



Práctica 1 - Síntesis de Rayón

ANTECEDENTES

La industria textil de la antigüedad se basaba únicamente en unas cuantas fibras naturales tales como el algodón, la lana, el lino o la seda. Las primeras fibras sintéticas las obtuvo Swan en 1883 cuando inyectó una solución de nitrato de celulosa en ácido acético a través de orificios. Las primeras fibras comerciales elaboradas con nitrato de celulosa las produjo Chardonnet por el proceso que patentó en 1885.

La siguiente fibra sintética producida fue también un derivado de celulosa, llamado celulosa regenerada o viscosa. La viscosa se consideraba un sustituto barato y malo de la seda, hasta que se desarrollaron métodos para aumentar su resistencia húmeda. Se inventaron y produjeron otras variantes de fibras de celulosa. La fibra de rayón cuproamónio se obtuvo alrededor de 1900 y la fibra de acetato de celulosa hacia 1921. Se han realizado muchas mejoras y variantes de estas fibras básicas de celulosa.

La primera fibra realmente sintética fue el nylon (una poliamida), introducida en 1940. Las siguientes fibras que emergieron fueron los poliésteres, acrílicas y poliolefínicas. Durante la última parte de la década de los ochentas y hasta nuestros días se ha dedicado mucha investigación a la mejora de las propiedades de las fibras y al desarrollo de fibras con propiedades particulares para usos especiales (por ejemplo, fibras resistentes a altas temperaturas).

Un método para la síntesis de rayón consiste en disolver la celulosa con una solución del complejo de tetraaminocobre alcalino, para luego producir las fibras por extrusión en un baño ácido. Al entrar en contacto con el medio ácido, se disocia el ion tetraaminocobre en un ion cobre (II) y cuatro iones amonio, que reaccionan con el anión del ácido. La celulosa se regenera entonces, solidificando la fibra y produciéndose así el rayón. Luego pasa por una serie de procesos de acabado que permiten aumentar su resistencia y mejorar su aspecto físico.

EQUIPO Y REACTIVOS

(lista no necesariamente exhaustiva)

- Equipo de filtración a vacío con matraz Kitasato de 250 ml o mayor
- Matraz Erlenmeyer de 250 ml
- Vaso de precipitados de 150 ml
- 2 pipetas de 10 ml
- Mechero bunsen
- Tubo de ensaye
- Papel filtro sin ceniza
- Tubería de vidrio

- Sulfato de cobre (II) pentahidratado
- Hidróxido de amonio concentrado
- Solución de ácido clorhídrico diluido
- Solución de cloruro de bario
- Agua destilada
- Agua destilada
- Algodón puro (opcional)

RIESGOS ADICIONALES DE SEGURIDAD

- *Hidróxido de amonio concentrado:* Evitar el uso de lentes de contacto.

MANEJO DE RESIDUOS

Consultar con el jefe y/o auxiliar de laboratorio antes de eliminar los materiales de residuo de esta práctica.

PROCEDIMIENTO

1. Pesar aproximadamente 7.5 gramos de sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) y disolverlo en aproximadamente 50 ml de agua destilada.
2. Agregar lentamente y con agitación constante 4.0 ml de hidróxido de amonio concentrado, para formar un precipitado de hidróxido de cobre. Dejar reposar unos minutos el precipitado.
3. Montar el equipo de filtración a vacío, colocando en el filtro un disco de papel filtro previamente pesado.
4. Filtrar el precipitado obtenido en el paso 2, agregando primero el líquido sobrenadante y finalmente el hidróxido de cobre.
5. Lavar varias veces con pequeñas porciones de agua, procurando no exceder un volumen de 200 ml en total.
6. Remover la mayor cantidad posible de agua, empleando una alta succión en el equipo a vacío.
7. Desechar el líquido filtrado y enjuagar cuidadosamente el matraz Kitasato con agua destilada. Volver a montar el equipo de filtración.
8. Agregar al precipitado 2 ó 3 ml extra de agua y aplicar alta succión.
9. Desmontar el embudo y vaciar este último filtrado a un tubo de ensaye limpio. Agregar seis gotas de HCl diluido y cuatro gotas de solución de cloruro de bario. La formación de un precipitado blanco revela la presencia en el filtrado de iones sulfato y debe repetirse el procedimiento desde el paso 5 hasta que la prueba de sulfato sea negativa.
10. Una vez que el precipitado se encuentre libre de sulfato, levantar y doblar el papel filtro e introducirlo en un matraz Erlenmeyer de 250 ml.
11. Desbaratar lo más posible el papel filtro dentro del matraz y agregar aproximadamente 0.5 g de papel extra, cortado en pedacitos, o algodón sin tratar.
12. Agregar cuidadosamente 30 ml de hidróxido de amonio concentrado y mezclar durante 5 minutos, con movimientos suaves para evitar la formación de burbujas de aire. Dejar en reposo alrededor de 30 minutos, mientras se prepara el resto del equipo.
13. Cortar un tramo de tubo de vidrio de aproximadamente 40 cm de longitud y alargar un extremo para formar una abertura de alrededor de 0.5 mm. Doblar en la parte central del tubo, formando un ángulo agudo de 30 a 45°.
14. Preparar una solución de ácido sulfúrico, diluyendo lentamente 20 ml de ácido concentrado en 80 ml de agua. Colocar esta solución en el matraz Kitasato.
15. Introducir el extremo afilado del tubo en un tapón de hule que ajuste en el matraz Kitasato. La punta delgada deberá quedar ligeramente dentro de la solución ácida. Conectar el matraz al vacío.
16. La solución de celulosa debe presentar un aspecto ligeramente viscoso (como miel). Si está demasiado viscosa, puede agregársele unos cuantos mililitros extra de hidróxido de amonio.

17. Introducir el extremo libre del tubo de vidrio en la solución de celulosa y abrir la llave del vacío. La mezcla debe bombearse regularmente en la solución ácida, formando un filamento uniforme. Con el contacto con el ácido, la celulosa se regenera y en poco tiempo ha perdido su color azul. En cuanto se haya bombeado toda la mezcla, cerrar la llave de vacío, para evitar que entre mucho aire en la solución.
18. Cuando el rayón haya perdido su color azul, transferirlo a un embudo y enjuagarlo varias veces con agua destilada. Ponerlo sobre un papel filtro y secar en estufa a 120°C. Pesar el rayón seco para determinar el rendimiento.

CÁLCULOS Y OBSERVACIONES

Reportar el peso de rayón obtenido, así como el rendimiento global de la reacción, tomando en cuenta el peso inicial de celulosa.

Investigar precios estimados de los reactivos utilizados y determinar en base a ello el costo de las materias primas necesarias producir suficiente rayón para una prenda de vestir determinada.

Reflexionar y comentar sobre el tipo de reactor (o reactores) que se debería utilizar para producir rayón a escala industrial.

NOTA: Entregar el rayón producido junto con el reporte.