

LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA I

2º Curso

GRADO EN QUÍMICA

MÓDULO 34206.
Curso 2017-18

OBJETIVOS

1. Instruir al alumno en la preparación, desarrollo y registro del trabajo experimental en Química Orgánica llevando a cabo:

a) Estudio y manipulación de los compuestos de carbono: Dominio de las técnicas básicas del laboratorio de Química Orgánica: Separación, purificación, caracterización de compuestos orgánicos.

b) Estructura y reactividad de los compuestos orgánicos: Síntesis, aislamiento, purificación y caracterización de los compuestos orgánicos obtenidos de las mezclas de reacción.

2. Desarrollar la capacidad del alumno para analizar los resultados obtenidos, extraer conclusiones y potenciar el espíritu crítico necesario en cualquier actividad científica.

3. Potenciar las habilidades del alumno para el trabajo en equipo.

4. Fomentar la expresión tanto oral como escrita.

PROGRAMA

Sesión		
1	INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO DE Q. ORGÁNICA	Presentación del curso
2	TÉCNICAS 1	Separación de mezclas Cromatografía I. Análisis de la separación
3	TÉCNICAS 2	Purificación de compuestos orgánicos I
4	TÉCNICAS 3	Purificación de compuestos orgánicos II.
5	SÍNTESIS 1	Reacciones de sustitución nucleofílica. Síntesis de un haluro de alquilo.
6	SÍNTESIS 2	Reacciones de oxidación de grupos hidroxílicos
7	SÍNTESIS 3	Reacciones de reducción de grupos carbonilo
8	SÍNTESIS 4	Reacción de esterificación de Fischer
9	SÍNTESIS 5	Reacciones de condensación aldólica
10	SÍNTESIS 6	Reacciones de sustitución electrofílica aromática
11		Reacciones de sustitución electrofílica aromática (cont)
12	TÉCNICAS 4	Cromatografía II. Separación cromatográfica de una mezcla.
13	EXÁMENES	

Las sesiones prácticas se llevarán a cabo en el LABORATORIO DE QUIMICA ORGÁNICA (FACULTAD DE QUÍMICA. BLOQUE F Planta baja)

BIBLIOGRAFÍA

A) Características de los compuestos (datos físicos, químicos, seguridad etc.) se deben consultar y resumir dado que es información relevante para el trabajo:

- 1a. Chemical Safety Cards (versión en español) del Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (Ministerio de Trabajo y Asuntos Sociales) que se encuentra disponibles en la dirección

<http://www.mtas.es/Insht/riskquim/index.htm> (Buscamos Documentación y dentro de este apartado, buscamos Fichas Internacionales de Seguridad Química)

- 1b. <http://www.chemnetbase.com/> Base de datos de productos orgánicos

2. INDEX MERCK en su edición en papel o en la dirección

<http://www.themerckindex.cambridgesoft.com>

Se puede encontrar información adicional en el "HANDBOOK OF CHEMISTRY AND PHYSICS".

Se puede incluir información adicional de otras fuentes si se desea.

B) Introducción y Técnicas de Laboratorio: la mayoría de los libros de experimentación en Química Orgánica incluyen importantes apartados sobre estos aspectos, pero con vistas a unificar criterios tomaremos como base, se sugiere que cada estudiante disponga del suyo:

3. "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA" M^a A. Martínez Grau y A. G. Csáky. Ed. Síntesis.

C) Bibliografía general: Los libros que se relacionan a continuación contienen, además de las técnicas básicas, la descripción de las prácticas a realizar u otras muy relacionadas. Los aspectos teóricos de las prácticas de síntesis pueden encontrarse en los libros de teoría de Química Orgánica.

4. "CURSO PRACTICO DE QUÍMICA ORGÁNICA".R. Brewster, C.A. Vanderwert y W.E. McEwen. Ed. Alhambra (1982).
5. "QUÍMICA ORGÁNICA EXPERIMENTAL".H.D. Durst y G.W. Gokel, Ed. Reverté (1985).
6. "QUÍMICA ORGÁNICA EXPERIMENTAL".D.L. Pavia, G.M. Lampman y G.S. Kriz Jr., Ed. Eunibar.
7. "INTRODUCTION TO ORGANIC LABORATORY TECHNIQUES".D.L. Pavia, G.M. Lampman and G.S. Kriz Jr., Ed. Sanders Company (1976).
8. "NATURAL PRODUCTS".R. Ikan, Ed. Academic Press. 2^a Edición (1991).
9. "VOGEL'S TEXTBOOK OF PRACTICAL ORGANIC CHEMISTRY".B.S. Furniss, A.J. Hannaford, P.W.G. Smith, A.R. Tatchell, Ed. Longman (1989).
10. "LABORATORY EXPERIMENTS IN ORGANIC CHEMISTRY".J.R. Morig and D.C. Neckers, Ed. Wadsworth Publishing Company (1979).
11. "EXPERIMENTAL ORGANIC CHEMISTRY".L.M.Harwood and C.J. Moody, Ed. Blackwell Sci. Publ. (1989).
12. "EXPERIMENTAL ORGANIC CHEMISTRY". D.R. Palleros. John Wiley and Sons (2000)
13. a) "Oxidation of Cyclohexanol to Cyclohexanone by Sodium Hypochlorite" N.M. Zuczek y P.S. Furth, *Journal of Chemical Education* 58, 824, 1981; b) R.V. Stevens, K.T. Chapman y H. N. Weller, *Journal of Organic Chemistry*, 45, 2030, 1980.

EVALUACIÓN

Se considerarán los siguientes apartados:

A) PARTICIPACIÓN EN SEMINARIOS, TRABAJO DE LABORATORIO Y RESULTADOS (50%)

Se tendrá en cuenta la observación de las normas de seguridad, la actitud, la preparación, el trabajo en el laboratorio y los resultados obtenidos. Para ello hay que tener en cuenta las siguientes normas generales:

El alumno deberá **conocer y respetar las normas generales y de seguridad** indicadas en el cuadernillo para el trabajo en el laboratorio, y deberá ir provisto **obligatoriamente** de: Bata, Gafas de seguridad, Guantes de goma, Espátula o cucharilla, Lápiz y Calculadora.

Las sesiones no se recuperan, por lo que las faltas de asistencia y puntualidad deberán ser debidamente justificadas. **Es condición indispensable para comenzar una sesión que el alumno este en posesión del cuaderno de laboratorio debidamente cumplimentado.** Los cuadernos podrán ser revisados por los profesores durante la sesión de prácticas y/o se deberá contestar con el cuaderno a algunas cuestiones planteadas por los profesores.

Al principio de cada sesión habrá un seminario, en el mismo algún estudiante realizará una exposición sobre la práctica a realizar (10%).

Durante la sesión de prácticas, y si el proceso experimental lo permite, habrá seminarios para comentar algún aspecto particular de la experiencia o relacionado con la misma. Se comentarán resultados y observaciones en grupos.

Tanto al comienzo de la sesión de prácticas como al finalizar se deberán llevar a cabo las **tareas generales** asignadas para el buen funcionamiento del laboratorio y se efectuará un **recuento del material por puesto de trabajo**, dejando el material en exceso en el lugar indicado a tal fin. En caso de faltar material se comprobará en primer lugar si éste está entre el material sobrante y en caso contrario se solicitará a los profesores.

Al final de cada sesión práctica:

1. Se llevará a cabo la limpieza y ordenación del puesto de trabajo.
2. En el momento en que estén disponibles se entregarán los resultados a los profesores así como los productos obtenidos debidamente envasados y etiquetados.

La falta a más de dos sesiones de prácticas supondrá la pérdida de la calificación correspondiente al Trabajo de Laboratorio y Resultados.

B) EXAMENES (50%): podrán ser prácticos y/o de cuestiones relacionadas con las prácticas (será necesario obtener una nota mínima de 4 puntos sobre 10)

NORMAS DE SEGURIDAD

Las siguientes normas son de obligado y estricto cumplimiento y por tanto deben ser seguidas en todo momento por el alumno. EL INCUMPLIMIENTO DE CUALQUIERA DE ESTAS NORMAS PUEDE IMPLICAR LA EXPULSION DEL ALUMNO DEL LABORATORIO

- 1) Al entrar por primera vez en el laboratorio deben **localizarse las Salidas de Emergencia, Duchas de Emergencia, Lavajos, Extintores y manta ignífuga.**
- 2) **Antes de la realización de la práctica el estudiante debe conocer las características y peligrosidad de los compuestos a utilizar, así como de los compuestos que pueden formarse durante el experimento.**
- 3) Queda terminantemente **prohibido fumar o consumir alimentos** en el laboratorio.
- 4) La **bata y las gafas de seguridad deberán usarse en todo momento** durante la estancia en el laboratorio. Las **lentes de contacto** pueden resultar muy peligrosas en caso de salpicaduras accidentales a los ojos. Por tanto deben usarse gafas graduadas y gafas de seguridad adecuadas.
- 5) Los **guantes** deberán usarse siempre durante la manipulación de productos o material que los contenga. Con objeto de evitar contaminaciones **no se debe salir del laboratorio con los guantes puestos.**
- 6) Debe revisarse el material de vidrio para **comprobar posibles fisuras**, especialmente antes de su uso a vacío o a presión.
- 7) **Los frascos de reactivos y disolventes deben cerrarse inmediatamente después de su uso.** Hay que **evitar la inhalación** de vapores tanto de sólidos como de líquidos así como de partículas sólidas. Si algún producto desprende vapores tóxicos, debe manejarse en vitrina.
- 8) **Si algún líquido o sólido se derrama se deberá limpiar inmediatamente** de la forma adecuada. En caso de **rotura de termómetros**, avisar a la profesora para eliminar el mercurio.
- 9) Deben utilizarse embudos de vidrio para el **trasvase de líquidos**. Si han de usarse pipetas, utilídense las peras de goma apropiadas. No pipetear jamás líquidos con la boca.
- 10) Los residuos o material desechable deben separarse de la siguientes manera:
 - a) **Disolventes orgánicos:** se verterán en los bidones correspondientes teniendo en cuenta que se deben separar según su composición en **clorados** (p.ej. CHCl_3 y CH_2Cl_2) y **no clorados**. En el caso de mezclas de clorados y no clorados verter la mezcla en el bidón de clorados.
 - b) **Residuos sólidos:** en las papeleras, **nunca en las pilas.**
 - c) **Material de vidrio roto y capilares** en los recipientes habilitados para ello. En caso de rotura de un termómetro se comunicará a los profesores para eliminar el mercurio.
 - d) **Disoluciones de metales pesados:** en los bidones disponibles a tal fin.

- 11) Es necesario **mantener perfectamente limpio y seco el puesto de trabajo y el material a utilizar** dado que se usa material eléctrico. La **manipulación** de cualquier elemento de dicho material deberá hacerse con el aparato en cuestión desconectado de la red.
- 12) En las calefacciones con manta calefactora o agitador se debe utilizar **un gato o taco de madera** debajo de la misma para poder retirarlo y enfriar rápidamente en caso necesario.
- 13) **Los disolventes orgánicos no deben calentarse nunca directamente** sino por medio de baños de agua y se deben manipular siempre en matraces erlenmeyer o tubos de ensayo, **NUNCA EN VASOS DE PRECIPITADOS.**
- 14) **No deberán manipularse jamás productos o disolventes inflamables en la proximidad de mantas y placas calefactoras que no estén a temperatura ambiente.** No utilizar los reguladores eléctricos a más de media potencia sin consultar con la profesora.
- 15) **No tener jamás en marcha mantas o placas calefactoras en vacío,** es decir, sin un recipiente (vaso, matraz, etc.) al que calentar.
- 16) En los **montajes de reflujo y destilaciones** deberá añadirse el **germen de ebullición** ("plato poroso") en frío. Antes de comenzar la calefacción, deberá **verificarse que el montaje**, particularmente que las juntas esmeriladas, estén bien ajustadas.
- 17) **iiNo abandonar jamás el puesto de trabajo mientras se esté llevando a cabo alguna reacción o destilación!!**

CUADERNO DE LABORATORIO

Deberá estar en posesión del alumno durante toda su estancia en el laboratorio, siempre puesto al día y:

1. Se redactara a mano con letra clara y presentación ordenada, en cuadernos de espiral, anillas o similares, **nunca hojas sueltas**. Es conveniente dejar espacios en blanco al final de los distintos apartados para poder incluir anotaciones o aclaraciones posteriores.

2. Los procedimientos experimentales, así como los montajes o tablas de la bibliografía pueden incluirse fotocopiados.

3. Si se desea se pueden separar en bloques las técnicas de laboratorio, las características de los productos y las prácticas de síntesis, organizado de forma que el alumno debe poder localizar rápidamente la información deseada.

¿CÓMO DEBE PREPARARSE-CUMPLIMENTARSE? Se tomará como base las prácticas descritas en este cuadernillo, en el que distinguiremos tres partes:

A) Introducción al Laboratorio de Química Orgánica.

B) Técnicas básicas de Laboratorio.

C) Síntesis Orgánica.

A) Introducción al Laboratorio de Química Orgánica: Organización y funcionamiento del Laboratorio de Química Orgánica. Conocimientos básicos previos al trabajo experimental.

B) Técnicas de Laboratorio: Se seguirá el siguiente esquema en apartados perfectamente diferenciados:

1. **Introducción:** Objetivos y bases de la técnica. Información detallada sobre el origen y usos de los compuestos si se conocen.

2. **Procedimiento experimental:** para llevar a cabo la técnica.

3. **Notas al procedimiento experimental:**

a) **Material necesario** (ver lista de material disponible)

b) **Datos de reactivos, disolventes y productos** (ver Ficha modelo)

c) **Notas adicionales:** Precauciones especiales, operaciones en vitrina, partes del proceso experimental con material seco. Conviene numerarlas y localizarlas con un supraíndice en el punto adecuado del procedimiento experimental.

4. **Esquema de separación:** diagrama de flujo con fórmulas semidesarrolladas en el que se indique la composición probable al finalizar cada operación hasta la obtención del producto final. (No confundir con el esquema de trabajo para uso en el laboratorio)

5. **Observaciones experimentales.** Escritas ordenadamente y separadas en párrafos cuando se refieren a distintos puntos del desarrollo experimental.

6. Resultados: Solamente el compuesto objetivo, si no se indica lo contrario, nombre, fórmula semidesarrollada, cantidad obtenida, rendimiento y características del producto/s obtenido/s (p.f., p. eb., análisis cromatográfico)

7. Ejercicios y cuestiones propuestos en el cuadernillo, comentarios y conclusiones.

8. Bibliografía. Indicar las referencias bibliográficas completas utilizadas o bien incluir al principio del cuaderno un listado numerado de toda la bibliografía y en cada apartado indicar con un supraíndice el número de la referencia/s en las que se basa.

Los apartados 1-4 y 8 deberán estar preparados completamente por el alumno antes de cada sesión. Los apartados 5-7 son los únicos que se desarrollarán durante la sesión práctica.

C) Síntesis Orgánica: Se aplicaran los conocimientos teóricos y prácticos ya adquiridos llevando a cabo distintas síntesis de compuestos orgánicos.

1. Introducción y objetivos: Información teórica sobre el tipo de reacción a llevar a cabo, alternativas, mecanismo de reacción comentado, posibles reacciones secundarias, utilidad del producto etc. La información necesaria para este apartado se encuentra en los libros de teoría y en algunos libros de prácticas.

2. Procedimiento experimental: el indicado en el cuadernillo con las modificaciones que se incluyan si es el caso.

3. Notas al procedimiento experimental:

a) Material necesario

b) Datos de reactivos, disolventes y productos (ver Apartado de Técnicas)

c) Datos de productos intermedios o productos secundarios (igual que en el apartado anterior)

d) Notas adicionales (Ver Apartado de Técnicas)

e) Relación entre sustrato/s (producto que se desea transformar), reactivo/s y disolvente/s a utilizar según en el procedimiento experimental:

-relación molar entre sustrato/s y reactivo/s

-concentración de sustrato/s y reactivo/s en el medio de reacción

4. Esquema de separación (Ver Apartado de Técnicas)

5. Observaciones experimentales. (Ver Apartado de Técnicas)

6. Resultados.(ver Apartado de Técnicas)

7. Comentarios y conclusiones. (Ver Apartado de Técnicas)

8. Bibliografía. (Ver Apartado de Técnicas)

Los apartados 1-4 y 8 deberán estar preparados por el alumno antes de cada sesión. Los apartados 5-7 son los únicos que se desarrollarán durante la sesión práctica.

A) INTRODUCCIÓN AL LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA

En este apartado vamos a hacer un planteamiento general de lo que va a ser el presente curso. En una sesión de cuatro horas y media, abordaremos los aspectos principales del trabajo en el laboratorio de Química Orgánica, como son las medidas de seguridad, la correcta manipulación de los compuestos orgánicos así como el material y demás utensilios del laboratorio. Nos situaremos en el laboratorio y estableceremos los criterios de trabajo y evaluación del curso.

- a) **El laboratorio de Química Orgánica.** Química Orgánica Aplicada. Objetivos y limitaciones del trabajo experimental. Diferencias con otros laboratorios. El espacio y su uso.
- b) **Seguridad en el Laboratorio.** Normas de Seguridad y su cumplimiento. Localizar en el plano las salidas de emergencia, extintores, lavaojos etc. Utilización de mantas, extintores etc. Etiquetado y almacenado. Almacenado y destrucción de residuos.
- c) **Funcionamiento:** Asistencia. Normas de comportamiento. Preparación de la práctica (Cuadernillo). Trabajo individual y el trabajo en equipo. Realización opcional. Asignación de Tareas. Evaluación.

d) **Material:**

1. Material por puesto de trabajo.

Ejercicio a llevar a cabo en el laboratorio: Calculo de costes: uso de catálogos, nombres en ingles.

Recuento. Limpieza y secado.

2. Material común. Localización y utilización (baños, placas calefactores, rotavapores etc.).
3. Material adicional fijo: papel de aluminio; gomas elásticas; papel de pH, algodón, rotulador vidrio; papel de filtro etc. Localización y utilización.
4. Material adicional para prácticas concretas. Localización y utilización.
5. Manejo y seguridad. Operaciones a vacío o presión.
6. Material roto.

e) Reactivos (producto de partida, sustrato), Disolventes y Productos (productos finales)

1. Características físicas, químicas y seguridad.

Ejercicio a llevar a cabo en el laboratorio: Búsqueda y ordenación de los datos de los compuestos.

2. Información en el etiquetado.

3. Manipulación de sólidos y líquidos.

3. Secado, etiquetado (Grupo, Puesto de trabajo y Contenido) y almacenado de muestras.

4. Residuos.

g) El trabajo experimental en marcha. Como aprovechar eficientemente el tiempo. ¿Cuándo se puede parar? ¿Dónde está el producto? Reacciones exotérmicas y endotérmicas. Seguridad: ¿Que hacer si?

***Bibliografía:* "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA"**

Capítulo 1 *Seguridad en el laboratorio.*

Capítulo 2: *Material de laboratorio.* Apartados 2.1, 2.2, 2.3 (2.3.1, 2.3.2, 2.3.9)

Capítulo 3: *Disolventes.* Apartados 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5, 3.6.

Capítulo 4: *Reactivos.* Apartados 4.1, 4.2, 4.3.1A, 4.4 (4.4.1 y 4.4.3)

Capitulo 5: *Reacciones:* Apartados 5.1, 5.2.1

LISTA DE MATERIAL POR PUESTO DE TRABAJO

EL MATERIAL DEBE GUARDARSE EN EL SITIO ASIGNADO:

-Cajón para vidrio (C/VI)

-Cajón para material diverso (C/D)

-Taquilla para vidrio (T/VI)

-Taquilla para material diverso (T/D).

MATERIAL DE VIDRIO	nº	Buscar en catálogo Aldrich	pág	ref.	Precio
C/VI Matraz de fondo redondo 100 mL (14/23)	1	Flasks (Round-bottom)			
C/VI Cabeza de destilación + rosca	1+1	Distillation (Heads)			
C/VI Refrigerante (14/23)	1	Condensers			
C/VI Colector acodado	1	Adapters			
C/VI Termómetro	1	Temperature			
C/VI Varilla de vidrio	1				
C/VI Pipeta Pasteur + chupetin	2				
C/VI Vidrio de reloj	1	Dishes (Watch glasses)			
T/VI Embudo de decantación + Tapon	1+1	Funnels (Separatory)			
T/VI Erlenmeyer 100 mL	2	Flasks (Flat-bottom)			
T/VI Erlenmeyer 250 mL	1	Flasks (Flat bottom)			
T/VI Vaso de precipitados 100 mL	1	Beakers			
T/VI Vaso de precipitados 200 ó 300 mL	1	Beakers			
T/VI Embudo conico	1	Funnels (Conical)			
T/VI Kitasatos	1	Flasks (Filtration)			

**MATERIAL DE
POLIPROPILENO(PP)**

			pag	ref.	Precio
T/VI	Erlenmeyer 250 mL	1			
T/VI	Vaso de precipitados 250 mL	1			
T/VI	Embudo de solidos	1			
T/VI	Embudo Büchner (de ceramica o PP)	1			

MATERIAL DIVERSO

T/D	Aro de corcho	1			
C/D	Soporte metálico	1			
C/D	Pinza metálica + nuez	3+3			
C/D	Aro + nuez	1			
C/D	Clips metálicos pequeños	2			
C/D	Clip metálico grande	1			
C/D	Taco de madera	--			
T/D	Manta calefactora 100 mL	1			
T/D	Manta calefactora 250 mL	1			
T/D	Regulador de potencia para mantas	1			
T/D	Agitador magnético	1			

B) TÉCNICAS EXPERIMENTALES

En los laboratorios de Química Orgánica, tan importante es el conocimiento de la reactividad de los compuestos orgánicos, con el que es posible postular los productos que se van a formar en una reacción concreta, como el dominio de las técnicas experimentales necesarias para la preparación de las reacciones, aislamiento de los productos de reacción y purificación de los mismos. Siendo imprescindible, por tanto, un conocimiento de las características físicas de los productos que estamos manipulando. En general los trabajos que se desarrollan en los laboratorios se pueden clasificar en dos grupos principales: aquellas operaciones y dispositivos para llevar a cabo las reacciones y las técnicas de separación, aislamiento y purificación de los compuestos de las mezclas de reacción. Con esta filosofía se ha organizado el presente módulo.

En un primer lugar estudiaremos las técnicas para la manipulación de las mezclas, con una mezcla problema desconocida, y posterior purificación de los componentes de la misma, complementando lo estudiado en el Laboratorio de Química I, mientras que en la segunda parte del curso abordaremos ejemplos concretos de Síntesis en Química Orgánica, montando dispositivos y aplicando las técnicas aprendidas en el cuatrimestre anterior.

Esta forma de presentar el curso tiene la ventaja de que permite al estudiante familiarizarse con las técnicas principales, sin asociarlas a ejemplos concretos, lo que le proporciona una visión más general de las posibilidades de las mismas. Lo que se pretende con este primer apartado es que el estudiante conozca, practique y domine las principales técnicas de separación, aislamiento y purificación de los compuestos orgánicos que son las técnicas que se emplean habitualmente en todos los laboratorios de Química Orgánica. Estas operaciones, en realidad son manipulaciones físicas que nos permiten "llevar los productos orgánicos de un sitio a otro" según nuestra conveniencia, son diversas según sea la naturaleza de los sustratos que estemos utilizando. Con el correcto adiestramiento, el estudiante conseguirá ante una reacción, un problema o dificultad inesperada, saber qué hacer en cada momento para manipular los compuestos correctamente.

TÉCNICAS 1: Separación mezclas

Extracción. Filtración. Destilación.

Separación de una mezcla ternaria desconocida (Ácido + Base + Neutro), como caso hipotético extremo de una mezcla de reacción, con el objetivo de describir las **principales técnicas** que se emplean habitualmente en los laboratorios de Química Orgánica para la **separación** de los diferentes tipos de mezclas orgánicas. Estas mezclas pueden ser tanto **heterogéneas** como **homogéneas**. Dentro del primer caso nos referimos, en esta primera sesión de técnicas, a mezclas de líquidos inmiscibles entre sí (extracción) o mezclas de sólidos y líquidos (filtración); mientras que en el segundo caso abordaremos la separación de los componentes de una disolución (destilación).

Bibliografía: "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA"

Capítulo 6: *Extracción y Lavado*. Apartados 6.1, 6.2, 6.3, 6.4, 6.5, 6.6, 6.7.

Capítulo 7: *Secado y filtración*. Apartados 7.1, 7.2, 7.3 (7.3.1, 7.3.2, 7.3.3, 7.3.4).

Capítulo 2: *Material Lab*. Apartado 2.3.5.; Capítulo 6: Apartado 6.8: *Uso del rotavapor*.

Las mezclas que utilizaremos estarán constituidas por tres productos (un compuesto ácido, uno básico y un tercero neutro) de la tabla siguiente, por lo que se debe disponer de los datos de todos ellos antes del trabajo experimental. Se sugiere trabajar en equipo, distribución y organización del trabajo.

Tabla 1: Productos que podrán constituir las mezclas ternarias

Ac. bencílico	Alcohol bencílico	Cumeno	m-Nitroanilina
Ac. benzóico	Bencilo	Dibenzalacetona	p-Nitroanilina
Ac. 3-metilbenzóico	Benzimidazol	Fenantreno	o-Nitroanilina
Ac. salicílico	Benzoína	Naftaleno	Tetrahidrocarbazol
Ac. sebácico	p-Cloronitrobenceno		

La búsqueda bibliográfica se completará con los datos sobre los disolventes más comunes en los laboratorios de prácticas, que son los que se incluyen en la siguiente tabla. En esta primera técnica vamos a emplear **acetato de etilo**, pero más adelante se utilizarán todos los demás.

Tabla 2: Disolventes orgánicos más corrientes en los Laboratorios

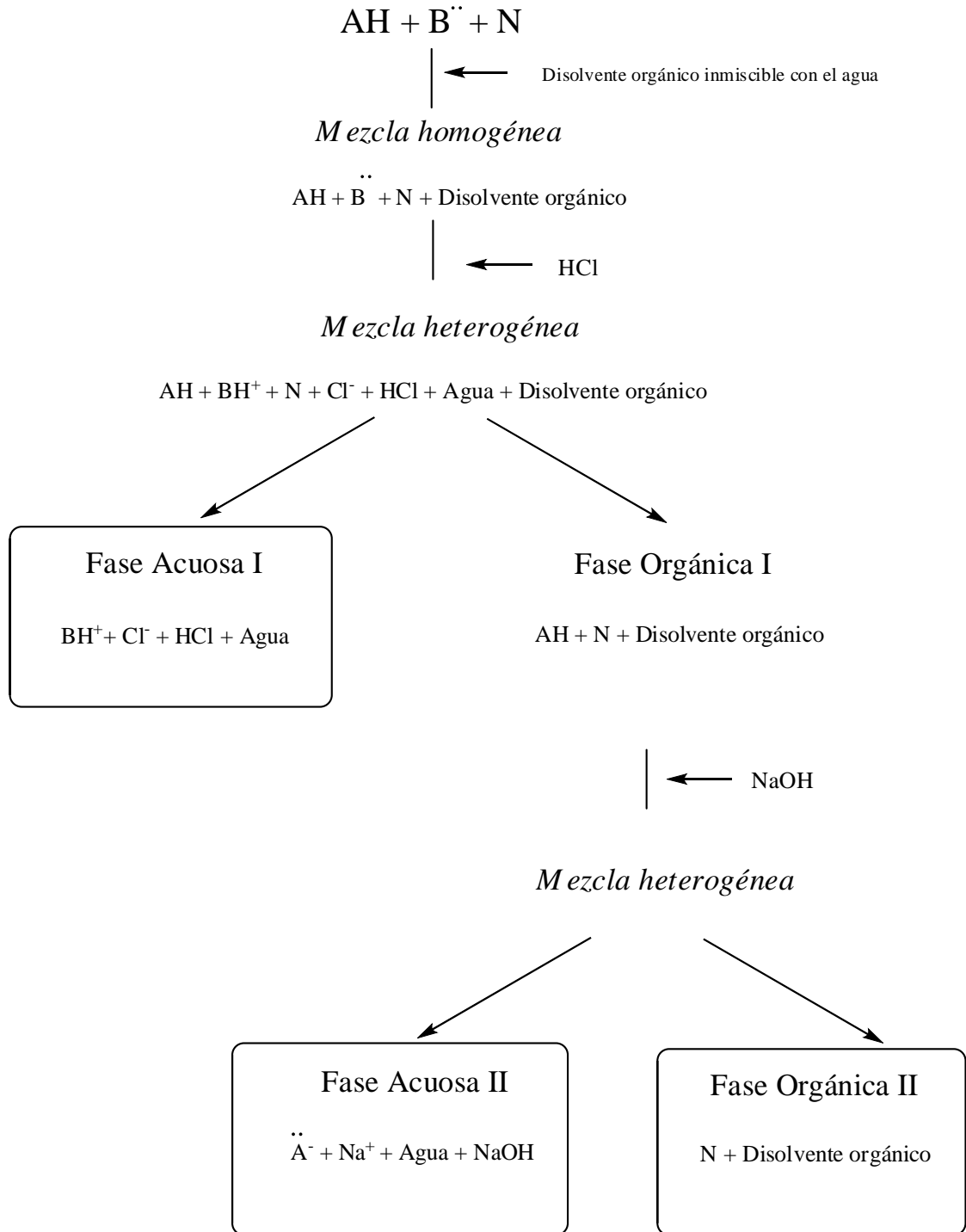
Acetato de etilo	Diclorometano	Etanol	Hexano
Eter etílico	Acetona	Metanol	Tolueno

Extracción líquido-líquido: Separación de una mezcla heterogénea líquido-líquido

La técnica está basada en la diferente distribución de los productos de una mezcla de reacción en disolventes de diferente naturaleza. Aprovechando la inmiscibilidad¹ del agua con algunos disolventes orgánicos y los procesos reversibles ácido-base, distribuiremos los compuestos de una mezcla hipotética de reacción en cada una de las fases, según nos convenga (Esquema 1).

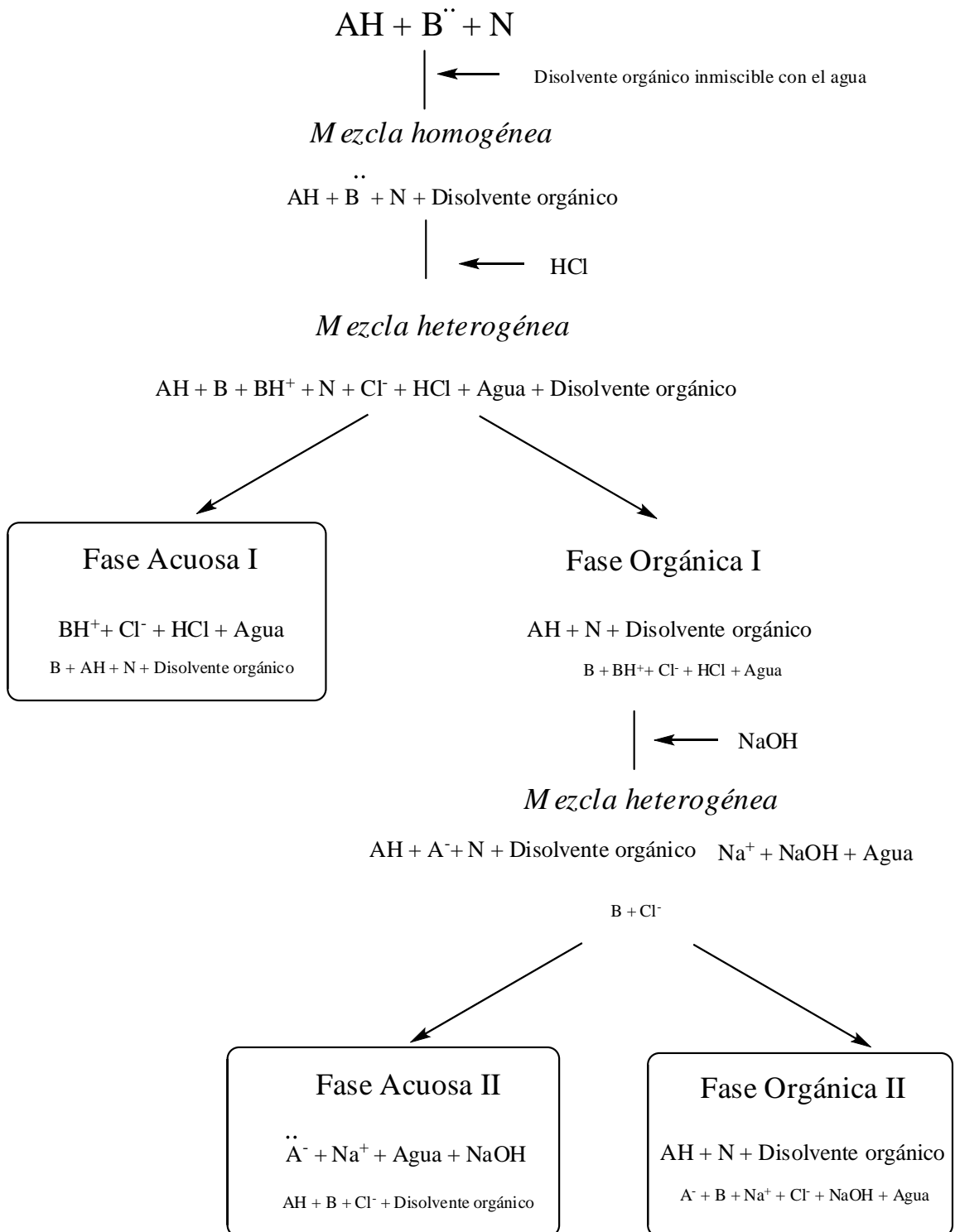
¹ En el anexo se incluye tabla de miscibilidades de disolventes orgánicos

Esquema 1: Procedimiento general de una **separación ideal**, mediante un procedimiento de extracción líquido-líquido.



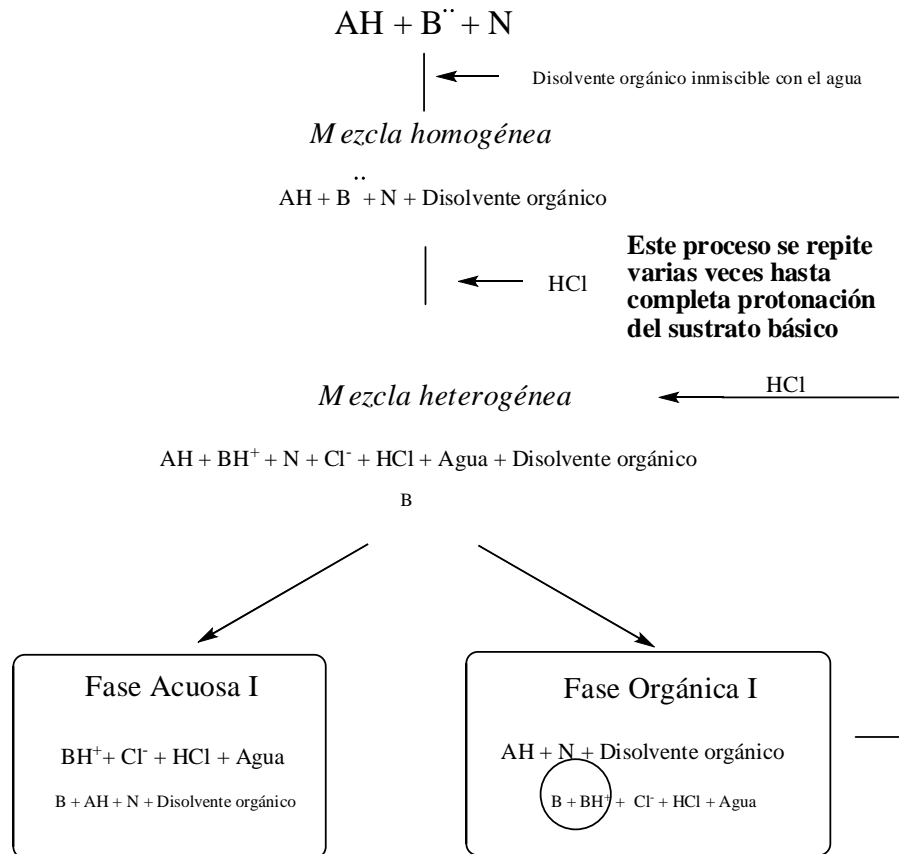
Inevitablemente en una **situación real** los productos pueden distribuirse en las distintas fases (Esquema 2). Además, al hacer uso de los procesos ácido-base, que son reacciones en equilibrio pueden coexistir las formas neutras y protonadas de los sustratos ácido y básico. Esto origina que en el esquema de separación real aparezcan en cada una de las fases (orgánicas o acuosas) pequeñas cantidades de componentes que proceden de la fase con la que ha estado en contacto.

Esquema 2: Esquema de separación real



Para minimizar esto se procede repitiendo algunos pasos según se muestra, como ejemplo en el Esquema 3:

Esquema 3: Procedimiento adecuado para una separación correcta de un sustrato básico de una mezcla.



Procedimiento general² para la separación de los productos: la mezcla desconocida³ se disuelve en 40 mL de acetato de etilo, se separan unas gotas en un vial que se rotula adecuadamente (Muestra 1) y se reservan para la Técnica 2. La disolución restante se pasa, con ayuda de un embudo cónico y 20 mL adicionales de acetato de etilo, a un embudo de decantación.

La disolución anterior **se extrae** (también es correcto decir que se "lava") con tres porciones de HCl 10% acuoso (aproximadamente 20 mL cada porción) para separar el compuesto básico y las fases acuosas reunidas se denominarán **FASE ACUOSA I** (contiene fundamentalmente el compuesto básico en forma de clorhidrato).

Para separar el compuesto ácido del compuesto neutro que se encuentran ambos en la Fase Orgánica I se procede del siguiente modo: inicialmente guardaremos unas gotas de dicha fase en un vial (y rotularemos como Fase Orgánica I), el resto la Fase Orgánica I se extrae con una disolución 10% de NaOH⁴ (3 x 20 mL aproximadamente) y a las fases acuosas reunidas

² Este procedimiento general es el que se utiliza habitualmente para la separación de componentes orgánicos de cualquier mezcla de reacción adaptándolos a las características de las mismas. Ver más adelante.

³ Las cantidades que se han utilizado para la preparación de las muestras son 2 g si son sólidos y 7 mL si son líquidos.

⁴ Puede emplearse NaHCO₃ aq si se está seguro de tener un ácido fuerte pero en este caso hay que tener mucho cuidado con los desprendimientos de CO₂.

las denominaremos *FASE ACUOSA II* (contiene fundamentalmente el compuesto ácido en forma de sal sódica).

A la disolución orgánica restante la denominaremos *FASE ORGÁNICA II* (contiene fundamentalmente el compuesto neutro).

Llegados a este punto se procede al tratamiento adecuado de cada una de las **FASES** para separar y purificar cada uno de los productos ácido, básico y neutro (Nota: se puede proceder con cada una de las fases en el orden que se considere más oportuno).

Aislamiento del producto neutro: La *FASE ORGÁNICA II* se lava un par de veces con salmuera (NaCl satd.; aproximadamente 15 mL por porción) hasta pH neutro y se trasvasa a un matraz erlenmeyer seco para su secado sobre Na_2SO_4 anhidro o MgSO_4 anhidro. La disolución orgánica **se filtra** (Esquema 4).

La **filtración**, como hemos comentado, servirá para separar los componentes de una mezcla heterogénea sólido-líquido. El procedimiento es muy sencillo y se utiliza siempre que sea necesario retirar un sólido en el seno de un líquido, independientemente de la fase que nos interese. Hay varios tipos de filtración: *por gravedad o a vacío*.

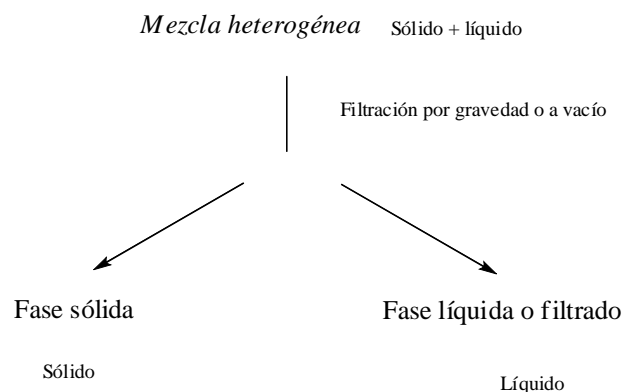
Dependiendo de la naturaleza del producto neutro que tenemos se puede proceder según cualquiera de las siguientes alternativas, ambas filtración por gravedad⁵:

-Si el compuesto es **sólido**⁶: se filtra a un matraz de fondo redondo seco y pesado. Separar unas gotas en un vial pequeño adecuadamente etiquetado (Muestra Fase Orgánica II) para el análisis cromatográfico. Eliminar el disolvente por **destilación** en el rotavapor (figura 1) y posteriormente a vacío directo hasta sequedad. Pesar y calcular el rendimiento de producto bruto. Trasvasar a un vial con la mínima cantidad de disolvente y reservar la muestra para purificación por **crystalización** y posterior caracterización (Técnica 2)

Figura 1: Rotavapor, equipo de destilación a vacío



Esquema 4: Filtración



⁵ En este caso se emplea embudo cónico y filtro de pliegues

⁶ Nos habrán indicado los profesores el estado físico de los productos.

- Si el compuesto es **líquido**: la disolución orgánica se filtra (Esquema 4) a una botella seca debidamente etiquetada, separar unas gotas en un vial pequeño adecuadamente etiquetado (Muestra Fase Orgánica II) para el análisis cromatográfico y reservar la disolución para la purificación y caracterización del compuesto por **destilación** (Técnica 3).

Aislamiento del compuesto básico: La FASE ACUOSA I se trata con NH_3 aq concentrado (gota a gota y con agitación) hasta pH fuertemente básico (*¿qué cantidad vamos a necesitar de cada una de ellas?*). El compuesto básico puede⁷:

a) *precipitar de la fase acuosa*: se recoge por **filtración** a vacío en Büchner, se lava y se seca. Pesar y calcular el rendimiento de recuperación en producto bruto. Trasvasar a un vial y reservar la muestra para el **análisis cromatográfico** (Muestra Fase Acuosa I)⁸ (Técnica 2) y Cristalización posterior (Técnica 2).

b) *no precipitar*: entonces se **reextrae** de la forma adecuada con acetato de etilo (varias veces) (FASE ORGANICA B-I). La fase orgánica se lava con salmuera y se seca sobre Na_2SO_4 anhidro o MgSO_4 anhidro. Se guardará una muestra en un vial convenientemente rotulado (Muestra Fase Acuosa I) para el **análisis cromatográfico** (Técnica 2). **Destilación empleando rotavapor.**

Este segundo procedimiento es el más habitual independientemente de que el producto sea un sólido. Se continúa según indique el profesor y de acuerdo con los procedimientos de aislamiento del compuesto neutro.

Aislamiento del compuesto ácido: La FASE ACUOSA II se acidifica con HCl concentrado (gota a gota y con agitación) hasta pH fuertemente ácido (*¿qué cantidad vamos a necesitar?*). El compuesto ácido puede⁸:

a) *precipitar de la fase acuosa*: se recoge por filtración a vacío en Büchner, se lava y se seca. Pesar y calcular el rendimiento de producto bruto. Trasvasar a un vial y reservar la muestra para el **análisis cromatográfico** (Muestra Fase Acuosa II) (Técnica 2) y Cristalización posterior (Técnica 3-4)

b) *no precipitar*: entonces se **reextrae** adecuadamente con acetato de etilo (varias veces) (FASE ORGANICA A-I). La fase orgánica se lava con salmuera y se seca con Na_2SO_4 anhidro o MgSO_4 anhidro. Se guardará una muestra en un vial convenientemente rotulado (Muestra Fase Acuosa II) para el **análisis cromatográfico**. **Destilación empleando rotavapor.**

Este segundo procedimiento es el más habitual independientemente de que el producto sea un sólido. Se continúa según indique el profesor y de acuerdo con los procedimientos de aislamiento del compuesto neutro.

⁷ En este punto, y según sean las mezclas, los estudiantes procederán según indiquen los profesores. Algunos estudiantes con sustrato básico sólido procederán mediante una filtración, mientras que otros con los mismos sustratos, procederán con una extracción. *Compararemos resultados*. Lo mismo para los sustratos ácidos.

⁸ Guardaremos también una muestra (10 ml) del filtrado: Muestra Fase Acuosa-aguas

Mezclas binarias

ESTE PROCEDIMIENTO GENERAL SE PUEDE ADAPTAR SI LA MEZCLA CONTIENE DOS COMPONENTES⁹:

- ácido+neutro**: se suprime el tratamiento con ácido clorhídrico.
- base+neutro**: se suprime el tratamiento con NaOH.
- ácido+base**: puede extraerse el ácido con NaOH o la base con HCl, el otro componente quedaría en la fase orgánica.

Cromatografía I

La cromatografía es una **técnica indispensable** en los laboratorios de Química Orgánica tanto en su vertiente **analítica** como en su potencial para la **separación de mezclas**. En esta primera toma de contacto con la misma abordaremos el aspecto analítico como medio para visualizar el proceso de separación y, que extrapolado a un proceso real, comprobaremos su utilidad en el seguimiento de una reacción.

Bibliografía: "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA".

Capítulo 10: *Cromatografía*. Apartados 10.1; 10.2; 10.3.

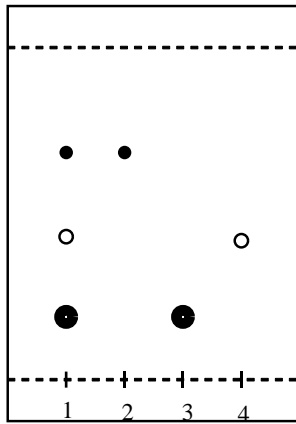
Análisis cromatográfico del resultado de la separación: Se compararán por cromatografía de capa fina (CCF) los productos separados, con la mezcla de partida. Eluyente: Hexano: Acetato de Etilo, 7:3). **LAS MARCAS EN LA PLACA SE REALIZAN EN LÁPIZ.**

Ejercicio (5) para incluir en el cuadernillo:

⁹ Que será lo más habitual.

Comentario sobre la eficiencia de la separación.

Ejemplo de una separación ideal



1. Mezcla ternaria
2. Compuesto neutro
3. Compuesto ácido
4. Compuesto básico



TÉCNICAS 2: Purificación de compuestos orgánicos I

Caracterización de sólidos.

Los compuestos orgánicos, una vez aislados, deben caracterizarse para disponer de una correcta descripción de los mismos, independientemente de que el compuesto sea nuevo o ya se encontrara descrito en la bibliografía. Para su correcta caracterización, mediante el uso de técnicas que vamos a estudiar ahora y otras que se quedan fuera del ámbito de este curso, como es la Resonancia Magnética Nuclear, es necesario proceder a su purificación. Esto es importante, sobre todo cuando se describen nuevos productos que deben ser incluidos en la literatura. Los productos aislados según los procesos que hemos estudiado puede que no estén completamente puros, por tanto, debemos proceder a su purificación que obviamente, seguirán procedimientos distintos según sea la naturaleza del sustrato (sólido o líquido). Procederemos posteriormente a la identificación de los mismos.

Bibliografía: "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA"

Capítulo 9: *Cristalización y sublimación.* (Completo)

En primer lugar procederemos al aprendizaje de la técnica de Purificación de sustratos **sólidos** mediante el proceso de **cristalización** llevando a cabo tres tipos de cristalización. Esquema 5

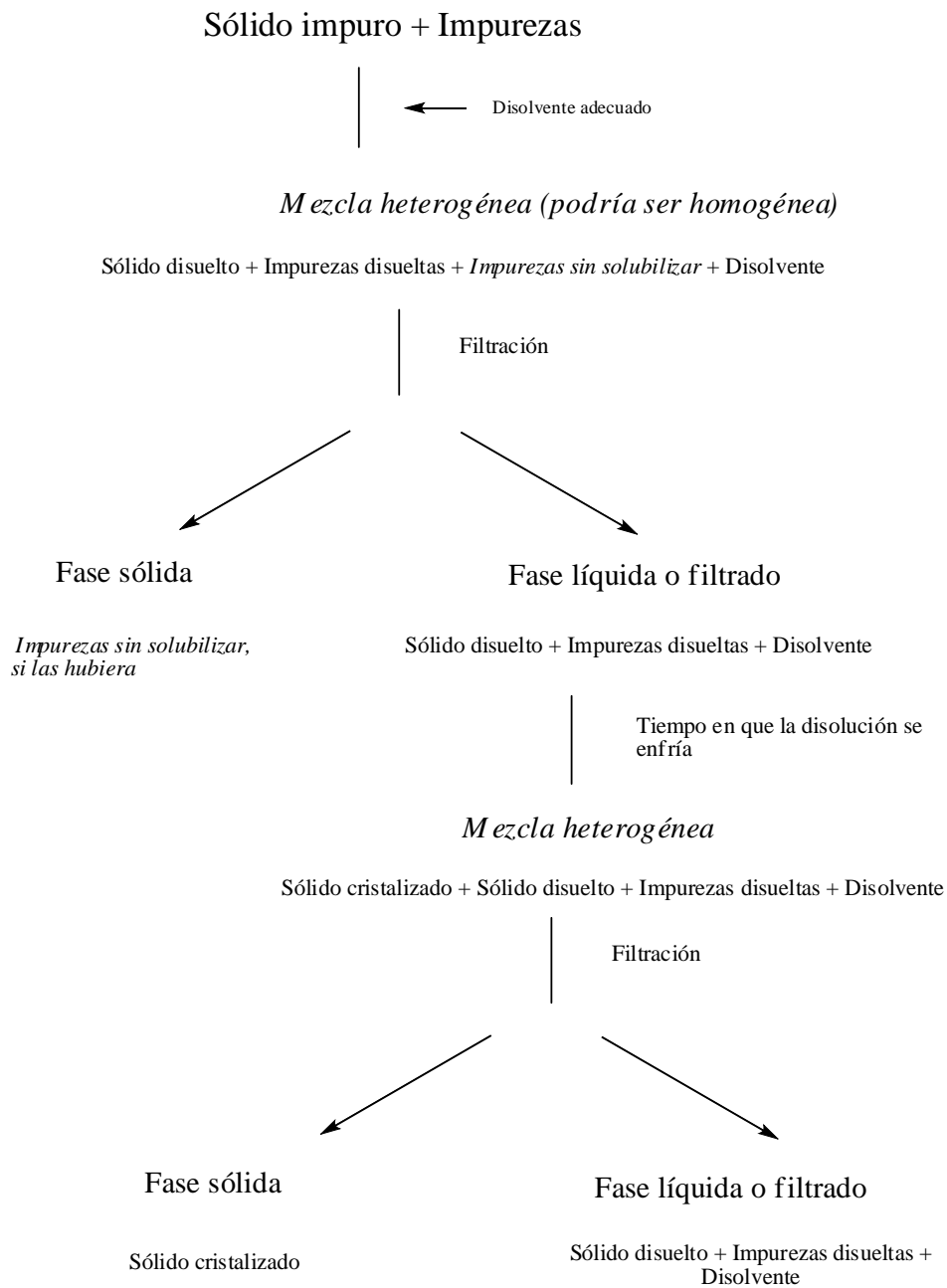
1. De agua,
2. De disolvente orgánico,
3. De mezcla de dos disolventes.

Dos de estos compuestos serán los obtenidos en la separación y el tercero un producto conocido. Los productos cristalizados se secarán, pesarán para poder determinar los rendimientos de cristalización así como los de separación-cristalización de los productos de la mezcla ternaria.

Una vez cristalizados, los productos deben ser caracterizados mediante su **punto de fusión**, constante física característica de todos los sustratos sólidos. Determinaremos los pf de las sustancias cristalizadas.

Análisis cromatográfico del resultado de la purificación: Se compararán por cromatografía de capa fina (CCF) los productos antes y después de su purificación.

Esquema 5: Procedimiento general de purificación de un sustrato sólido por cristalización



Ejercicio a incluir en el cuadernillo:

- 1) Identificación de los productos sólidos de la mezcla ternaria.
- 2) Una vez identificados los compuestos, complétese un esquema de separación detallando las fórmulas de cada compuesto en cada uno de los pasos seguidos.
- 3) Después de el análisis cromatográfico, comentar la eficiencia de la purificación

TÉCNICAS 3: Purificación de compuestos orgánicos II

Caracterización de líquidos.

Como ya señalamos en párrafos precedentes el tercer tipo de mezcla que podríamos encontrarnos en un laboratorio es la constituida por sustancias líquidas miscibles entre sí. Su separación será posible mediante un proceso de **destilación**. Ya hemos empleado esta técnica para retirar el disolvente de una disolución ayudándonos de un pequeño vacío para acelerar el proceso (rotavapor). Ahora procederemos a la separación de los productos de una disolución, que en realidad son el producto líquido de la mezcla ternaria y el disolvente en el que lo dejamos disuelto después de un proceso de extracción. Obviamente, en los laboratorios los montajes de destilación simple, como la que vamos a estudiar, se utilizan para la purificación de sustratos líquidos que se han descompuesto o que necesitan ser destilados previo a su empleo como reactivos.¹⁰

Bibliografía: "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA"

Capítulo 8: Destilación. Apartados: 8.1, 8.2, 8.3, 8.4, 8.5 (8.5.1, 8.5.2, 8.5.3, 8.5.5)

En primer lugar procederemos a repasar la técnica de purificación de sustratos orgánicos **líquidos** mediante el proceso de **destilación**, para ello llevaremos a cabo la destilación de la disolución que hemos guardado que contenía un sustrato líquido.

Determinaremos su **punto de ebullición**, constante física característica de todos los sustratos líquidos.

Utilizando un montaje de destilación simple se llevará a cabo la purificación, caracterización que nos permitirá identificar el componente líquido de la mezcla ternaria. Pesar y calcular el rendimiento de recuperación en producto puro. Trasvasar a un vial y reservar la muestra para el análisis cromatográfico (Técnica 2-3).

Ejercicios a incluir en el cuadernillo:

- 1) Se sugiere diseñar un esquema de separación para un proceso de destilación, si no se hizo anteriormente.
- 2) Identificación de los productos líquidos de la mezcla ternaria.
- 3) Completar el esquema de separación con las fórmulas de los compuestos en cada uno de los pasos que se han seguido.

¹⁰ En ocasiones, y para evitar descomposiciones debidas a las elevadas temperaturas a las que deben calentarse los productos, se acopla un sistema de vacío a la destilación simple para bajar el punto de ebullición y favorecer la separación del producto que nos interesa.

SINTESIS ORGÁNICA

En esta parte del curso se procederá a llevar a cabo varias transformaciones químicas siguiendo los procedimientos descritos. Se aprenderá a preparar algunos dispositivos para poder desarrollar la reacción y se procesarán las mezclas según las técnicas aprendidas en la primera parte del curso.

Los conocimientos de reactividad de química orgánica son los correspondientes a los módulos Química Orgánica I y Química Orgánica II.

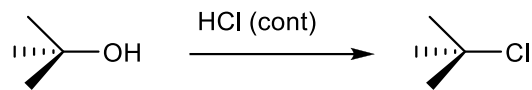
Se prepararán las experiencias previamente, leyendo con detenimiento los procedimientos experimentales, apoyándonos de la bibliografía para comprender los procesos y revisando en la bibliografía las características de los sustratos que estamos manipulando y vamos a obtener. Antes de empezar cada una de las experiencias, se elaborará el esquema del proceso y en el laboratorio antes de comenzar se harán los comentarios que se consideren oportunos.

No habrá cuestiones previas como ocurre en otros laboratorios, éstas nos las iremos planteando al tiempo que leemos los procedimientos y avanzamos en la reacción. Evidentemente los profesores harán comentarios y plantearán preguntas durante el trabajo experimental, en cada una de las experiencias, que se deberán ir resolviendo en el propio laboratorio. Todo ello, junto con las cuestiones adicionales incluidas en cada una de las experiencias, permitirá dar una visión más completa de lo que estamos estudiando.

SÍNTESIS 1: REACCIONES DE SUSTITUCION NUCLEOFILICA

SINTESES DEL CLORURO DE *terc*-BUTILO

La reacción de sustitución nucleofílica es otro proceso de utilidad principalmente para la funcionalización de átomos de carbono saturados. Los grupos hidroxilo, como sabemos, son agrupaciones que son no se sustituyen fácilmente. Sin embargo, los alcoholes terciarios en presencia de ácidos son capaces de sustituirse y convertirse en los correspondientes derivados.



Bibliografía:

"CURSO PRACTICO DE QUÍMICA ORGÁNICA".R. Brewster, etc. Pags 72-74.

"QUÍMICA ORGÁNICA EXPERIMENTAL".H.D. Durst etc. Pags 201-207

Procedimiento experimental: en un matraz erlenmeyer o matraz de fondo redondo provisto de una varilla magnética se introducen 18 mL de alcohol *terc*-butílico y 60 mL de HCl concentrado. Sin tapar, se agita la mezcla suavemente (1 min aprox.) y posteriormente se aumenta la agitación y se agita vigorosamente unos 5 min. La mezcla se pasa a un embudo de decantación, se deja en reposo y la capa acuosa se saca del embudo y se desprecia.

La fase orgánica se lava con unos 25 mL de disolución saturada de NaHCO_3 , primero agitando con un ligero movimiento circular el embudo abierto hasta que cese el fuerte desprendimiento gaseoso. Se tapa el embudo, se invierte cuidadosamente y se abre la llave para igualar la presión. A continuación se agita, primero con suavidad, luego enérgicamente, abriendo la llave con frecuencia para que salgan los gases. Se desprecia la capa de bicarbonato, se lava la fase orgánica con unos 20 mL de agua y tras decantar la capa acuosa se seca la fase orgánica sobre MgSO_4 anhidro. El líquido se decanta o filtra a un matraz de fondo redondo y se purifica por destilación (*Como el líquido es muy volátil se puede enfriar el matraz de recogida con un baño agua-hielo*). Calcular el rendimiento en producto puro.

Cuestiones

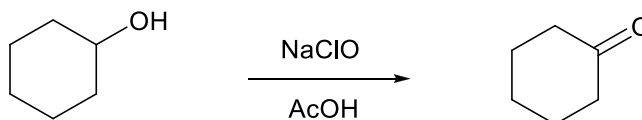
¿Qué reacción secundaria podría producirse si la manipulación del sustratos obtenido no es la adecuada?

¿De qué modo es posible sustituir un grupo hidroxilo sin emplear ácidos minerales?

SÍNTESIS 2: OXIDACION DE ALCOHOLES SECUNDARIOS A CETONAS.

OBTENCION DE CICLOHEXANONA A PARTIR DE CICLOHEXANOL

La agrupación carbonílica es una de las más, si no la más importante, no sólo por su presencia en numerosos compuestos de interés, de por sí o por ser intermediarios en procesos de industriales, sino también por su versatilidad, que le permite transformarse en una gran diversidad de agrupaciones funcionales. Concretamente, el caso que nos ocupa, la oxidación del ciclohexanol a ciclohexanona, resulta ser un ejemplo de proceso de oxidación de los alcoholes secundarios para preparar cetonas, muy utilizado para sintetizar compuestos carbonílicos con buenos rendimientos. Además, el producto obtenido es el precursor de unos de los materiales que más impacto tecnológico han tenido en la segunda mitad del siglo XX, los polímeros. Particularmente la ciclohexanona es precursor industrial del nylon 6.



Bibliografía:

" Experimental Organic Chemistry". D. R. Palleros. John Wiley and Sons, New York, 2000 (Unidad 23).

" Laboratory Experiments in Organic Chemistry". J.R. Mohrig y D.C. Neckers. Wadsworth Publishing Company , 1979 (Capítulo 21).

"Oxidation of Cyclohexanol to Cyclohexanone by Sodium Hypochlorite" N.M. Zuczek y P.S. Furth, *Journal of Chemical Education* **58**, 824, 1981; b) R.V. Stevens, K.T. Chapman y H. N. Weller, *Journal of Organic Chemistry*, **45**, 2030, 1980.

¡ATENCIÓN!: en esta práctica se introduce una nueva técnica: destilación por arrastre de vapor. (Material adicional disponible: matraz de fondo redondo de 250 ml con dos bocas, pieza reductora)

Procedimiento experimental: en un matraz erlenmeyer enfriado en un baño de hielo se disuelven 5 g de ciclohexanol en 12.5 mL de AcOH glacial, y a esta disolución se le añaden, **como mínimo**, gota a gota, 25 mL de NaClO acuoso 14% (lejía). La temperatura no debe superar los **30-35 °C** (la disolución resultante debe ser amarillo verdosa). La mezcla se agita durante 15 min a temperatura ambiente (*Si al finalizar la adición el color de la mezcla no es amarillo verdoso o no permanece este color durante la agitación posterior, se debe añadir a la mezcla suficiente disolución de hipoclorito para que tome color y de positivo el test almidón-I, y 5 mL mas para que haya exceso*)

Posteriormente se añade una disolución saturada de bisulfito sódico (1-2.5 mL) hasta que la mezcla se vuelve incolora. La mezcla se transfiere a un matraz de fondo redondo, se le añaden 30 mL de agua y se lleva a cabo una destilación azeotrópica/arrastre de vapor¹¹ recogiendo los primeros 23 mL del destilado.

Al destilado se le añaden agitando aprox. 3.5 g de Na₂CO₃ anhidro en pequeñas porciones hasta que finalice la emisión de gas. Posteriormente se añaden 2-4 g de NaCl (hasta saturación) y se agita durante 15 min, se decanta el líquido a un embudo de decantación, se separa la fase orgánica, y la fase acuosa se reextrae con 25 mL de éter. Las fases orgánicas reunidas se secan sobre MgSO₄ anhidro. Se filtra y se elimina el disolvente en el rotavapor. Pesar y calcular el rendimiento bruto.

OPCIONAL: Caracterización de la ciclohexanona:

Obtención de la oxima: En un vial o matraz erlenmeyer pequeño se disuelven 0.5 g de hidrocloreuro de hidroxilamina y 0.8 g de NaOAc en 2 mL de agua. Se calienta la disolución a unos 40°C y a continuación se añade 0.5 g de la ciclohexanona obtenida. Se tapa el recipiente y se agita fuertemente durante 1 ó 2 min hasta la aparición de cristales finos e incoloros. Se enfría el matraz erlenmeyer en un baño de agua-hielo, y el sólido se separa por filtración lavándolo con unos mililitros de agua de hielo. Secar, pesar y determinar el punto de fusión. Calcular el rendimiento.

Obtención de la 2,4-dinitrofenilhidrazona a) Preparación de la disolución de hidrazina. En un erlenmeyer pequeño, se prepara la disolución de 0.4 g de 2,4-dinitrofenilhidrazina en 3 mL de agua y sobre la mezcla se añaden cuidadosamente 2 mL de ácido sulfúrico concentrado. Se agita el matraz suavemente hasta que se consigue una disolución completa, y a la disolución caliente se añaden 10 mL de etanol. b) Preparación de la hidrazona. Sobre una disolución de 0,25 g de nuestro compuesto carbonílico en 10 ml de etanol se añade la disolución anterior y la mezcla se deja a temperatura ambiente. Cuando la cristalización es completa (pocos minutos) se enfría en un baño de hielo y se filtra.

Cuestiones

Si tuvieras que diseñar la síntesis del ciclohexanol, ¿qué producto de partida utilizarías?

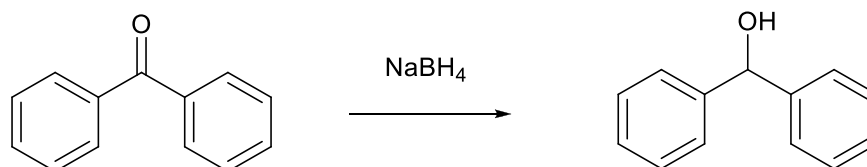
¿Sabrías el procedimiento de síntesis del nylon 6 a partir de la ciclohexanona?

Las disoluciones de hipoclorito ¿son estables?

¹¹ Repasar "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA" Capítulo 8: Destilación. Apartados: 8.1, 8.2, 8.3, 8.4, 8.5 (8.5.1, 8.5.2, 8.5.9)

SÍNTESIS 3: REDUCCIÓN DE GRUPOS CARBONILO. OBTENCIÓN DE DIFENILMETANOL A PARTIR DE BENZOFENONA.

La reactividad de la agrupación carbonílica, dadas las características de la misma, consiste en la adición al doble enlace. Como sabemos, se sugieren dos posibles modos de reacción, aunque el resultado final es el enlace del átomo de carbono carbonílico al reactivo rico en electrones (nucleófilo). La adición de hidruro constituye un proceso de reducción de los grupos carbonilo, como proceso inverso al que hemos estudiado en la experiencia anterior. En el laboratorio, los grupos carbonilo se reducen empleando hidruros metálicos complejos, como el borohidruro sódico.



Procedimiento experimental: En un matraz erlenmeyer de 100 mL, provisto de una varilla magnética, se disuelve 1 g de benzofenona en 15 mL de etanol. A esta disolución se añade, con agitación continua y gota a gota, una disolución previamente preparada en un vial, de 0.25g de NaBH_4 en 5 mL de agua. Finalizada la adición, se continúa la agitación durante cuarenta minutos y se comprueba por CCF [eluyente Hexano/Acetato de etilo (9:1)] la desaparición del producto de partida. Si quedara benzofenona se continuará la agitación durante el tiempo adicional necesario.

Al acabar la reacción la mezcla se vierte, lentamente y con agitación manual continua, sobre una mezcla de 3 mL de HCl (conc.) y 30 mL de hielo. Al cabo de pocos minutos aparece un precipitado, que se filtra y se lava con abundante agua.¹² El producto puede recristalizarse de hexano o purificar por columna¹³. Secar el producto puro, pesar y calcular el rendimiento. Secar, pesar y calcular el rendimiento.

Cuestiones

¿Qué otros agentes reductores podríamos utilizar para llevar a cabo la misma transformación?

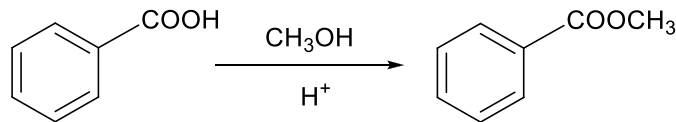
¿Conoces algún uso particular de la benzofenona?

¹² Alternativamente, y si no apareciese un precipitado, se procederá a extraer la mezcla con diclorometano.

¹³ Comentar con el profesor qué método seguimos.

SÍNTESIS 4: ESTERIFICACIÓN DE FISCHER SÍNTESIS DEL BENZOATO DE METILO.

Los ácidos carboxílicos reaccionan con alcoholes para formar ésteres. La reacción debe tener lugar en una disolución ácida, no solo para catalizarla sino también para mantener el ácido protonado, lo que provoca que pueda actuar como electrófilo, frente a un alcohol. El intermedio tetrahédrico que se forma en esta reacción dispone de dos grupos salientes potenciales con la misma basicidad aproximada, la reacción debe llevarse a cabo con un exceso de alcohol para desplazar en equilibrio hacia los productos, así que, en muchos casos, dicho alcohol actúa también como disolvente. Emil Fischer fue el primero que la realizó y por eso lleva su nombre.



Bibliografía:

"VOGEL'S TEXTBOOK OF PRACTICAL ORGANIC CHEMISTRY". B.S. Furniss, A.J. Hannaford, P.W.G. Smith, A.R. Tatchell, Ed. Longman (1989).

"EXPERIMENTAL ORGANIC CHEMISTRY". L.M. Harwood and C.J. Moody, Ed. Blackwell Sci. Publ. (1989).

Procedimiento experimental: Colocar en un matraz, 3 g de ácido benzoico y 7 ml de metanol. Enfriar la mezcla sobre hielo, y adicionar lenta y cuidadosamente, por las paredes del matraz, 1 ml de H₂SO₄, agitando. Adicione piedras de ebullición, coloque el refrigerante de agua en posición de reflujo y caliente hasta tener un reflujo **vigoroso**, manteniendo éste durante 40 minutos. Pasado este tiempo, enfríe la solución y decántela a un embudo de separación que contenga 10 ml de agua. Extraiga dos veces la mezcla de reacción con 10 ml de éter etílico cada una. Lave la fase etérea con 5 ml de agua y posteriormente con 5 ml de solución de bicarbonato de sodio al 10%. Deseche los lavados y trasvase la fase orgánica a un matraz Erlenmeyer. Séquela con sulfato magnésico anhidro y decántela al matraz seco. Lave el sulfato de sodio con 5 ml más de éter etílico y reúnalo con la fase orgánica anterior. Elimine el disolvente en el rotavapor y destile el producto para purificarlo (el punto de ebullición del benzoato de metilo es de 199°C). Calcule rendimiento.

Cuestiones

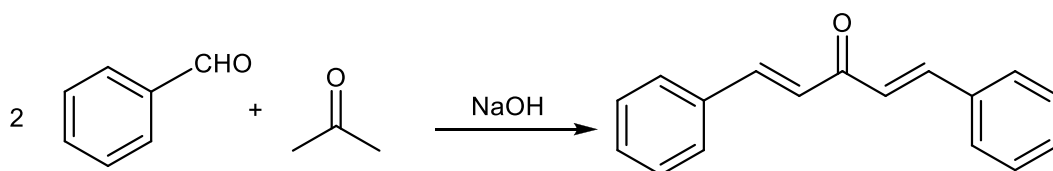
¿Qué características más conocidas tienen los ésteres?

¿Se utilizan algunos en alimentación?

SÍNTESIS 5: CONDENSACIONES ALDÓLICAS

SÍNTESIS DE DIBENZALACETONA.

La reactividad de la agrupación carbonílica, como bien sabemos, y hemos adelantado lleva a la formación de enlaces C-C por ataque nucleofílico sobre el átomo de carbono de la agrupación carbonílico. En la experiencia que nos ocupa en este caso el nucleófilo es carbonado, que resulta a su vez de la desprotonación de un hidrógeno ácido C-H. Es bien conocido que los átomos de hidrógeno en un alcano no son muy ácidos ($pK_a = 50$), pero los átomos de hidrógeno en α a un grupo carbonilo pueden desprotonarse con facilidad ($pK_a = 20$), lo que permite conectar dos agrupaciones carbonílicas entre sí mediante lo que denominamos condensación aldólica, reacción de gran interés industrial.



Bibliografía:

"Química Orgánica Experimental". H.D. Durst y G.W. Gokel. Ed. Reverté, Barcelona, 1985

"EXPERIMENTAL ORGANIC CHEMISTRY". L.M. Harwood and C.J. Moody, Ed. Blackwell Sci. Publ. (1989).

Procedimiento experimental: (reducir cantidades a la mitad) en un vaso de precipitados se disuelven 5 g de NaOH en 25 mL de agua (a veces requiere enfriamiento externo), se diluye posteriormente con 25 mL de etanol y se enfría en baño de agua hasta temperatura ambiente.

En un matraz erlenmeyer se introducen 10 mL de benzaldehído y 3.5 mL de acetona destilada. A la mezcla resultante se le añade la disolución etanólica de NaOH y se agita durante el tiempo adecuado para una precipitación máxima (tomar nota del tiempo de agitación). El sólido se filtra a vacío, se tritura y lava con agua fría (varias veces) y se seca a vacío. En el mismo embudo se lava de nuevo el sólido con etanol frío y se seca de nuevo a vacío. El sólido obtenido se pesa y se separa en dos porciones **aproximadamente iguales y de peso conocido:**

a) Una porción se recristaliza directamente de AcOEt. Secar en estufa los cristales obtenidos, pesar y calcular cual hubiera sido el rendimiento de la síntesis en producto cristalizado si se hubiera cristalizado todo tras la reacción.

b) La otra porción se deja secar en la estufa hasta el día siguiente. Se pesa seco y se calcula cual hubiera sido el rendimiento bruto de la reacción.

Se calculan el rendimiento de cristalización y el rendimiento global de las dos etapas (rendimiento de la síntesis en producto cristalizado tras secar). Determinar los puntos de fusión del producto purificados.

Cuestiones

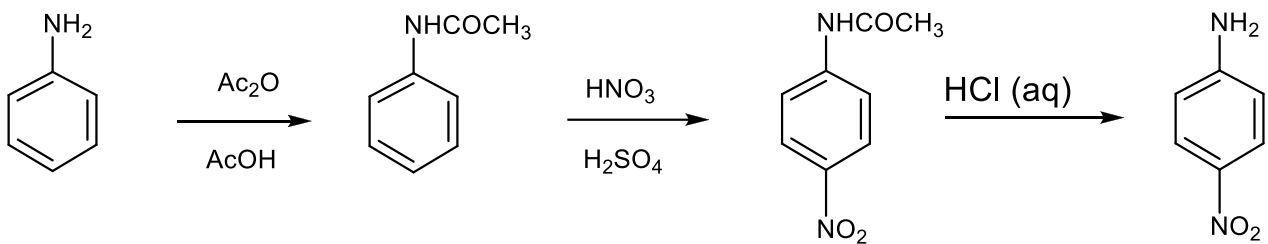
¿Qué producto secundario se podría obtener? ¿por qué empleamos etanol?

¿Cómo se obtiene industrialmente la acetona?

SÍNTESIS 6: REACCIONES SUSTITUCIÓN ELECTROFÍLICA AROMÁTICA

SECUENCIA SINTÉTICA: DE ANILINA A *p*-NITROANILINA.

La síntesis orgánica lleva a la preparación de sustratos más o menos complejos siguiendo secuencias que pueden ser más o menos largas. En ocasiones es necesario proceder a la manipulación de los grupos funcionales para minimizar reacciones secundarias o para dirigir las reacciones quimio, regio, o estereoselectivamente en el sentido adecuado, cuando hay varias posibilidades de reacción. Esta manipulación, la protección de los grupos funcionales, es una de las estrategias que más se utilizan en los trabajos sintéticos. En la experiencia que empezamos ahora vamos a hacer reaccionar un sustrato aromático previamente funcionalizado. Concretamente vamos a llevar a cabo la nitración del anillo de la anilina. Teniendo en cuenta las características del sustrato esperaríamos en primer lugar encontrarnos con problemas y en segundo lugar podría producirse la sustitución en posiciones que estratégicamente no conviniesen. Para minimizar todo ello y llevar a cabo la reacción en la dirección que se desea se ha diseñado esta pequeña ruta de síntesis.



Bibliografía:

"Introduction to Organic Laboratory Techniques" .D.L. Pavia, G.M. Lampman and G.S. Kriz Jr. Saunders Company, Philadelphia, 1976.

" Laboratory Experiments in Organic Chemistry". J.R. Mohrig y D.C. Neckers. Wadsworth Publishing Company , 1979 (Capítulo 44).

A) PROTECCIÓN DEL GRUPO AMINO: SÍNTESIS DE LA ACETANILIDA¹⁴.

Procedimiento experimental: en un matraz de fondo redondo de 100 mL se introducen por este orden: 4mL de anilina, 7 mL de ácido acético glacial y 7 mL de anhídrido acético. Se adapta al matraz un refrigerante y la disolución se calienta a reflujo¹⁵ durante 10 minutos. Al final de este periodo de tiempo se enfría un poco el matraz en un baño de agua y se vierte su contenido en un vaso que contenga 50 mL de agua. Se agita bien la mezcla y los cristales de acetanilida se recogen por filtración en un Büchner, lavándolos con pequeñas porciones de agua fría. El sólido húmedo puede recrystalizarse de agua, se seca, se pesa y se calcula el rendimiento.

B) NITRACIÓN DE UN COMPUESTO AROMÁTICO. OBTENCIÓN DE *p*-NITROACETANILIDA.

Procedimiento experimental: en un matraz erlenmeyer pequeño se vierten 7,5 mL de ácido sulfúrico concentrado y se añaden, en pequeñas porciones y con agitación constante, 3,5 g de acetanilida. Cuando todo el producto se haya disuelto se introduce el matraz erlenmeyer en un baño de hielo donde se deja enfriar mientras se prepara en un vial una disolución de 3 mL de ácido nítrico concentrado en 3 mL de ácido sulfúrico concentrado.

La mezcla de ácidos se añade gota a gota (OJO, muy lentamente!!!!!!) sobre el matraz de reacción, con agitación constante y controlando con un baño de hielo, que la temperatura de la mezcla de reacción no sobrepase los 35 °C. Acabada la adición se deja reposar durante 10 minutos a temperatura ambiente. Se vierte entonces la mezcla de reacción en un vaso de 250 mL, junto con aproximadamente 15 g de hielo y 50 mL de agua agitando bien hasta completa fusión del hielo. El sólido que aparece se recoge por filtración en un embudo Büchner, se lava bien con agua fría y se seca lo más posible a vacío.

El sólido húmedo se pesa, se separa una cuarta parte aproximadamente de peso conocido a un papel de filtro y se seca para calcular el rendimiento bruto y el resto se utiliza en la etapa siguiente.

¹⁴ El profesor indicará de qué producto partimos: anilina o acetanilida.

¹⁵ Calentamiento a reflujo Repasar "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA" Capítulo 5: Reacciones. Apartados: 5.1, 5.2,

C) DESPROTECCIÓN DEL GRUPO AMINO. OBTENCIÓN DE *p*-NITROANILINA.

Procedimiento experimental: una mezcla de la *p*-nitroacetanilida húmeda obtenida en el paso anterior, 50 mL de agua y 15 ml de ácido clorhídrico concentrado se calienta a reflujo¹⁶ durante 30-35 minutos y posteriormente se enfría el matraz con agua del grifo.

(Para facilitar la introducción de la amida en el matraz se puede formar una pasta fina con parte del disolvente y ayudarse con el resto de líquido para recoger bien el producto).

El contenido del matraz se vierte en un vaso de precipitados, se añaden unos 30 mL de hielo picado y posteriormente se alcaliniza con amoníaco. El sólido obtenido se recoge en un embudo Büchner y se lava cuidadosamente con pequeñas porciones de agua eliminando a vacío la mayor cantidad posible de agua. El producto bruto obtenido se recristaliza de etanol y se comparan por CCF los cristales y las aguas madres con patrones de los isómeros *orto*- y *para*-nitroanilina (Eluyente H:EtOAc 7:3). Tras secar el sólido se caracteriza y se calcula el rendimiento de la secuencia.

Cuestiones

¿Qué misión tiene la introducción del grupo acetamido?, ¿podría haberse llevado a cabo la secuencia con el grupo amino libre?

¿Podríamos haber realizado la hidrólisis de la acetamida en medio alcalino?

Si redujésemos el grupo nitro ¿qué tipo de compuestos tendríamos? ¿para qué son útiles?

¹⁶ Calentamiento a reflujo Repasar "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA" Capítulo 5: Reacciones. Apartados: 5.1, 5.2,

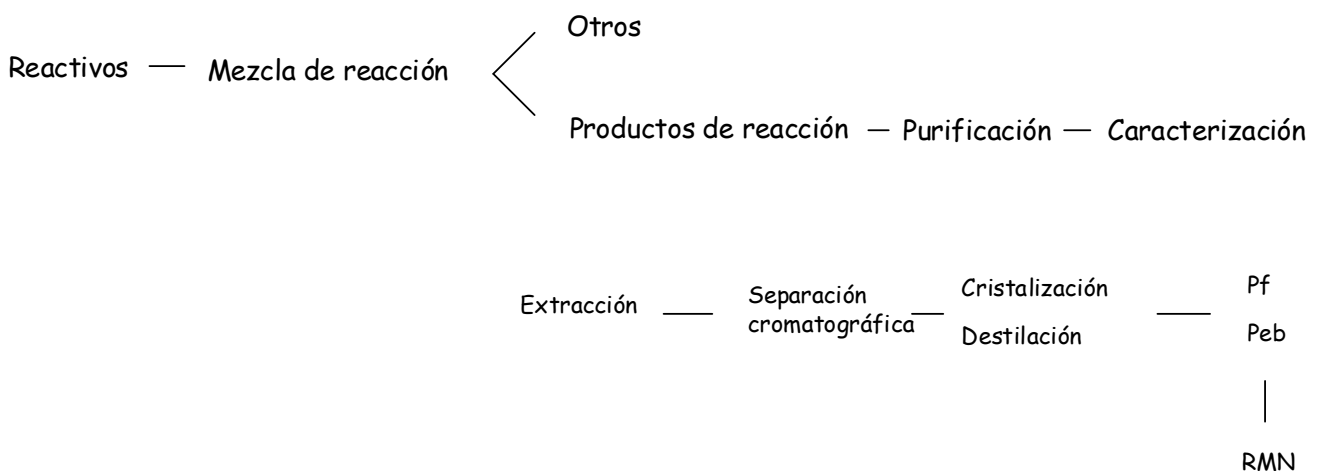
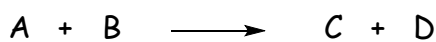
TÉCNICAS 4: Cromatografía II

La cromatografía es una técnica fundamental en los laboratorios de química Orgánica tanto en su vertiente analítica como en su potencial para la separación de mezclas. En esta sesión estudiaremos la **capacidad separadora** de la misma cuando se han aislado mezclas de compuestos orgánicos con comportamiento similar, y que, por tanto, no se han podido separar mediante un proceso de extracción. Esta técnica constituye otra herramienta **indispensable** en el trabajo de los laboratorios de Química Orgánica. Y como indica la bibliografía es el **método más general** para la separación y purificación de compuestos orgánicos, tanto sólidos como líquidos, a escala preparativa.

Bibliografía: "TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN SÍNTESIS ORGÁNICA".
Capítulo 10: *Cromatografía*. Apartados 10.1; 10.2; 10.3.

En todo procedimiento en química orgánica reconocemos las etapas que se muestran en el siguiente esquema para el aislamiento y caracterización de los productos orgánicos.

Esquema 6: Esquema general de las etapas de aislamiento y purificación de los productos preparados en un proceso sintético en química orgánica



Una vez se ha concluido la reacción, la mezcla resultante se extrae para separar los sustratos que nos interesan. A continuación la mezcla obtenida, que generalmente es el producto de reacción, productos secundarios, reactivos y/o algo del producto de partida, se separa-purifica por cromatografía de columna. Finalmente los productos, para caracterizarlos correctamente, y por regla general, requieren de una repurificación adicional que se lleva a cabo mediante otra cromatografía más cuidadosa y/o cristalizaciones-destilaciones, según el caso.

En ocasiones y por necesidades de tiempo en los laboratorios de prácticas no se lleva a cabo la separación cromatográfica, aunque sea una operación necesaria en el trabajo de síntesis, como hemos indicado en párrafos anteriores. Por esta razón hemos considerado oportuno incluirla como ejemplo en un curso introductorio, de esta manera damos una visión real del trabajo sintético en química orgánica.

En esta experiencia se propondrá al estudiante la separación de los componentes de una mezcla hipotética de reacción por cromatografía de columna.

Las mezclas estarán constituidas realmente por dos sustancias de las abajo indicadas. Por ello, y como en casos anteriores, se sugiere tener conocimiento de las características de los sustratos antes de comenzar.

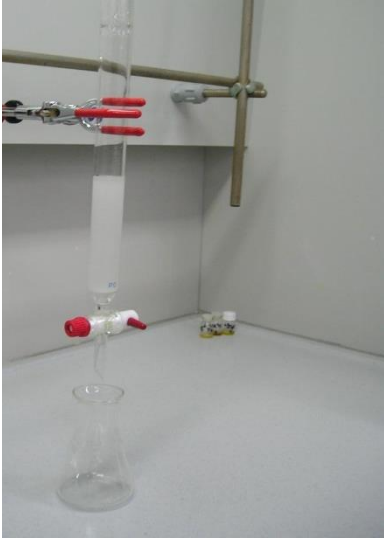
Tabla 3: Compuestos para proceder a una separación cromatográfica

Naftaleno	Bencilo	Dibenzalacetona
Bifenilo	Ácido Bencílico	2-Naftol
Isopropilbenceno	Acetanilida	<i>p</i> -Nitroanilina
<i>p</i> -Cloronitrobenceno	<i>m</i> -Nitroanilina	2,4-Dinitrofenilhidracina
<i>o</i> -Nitroanilina	Alcohol Bencílico	Benzoína
Tetrahidrocarbazol	2,3-Difenilquinoxalina	

Las mezclas estarán constituidas por 0.05 g de cada uno de los productos y antes de proceder a su separación habrá que decidir eluyente más adecuado para poder desarrollar una separación aceptable.

Procedimiento general

Para el proceso de separación-purificación por cromatografía de columna se siguen los siguientes pasos



A) Se sujeta la columna a un soporte y se rellena con la fase estacionaria en forma de papilla o en seco según nos indique el profesor.

B) Opcionalmente se puede añadir arena hasta obtener una franja de unos 2-5 mm de espesor, para proteger el frente de la fase estacionaria.



C) Se deposita la muestra en disolución o adherida a una pequeña cantidad de adsorbente sobre la arena, procurando tener una franja horizontal.

D) Opcionalmente se puede poner otra franja de arena como la primera o un poco de lana de vidrio.

E) Añadir la fase móvil con cuidado por la pared de la columna hasta llenarla.



F) Los componentes de la mezcla deben eluirse manteniendo un flujo continuo de disolvente.

G) Las fracciones recogidas deberán analizarse mediante una técnica cromatográfica analítica: cromatografía de capa fina para comprobar su contenido y pureza. Las fracciones que tengan semejante contenido se juntan en el mismo matraz, previamente pesado y el disolvente se elimina en el rotavapor.

Anexo:

Fichas producto, modelo en blanco

Fichas producto, modelo para un compuesto:

Ficha Internacionales de Seguridad Química

Ficha modelo completa

Cuadro miscibilidad disolventes orgánicos

Ficha resultados válida para todas las experiencias

Esquemas varios:

Esquemas separación de una Mezcla Heterogénea Líquido-líquido

Esquema separación de una Mezcla Heterogénea Sólido-líquido





Esquema Cristalización

Nombre/s:				
Fórmulas semidesarrollada, molecular y PM			PROPIEDADES QUÍMICAS:	
PROPIEDADES FÍSICAS				
p.f. (°C)	p.eb.(°C)	P vapor	Densidad rel solido (H ₂ O =1)	Densidad rel vapor (aire=1)
Solubilidades				
H ₂ O	Disolvente			
	Solubilidad			
Pto de inflamación:				
PELIGRO Y PREVENCIÓN.				
INCENDIO				
EXPLOSIÓN:				
TOXICIDAD			PELIGRO Y PRIMEROS AUXILIOS	

Fichas Internacionales de Seguridad Química


CUMENO

ICSC: 0170

   		<p>CUMENO Isopropilbenceno Cumene 2-Fenilpropano Cumol $C_9H_{12}/C_6H_5CH(CH_3)_2$ Masa molecular: 120.2</p>	
Nº		CAS	98-82-8
Nº		RTECS	GR8575000
Nº		ICSC	0170
Nº		NU	1918
Nº CE 601-024-00-X			

TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	Inflamable.	Evitar las llamas, NO producir chispas y NO fumar.	Polvo, AFFF, espuma, dióxido de carbono.
EXPLOSION	Por encima de 31°C: pueden formarse mezclas explosivas vapor/aire.	Por encima de 31°C: sistema cerrado, ventilación y equipo eléctrico a prueba de explosión Evitar la generación de cargas electrostáticas (por ejemplo, mediante conexión a tierra).	En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones rociando con agua.
EXPOSICION		¡EVITAR LA FORMACION DE NIEBLA DEL PRODUCTO!	
• INHALACION	Ataxia, tos, vértigo, somnolencia, dolor de cabeza y garganta, pérdida del conocimiento.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo, posición de semiincorporado y proporcionar asistencia médica.
• PIEL	Piel seca.	Guantes protectores y traje de protección.	Quitar las ropas contaminadas, aclarar y

			lavar la piel con agua y jabón.
• OJOS	Enrojecimiento, dolor.	Gafas de protección de seguridad.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.
• INGESTION	(Para mayor información, véase Inhalación).	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca, NO provocar el vómito y proporcionar asistencia médica.

DERRAMAS Y FUGAS	ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO
<p>Recoger, en la medida de lo posible, el líquido que se derrama y el ya derramado en recipientes precintables, absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladarlo a un lugar seguro. NO permitir que este producto químico se incorpore al ambiente. (Protección personal adicional: respirador de filtro mixto contra vapores orgánicos y polvo nocivo A/P2).</p>	<p>A prueba de incendio. Separado de oxidantes fuertes, ácidos. Mantener en lugar fresco y oscuro. Almacenar solamente si está estabilizado.</p>	 <p> símbolo Xi símbolo N R: 10-37-51/53-65 S: (2-)24-37-61-62 Clasificación de Peligros NU: 3 Grupo de Envasado NU: III IMO: contaminante marino. CE: </p>

VEASE AL DORSO INFORMACION IMPORTANTE

ICSC: 0170


Preparada en el Contexto de Cooperación entre el IPCS y la Comisión de las Comunidades Europeas © CCE, IPCS, 1994


Fichas Internacionales de Seguridad Química

CUMENO

ICSC: 0170

<p style="text-align: center;">D A T O S I M P O R T A N T E S</p>	<p>ESTADO FISICO; ASPECTO Líquido incoloro, de olor característico.</p> <p>PELIGROS FISICOS Como resultado del flujo, agitación, etc., se pueden generar cargas electrostáticas.</p> <p>PELIGROS QUIMICOS La sustancia puede formar peróxidos explosivos. Reacciona violentamente con ácidos y oxidantes fuertes, originando peligro de incendio y explosión.</p> <p>LIMITES DE EXPOSICION TLV (como TWA): 50 ppm; 246 mg/m³ (piel) (ACGIH 1995-1996). MAK: 50 ppm; 245 mg/m³ (piel) (1996).</p>	<p>VIAS DE EXPOSICION La sustancia se puede absorber por inhalación y a través de la piel.</p> <p>RIESGO DE INHALACION Por evaporación de esta sustancia a 20°C se puede alcanzar bastante lentamente una concentración nociva en el aire.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION La sustancia irrita los ojos y el tracto respiratorio. La ingestión del líquido puede dar lugar a la aspiración del mismo por los pulmones y la consiguiente neumonitis química. La sustancia puede causar efectos en sistema nervioso central. La exposición por encima del LEL puede producir pérdida del conocimiento.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis.</p>
<p style="text-align: center;">PROPIEDADES FISICAS</p>	<p>Punto de ebullición: 152°C Punto de fusión: -96°C Densidad relativa (agua = 1): 0.90 Solubilidad en agua: Ninguna</p>	<p>Densidad relativa de la mezcla vapor/aire a 20°C (aire = 1): 1.01 Punto de inflamación: 31°C Temperatura de autoignición: 420°C Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 0.9-6.5</p>

	Presión de vapor, Pa a 20°C: 427 Densidad relativa de vapor (aire = 1): 4.2	Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: 3.66
DATOS AMBIENTALES	 Esta sustancia puede ser peligrosa para el ambiente; debería prestarse atención especial a los organismos acuáticos y a las aves.	
NOTAS		
La adición de estabilizadores o inhibidores podría influir sobre las propiedades toxicológicas de esta sustancia; consultar a un experto. Antes de la destilación comprobar si existen peróxidos; en caso positivo eliminarlos.		
Ficha de emergencia de transporte (Transport Emergency Card): TEC (R)-594 Código NFPA: H 2; F 3; R 0;		
INFORMACION ADICIONAL		
FISQ: 4-076 CUMENO		
ICSC: 0170	© CCE, IPCS, 1994	CUMENO
NOTA LEGAL IMPORTANTE:	Ni la CCE ni la IPCS ni sus representantes son responsables del posible uso de esta información. Esta ficha contiene la opinión colectiva del Comité Internacional de Expertos del IPCS y es independiente de requisitos legales. La versión española incluye el etiquetado asignado por la clasificación europea, actualizado a la vigésima adaptación de la Directiva 67/548/CEE traspuesta a la legislación española por el Real Decreto 363/95 (BOE 5.6.95).	

Nombre/s: Isopropilbenceno					
Fórmulas demidesarrollada, molecular y PM			ENVASADO Y ETIQUETADO		
$C_6H_5CH(CH_3)_2$ Mr: 120.2 g/mol			 símbolo Xi símbolo N R: 10-37-51/53-65 S: (2-)24-37-61-62 Clasificación de Peligros NU: 3 Grupo de Envasado NU: III IMO: contaminante marino.		
PROPIEDADES FÍSICAS					
Aspecto/color: Líquido incoloro, de olor característico.					
p.f. (°C)		p.eb.(°C)	P vapor	Densidad rel solido (H₂O =1)	Densidad rel vapor (aire=1)
96		152	427	0.9	1.01
Solubilidades					
H₂O	Disolvente	Alcoholes			OTROS
Insoluble	Solubilidad				
Pto de inflamación: 31			Temp autoignición: 420		
Propiedades espectroscópicas:					
PROPIEDADES QUÍMICAS:					
Como resultado del flujo, agitación, etc., se pueden generar cargas electrostáticas. La sustancia puede formar peróxidos explosivos. Reacciona violentamente con ácidos y oxidantes fuertes, originando peligro de incendio y explosión.					
PELIGRO Y PREVENCIÓN.					
INCENDIO	Inflamable. Evitar las llamas, NO producir chispas y NO fumar. Polvo, AFFF, espuma, dióxido de carbono.				
EXPLOSIÓN:	Por encima de 31°C: pueden formarse mezclas explosivas vapor/aire. Por encima de 31°C: sistema cerrado, ventilación y equipo eléctrico a prueba de explosión Evitar la generación de cargas electrostáticas (por ejemplo, mediante conexión a tierra). En caso de incendio: mantener fríos los bidones y demás instalaciones rociando con agua.				
ALMACENAMIENTO: A prueba de incendio. Separado de oxidantes fuertes, ácidos. Mantener en lugar fresco y oscuro. Almacenar solamente si está estabilizado					
TOXICIDAD					

LIMITES DE EXPOSICION: TLV (como TWA): 50 ppm; 246 mg/m ³ (piel) (ACGIH 1995-1996). MAK: 50 ppm; 245 mg/m ³ (piel) (1996).	
VIAS DE EXPOSICION: La sustancia se puede absorber por inhalación y a través de la piel.	
RIESGO DE INHALACIÓN: Por evaporación de esta sustancia a 20°C se puede alcanzar bastante lentamente una concentración nociva en el aire.	
EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION: La sustancia irrita los ojos y el tracto respiratorio. La ingestión del líquido puede dar lugar a la aspiración del mismo por los pulmones y la consiguiente neumonitis química. La sustancia puede causar efectos en sistema nervioso central. La exposición por encima del LEL puede producir pérdida del conocimiento.	
EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA: El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis.	
LD ₅₀ : 2.91g Kg	
PELIGRO (INHALACIÓN; PIEL; OJOS; INGESTIÓN)	
SINTOMAS AGUDOS: Por inhalación: Ataxia, tos, vértigo, somnolencia, dolor de cabeza y garganta, pérdida del conocimiento. Por contacto con la piel, Piel seca. En contacto con los ojos: Enrojecimiento, dolor.	
PREVENCIÓN: Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria. Guantes protectores y traje de protección. Gafas de protección de seguridad. No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	
DERRAMAS Y FUGAS: Recoger, en la medida de lo posible, el líquido que se derrama y el ya derramado en recipientes precintables, absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladarlo a un lugar seguro. NO permitir que este producto químico se incorpore al ambiente. (Protección personal adicional: respirador de filtro mixto contra vapores orgánicos y polvo nocivo A/P2).	
PRIMEROS AUXILIOS	
INHALACIÓN	Aire limpio, reposo, posición de semiincorporado y proporcionar asistencia médica.
PIEL	Quitar las ropas contaminadas, aclarar y lavar la piel con agua y jabón.
OJOS	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.
INGESTIÓN	Enjuagar la boca, NO provocar el vómito y proporcionar asistencia médica.
DATOS AMBIENTALES: Esta sustancia puede ser peligrosa para el ambiente; debería prestarse atención especial a los organismos acuáticos y a las aves.	
ORIGEN/BIBLIOGRAFIA:	
USOS: Para fabricación fenol, acetona, acetofenona.	
CATEGORIA TERAPEUTICA:	
OTROS:	

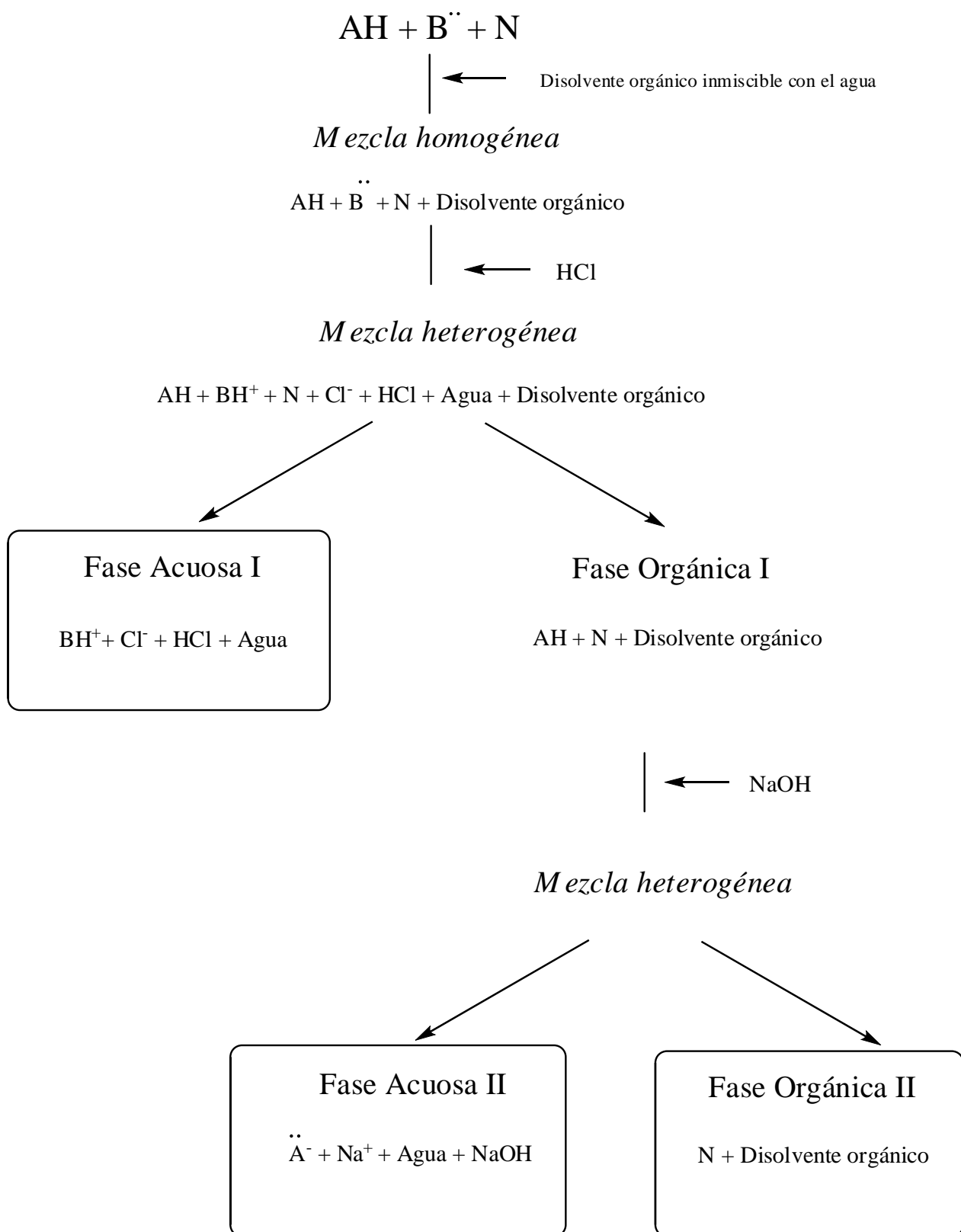
Ficha resultados

Experiencia			
Compuesto			
Peso obtenido bruto. Rendimiento. Apariencia			
Procedimiento de purificación. Peso obtenido. Rendimiento. Apariencia.			
Caracterización			
Análisis cromatográfico, si lo hay			
Muestras	Placa dibujada		
Eluyente/visualización			

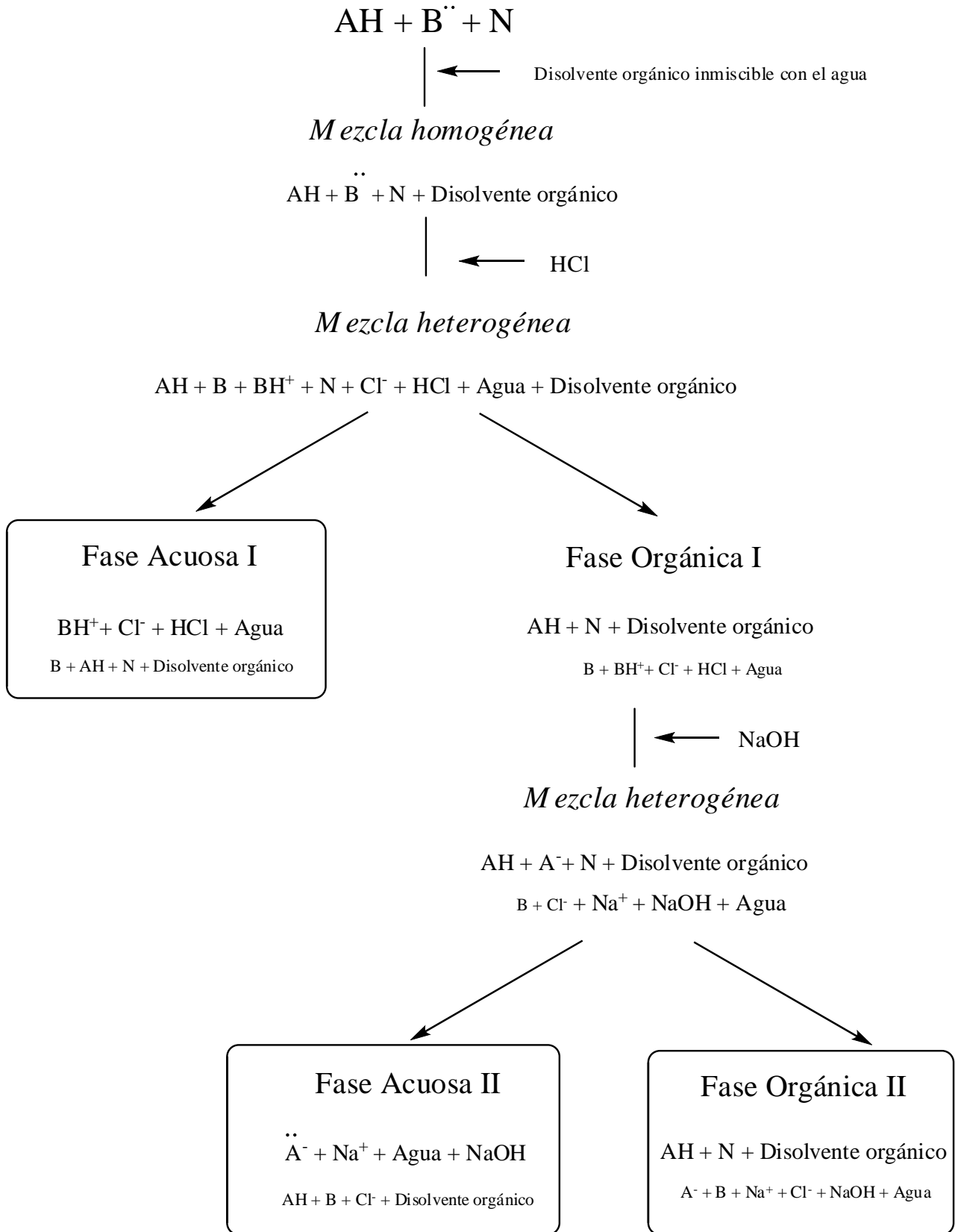
Observaciones y comentarios (detrás)

Esquemas de separación de diferentes mezclas

Mezcla heterogénea Líquido-líquido: Esquema general

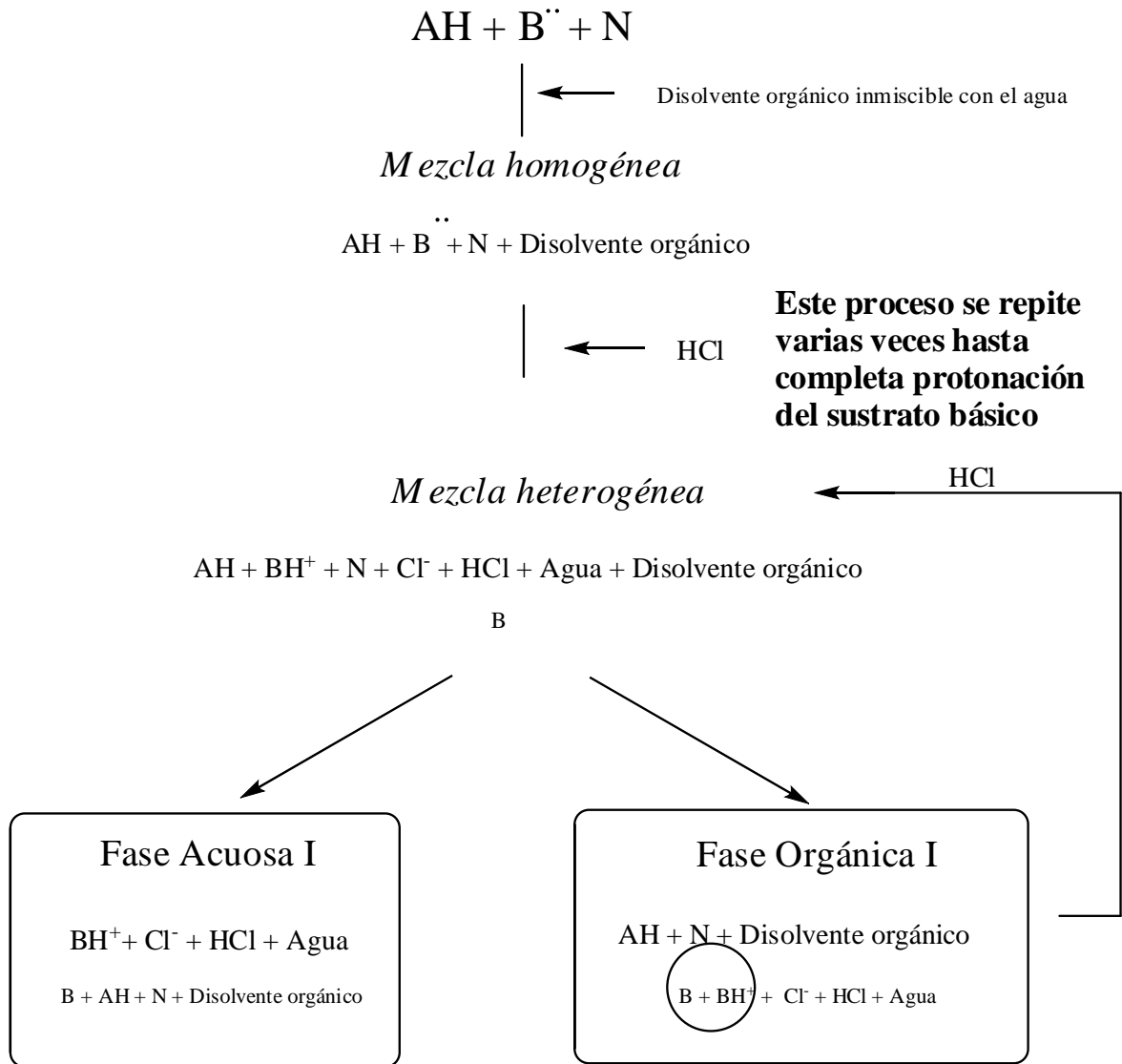


Mezcla heterogénea Líquido-líquido: Esquema con composiciones para cada fase



Mezcla heterogénea Líquido-líquido:

¿Qué hacer para minimizar la distribución de los productos que nos interesa separar entre las dos fases?

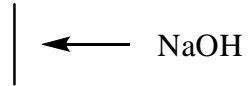


El proceso que se repite varias veces es la adición de HCl a la fase orgánica, con el objetivo de retirar de la fase orgánica la mayor parte del compuesto básico en forma de sal, reuniendo todas las fases convenientemente

Fase Orgánica I

AH + N + Disolvente orgánico

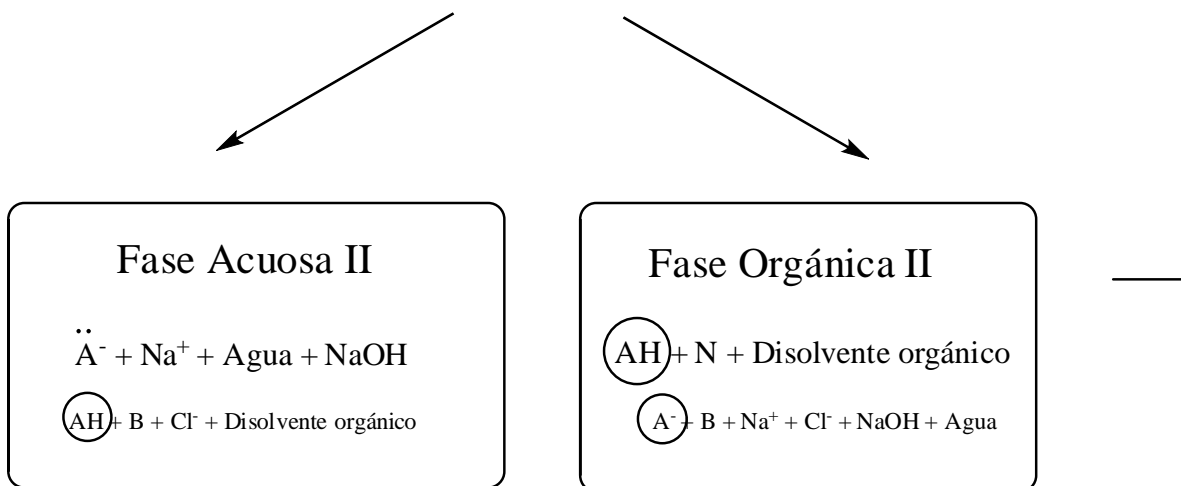
B + BH⁺ + Cl⁻ + HCl + Agua



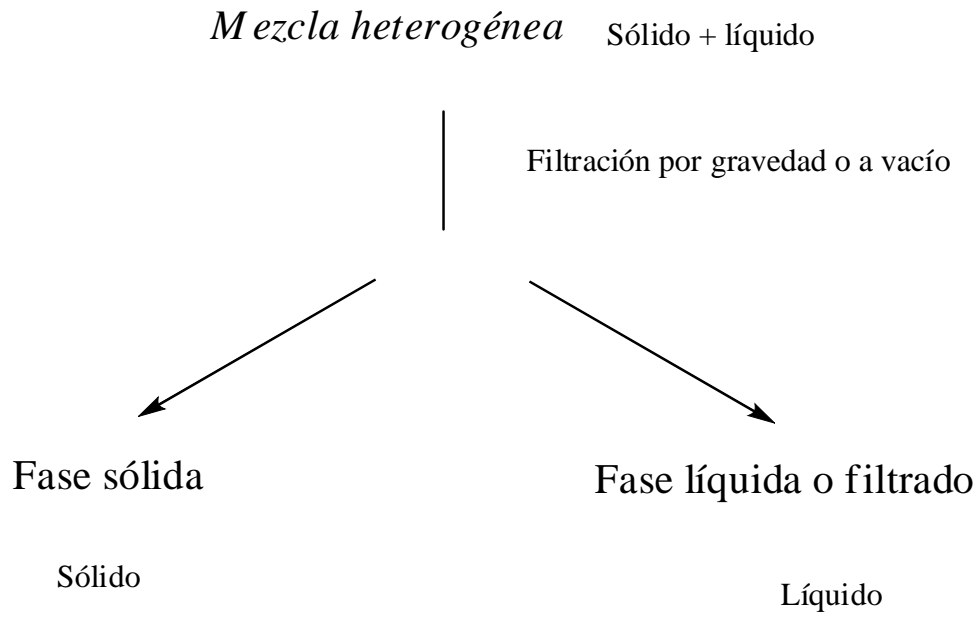
Mezcla heterogénea

AH + A⁻ + N + NaOH + Disolvente orgánico
B + Cl⁻

← NaOH (varias veces hasta desaparición del compuesto ácido de la fase orgánica)



Mezcla heterogénea Sólido-líquido



Esquema de cristalización

