



FACULDADE DE QUÍMICA

GRADO EN QUÍMICA POR LA UNIVERSIDAD  
DE SANTIAGO DE COMPOSTELA

PRÁCTICAS  
DE  
QUÍMICA ORGÁNICA I

MANUAL DE LABORATORIO

# ÍNDICE

1. NORMAS DE TRABAJO Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO	3
<b>1.1. Normas generales</b>	3
<b>1.2. Normas generales de seguridad</b>	4
<b>1.3. Pictogramas de seguridad</b>	5
<b>1.4. Eliminación de residuos</b>	7
<b>1.5. Qué hay que hacer en caso de accidente: Primeros auxilios</b>	8
2. LIMPIEZA Y SECADO DEL MATERIAL DE LABORATORIO	9
3. RELACIÓN DE MATERIAL	10
4. EQUIPOS Y APARATOS DE USO FRECUENTE	12
5. DIARIO DE LABORATORIO	12
6. BIBLIOGRAFÍA	14
7. GUIONES DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA I	15
<b>Práctica 1:</b> Extracción ácido-base.	18
<b>Práctica 2:</b> Síntesis de Williamson de éteres: Síntesis del 2-butoxinaftaleno.	21
<b>Práctica 3:</b> Oxidación de alcoholes secundarios a cetonas: Oxidación de ciclohexanol a ciclohexanona.	23
<b>Práctica 4:</b> Síntesis de un compuesto ópticamente activo: Síntesis del ácido (2 <i>S</i> )-2-hidroxi-3-fenilpropanoico. Medida de la rotación óptica.	24
<b>Práctica 5:</b> Reacción de sustitución nucleófila S <sub>N</sub> 1: Síntesis de 2-cloro-2-metilpropano	26

## 1. NORMAS DE TRABAJO Y SEGURIDAD EN EL LABORATORIO<sup>1</sup>.

### 1.1. Normas generales

- La asistencia a las clases interactivas (seminarios), las tutorías y al laboratorio es obligatoria para todos los alumnos.
- Los alumnos deberán presentarse en la fecha, hora y lugar que se les cite, con el material que se les solicite y con el guión de la práctica que corresponda leído y trabajado.
- Lea atentamente el guión de cada práctica antes de acudir al laboratorio a realizarla. Con carácter general, antes de empezar una práctica el alumno tendrá que contestar a una serie de cuestiones tipo test sobre la misma, que el profesor corregirá y tendrá en cuenta para la nota de prácticas. En algunas prácticas además será necesario traer hechos al laboratorio una serie de cálculos previos, planteados en los guiones de las prácticas (de preparación de disoluciones, etc.) que se necesiten para hacer la práctica.
- El alumno encontrará su puesto de trabajo limpio y ordenado, en caso contrario deberá comunicarlo al profesor. Además, se asegurará que dispone de todo el material indicado en la relación que se encontrará en su taquilla, y que dicho material se encuentra en perfectas condiciones.
- Desde el inicio hasta el final de la práctica el alumno se responsabilizará de su puesto de trabajo así como del material allí presente.
- Los materiales, reactivos y disoluciones que sean de uso compartido y tengan una ubicación determinada sólo deberán ser retirados en el momento de su uso y deberán ser devuelto a su lugar original **inmediatamente**. Esto se aplicará a los reactivos sólidos colocados cerca de las balanzas, papel indicador, indicadores para valoración, disoluciones patrón, disoluciones preparadas para el alumno, etc., y especialmente a aquellas sustancias que requieren unas condiciones especiales para su conservación (sales anhidras en desecadores) y que a la intemperie cambian sus propiedades.
- Antes de usar un instrumento general de uso compartido (balanzas, bomba de vacío, desecadores, espectrómetros, etc.) se asegurará que no esté siendo utilizado por un compañero. En caso de estar libre de uso, deberá asegurarse de que funciona correctamente. Suele ser frecuente la formación de colas en torno a estos sitios. Esto debe evitarse porque contraviene las normas de seguridad.
- En ningún momento se harán bromas ni actividades ajenas al trabajo de laboratorio, sobre todo si producen distracción o falta de atención a los compañeros.
- Nunca deberá correr en el laboratorio, trabajar sólo, ni llevar a cabo experimentos de otras prácticas ni realizados por cuenta propia.
- En caso de querer salir, se lo solicitará al profesor y sólo lo hará en un tiempo lo más breve posible. Aprovechará los momentos en los que en la marcha de la práctica pueda darse un tiempo de inactividad por parte del alumno, y siempre que abandone el laboratorio deberá lavarse las manos, incluso si llevó guantes puestos constantemente. De todas formas, deberá salir siempre y cuando se lo solicite un profesor o lo determine alguna de las normas de seguridad.
- Antes de dar por terminada la práctica deberá consultar al profesor la calidad de los resultados obtenidos.
- Al terminar de forma normal la actividad en el laboratorio, todo el material de la práctica usado debe lavarse y dejarse limpio, y el puesto ocupado debe dejarlo ordenado. El material de vidrio se colocará sobre una hoja de papel de filtro limpio.

---

<sup>1</sup> Unas normas de seguridad en los laboratorios de prácticas más completas las puede encontrar en el capítulo 1 del libro de Martínez Grau (referencia 1) o en el documento de la página web del *Servicio de Prevención de Riscos* de la USC: [http://www.usc.es/plands/secciones/datos\\_plan/eixe3/linas\\_actuacion/activdivulgacion/normasseguridad/normasseguridad.pdf/normalumlab.pdf](http://www.usc.es/plands/secciones/datos_plan/eixe3/linas_actuacion/activdivulgacion/normasseguridad/normasseguridad.pdf/normalumlab.pdf). Este último documento es de **lectura obligada** para el alumno, que certificará su conocimiento entregando al profesor, en la primera sesión de prácticas, el **cupón firmado** que figura como página 9 en el citado documento.

**IMPORTANTE:** Recuerde la obligación de dejar el material de laboratorio de su puesto de trabajo perfectamente limpio y en orden. **Notifique al profesor cualquier rotura o deterioro que sufra el material de su puesto u otro de uso compartido** para que éste lo pueda reponer.

**Es obligatorio presentarse al profesor y solicitar su autorización antes de abandonar el laboratorio.**

## 1.2. Normas generales de seguridad.

**Está absolutamente prohibido trabajar en el laboratorio sin bata ni gafas de seguridad**








- En caso de accidente avise inmediatamente al profesor.
- No se come, bebe ni fuma durante la estancia en el laboratorio.
- No se admiten lentes de contacto en el laboratorio.
- Es necesario recogerse el pelo largo, llevar las uñas cortas y no usar anillos. El calzado, sin tacones altos, tendrá que cubrir totalmente los pies.
- Infórmese de donde están los elementos de seguridad del laboratorio (extintores, alarmas, salidas, lavaojos, etc.)
- Está prohibido sacar material o productos fuera del laboratorio.
- En ningún caso se tirarán productos químicos o disoluciones, salvo que sean inertes, a los desagües del laboratorio (especialmente prohibido está tirar por el desagüe materiales sólidos insolubles). Todas estas sustancias (residuos) tienen que ser depositados en los lugares dispuestos para tal efecto y no se tienen que tirar nunca en los desagües ni en las papeleras del laboratorio (para más detalles ver apartado 1.4).
- Todas las operaciones con productos químicos que sean tóxicos y volátiles, lacrimógenos, irritantes o malolientes o en las que se genere algún gas nocivo, se deben realizar siempre en la vitrina con el aspirador en funcionamiento. La atmósfera del laboratorio debe mantenerse lo más limpia posible.
- Para las operaciones con materiales tóxicos o corrosivos, deberán usarse guantes.
- Nunca retorne el exceso de reactivo al recipiente de origen.
- Evite el contacto con la piel, la respiración o la ingestión de los productos químicos. Lea siempre la etiqueta de cualquier reactivo antes de usarlo. Compruebe que se trata realmente del reactivo indicado y observe los símbolos y frases de seguridad que señalan los riesgos más importantes derivados de su uso y las precauciones que hay que adoptar para su utilización.
- Asuma que todas las sustancias que se manejan en un laboratorio pueden ser peligrosas (inflamables, corrosivas, carcinogénicas o tóxicas...), mientras no se conozcan exactamente sus propiedades.
- Mantenga la cara alejada al máximo de un recipiente en el que se esté calentando o mezclando algo.
- Si se produce contacto de un producto químico con los ojos lave con agua abundante durante 15 minutos. Acuda inmediatamente al médico.
- En el caso de quemaduras, lave abundantemente con agua. Si la quemadura ha sido producida por ácidos se lavará abundantemente con agua y después con disolución saturada de bicarbonato sódico. Si la quemadura ha sido producida por bases, después de un lavado abundante con agua, se procederá a un lavado con ácido acético **diluido**.
- No caliente un disolvente inflamable en las proximidades de una llama.
- El éter se inflama con facilidad. Su uso requiere especial cuidado.
- Los disolventes orgánicos se calentarán a través de una placa calefactora o baño de silicona.

- Nunca se calienta un montaje cerrado. Tampoco se utiliza un montaje cerrado cuando estemos llevando a cabo una reacción en la que se desprendan gases.
- Cuando utilice un agitador con calefacción asegúrese de que no esté en contacto con cables, gomas u otros materiales sensibles al calor. Para evitar dañar el aparato, al terminar **apague primero la calefacción y deje el agitador en marcha** hasta que se enfríe.
- **Nunca** llene las pipetas succionando con la boca.
- **Importante:** Evite usar material de vidrio con roturas o grietas, disoluciones contaminadas o sospechosas, etc.

### 1.3. Pictogramas de seguridad

#### Normativa antigua.

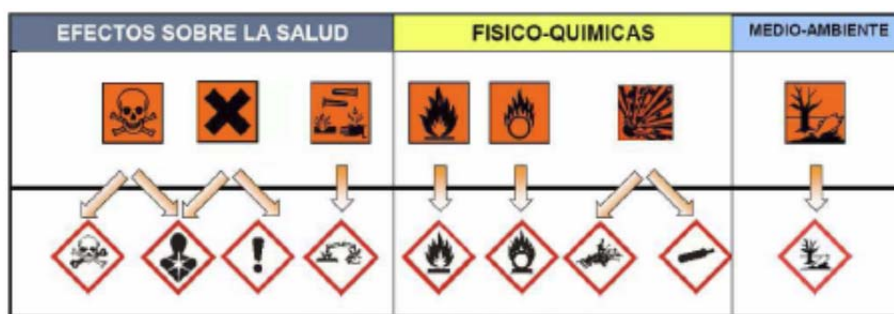
Símbolos de peligrosidad.






E Explosivo	Sustancias que pueden deflagrar y explotar espontáneamente. Debe evitarse el calor, fuego, chispas, percusión o fricción.	
O Comburente	Sustancias que, en contacto con materiales combustibles, originan una reacción fuertemente exotérmica aumentando el peligro de incendio y su violencia. Debe evitarse el contacto con sustancias combustibles.	
F Fácilmente inflamable	Sustancias que, por acción de una fuente de ignición, pueden arder y continuar quemando. Deben mantenerse lejos de llamas, chispas y fuentes de calor.	
F+ Extremadamente inflamable	Líquidos con puntos de inflamación y ebullición bajos, y gases que a presión y temperatura ambiente son muy inflamables en el aire. Deben mantenerse lejos de llamas, chispas y fuentes de calor.	
T Tóxico	La absorción de estas sustancias puede tener efectos muy graves e irreversibles para la salud. Deben tomarse medidas especiales para su manejo.	
T+ Muy tóxico	La absorción de estas sustancias en cantidades muy pequeñas puede tener efectos muy graves e irreversibles para la salud, pudiendo llegar a tener consecuencias mortales. Deben tomarse medidas especiales para su manejo, evitando cualquier contacto con el cuerpo.	
C Corrosivo	Sustancias que destruyen los tejidos. Deben tomarse medidas protectoras especiales.	
Xn Nocivo	Su absorción puede dar lugar a daños agudos o crónicos para la salud. Deben tomarse medidas especiales para su manejo.	
Xi Irritante	Sin llegar a ser corrosivos, pueden provocar inflamaciones de la piel o las mucosas. Debe evitarse el contacto con la piel y los ojos y no inhalar sus vapores.	
N Peligroso para el medio ambiente	Pueden provocar daños en los ecosistemas por cambio de los equilibrios naturales. No deben alcanzar la canalización, el suelo o el medio ambiente.	

Fuente: Martínez Grau, M<sup>a</sup> Á. y Csáky, A. G., Técnicas experimentales en síntesis orgánica, Ed. Síntesis, Madrid, 2001-2008.





Nueva normativa CLP<sup>2</sup>.

## Equivalencias entre los viejos y los nuevos pictogramas de seguridad.



pictograma	Clases de peligro
	<p><b>Peligro de corrosión</b></p> <p>Estos productos son corrosivos y son, por ejemplo,</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Los que atacan y destruyen los metales</li> <li>• Los que queman la piel y/o los ojos en caso de contacto o de proyección</li> </ul>
	<p><b>Gases a presión</b></p> <p>Son gases a presión dentro de un recipiente que pueden:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Explotar bajo los efectos del calor: gases comprimidos, licuados o disueltos.</li> <li>• Los gases licuados refrigerados pueden provocar quemaduras y heridas por frío.</li> </ul>
	<p><b>Peligro para la salud</b></p> <p>Estos productos químicos pueden ser:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Tóxicos a grandes dosis</li> <li>• Irritantes para los ojos, la nariz, la garganta o la piel</li> <li>• Pueden causar alergias en la piel (eczema)</li> <li>• Pueden causar somnolencia o vértigos</li> </ul>
	<p><b>Peligro de explosión</b></p> <p>El producto puede explotar en contacto con una llama, una chispa, electricidad estática, por calor, por un choque, fricción...</p> <p>Son por ejemplo:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Materiales explosivos</li> <li>• Materiales autoreactivos</li> <li>• y ciertos peróxidos orgánicos</li> </ul>
	<p><b>Peligro de incendio</b></p> <p>El producto puede inflamarse:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• en contacto con una llama, una chispa, electricidad estática,</li> <li>• por efecto del calor, fricción...</li> <li>• en contacto con el aire</li> <li>• en contacto con el agua, emiten gases inflamables</li> </ul>

<sup>2</sup> El reglamento CLP Es la herramienta legal que adopta el GHS (**Global Harmonized System**, una iniciativa de la ONU para unificar a nivel mundial el sistema de clasificación y etiquetado de los productos químicos) en Europa: **Reglamento (CE) N°1272/2008** sobre Clasificación, Etiquetado y Envasado (*Classification, Labelling and Packaging*) de sustancias y mezclas, de 16 de diciembre de 2008.

	<p><b>Productos comburentes</b> El producto puede provocar o agravar un incendio o provocar una explosión en presencia de productos inflamables</p>
	<p><b>Peligro para la salud</b> Estos productos se clasifican en una o más de estas categorías:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• cancerígenos, mutágenos y tóxicos para la reproducción</li> <li>• Alteran el funcionamiento de ciertos órganos como el hígado, sistema nervioso... Estos efectos tóxicos pueden aparecer con una o varias exposiciones</li> <li>• Causan graves daños a los pulmones y pueden ser mortales si entran en el tracto respiratorio</li> <li>• Causan alergias respiratorias (asma, por ejemplo)</li> <li>• Estos productos pueden ejercer su toxicidad por vía oral, cutánea o por inhalación</li> </ul>
	<p><b>Peligro de toxicidad aguda</b> Estos productos son tóxicos, incluso a dosis bajas.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Pueden causar efectos muy diferentes en el cuerpo: náuseas, vómitos, dolor de cabeza, pérdida del conocimiento u otros trastornos más importantes que causan la muerte.</li> <li>• Estos productos pueden ejercer su toxicidad por vía oral, cutánea o por inhalación</li> </ul>
	<p><b>Peligro para el medio ambiente</b> Son productos que pueden causar efectos nocivos sobre los organismos del medio acuático</p>

#### 1.4. Eliminación de residuos.

La Facultad, conjuntamente con la Unidad de Gestión de Residuos Peligrosos de la USC, tiene un plan de recogida de los residuos que no deben ser vertidos al alcantarillado o depositarse en las papeleras.

El material de cristal roto se tirará en los recipientes destinados especialmente a este fin. Los papeles y otros desperdicios se tirarán en la papelería.

Los productos químicos tóxicos se depositarán en contenedores especiales para este fin. En ningún caso se tirarán productos químicos o disoluciones, salvo que sean inertes, a los desagües del laboratorio. Especialmente prohibido está tirar por el desagüe materiales sólidos insolubles que puedan atascarlos, productos que reaccionen con el agua (sodio, hidruros, amidos, halogenuros de ácido), o que sean inflamables (disolventes), o que huelan mal (derivados de azufre), o que sean lacrimógenos (halogenuros de bencilo, halocetonas), o productos que sean difícilmente biodegradables (polihalogenados: cloroformo).

Las sustancias líquidas o las disoluciones que puedan verterse al fregadero, se diluirán previamente, sobre todo si se trata de ácidos y de bases.

### 1.5. Qué hay que hacer en caso de accidente: Primeros auxilios.

En caso de accidente, avisa inmediatamente al profesor. En caso de gravedad llamar al 061, y de ser necesario al teléfono de información toxicológica 915 620 420. En cualquier caso comunicar por escrito los hechos al Servicio de Prevención de Riesgos Laborales de la Universidad.

**Fuego en el laboratorio.** Evacuad el laboratorio, de acuerdo con las indicaciones del profesor y la señalización existente en el laboratorio. Si el fuego es pequeño y localizado, apagadlo utilizando un extintor adecuado, arena, o cubriendo el fuego con un recipiente de tamaño adecuado que lo ahogue. Retirad los productos químicos inflamables que estén cerca del fuego. No utilizéis nunca agua para extinguir un fuego provocado por la inflamación de un disolvente.

**Fuego en el cuerpo.** Si se te incendia la ropa, grita inmediatamente para pedir ayuda. Tiéndete en el suelo y rueda sobre ti mismo para apagar las llamas. No corras ni intentes llegar a la ducha de seguridad si no está muy cerca de ti. Es tu responsabilidad ayudar a alguien que se esté quemando. Cúbrele con una manta antifuego, condúcele hasta la ducha de seguridad, si está cerca, o hazle rodar por el suelo. No utilices nunca un extintor sobre una persona. Una vez apagado el fuego, mantén a la persona tendida, procurando que no coja frío y proporcióname asistencia médica.

**Quemaduras.** Las pequeñas quemaduras producidas por material caliente, baños, placas o mantas calefactoras, etc., se tratarán lavando la zona afectada con agua fría durante 10-15 minutos. Las quemaduras más graves requieren atención médica inmediata.

**Cortes.** Los cortes producidos por la rotura de material de cristal son un riesgo común en el laboratorio. Estos cortes se tienen que lavar bien, con abundante agua corriente, durante 10 minutos como mínimo. Si son pequeños y dejan de sangrar en poco tiempo, lávalos con agua y jabón, aplica un antiséptico y tápalos con una venda o apósito adecuados. Si son grandes y no paran de sangrar, requiere asistencia médica inmediata.

**Derrame de productos químicos sobre la piel.** Los productos químicos que se hayan vertido sobre la piel han de ser lavados inmediatamente con agua corriente abundante, como mínimo durante 15 minutos. Las duchas de seguridad instaladas en los laboratorios serán utilizadas en aquellos casos en que la zona afectada del cuerpo sea grande y no sea suficiente el lavado en un fregadero. Es necesario sacar toda la ropa contaminada a la persona afectada lo antes posible mientras esté bajo la ducha. Recuerda que la rapidez en el lavado es muy importante para reducir la gravedad y la extensión de la herida. Proporciona asistencia médica a la persona afectada.

**Actuación en caso de producirse corrosiones en la piel.** Por ácidos. Corta lo más rápidamente posible la ropa. Lava con agua corriente abundante la zona afectada y avisa a tu profesor.

**Actuación en caso de producirse salpicaduras en los ojos.** En este caso el tiempo es esencial (menos de 10 segundos). Cuanto antes se lave el ojo, menos grave será el daño producido. Lava los dos ojos con agua corriente abundante durante 15 minutos como mínimo en una ducha de ojos y, si no hay, con un frasco para lavar los ojos. Es necesario mantener los ojos abiertos con la ayuda de los dedos para facilitar el lavado debajo de los párpados. Es necesario recibir asistencia médica, por pequeña que parezca la lesión.

**Actuación en caso de ingestión de productos químicos.** Antes de cualquier actuación concreta pide asistencia médica. Si el paciente está inconsciente, ponlo tumbado, con la cabeza de lado. Tápalos con una manta para que no tenga frío. No le dejéis sólo. No ingerir líquidos, ni provocar el vómito.

**Actuación en caso de inhalación de productos químicos.** Conduce inmediatamente a la persona afectada a un sitio con aire fresco. Requiere asistencia médica lo antes posible.



## 2. LIMPIEZA Y SECADO DEL MATERIAL DE LABORATORIO<sup>3</sup>

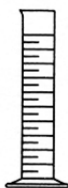
Para desarrollar correctamente cualquier trabajo en el laboratorio es necesario mantener siempre limpio el material y la mesa de trabajo. El material debe estar limpio y seco antes de empezar el experimento.



Matraz



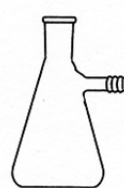
Matraz de tres bocas



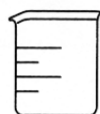
Probeta



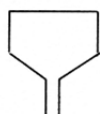
Erlenmeyer



Kitasato



Vaso de precipitados



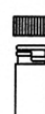
Embudo Büchner



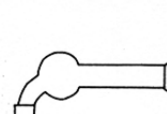
Embudo cónico



Embudo de sólidos



Vial



Tubo para desecante



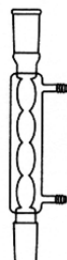
Embudo de decantación



Embudo de adición



Embudo de adición (presión compensada)



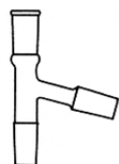
Refrigerante de reflujo



Refrigerante recto



Matraz aforado



Cabeza de destilación



Alargadera para destilación a vacío



Alargadera para destilación



Pipeta



Pipeta Pasteur



Termómetro con adaptador

## Material de vidrio más común en los laboratorios de Química

FUENTE: Martínez Grau, M<sup>a</sup> Á. y Csáky, A. G., Técnicas experimentales en síntesis orgánica, Ed. Síntesis, Madrid, 2001-2008.

<sup>3</sup> Para una descripción más completa ver ref. 1, capítulo 2 (pág 28)

La limpieza del material se debe realizar inmediatamente después de cada operación ya que es mucho más fácil y además se conoce la naturaleza de los residuos que contiene.

Para limpiar un objeto, en primer lugar se quitan los residuos (que se tiran en el recipiente adecuado) con una espátula o varilla y después se limpia con el disolvente apropiado. El agua con jabón es uno de los mejores métodos de limpieza. Ocasionalmente, se utilizan ácidos, bases o disolventes orgánicos para eliminar todos los residuos difíciles.

**Importante:** Antes de proceder a la limpieza de material de vidrio esmerilado, y si éste estuviese engrasado, hay que eliminar totalmente la grasa de los esmerilados con la ayuda de un papel (envuelto en unas pinzas) impregnado de hexano o acetona. Si se mete en la estufa, la grasa se endurece y después es mucho más difícil de limpiar.

La última operación de lavado consiste en enjuagar todo el material con agua desionizada o destilada. El material limpio se seca en un soporte adecuado inclinado o vertical, colocando el material boca abajo, o bien se utiliza una estufa de secado. En este último caso el material debe ser introducido en la estufa sin tapones ni llaves.

**Nunca se debe introducir material volumétrico ni de plástico en la estufa**

Existen otros métodos para lavar el material que comportan la utilización de agentes más agresivos (ácidos, bases, agua regia, mezcla crómica, potasa alcohólica, etc.). En caso de tener un residuo intratable consultar al profesor.

**Al finalizar la práctica, el material se guarda limpio y seco**

### 3. RELACIÓN DE MATERIAL DE PRÁCTICAS

El alumno comprobará, antes de comenzar la primera sesión de laboratorio, que dispone del material que se especifica en la página siguiente (llevará consigo un copia de la citada relación). Se responsabilizará del buen uso y conservación del material, circunstancia que se verificará en la última sesión de prácticas.



**DEPARTAMENTO DE QUIMICA ORGANICA  
FACULTAD DE QUIMICA. LABORATORIO DE PRACTICAS**

**Material contenido en la taquilla nº ....., entregado al alumno D. ....**

**Material de vidrio esmerilado:**

- 1 matraz de fondo redondo de 2 bocas de 100 ml
- 1 matraz de fondo redondo de 100 ml
- 1 matraz de fondo redondo de 50 ml
- 1 matraz de fondo redondo de 25 ml
- 1 cabeza de destilación
- 1 macho-guía para termómetro
- 1 refrigerante Liebig
- 1 adaptador de columna + pera de presión
- 1 embudo de decantación
- 1 tubo de CaCl<sub>2</sub>
- 3 tapones
- 1 columna cromatográfica

**Material de vidrio no esmerilado:**

- 1 vaso de precipitados 250 mL
- 1 vaso de precipitados 100 mL
- 1 erlenmeyer de 250 ml
- 1 erlenmeyer de 100 mL
- 1 erlenmeyer de 50 mL
- 1 erlenmeyer de 25 mL
- 1 termómetro
- 1 kitasato
- 1 embudo büchner
- 1 embudo con placa filtrante
- 1 vidrio de reloj
- 1 caja petri
- 1 varilla de vidrio

**Material vario:**

- 1 embudo
- 2 probetas (10 y 25 ml)
- 3 clips amarillos
- 1 pipeta pasteur con chupona
- 2 pinzas con su nuez
- 1 aro metálico con su nuez
- 1 aro de corcho
- 1 agitador magnético
- 1 barra agitadora
- 1 baño de silicona con tapa
- 1 recipiente plástico para el hielo
- varios conos de goma
- 1 gradilla con tubos de ensayo

**Material por cada dos mesas:**

- 1 frasco lavador con acetona
- 1 frasco lavador con agua destilada

**Material por cada cuatro mesas:**

- 1 rotavapor provisto de:
  - Matraz colector de 1 L
  - Pinza balón colector
  - Pieza reductora esmerilado hembra 29/32 a macho 14/23
  - Baño calefactor

**NOTA: Cada alumno debe de responsabilizarse de su material. Las barras agitadoras y las espátulas se entregaran a cada uno el primer día de prácticas y se recogeran el último día, a la vez que se revisará el estado del resto del material y de las taquillas.**

Santiago de Compostela, ..... de ..... de .....

recibí  
EL ALUMNO

Vº Bº  
EL PROFESOR

#### 4. EQUIPOS Y APARATOS DE USO FRECUENTE

Para una descripción del funcionamiento de diversos equipos y aparatos de uso frecuente en un laboratorio químico véase el capítulo 2 de la referencia 1, pág 30 y siguientes.

#### 5. DIARIO DE LABORATORIO

Los investigadores consideran el cuaderno de laboratorio como una de las más valiosas posesiones. El cuaderno debe ser un reflejo adecuado de las operaciones realizadas en el laboratorio por el investigador, de modo que en base a las anotaciones realizadas se puedan **discutir** y **racionalizar** los resultados experimentales obtenidos, se puedan **planificar nuevos experimentos** o se pueda **reproducir** en su caso la transformación conseguida. Estos objetivos son los que deben determinar el contenido y la preparación de este cuaderno. Algunos consejos sobre como confeccionarlo son los siguientes.

1.- El cuaderno de laboratorio sirve para tomar nota de forma **inmediata** de todas las observaciones experimentales, de forma **breve** pero **concisa, ordenada y clara**. **No** deben de utilizarse **hojas sueltas** que puedan perderse, sino un cuaderno tamaño A4. Las **anotaciones** deben de hacerse **directamente** en el cuaderno, no en sucio para luego pasarlas a limpio. No se deben omitir ni los datos cuantitativos ni los cualitativos.

2.- Debe elaborarse un **índice de las reacciones** llevadas a cabo en las primeras hojas del cuaderno.

3.- Antes de describir una práctica, se dedicará como máximo una hoja por una sólo cara a indicar sucintamente el objetivo global de la práctica y el **planteamiento sintético** correspondiente.

4.- A continuación, comenzando en una nueva hoja, se **asienta** la primera **reacción** del proceso de síntesis:

- En la cabecera: Indicación del número de página y **título** de la reacción a realizar.

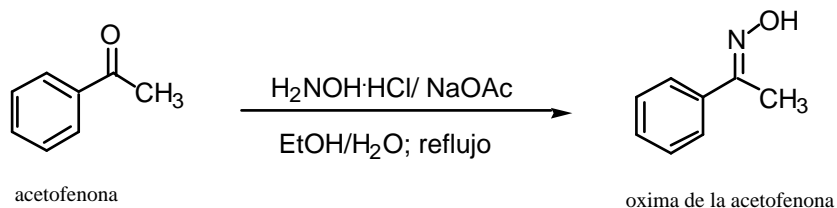
- A continuación: El **esquema de la reacción** con las sustancias de partida, los reactivos y disolvente, indicados sobre la flecha de reacción, y los productos esperados en la misma.

- Debajo de este esquema, la **referencia bibliográfica** en la que se describe el proceso.

- A continuación una **tabla** en la que se indiquen para cada una de las sustancias que participan en la transformación, incluyendo disolventes, reactivos, etc, las cantidades utilizadas, las propiedades relevantes (PM, densidad, origen de la sustancia, etc), así como las relaciones estequiométricas.

- En el reverso de la hoja se detallará el mecanismo de la reacción que tiene lugar, que ayudará a interpretar las observaciones experimentales.

- Se indica a continuación un posible modelo:

**PREPARACION DE LA OXIMA DE LA ACETOFENONA**

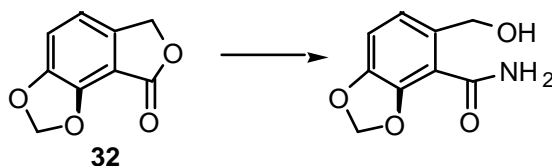
Ref: S.S.Stradling, D.Hornick, J.Lee y J.Riley, "A Study of Stereospecificity: The Beckmann rearrangement", en *J.Chem.Educ.* **60**, 502 (1983).

Sustancia	gramos	mL	d	P.M.	mmol	equiv
acetofenona 99%	1,02	1,0	1,030	120,15	8,5	1,0
agua	-	7,0	-	-	-	-
etanol 96%	-	2,5	-	-	-	-
NaOAc 3H <sub>2</sub> O	1,16	-	-	136,08	8,5	1,0
H <sub>2</sub> NOH·HCl	1,05	-	-	69,49	15,13	1,78

5.- A continuación se describirán sucintamente todas las **operaciones realizadas** a lo largo del experimento. Para ello se sugiere realizar una división del cuaderno en tres columnas en las que se registrarán el tiempo, las operaciones realizadas sucesivamente (adición de reactivos, calentamiento, agitación, proceso seguido en la elaboración de la reacción y en el aislamiento y la purificación del o de los productos, etc) y las observaciones pertinentes tales como la formación de precipitados, los cambios de color, las variaciones de la temperatura, las variaciones de la composición de la mezcla de reacción observada mediante la cromatografía en capa fina u otro medio, etc:

tiempo	Operaciones realizadas	Observaciones..
.....	.....	.....
.....	.....	.....
.....	.....	.....

6.- Finalmente se redactará el **procedimiento experimental** realizado en un formato adecuado para su publicación, bien en una Tesina, Tesis o revista científica. Este incluye al final del mismo el rendimiento de la reacción y los datos analíticos y espectroscópicos que nos permiten realizar la asignación estructural del compuesto obtenido. Se indica a continuación un modelo de redacción de un procedimiento experimental:

**Preparación de la amida del ácido 5-(hidroximetil)-1,3,benzodioxol-4-carboxílico.**

A una suspensión de la ftalida **32** (1000 mg, 5,62 mmol) en etanol (50 mL) se le añadió  $\text{NH}_4\text{OH}$  (25 mL) y se agitó a t.a. durante 15h. Tras este tiempo se concentró el etanol, se lavó con disolución saturada de NaCl y se extrajo exhaustivamente con  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (5x15 mL). La fase orgánica obtenida se secó con  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidro, se filtró y se concentró. Se purificó por cromatografía en columna eluyendo con 5% MeOH en  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ . Se recuperaron 200 mg (20%) de ftalida de partida y se obtuvieron 657 mg (60%) de la hidroxí-amida. Pf: 135-136 °C.  $^1\text{H-RMN}$  (DMSO, 250 MHz) d (ppm): 4.47 (d,  $J = 5.6$  Hz, 2H,  $\text{CH}_2\text{OH}$ ), 5.07 (t,  $J = 5.6$  Hz, 1H,  $\text{CH}_2\text{OH}$ ), 6.01 (s, 2H,  $\text{OCH}_2\text{O}$ ), 6.89 (d,  $J = 8.1$  Hz, 1H), 6.94 (d,  $J = 8.1$  Hz, 1H), 7.62 (s, 1H,  $\text{CONH}$ ), 7.67 (s, 1H,  $\text{CONH}$ ).  $^{13}\text{C-RMN}$  (DMSO, 65.5 MHz) d (ppm): 61.11 ( $\text{CH}_2$ ), 101.37 ( $\text{CH}_2$ ), 108.73 (CH), 117.64 (C), 120.76 (CH), 134.07 (C), 144.87 (C), 146.38 (C), 166.35 ( $\text{CONH}_2$ ).  $\text{IR}$  (NaCl)  $\text{cm}^{-1}$ : 1663 ( $\text{CONH}_2$ ), 3089-3638 (OH).  $\text{EM}$  m/z (%): 179 ( $\text{M}^+$ , 100), 162 (70), 150 (22), 134 (94). Anal. Calculado para  $\text{C}_9\text{H}_9\text{NO}_4$ : C, 55.38; H, 4.64; N, 7.18; Encontrado: C, 55.29; H, 4.65; N, 7.37.

**8.-** Al final de cada reacción adjuntar los espectros de los productos obtenidos. Sobre la propia hoja del espectro se debe poner la estructura del compuesto que corresponda y asignar gráficamente las señales observadas

**9.-** Escribir las contestaciones a las cuestiones planteadas en el guión, tanto las previas como las posteriores a las prácticas. Tomar también nota de las explicaciones dadas por el profesor y, sobre todo, de aquellas advertencias relacionadas con la seguridad.

## 6. BIBLIOGRAFÍA GENERAL

1. Martínez Grau, M<sup>a</sup> Á. y Csáky, A. G., Técnicas experimentales en síntesis orgánica, Ed. Síntesis, Madrid, 2001-2008.
2. Página web de la Universidad de Barcelona con el material didáctico de "Operaciones básicas en el laboratorio de Química": <http://www.ub.edu/oblq/>
3. Página web del Servicio de Prevención de Riscos de la USC: (<http://www.usc.es/estaticos/servizos/spri/normalumlab.pdf>)



FACULTADE DE QUÍMICA

# **Grado en Química**

2º Curso

## **QUÍMICA ORGÁNICA I**

---

### **7. Guiones de Prácticas**



# QUÍMICA ORGÁNICA I

Grado en Química

2º Curso

---

## ÚTILES A TRAER POR EL ALUMNO

**Bata**, **gafas** de seguridad, **cuaderno** de laboratorio y **calculadora**.

## LUGAR

Las prácticas se realizarán en el laboratorio de Química Orgánica situado en el sótano de la Facultad de Química, en horario de 16:00 a 20:00 horas. **Se exige máxima puntualidad.**

## NORMAS DE TRABAJO

### **Antes de empezar**

Antes de empezar cada práctica, el profesor comprobará que el alumno ha preparado la práctica que se realizará ese día, que deberá venir convenientemente **asentada** en el cuaderno de laboratorio, incluyendo los correspondientes **cálculos estequiométricos**. Deberá asimismo entregar el correspondiente **cuestionario previo** debidamente contestado.

### **Durante las sesiones**

Las prácticas son individuales, salvo que se indique lo contrario.

Cada alumno tendrá asignada una mesa y una taquilla con el equipo individual.

Trabajar siempre en la mesa, salvo que se necesite la campana de gases.

Mantener siempre limpia la mesa de trabajo.

### **Al acabar**

Limpiar la mesa y el material utilizado.

Dejar el equipo individual en la mesa de trabajo.

Mostrar al profesor el **producto obtenido** antes de abandonar el laboratorio.

## EVALUACIÓN

Las prácticas se evaluarán en base a los tests previos, organización, pulcritud, ejecución y resultados de la práctica (50% de la parte de evaluación continua).

Adicionalmente, el examen final de la asignatura incluirá cuestiones relativas a las prácticas de laboratorio, que contribuirán en un 15% a la nota global del examen.

Si el alumno no logra la calificación de apto en las prácticas, deberá repetirlas.

A los alumnos repetidores se les conservará la nota de prácticas durante dos cursos.



## OBJETIVOS

**PRÁCTICA 1:** Extracción ácido-base.

**PRÁCTICA 2:** Síntesis de Williamson de éteres: Síntesis del 2-butoxinaftaleno.

**PRÁCTICA 3:** Oxidación de alcoholes secundarios a cetonas: Oxidación de ciclohexanol a ciclohexanona.

**PRÁCTICA 4:** Síntesis de un compuesto ópticamente activo: Síntesis del ácido (2*S*)-2-hidroxi-3-fenilpropanoico. Medida de la rotación óptica.

**PRÁCTICA 5:** Reacción de sustitución nucleófila S<sub>N</sub>1: Síntesis de 2-cloro-2-metilpropano.

## PROGRAMACIÓN

**1ª Sesión:** Medidas de seguridad, asignación de taquillas, revisión de material, Práctica 1.

**2ª Sesión:** Práctica 2. Sublimación del alcanfor aislado en la práctica 1.

**3ª Sesión:** Práctica 3

**4ª Sesión:** 1ª Parte de la Práctica 4. Práctica 5.

**5ª Sesión:** 2ª parte de la práctica 4. Medida del punto de fusión del ácido benzoico (Práctica 1). Medida de la rotación óptica del ácido fenilpropanoico. Revisión del material de taquillas.

## PRÁCTICA 1: SEPARACIÓN Y PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS

### 1.1 EXTRACCIÓN ÁCIDO-BASE

**OBJETIVOS:** Separación de sustancias orgánicas atendiendo a sus propiedades ácido-base. Precipitación, filtración y cristalización. Uso del rotavapor. Punto de fusión.

**PROCEDIMIENTO:**

Se miden en una probeta 15 mL de una disolución de ácido benzoico (compuesto ácido), anilina (compuesto básico) y alcanfor (compuesto neutro) en diclorometano y se vierten en un embudo de decantación. Se añaden 10 mL de una disolución de hidróxido sódico 1 M. Se tapa el embudo y se agita varias veces, invirtiéndolo en cada una de ellas y abriendo la llave para eliminar la sobrepresión. A continuación, se deja en reposo en posición vertical en su soporte, con el tapón quitado, hasta que se produzca la separación de las dos fases. Seguidamente, se pasa la disolución de diclorometano (fase orgánica) a un erlenmeyer de 25 ml y se vierte la disolución acuosa (por la boca del embudo) en un vaso de precipitados de 100 ml. La disolución de diclorometano se introduce de nuevo en el embudo de decantación y se vuelve a extraer con 10 mL de NaOH 1M. Se separa la fase orgánica (**FO-1**) y se vuelve a guardar en el erlenmeyer de 25 ml; se combina la fase acuosa con la primera porción obteniendo una disolución alcalina (**FA-1**). De esta forma se eliminan de la disolución de diclorometano las sustancias solubles en bases.

En una vitrina se acidifican los extractos alcalinos combinados (**FA-1**) con ácido clorhídrico concentrado. Precipita un sólido blanco que se filtra a vacío en una placa filtrante, se introduce en un vial tarado y se seca en un desecador a vacío hasta la siguiente sesión, donde se medirá el punto de fusión y se comparará con el bibliográfico.

Se pasa la disolución de diclorometano (**FO-1**) al embudo de decantación y se agita varias veces con 10 mL de una disolución de HCl al 5%. Se realizan dos extracciones más con otros 2x10 mL de HCl 5%. Las fases acuosas se reúnen en un Erlenmeyer de 50 ml (**FA-2**) y de cada vez se recoge la fase orgánica en el erlenmeyer inicial de 25 ml (**FO-2**).

Se basifican los extractos ácidos combinados (**FA-2**) con NaOH 50%. Se observará la separación de una capa orgánica en forma de gotas de aceite.<sup>4</sup>

La fase orgánica (**FO-2**) se seca con sulfato sódico anhidro y se filtra por gravedad. El filtrado se pasa a un matraz de fondo redondo de 50 mL, previamente tarado, para eliminar el diclorometano en el rotavapor. Se obtiene la cantidad de sólido por diferencia de pesada.

**BIBLIOGRAFÍA ESPECÍFICA:** M. A. M. Grau y A. G. Csáky, "Técnicas Experimentales en Síntesis Orgánica" 1998, Ed. Síntesis. Capítulos: 6.2, 6.3, 6.5

<sup>4</sup> El aislamiento se hace para 1 o 2 alumnos, el resto simplemente ve como se realiza el proceso. La anilina, dada su toxicidad, conviene no aislarla.

## 1.2 PURIFICACIÓN DEL ALCANFOR POR SUBLIMACIÓN

**OBJETIVOS:** Purificación mediante sublimación.

**PROCEDIMIENTO:**

Para la realización de este experimento utilizaremos un sublimador<sup>5</sup>. El sublimador consta de un cuerpo inferior y de un cierre superior que incluye el sistema de refrigeración por agua (dedo frío) y una salida para vacío (trompa de agua). El alcanfor crudo obtenido se deposita en la parte inferior del sublimador; esta parte se sujeta entonces con una pinza de tal modo que quede apoyada sobre una placa calefactora.

A continuación se conectan las gomas de entrada y salida de agua y la de vacío (trompa de agua) a las olivas correspondientes situadas en la parte superior del sublimador. Se abre el paso de agua (de modo que se mantenga un flujo pequeño y constante de agua para la refrigeración) y el grifo de la trompa de agua a su caudal máximo.

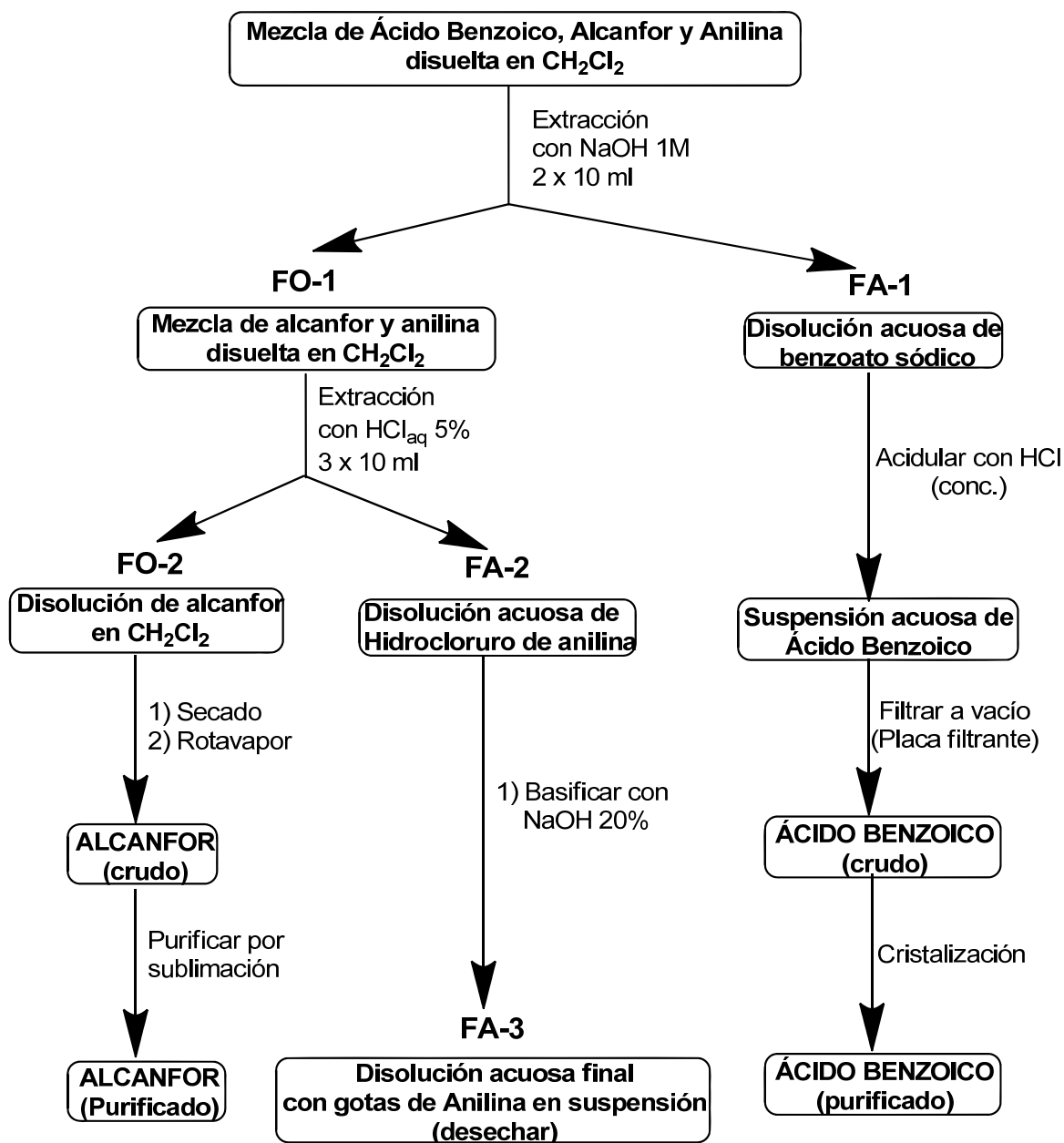
Se comienza entonces la calefacción de forma suave mediante la placa. Cuando la totalidad del alcanfor haya sublimado se retira el producto del dedo frío con la ayuda de una espátula, recogéndolo sobre un vidrio de reloj. Se pesa la cantidad de alcanfor obtenido.

**BIBLIOGRAFÍA ESPECÍFICA:** M. A. M. Grau y A. G. Csáky, "Técnicas Experimentales en Síntesis Orgánica" 1998, Ed. Síntesis. Capítulo: 9.3

---

<sup>5</sup> La sublimación se realizará cada 4 alumnos, juntando el alcanfor obtenido por cada uno de ellos en el mismo cuerpo del sublimador.

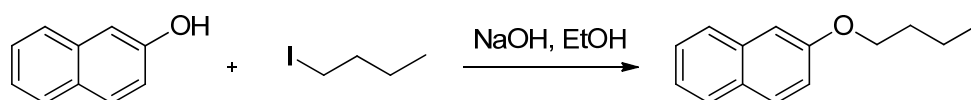
ESQUEMA DE EXTRACCIÓN



**PRÁCTICA 2: SÍNTESIS DE WILLIAMSON DE ÉTERES: SÍNTESIS DEL 2-BUTOXINAFTALENO**

**OBJETIVOS:** Obtención de un éter mediante una reacción  $S_N2$  (síntesis de Williamson). Cálculos estequiométricos. Montaje de reflujo. Filtración a vacío. Uso del desecador de vacío. Determinación del punto de fusión.

**PROCEDIMIENTO:**



En un matraz de fondo redondo de 100 mL se introducen 1 g de 2-naftol y 0,56 g de hidróxido sódico en lentejas. Se añaden 20 mL de etanol y se calienta a reflujo, en baño de silicona y con agitación magnética, hasta la total disolución de la mezcla. A continuación se retira el matraz del baño y se deja enfriar,<sup>6</sup> se retira el refrigerante y se añade con una micropipeta<sup>7</sup> 1 mL de yodobutano. Se vuelve a colocar el refrigerante y la mezcla se calienta a reflujo durante 1 h.

El avance de la reacción se comprueba mediante una cromatografía de capa fina (ccf). Se observa la formación de un producto<sup>8</sup> a un  $R_f$  mayor que la sustancia de partida (2-naftol).

Una vez completada la reacción, se retira la mezcla del baño de silicona y se deja enfriar hasta temperatura ambiente. La mezcla contenida en el matraz de fondo redondo se vierte sobre un vaso de precipitados de 250 mL que contiene alrededor de 25 g de hielo picado, observándose la formación de un precipitado blanco. Una vez derretido el hielo, se filtra a vacío el precipitado (placa filtrante con kitasato) y se lava con 2 x 15 mL de agua,<sup>9</sup> previamente enfriada en un baño de hielo. El sólido blanco se deja secar al aire durante 15 minutos en la placa filtrante con el vacío conectado y se introduce en un vial previamente tarado. El producto se deja en un desecador a vacío durante 24 h, se pesa y se calcula el rendimiento.

**BIBLIOGRAFÍA ESPECÍFICA:**

- M. A. M. Grau y A. G. Csáky, "Técnicas Experimentales en Síntesis Orgánica" 1998, Ed. Síntesis. Capítulos: 5.1, 5.2.1, 7.1.4, 7.3.2, 9.2
- *J. Chem. Ed.* **2009**, *86*, 850.

<sup>6</sup> Antes de retirar el refrigerante, asegúrese que no hay reflujo.

<sup>7</sup> Debido a que no hay micropipetas para todos, la adición la realizará el técnico de laboratorio a medida que lo soliciten los alumnos.

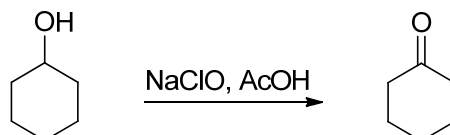
<sup>8</sup> La ccf indica la aparición del producto pero no la total desaparición de 2-naftol. Debido a la alta actividad en el UV del 2-naftol, incluso trazas del mismo son visibles en el UV. Eluyente de la ccf: (5:95) EtOAc/Hex, revelador: UV, Hanessian,  $R_f = 0,8$ .

<sup>9</sup> Para asegurar buenos rendimientos, es importante enfriar suficientemente la mezcla de reacción en baño de hielo. Asimismo, se ha de lavar el precipitado con agua helada. Algunas veces puede ocurrir que precipite algo de producto en el kitasato, en ese caso se tendría que hacer una segunda filtración para recuperarlo.

### PRÁCTICA 3: OXIDACIÓN DE ALCOHOLES SECUNDARIOS A CETONAS: OXIDACIÓN DEL CICLOHEXANOL A CICLOHEXANONA

**OBJETIVOS:** Reacción de oxidación de alcoholes. Cálculos estequiométricos. Cromatografía en capa fina. Extracción y lavado de disoluciones orgánicas. Uso del rotavapor.

**PROCEDIMIENTO:**



En un erlenmeyer de 50 mL, provisto de barra magnética, se pesa 1g de ciclohexanol. A continuación se añaden 6,5 mL de ácido acético glacial y se agita magnéticamente en un baño de hielo-agua. Cuando la mezcla esté fría (alrededor de 5 min), se añaden gota a gota 10 mL de una disolución de hipoclorito sódico (15% p/v), manteniendo la mezcla de reacción sumergida en el baño de hielo.

Finalizada la adición, se retira el baño de hielo y se deja que la mezcla alcance la temperatura ambiente. Se puede seguir el avance de la reacción mediante cromatografía en capa fina<sup>10</sup>.

La mezcla de reacción se vierte en un embudo de decantación de 100 mL y se lava el erlenmeyer con 20 mL de agua, que también se vierten en el embudo de decantación. El Erlenmeyer se lava con porciones de diclorometano con pipeta Pasteur<sup>11</sup>. La fase acuosa se extrae con 2 x 15 mL de diclorometano. Las fases orgánicas combinadas se lavan sucesivamente con 15 mL de una disolución saturada de hidrógenocarbonato sódico y 15 mL de una disolución acuosa al 10% de tiosulfato sódico, se secan con sulfato sódico anhidro y se concentran en el rotavapor, primero a pequeño volumen en un matraz de fondo redondo de 100 ml transvasando el residuo mediante pipeta Pasteur a un matraz de fondo redondo de 25 ml, previamente tarado, y después concentrando a sequedad, obteniéndose un líquido transparente amarillento que se pesa y se calcula el rendimiento.

**BIBLIOGRAFÍA ESPECÍFICA:**

- M. A. M. Grau y A. G. Csáky, "Técnicas Experimentales en Síntesis Orgánica" 1998, Ed. Síntesis. Capítulos: 5.1, 5.2.1, 6.2, 6.3, 6.4, 7.1.3
- *J. Org. Chem.* **1980**, *45*, 2030.

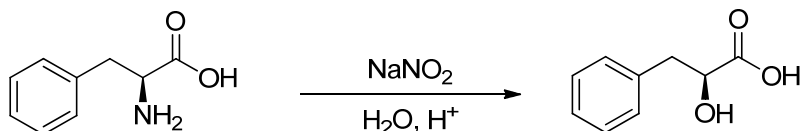
<sup>10</sup> Eluyente de la ccf: (30:70) EtOAc/Hex, revelador: Hanessian, p-anisaldehído. Al cabo de 30 minutos casi no queda sustancia de partida

<sup>11</sup> Se pueden medir los primeros 15 ml de diclorometano en la probeta y tomar de ella las porciones de disolvente para lavar el matraz.

**PRÁCTICA 4: SÍNTESIS DE UN COMPUESTO QUIRAL: SÍNTESIS DEL ÁCIDO (2s)-2-HIDROXI-3-FENILPROPANOICO. MEDIDA DE LA ROTACIÓN ÓPTICA**

**OBJETIVOS:** Reacción  $S_N2$ , inversión de configuración. Cálculos estequiométricos. Filtración a vacío. Medida de punto de fusión. Medida de rotación óptica.

**PROCEDIMIENTO:**



En un matraz erlenmeyer de 50 mL, provisto de barra magnética, se disuelven 1,65 g de (L)-fenilalanina en 10 mL de  $H_2SO_4$  (1 M). El matraz se introduce dentro de un baño de hielo. Cuando la temperatura interna esté entre 0-5 °C, bajo agitación magnética, se añaden 5 mL de  $NaNO_2$  (3 M) gota a gota mediante una pipeta Pasteur durante al menos 25 min (a razón de 1 mL cada 5 min).<sup>12</sup> Durante la adición hay que vigilar que la temperatura interna no exceda de 5 °C. Se observa la formación de burbujas de nitrógeno en el seno de la disolución.

Una vez completada la adición, se retira el baño de hielo y la agitación y se deja que la mezcla alcance la temperatura ambiente. Anótese la hora en la que aparezca un precipitado blanco en el seno de la disolución.

Se tapa el erlenmeyer con un tapón de plástico sin apretar y se deja en la taquilla hasta la siguiente sesión de prácticas.

Se enfría el erlenmeyer en un baño de hielo y se aísla el precipitado por filtración a vacío con placa filtrante. Se retira el vacío y se lava el precipitado con 5 mL de agua fría (habrá frascos lavadores de agua dentro de un cubo de hielo). El producto se deja secar en la placa durante 5 min, se retira el vacío y a continuación se añaden 10 ml de hexano; se remueve la mezcla del precipitado y el hexano, aplastando bien los cristales contra las paredes de la placa filtrante. Se vuelve a conectar el vacío<sup>13</sup> y se deja secar el precipitado. Se recoge el sólido con una espátula y se pasa a un vial, previamente tarado, que se introduce en un desecador a vacío hasta la siguiente sesión de prácticas<sup>14</sup>, donde se determinará su punto de fusión (Bibliográfico: 120-121 °C) y la rotación óptica (Bibliográfico:  $-26,9$ ,  $c = 1.4$ , acetona).

**BIBLIOGRAFÍA ESPECÍFICA:**

- M. A. M. Grau y A. G. Csáky, "Técnicas Experimentales en Síntesis Orgánica" 1998, Ed. Síntesis. Cap.: 5.1, 5.2.1, 7.1.4, 7.3.2, 9.2, 12.6.
- *J. Chem. Ed.* **2010**, *87*, 623.

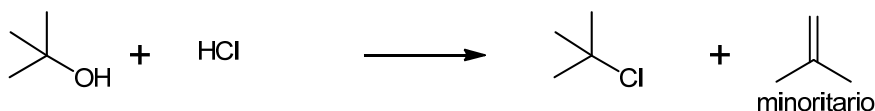
<sup>12</sup> De esta forma se minimiza la formación de vapores pardos de óxidos de nitrógeno.

<sup>13</sup> Hay que acordarse de eliminar del kitasato las aguas madres para no mezclarlas con el disolvente orgánico que se desecha en residuos orgánicos no halogenados.

<sup>14</sup> Por ser la última sesión, el producto obtenido se pesará después se secarlo al máximo en la placa filtrante y mantenerlo al menos media hora en un desecador a vacío. La rotación óptica se medirá a partir de una muestra seca obtenida por los alumnos del curso anterior.

**PRÁCTICA 5: REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEÓFILA: SÍNTESIS DEL 2-CLORO-2-METILPROPANO****OBJETIVOS:**

Reacción de sustitución nucleófila  $S_N1$ . Cálculos estequiométricos. Elaboración, aislamiento y purificación del producto de reacción. Secado de líquidos y disoluciones orgánicas.

**PROCEDIMIENTO:**

En un matraz erlenmeyer de 100 mL, provisto de barra magnética, se pesan 6,30 g de *tert*-butanol (alcohol *tert*-butílico) y, a continuación, se añaden en vitrina 24 mL de HCl concentrado (37%). Se lleva el matraz a la mesa de trabajo y se agita la mezcla durante 40 minutos con agitación magnética. Pasado este tiempo, la mezcla se transfiere a un embudo de decantación de 100 mL, observándose la separación de dos fases. Se decanta la fase acuosa y la fase orgánica se lava con 2 x 5 mL de agua y seguidamente con 2 x 5 mL de una disolución saturada de bicarbonato sódico (PRECAUCIÓN: hay que abrir la llave con frecuencia para evitar la sobrepresión dentro del embudo). La fase orgánica se vierte en un erlenmeyer de 50 mL, se seca con sulfato sódico anhidro y se filtra (mediante un embudo cónico con un trocito de algodón en el vástago del embudo o con filtro de pliegues) a otro erlenmeyer de 25 mL, seco y previamente tarado, pesando el producto por diferencia.

El 2-cloro-2-metilpropano obtenido puede purificarse mediante destilación entre 49-51 °C.

**BIBLIOGRAFÍA ESPECÍFICA:**

- "Curso Práctico de Química Orgánica" R. Brewster, C.A. Vanderwert y W.E. McEwen. Ed. Alhambra, Madrid, 1965.