Networks Grafted onto Polypropylene by Gamma Radiation for Loading and Delivery of Vancomycin", *Eur. Polym. J.*, 45, 1859-1867.

Muñoz-Muñoz, F., J. C. Ruiz, C. Álvarez-Lorenzo, A. Concheiro y E. Bucio (2012). "Temperature- and pH-sensitive Interpenetrating Polymer Networks Grafted on PP: Cross-linking Irradiation Dose as a Critical Variable for the Performance as Vancomycin-eluting Systems", *Radiat. Phys. Chem.* 81, 531-540.

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



PRACTICA 4

PUNTO DE EBULLICIÓN: DESTILACIÓN DE UNA SUSTANCIA A PRESIÓN REDUCIDA

OBJETIVOS

- Conocer los procesos de destilación al vacío, sus características y los factores que intervienen en ellas.
- Purificar un monómero para su posterior proceso de polimerización

INTRODUCCION

Esta separación o purificación de líquidos por evaporación y condensación, es un paso muy importante en una de las profesiones más antiguas del hombre. Los puntos importantes son:

- a) Vaporización: convertir un líquido a vapor.
- b) Condensación: convertir un vapor a líquido.

Hay varias clasificaciones de destilaciones pero las que se verán en este curso son:

1. Destilación simple: La separación de líquidos de punto de ebullición por debajo de los 150 °C bajo condiciones normales (1 atmósfera de presión).
2. Destilación al vacío: La separación de líquidos, con puntos de ebullición mayores a 150 °C bajo condiciones normales (1 atmósfera de presión).
3. Destilación fraccionada: La separación de mezclas de líquidos, donde la diferencia entre los puntos de ebullición de los componentes son menores a 80 °C bajo condiciones normales (1 atmósfera de presión).
4. Destilación por arrastre con vapor: Aislamiento de aceites y otros compuestos líquidos insolubles o poco solubles en agua a cualquier temperatura.

Por esta razón cuando una sustancia líquida se contamina con pequeñas cantidades de impurezas, estas pueden eliminarse por algún tipo de destilación, se dice entonces que se efectúa una purificación. Cuando dos o más sustancias líquidas se encuentran formando mezclas en proporción relativamente semejantes, deberá elegirse la técnica de destilación más acorde con las características de la muestra.

La destilación simple se utiliza cuando la diferencia entre los puntos de ebullición de los componentes es grande, mayor de 80 °C o cuando las impurezas son sólidos disueltos en el líquido a purificar. Si la diferencia es pequeña, se utiliza una destilación fraccionada. En general, los factores que determinan el punto de ebullición son: la masa molecular, la forma lineal o ramificada de las moléculas, su polaridad (dada por los grupos funcionales que contiene la molécula) y la asociación intermolecular. Entre los hidrocarburos, los factores

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



que determinan los puntos de ebullición suelen ser principalmente la masa molecular y la forma lineal o ramificada de la cadena, lo que es de esperar de moléculas que se mantienen unidas esencialmente por fuerzas de van der Waals. En el caso de los alcoholes se ha observado que a medida que aumentan el número de átomos de carbono, de la cadena lineal, el punto de ebullición también aumenta; sin embargo, este disminuye al aumentar las ramificaciones moleculares. Los puntos de ebullición de los alcoholes normalmente elevados se deben a que son líquidos asociados y por lo mismo requieren mayor energía para romper los puentes de hidrógeno que mantienen unidas a las moléculas.

Cuando se tienen líquidos con punto de ebullición por arriba de 150 °C a 1 atmósfera de presión es necesario realizar otro tipo de técnica para su separación o purificación. Debido a que el punto de ebullición está correlacionado con la presión, si se disminuye la presión, el compuesto destilará a una temperatura más baja a su punto de ebullición y con ello se logra una purificación más rápida o eficaz en un menor tiempo y a una temperatura menor al punto de ebullición normal del líquido. Esta técnica se utiliza principalmente para compuestos que se descomponen antes de llegar a su punto de ebullición a 1 atmósfera de presión o a compuestos con puntos de ebullición por arriba de 150 °C.

ANTECEDENTES PARA COMPLEMENTAR EL APRENDIZAJE

- 1) Características y diferencias de la destilación simple, fraccionada y al vacío.
- 2) Diagramas de composición sólido-líquido-vapor.
- 3) Ley de Raoult.
- 4) Relación entre estructura y sus propiedades físicas.
- 5) Aplicaciones y características de una destilación a presión reducida.
- 6) Características de los compuestos susceptibles de purificarse por destilación a presión reducida.
- 7) La interpretación de un nomograma y el funcionamiento de un manómetro.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

- 1 Equipo de destilación (2 balones, tubo condensador, T de destilación, T de vacío y adaptadores)
- 1 Embudo de vidrio
- 1 Termómetro
- Vaso de precipitados de 250 mL
- 1 Trampa de nitrógeno (o trampa con Erlenmeyer y tapón; ver Figura 2)
- 1 Vaso Dewar
- 1 Barra de agitación magnética
- 1 Manguera para vacío con tapón
- 1 Parrilla con agitación magnética o manta de calentamiento



- 3 Pinzas de tres dedos con nuez
- 1 Bomba de vacío

SUSTANCIAS Y REACTIVOS

Metil metacrilato o ácido acrílico

PROCEDIMIENTO

Montar el aparato de destilación (Figura 1) cuidando de que la hermeticidad sea buena. El sistema se monta con dos balones para recolección de muestra. Si se usa una bomba de vacío, ajustar una trampa de nitrógeno para impedir que los vapores lleguen a la bomba mecánica. Se puede realizar una trampa con un Erlenmeyer, tal como se muestra en la Figura 2. Es importante poner una llave de tres vías en la zona de vacío que nos permita eliminar el vacío rápidamente y detener la operación con rapidez. Poner en el matraz de destilación la sustancia que se va a destilar y añadir un pedazo de porcelana (cerámica de una maceta sirve bien) para impedir las ebulliciones súbitas. Si el destilado es muy volátil, enfriar el matraz de recogida. Si se va a destilar a baja temperatura, el matraz de destilación se pone en un baño de agua que nos permite controlar el flujo de calor al matraz. Calentar muy lentamente y bajar la presión también lentamente para evitar que la ebullición sea muy brusca. Durante la destilación se debe almacenar la cabeza de destilación en un contenedor diferente al que se utilizará para la sustancia destilada.

NOTA: Se deben engrasar con vaselina (utilizando la mínima cantidad) todas las juntas esmeriladas del equipo de destilación.

Importante: Durante el proceso se anota la temperatura a la cual el líquido empieza a destilar hasta que la temperatura se mantenga constante (cabeza). Al permanecer constante la temperatura, de la vuelta al balón para recibir ahora todo el destilado a esa temperatura (cuerpo). Finalmente deje en el matraz el residuo que ya no destila (cola).

Entregue al profesor el cuerpo de la destilación y anote los resultados en la Tabla 1.

Tabla 1. Fracciones de una destilación a presión reducida

Fracción de la destilación	Temperatura de ebullición (°C)	Volumen (mL)
1 Cabeza		
2 Cuerpo		
3 Cola		

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García

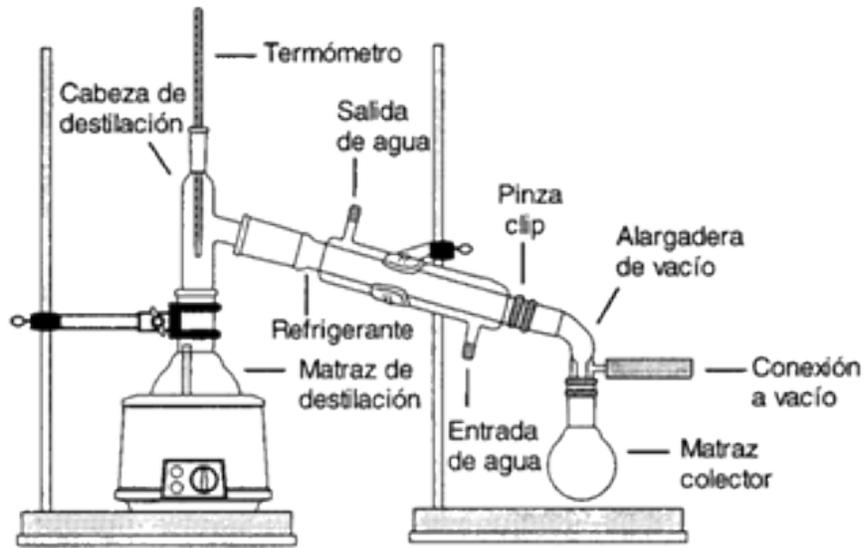


Figura 1. Montaje de destilación al vacío o presión reducida

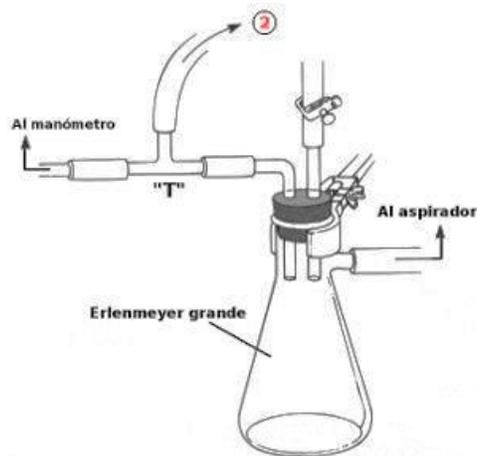


Figura 2. Construcción de trampa de gases con Erlenmeyer

CUESTIONARIO

1. ¿Qué finalidad tiene conectar el agua a contracorriente en el refrigerante?
2. ¿Qué finalidad tiene el plato teórico?
3. ¿Qué establece la Ley de Raoult?

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



4. Cite tres formas de conocer la presión a la que destila una sustancia. Con base en los resultados experimentales, explique si este método de destilación es adecuado para purificar y separar líquidos.
5. ¿En cuál de los siguientes casos considera que la destilación a presión reducida es el método adecuado para la separación y purificación?
 - Ciclohexano-benceno
 - Glicerol-etilenglicol
 - Hexano-ciclopentano.

REFERENCIAS

1. Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.
2. Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.
3. Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.
4. Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed., Brooks and Cole, USA, 2010.
5. Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.
6. Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.
7. Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.
8. Armarego W. L. F., Chai C., *Purification of Laboratory Chemicals*, 6 ed., British, USA, 2009.
9. Lippincott S. B., Lyman M. M., *Vapor Pressure–Temperature Nomographs, Industrial & Engineering Chemistry*, 38, 320, 1946.



Practica 5

Síntesis de resina Urea-Formaldehído

OBJETIVO

Sintetizar una resina polimérica a partir de urea y formaldehído siguiendo el mecanismo de policondensación o polimerización en etapas.

INTRODUCCIÓN

Las resinas de urea-formaldehído son una clase de polímeros de condensación que se emplean como resinas sintéticas obtenidas a través de la reacción entre la urea (un cristal sólido que se obtiene a partir de amoníaco) y del formaldehído (un gas altamente reactivo obtenido a partir de metanol), que suele estar catalizada por cloruro de amonio¹.

Las resinas urea-formaldehído se utilizan principalmente como adhesivos para el encolado de madera contrachapada, tableros de partículas y otros productos de madera estructurada. Las primeras referencias a las resinas de urea/formaldehído datan de 1884.² En 1897 Goldschmidt patentó el uso de resinas de urea/formol para su empleo como desecante.³ En las décadas siguientes comienza el uso masivo de este tipo de resinas, con un crecimiento exponencial a partir de 1930.⁴ En el año 2004 se emplearon unos 15 millones de toneladas de este tipo de resinas en el mundo, de los que seis correspondieron a Europa.⁵ Se puede decir que se trata de uno de los grupos de polímeros sintéticos más antiguos. Este polímero se utiliza en enormes cantidades, y se caracteriza por ser de bajo costo.⁴⁻⁸

En la Figura 1 se muestra el producto de reacción entre la urea y formaldehído, siendo esta reacción la más típica para formar la resina Urea-Formaldehído

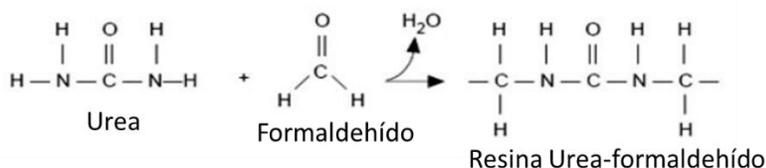


Figura 1. Reacción entre urea y formaldehído para formar una resina polimérica

PARTE EXPERIMENTAL

En la tabla 1 se muestran los reactivos y materiales necesarios para llevar a cabo la práctica



Tabla 1. Reactivos y materiales indispensables para la práctica

Reactivos	Materiales
Urea comercial: 15 g	Vasos de 100 mL
Hidróxido de sodio 7 % (m/v): 25 mL	Varilla de agitación
Ácido clorhídrico (HCl)	Baño maría
Fenolftaleína	Pipeta pasteur o goteros
Formaldehído 37 %: 28 mL	Termómetro
Colorante	Probeta

PROCEDIMIENTO

En un vaso mezclar la urea con el formaldehído y el hidróxido de sodio. Luego, se coloca la mezcla a baño maría (90-100 °C) con agitación constante hasta lograr disolución de componentes. Una vez lograda la disolución, se coloca la mezcla en agua fría para favorecer el enfriamiento del sistema, sin interrumpir el proceso de agitación. A los 40 °C (o por debajo de esta temperatura), se agregan 2 o 3 gotas de fenolftaleína. Debido al pH de la disolución, al agregar la fenolftaleína se presenta la aparición de un color rosa. A continuación, se agrega gota a gota el HCl hasta que el color rosa desaparezca de la disolución. Luego, se adicionan de 2 a 5 gotas de colorante, bajo agitación constante. La mezcla es llevada a baño maría (sin interrumpir la agitación) y después de 10 minutos se agrega HCl gota a gota hasta que el líquido deje de fluir. Puede insertar un palo de madera para que quede sujeto al material y luego facilite su extracción del vaso.

Cuestionario

1. Consultar mecanismo de reacción de síntesis resina fenol-formaldehído
2. Identificar el tipo de polímero

REFERENCIAS

1. Pizzi, A. In Wood Adhesives: Chemistry and technology; Pizzi, A., Ed.; Marcel Dekker: New York, 1986.
2. Tollens B, Ber Dtsch Chem Ges 1884, 17, 659.
3. Goldschmidt C, Ger Pat 96164 (1897).
4. Braun D, Ritzert HJ, Urea-Formaldehyde and Mezanine-Formaldehyde Polymers, en Comprehensive Polymer Science, Vol. 5, Cap 36, G. Allen, J.C. Bevington, eds., Pergamon Press, Oxford, 1989.
5. Dunky, M. Macromol Symp 2004, 217, 417-429.
6. Meyer B, Urea-Formaldehyde Resins, Addison-Wesley, Londres, 1979.
7. Ebnesajjad S. Adhesives Technology Handbook, William Andrew Inc., Nueva York, 2008.
8. Pizzi, A. Urea-Formaldehyde Adhesives, en Handbook of Adhesives Technology, A. Pizzi, K.L. Mittal, Marcel Dekker, Nueva York, 2003.

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



Practica 6

Obtención de polímeros de galatita y baquelita

OBJETIVO

- Obtener GALATITA a partir de la reacción química caseína-formol (obtenida de un producto comestible).
- Obtener BAQUELITA a partir de una reacción química partiendo del resorcinol (obtenida por un producto químico).

INTRODUCCIÓN

La palabra Polímero proviene de la palabra griega “Polumeres” que significa “que tiene muchas partes” no obstante, producto del alto conocimiento alcanzado en relación a los polímeros se ha llegado a realizar una redefinición de este concepto, debido a lo cual a la palabra polímero se le ha asignado un significado algo más completo, por lo que en la actualidad se define como una gran molécula construida por repetición de pequeñas unidades químicas simples, denominada unidad monomérica. En algunos casos esta repetición puede ser lineal, ramificada o interconectada formando retículos tridimensionales, la unidad repetitiva del polímero es usualmente equivalente o casi equivalente al monómero o material de partida del que se forma el polímero (Billmeyer, Jr., 2004).

La galatita, es un plástico sintético descubierto por la reacción de la leche con el formaldehído, en específico la caseína. Su nombre está basado en el griego que literalmente se traduce como leche piedra. Fue descubierta en Alemania cerca de 1900. Este material es biodegradable, antialérgico y prácticamente anti-inflamable (Otto, 2004).

Las resinas son hidrocarburos con apariencia de líquido viscoso semitransparente, existen dos tipos de resinas, las naturales y las sintéticas. Las resinas sintéticas, tienen propiedades muy especiales, se pueden transformar en polímeros al aplicar energía calorífica. La baquelita, fue la primera resina completamente sintética conocida como plástico, lo cual trajo toda una revolución a la manufactura y producción de plásticos (Mimeur, 2005).

METODOLOGÍA

Antes de iniciar la práctica, es de suma IMPORTANCIA revisar las hojas de seguridad.



Tabla 1. Materiales y reactivos indispensables para practica

Materiales:	Reactivos:
Matraz Erlenmeyer 2 Lt	Leche descremada
Embudo Buchner	Ácido acético
Embudo de plástico	Formol o Formaldehído al 37 %
Varilla de vidrio	Tiras de Papel pH
Pinzas para tubo de ensayo	Tela de manta
Termómetro	Papel filtro
Pipetas 5 mL	Solución hidróxido de sodio (NaOH 1 %)
Pipetas 10 mL	Resorcinol
Pipeteador	Alambre
Probeta de 50 mL	
Probeta de 10 mL	
Matraz kitazato	
tubos de ensayo	
Vaso de precipitado de 1 Lt	
Vaso de precipitado de 600 mL	Equipo:
Vaso de precipitado de 250 mL	Báscula
Vaso de precipitado de 100 mL	Bomba de vacío
Espátula	Parrilla Eléctrica
Probeta 250 mL	
Pinzas de corte	

A) OBTENCIÓN DE GALATITA (caseína-formol).

- 1.- Colocar 500 mL de leche descremada en un matraz Erlenmeyer de 2 litros y verifica su pH.
- 2.- Calentar la leche hasta 40 °C.
- 3.- Retirar del calor y añadir gota a gota 50 mL de ácido acético concentrado y agitar constantemente mientras dura el proceso.
- 4.- Parar de agitar, hasta que se forme una masa amorfa de caseína.
- 5.- Separar la caseína sólido del líquido (suero), filtra sobre una tela de manta y presiona hasta eliminar el suero.
- 6.- La masa de caseína, filtrada se lava dos veces con 10 mL de agua destilada.
- 7.- Se da forma a la caseína y posteriormente se seca en papel filtro.
- 8.- Deja que la caseína seque completamente al aire durante dos días.
- 9.- Posteriormente introduce la caseína dentro de un frasco de vidrio con tapa que contenga formol y deja reposar.

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



10. Deja que la reacción tenga lugar durante 2 ó 3 días (para que el formol penetre bien en la caseína). Aquí es cuando se obtiene el polímero de galatita.

B) OBTENCIÓN DE BAQUELITA (Resorcinol).

- 1.- En un vaso de pp de 100 mL, coloca 10 g de resorcinol y añada 2 mL de solución de hidróxido de sodio al 1 % y 10 mL de formaldehído al 37 %).
- 2.- Caliente la mezcla en baño María a 50°C hasta que se disuelvan los cristales.
- 3.- Toma un alambre de una longitud mayor que la altura del vaso de 100 mL, dóblele un extremo en forma de gancho e introdúzcalo en el fondo del vaso de pp de tal forma que el otro extremo se pueda levantar para sacar el plástico duro.
- 4.- Aumenta la temperatura del baño María a 75°C durante 10 minutos, retire el vaso de pp del baño María y déjelo enfriar.
- 5.- Con ayuda del alambre saque del vaso de pp el sólido formado.
- 6.- Rompa el polímero y coloque un trozo en un tubo de ensayo, sosteniendo con unas pinzas. Calientalo en el mechero y coloca un papel indicador húmedo en la boca del tubo de ensayo. Anota tus observaciones.

Cuestionario:

1. ¿Cuáles son las ventajas y desventajas de los plásticos?
2. ¿Cuál es la diferencia entre la polimerización por condensación y por adición?
3. ¿Por qué es importante controlar la temperatura de la mezcla en la reacción?
4. Haz un cuadro comparativo de la galatita y la baquelita, menciona ventajas o desventajas, etc.
5. Los plásticos pueden ser TERMOPLÁSTICOS, TERMOFIJOS, ELASTÓMEROS; ¿Cómo clasificarías a la galatita y a la baquelita?
6. ¿Cuántos volumen en mL de residuos se produce al formar galatita? ¿Cómo sería el tratamiento de estos residuos?

REFERENCIA:

Billmeyer, Fred W., Jr. Ciencia de los polímeros. Editorial Reverté. Barcelona, España. Reimpresión octubre 2004.

Mimeur, Robert. Electromecánica de Precisión. Editorial Reverté. Barcelona, España. 2005.

Otto. Stone from milk. Ascent and fall of the Galaliths. Chemistry in our time. 2004



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



Practica 7

Preparación de perlas de alginato de calcio con propiedades magnéticas

OBJETIVO

Sintetizar esferas magnéticas de polímeros naturales como el alginato de sodio, usando magnetita como núcleo magnético. Reconocer sus potenciales aplicaciones en campos biomédicos y tecnológicos.

INTRODUCCIÓN

Los geles con propiedades magnéticas pertenecen al tipo de materiales mixtos debido a que en su estructura contienen material orgánico (polímero) y material inorgánico (partículas coloidales de metales y óxidos que poseen propiedades magnéticas). La parte inorgánica consiste en compuestos de hierro, cobalto, níquel, etc., y la parte orgánica en polímeros tales como celulosa, almidón, albúmina, diferentes polisacáridos y diferentes polímeros sintéticos [1-4]. La utilización de los componentes depende de la aplicación en la cual se va utilizar el gel.

En el campo de la medicina hay muchas aplicaciones de los geles con propiedades magnéticas, generalmente se utilizan para el transporte de medicamentos o fármacos hacia las partes afectadas del organismo con ayuda de campos magnéticos, también se utilizan para extraer células enfermas [1-3].

En esta práctica se prepararán perlas de alginato de calcio con propiedades magnéticas. Las perlas con propiedades magnéticas tienen la facilidad de ser separadas de una disolución con ayuda de un campo magnético o utilizando filtros magnéticos.

METODOLOGÍA

Reactivos:

Alginato de sodio, Cloruro de calcio (CaCl_2), magnetita, agua destilada

Materiales o equipo:

En la Tabla 1 se enlista los materiales a utilizar en la práctica

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



Tabla 1. Materiales indispensables para la práctica

Material	Cantidad
Probeta de 100 mL	1
Baño maría	1
Varilla de agitación	1
Vaso 100 mL	2
Bureta	1
Agitadores magnéticos	1

Preparación de las perlas de alginato de calcio

A 100 mL de agua destilada, que se encuentra a la temperatura de 80 °C, se agrega poco a poco 3 g de alginato de sodio mediante agitación constante con una varilla de vidrio hasta disolución completa. Se prepara un litro de una solución 0,5 M de CaCl_2 . Luego se mide 30 mL de la solución de alginato de sodio y se mezcla con 0.5 g de magnetita seca hasta obtener una mezcla homogénea mediante agitación constante. La mezcla obtenida se hace gotear, a velocidad lenta, usando una bureta, sobre un vaso que contiene 100 mL de la solución de CaCl_2 , utilizando un agitador magnético a 200 rpm. Las perlas obtenidas son de color negro y forman agrupaciones entre ellas debido a sus interacciones magnéticas, éstas se dejan durante 24 horas en la solución de cloruro de calcio para que adquieran mayor estabilidad, manteniendo la agitación constante. Después se lava varias veces con agua destilada para eliminar el exceso de cloruro de calcio, se filtra y se deja secar durante 4 horas a la temperatura ambiente. Pasado este tiempo, se almacenan para un posterior uso como material para carga y liberación de fármacos, o para su análisis con alguna técnica de caracterización.

Cuestionario

1. Encontrar y explicar una potencial aplicación de este tipo de material sintetizado en la práctica
2. Investigar propiedades de alginato y su producción en Ensenada B.C. México.

REFERENCIAS

- (1) Lee J, Senna M. Colloid Polymer Science. 1995; 273 (1): 76-82.
- (2) Butterworth MD, Bell SA, Armes SP, Simpson AQ. J. Colloid Interface Science. 1996; 183(1): 91-99.
- (3) Sohn, BH, Cohen RE. Chem. Mater. 1997; 9 (1): 264-269.
- (4) Kwon O, Solc J. J. Magnet Mater. 1986; 54-57 (3): 1699-1700.



Práctica 8

Síntesis de perlas de quitosano con propiedades magnéticas para absorción de Cu (II)

OBJETIVOS

Preparar perlas de quitosano con propiedades magnéticas para utilizarlas posteriormente en la adsorción de Cu(II).

INTRODUCCIÓN

Los geles con propiedades magnéticas pertenecen al tipo de materiales mixtos porque en su composición contienen material orgánico (polímero) y material inorgánico (partículas coloidales de metales y óxidos que poseen propiedades magnéticas). La parte inorgánica está constituida por compuestos de hierro, cobalto, níquel, etc. y la parte orgánica por polímeros tales como celulosa, almidón, albúmina, diferentes polisacáridos y polímeros sintéticos [1-3].

En el campo de la medicina hay muchas aplicaciones de los materiales con propiedades magnéticas, generalmente se utilizan para el transporte de medicamentos o fármacos hacia las partes afectadas del organismo, con ayuda de campos magnéticos. También se utilizan para extraer células enfermas [4]. En esta práctica se prepararán perlas de quitosano con propiedades magnéticas, las cuales serán posteriormente utilizadas en la adsorción de Cu (II).

METODOLOGÍA

Se disuelven 2,5 gramos de quitosano en 100 mL de una solución de ácido acético al 4% y se deja agitando a alta velocidad durante 1 hora. La solución obtenida se mezcla con 0,5 g de magnetita hasta obtener una mezcla homogénea y con ayuda de una bureta o una bomba peristáltica se hace gotear lentamente sobre una solución 0,5 N de NaOH, que se encuentra en agitación constante con un agitador magnético a 200 revoluciones por minuto. Se deja agitando la muestra durante 24 h. Después las perlas obtenidas se filtran y se lavan hasta que el pH sea neutro. Antes del proceso de adsorción las perlas se secan en una mufla a 40 °C durante 30 min. [5]

REFERENCIAS

- [1] Furusawa, K.; Nagashima, K.; Anzai, C. Synthetic process to control the total size and component distribution of multilayer magnetic composite particles. *Collid Polym. Sci.*, 1994, 272(9), 1104-1110.
- [2] Tami, H.; Sakura, H.; Hirota, Y.; Nishiyama, F.; Yasuda, H. Preparation and characteristics of ultrafine meta particles. *J. Appl. Polym. Sci.*, 1995, 56, 441-449.
- [3] Luiz C. A. Oliveira, Rachel V. R. Rios, José D. Fabris, and Rochel M. Lago. A simple preparation of magnetic composites for the adsorption of water contaminants. *J. Chem. Edu.*, 2004, 81 (2), 248-250.



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



[4] Lee, J.; Senna, M. Preparation of monodispersed polystyrene microspheres uniformly coated by magnetite via heterogeneous polymerization. *Colloid Polym. Sci.*, 1995, 273 (1), 76-82.

[5] Tapia N, Cabrejos J, Rojas N, Chasquibol N, Yarango A, Torres F, Becerra E. Perlas de quitosano con partículas magnéticas y su aplicación en la adsorción de iones de Cu (II). *Rev. Per. Quim Ing. Quim Vol* 2012, 15, 1. 54-58.

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



Practica 9

Síntesis de poliuretano

OBJETIVO

- Reconocer el tipo de polimerización que se lleva a cabo en la síntesis de poliuretanos así como los monómeros indispensables para su formación.

INTRODUCCIÓN

Los poliuretanos son polímeros muy versátiles que pueden ser utilizados en diferentes aplicaciones [1] relacionadas con aislamiento térmico, como las espumas, también los elastómeros, los adhesivos y recubrimientos superficiales. Los procesos de transformación son diferentes para cada caso. Los tipos lineales se pueden moldear por inyección, compresión o extrusión. Se pueden usar otras tecnologías como la hiladura en húmedo para hilados de calidad, o bien en los tipos reticulados, los sistemas normales de elaboración de la goma, pinturas y adhesivos [1].

Los poliuretanos se pueden preparar por reacción de un isocianato, un macroglicol (tipo poliéster o poliéter) y un extendedor de cadena (que puede ser un glicol o una amina); adicionalmente también se puede incluir otros aditivos, tales como cargas y resinas de diferente naturaleza. A pesar de ser frecuentemente la presencia de grupos amina o carboxilo en su formación, las propiedades más relevantes de estos polímeros provienen de la existencia del grupo uretano (Figura 1) [2]

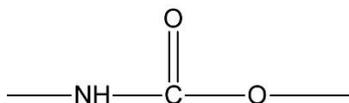


Figura 1. Enlace uretano

Los poliuretanos contienen un número significativo de grupos uretano, aunque no necesariamente repetidos en orden regular. Los isocianatos se consideran formalmente derivados del ácido isocianico (HNCO). Entre los isocianatos más utilizados para la síntesis de poliuretanos se encuentra el tolueno-2,4-diisocianato (TDI), el cual es un líquido muy reactivo y tóxico que se obtiene a partir de tolueno en sucesivas etapas de transformación. Sin embargo, el uso de TDI presenta problemas debido a su elevada volatilidad y toxicidad, por ello es más utilizado el difenilmetano-4,4'-diisocianato (MDI), que es un isocianato aromático cuya fórmula estructural se muestra en la Figura 2 [3].

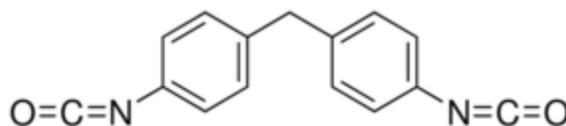


Figura 2. Estructura química de MDI



El proceso de poliadición del isocianato es posible debido a la elevada reactividad del grupo $-N=C=O$ con compuestos que contienen hidrógenos activos, tales como los alcoholes, agua, aminas y ácidos carboxílicos. Debido a la facilidad de reacción del MDI con el agua, es recomendable conservarlo en atmósfera anhidra.

En general, los poliuretanos pueden obtenerse empleando diferentes métodos, aunque el más utilizado es la reacción de poliésteres o poliéteres conteniendo hidroxilos terminales con isocianatos di- o polifuncionales [1]. La fórmula estructural general de un poliuretano lineal es la que se presenta en la Figura 3.

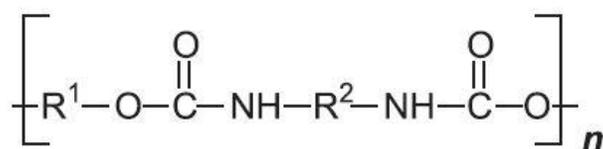


Figura 3. Estructura general de poliuretanos lineales.

El método de preparación de los poliuretanos permite modificar fácilmente sus propiedades, tales como el grado de entrecruzamiento, la flexibilidad de las cadenas poliméricas y las fuerzas intermoleculares, entre otras. En esta práctica se sintetizará una espuma de poliuretano a partir de un diisocianato y un diol

METODOLOGÍA

Lista de materiales:

1 vaso desechable, 1 palillo de madera, pipeta de 5 mL, guantes

Lista de reactivos:

4,4'-Methylenebis(phenyl isocyanate) (MDI); Solución diol de poliuretano; polietilenglicol, etilenglicol.

Procedimiento:

- Adicionar 6 mL de MDI en el vaso
- Adicionar 6 mL de Solución diol o polietilenglicol o etilenglicol, según indicaciones del profesor
- Agitar vigorosamente la mezcla con la ayuda del palillo de madera
- Esperar unos minutos a que la reacción se lleve a cabo dejando el palillo de madera en el interior del vaso
- Documentar los cambios (mediante video o fotografías)

Tarea:

Dibujar la estructura del poliuretano preparado en la práctica
Elaborar informe tipo artículo

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



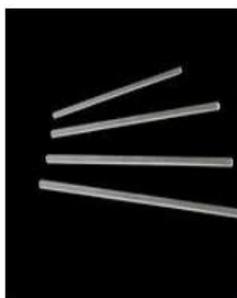
REFERENCIAS

1. Recuperado de <http://kary0.webnode.mx/poliuretano/obtencion/>
2. Saunders, J.H. Frisch, K.C. Polyurethanes, Chemistry and Technology: Part I. Chemistry. R.E. Krieger. Malabar 1962
3. Sánchez Adsuar M.S. Síntesis y caracterización de poliuretanos termoplásticos: aplicación a la formulación de adhesivos. Tesis Doctoral, Universidad de Alicante: 1996.

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



ANEXO 1 INSTRUMENTOS DE LABORATORIO



Agitador de vidrio



Colector



Columna Vigreux



Embudo de separación



Embudo de vidrio



Matraz bola



Matraz Erlenmeyer



Matraz Kitasato



Pipetas



Portaobjetos y
Cubreobjetos



Portatermómetro



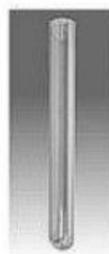
Regriferante



T de destilación



Termómetro



Tubo de ensaye



Vaso de precipitados

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



Vidrio de reloj



Anillo de hierro



Espátulas



Gradilla



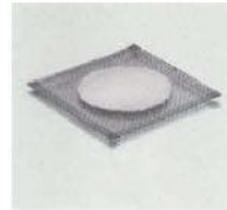
Mechero



Pinza para tubo de ensaye



Pinza de tres dedos



Tela de asbesto



Tubo de Thiele



Columna de cromatografía



Embudo Büchner



Soxhlet



Barra magnética



Balanza Analítica



Balanza granataria



Parrilla con
agitación

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



Tabla 1A. Disolventes más usados en orden de polaridad

DISOLVENTES	ESTRUCTURA	pe (°C)	DENSIDAD δ (g/mL)
Hexano		69	0.659
Tolueno		110	0.865
Benceno		80	0.874
Éter dietílico		35	0.706
Tetracloruro de carbono		77	1.604
Cloroformo		61	1.492
Cloruro de metileno (diclorometano)		40	1.325
Acetato de etilo		77	0.902
Acetona		56	0.791
Etanol		78	0.785
Metanol	H_3C-OH	65	0.791
Agua	$H-O-H$	100	1.000

—
P
O
L
A
R
I
D
A
D
+

Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García



INGENIERÍA EN NANOTECNOLOGÍA
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA



Elaboró: Dr. Franklin Muñoz-Muñoz
Profesor-Investigador TC
Ingeniería en Nanotecnología
Diseño Logo: Juan Luis Macías García