



UNIVERSIDAD
DE GRANADA



DEPARTAMENTO
QUÍMICA ORGÁNICA
UNIVERSIDAD DE GRANADA



PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA

2º CURSO
GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA

AUTORES

José Justicia Ladrón de Guevara

Rachid Chahboun Karimi

NORMAS DE SEGURIDAD

Comportamiento

- No entres en el laboratorio sin que el correspondiente profesor esté presente.
- Sigue todas las indicaciones de tu profesor.
- Estudia cada experiencia antes de clase. Antes de llevar a cabo cualquier reacción o proceso químico, lee detenidamente el procedimiento experimental.
- No realices experiencias nuevas sin la autorización de tu profesor.
- No molestes ni distraigas a tus compañeros. Mantén una actitud responsable, tu seguridad y la de tus compañeros depende de ello. Un comportamiento distraído puede provocar accidentes graves, por lo que es necesario que prestes la mayor atención en todo momento.
- En la mesa de trabajo sólo debes colocar el cuaderno de prácticas y los utensilios que vayas a utilizar. Evita colocar ropa delicada, apuntes, libros, bolsos, etc. Utiliza las taquillas que hay para tal fin.
- Mantén ordenado y limpio tu lugar de trabajo y el material de laboratorio. El orden y la limpieza evitan muchos incidentes potencialmente peligrosos.
- Una vez finalizada la sesión, limpia, recoge y guarda todo el material.
- Mantén limpio el espacio común del laboratorio como las vitrinas, lavaderos y proximidades de las balanzas.
- No comas, bebas o fumes en el laboratorio de prácticas. No mastiques chicle.

Vestimenta

- Utiliza la bata de laboratorio siempre que trabajes en el mismo, y siempre abrochada.
- No uses pantalón corto.
- Protege tus manos con guantes.
- Protege siempre tus ojos con las gafas de seguridad.
- En caso de usar lentillas ten especial cuidado, y si puedes, evítalas.
- No uses sandalias o zapatos descubiertos, cualquier pequeño accidente puede causar quemaduras o cortes.

- Si tienes el pelo largo llévalo recogido.

Manipulación de Sustancias Químicas

- Recuerda las propiedades de los compuestos que manejas. En general, asume que todos los compuestos químicos son potencialmente peligrosos.
- Lávate las manos al entrar y al salir del laboratorio, o cuando hayas estado en contacto con algún producto químico.
- Consulta las etiquetas de los recipientes. No emplees un reactivo sin haber leído previamente la etiqueta, prestando especial atención a los pictogramas de seguridad y a los consejos para su manejo.
- Debes realizar una manipulación cuidadosa de los productos químicos.
- No huelas ningún producto. Jamás intentes "probar" los productos.
- No hagas uso de las pipetas succionando con la boca. Utiliza un dosificador o una pera de goma.
- Evita el contacto con la piel. No toques directamente los productos.
- Al pesar, evita tocar directamente las sustancias. Usa espátulas u otros instrumentos que impidan el contacto directo con la piel.
- No uses ni llamas ni fuentes de calor en las proximidades de los productos y reactivos.
- Cuando utilices placas calefactoras, ten cuidado con las mismas al objeto de evitar quemaduras o sobrecalentamientos.
- Nunca calientes un sistema (matraz, montaje...) completamente cerrado (con tapón).
- Durante el calentamiento de tubos de ensayo con muestras en el interior, no debe mirarse el interior del mismo mientras se calienta ni tampoco debes apuntar la boca del tubo en dirección hacia algún compañero.
- Cuando sea preciso utilizar refrigeración mediante corriente de agua, ten mucho cuidado en regular y vigilar el caudal de agua.
- Procura trabajar siempre en las vitrinas. La manipulación de disolventes, reactivos y reacciones que puedan desprender vapores tóxicos debe realizarse siempre en vitrina.

- Extrae de cada recipiente de reactivo solo la cantidad que necesites, con el fin de no generar residuos.
- Cierra todas las botellas y recipientes una vez utilizados. Ten especial cuidado en no derramar los reactivos ni disolventes.
- Antes de poner en marcha aparatos e instalaciones hay que conocer su funcionamiento y requisitos de seguridad.
- Al finalizar cada sesión recoge los materiales y reactivos usados.
- Asegúrate de desconectar los aparatos y cerrar las llaves de los grifos.
- Cualquier recipiente donde se encuentren grandes volúmenes de sustancias químicas peligrosas como ácidos y álcalis, deben ser manipulados por el profesor o técnico de laboratorio.

Residuos

Durante el desarrollo de las prácticas se pueden generar residuos de diferente tipo:

- Disolventes clorados
- Disolventes no clorados
- Disoluciones acuosas
- Sales inorgánicas
- Papel de filtro usado
- Agujas
- Productos orgánicos sólidos diversos
- Vidrio procedente de roturas de material

Existen recipientes y contenedores adecuados en cada laboratorio para el almacenamiento y posterior tratamiento de los residuos. Tu profesor te indicará cómo y cuándo utilizarlos.

Riesgos de Accidentes

La manipulación de una gran variedad de sustancias químicas y utensilios conlleva riesgos:

- Generales: mecánicos, eléctricos, etc.

- Específicos, derivados de:
 - Las características de los aparatos y utensilios utilizados.
 - Del proceso con temperaturas y presiones elevadas.
 - De las propiedades peligrosas de los productos manipulados: tóxicos corrosivos, inflamables, etc...

Todos estos riesgos provocan accidentes que pueden tener consecuencias muy graves.

Por eso es importante identificar y controlar los peligros potenciales:

- Comprueba la localización exacta de duchas de seguridad, botiquín, lavaojos, mantas ignífugas, salidas de emergencia y extintores.
- En caso de accidente, aunque parezca insignificante, avisa inmediatamente al responsable del laboratorio.
- Si una sustancia corrosiva entra en contacto con ojos o piel, lavar inmediatamente durante 10 minutos con los lavaojos o las duchas de seguridad.
- Quítate la ropa y objetos mojados por el producto.
- No intentes neutralizar.
- En caso de acudir al médico, llevar la etiqueta y ficha de datos de seguridad del producto.

Para mayor información:

Servicio de Prevención y Riesgos Laborales del Gabinete de Prevención y Calidad Ambiental de la Universidad de Granada:

<http://ssprl.ugr.es/>

http://csaludable.ugr.es/pages/unidad_calidad_ambiental

Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo:

Fichas de Seguridad de productos químicos

<http://www.mtas.es/insht/ipcsnspn/nspnOOOO.htm>

Servicio Nacional de Información Toxicológica: Telf: 915620420

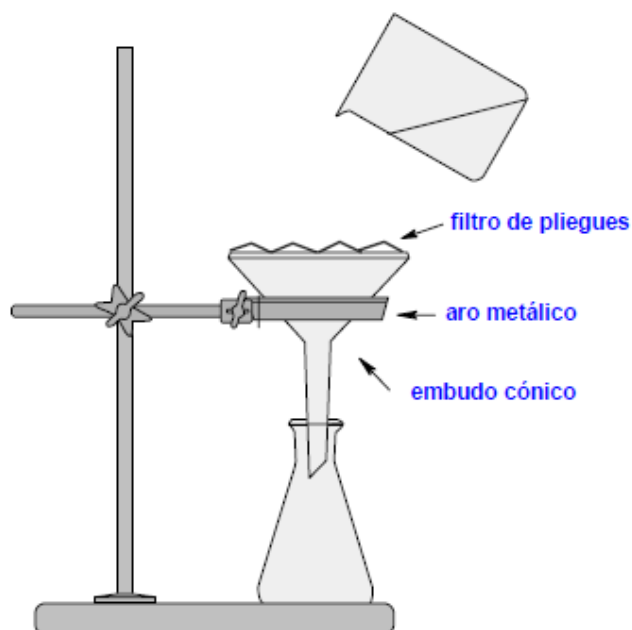
OPERACIONES BÁSICAS:

Filtración

La filtración es una operación que consiste en la separación de un sólido que se encuentra en el seno de un líquido. Existen dos procesos mediante los cuales llevarla a cabo:

a) Filtración por gravedad.

Este procedimiento se emplea cuando lo que se quiere desechar es el sólido, siendo el líquido la sustancia de interés. En este proceso, el sólido queda retenido en el papel de filtro colocado sobre un embudo cónico, mientras que la fase líquida es recogida en un matraz.

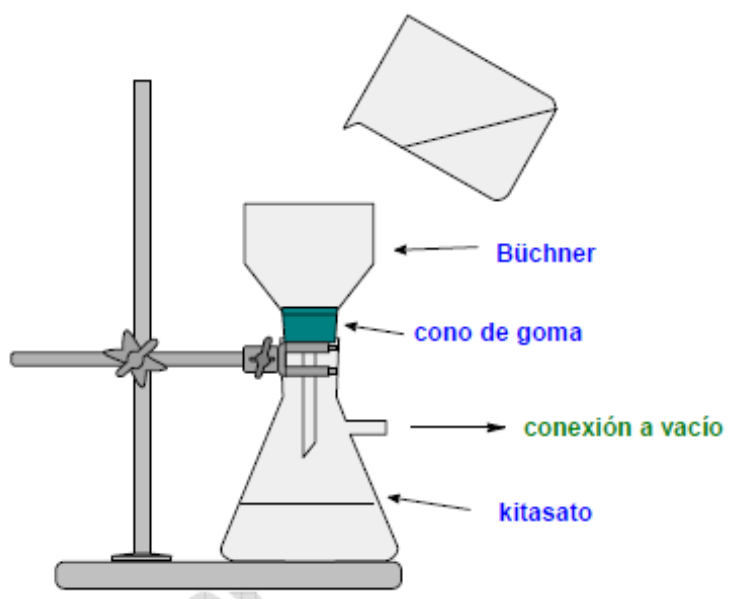


Esta técnica se suele usar en procesos de recristalización así como a la hora de eliminar una sustancia desecante que hemos añadido sobre una disolución que contiene un disolvente orgánico.

b) Filtración por succión.

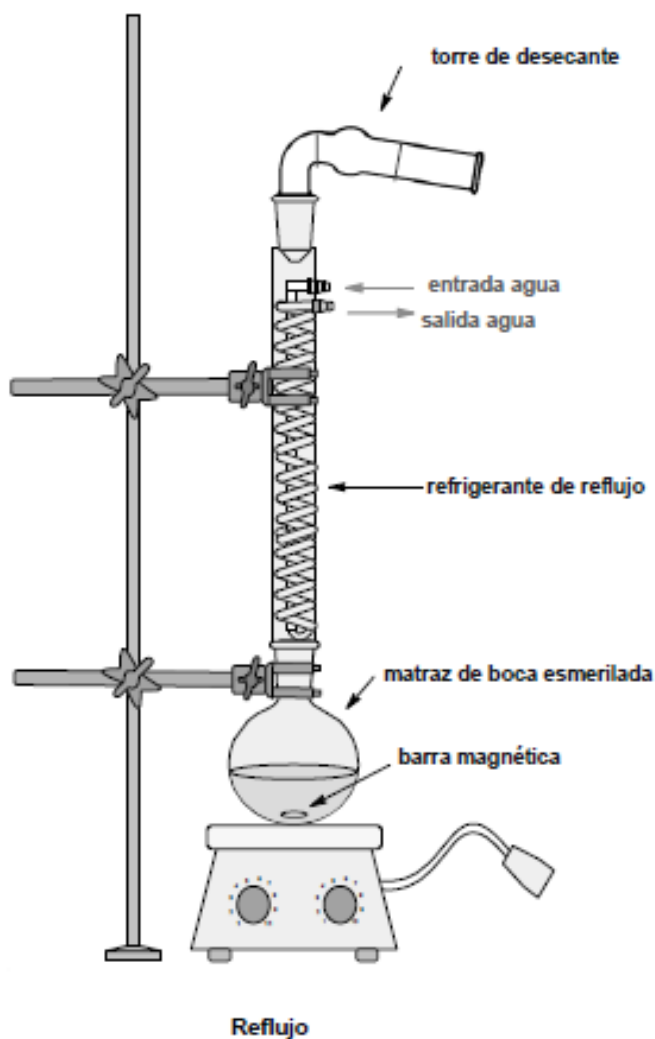
Esta operación de filtración se emplea cuando se desea recuperar un sólido contenido en el seno de la disolución. Normalmente se usa para separar cristales

obtenidos a partir de una disolución. Esta operación se realiza con el sistema Büchner-Kitasatos y la aplicación de vacío.



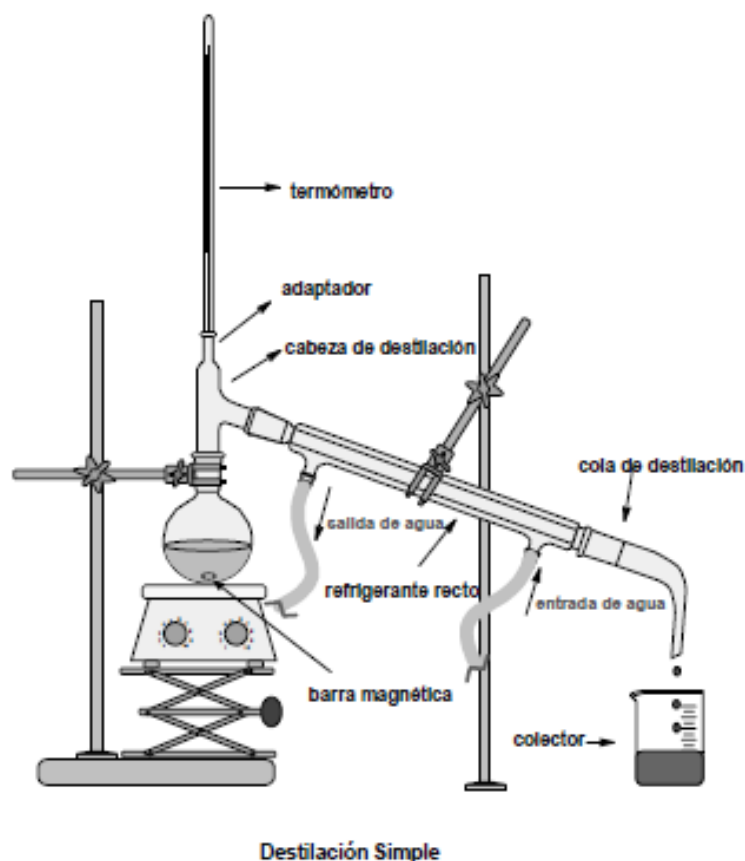
Sistema de Reflujo

Un número importante de reacciones en Química Orgánica se realizan empleando el dispositivo que se observa en la figura. Permite mantener disueltos y a una temperatura constante (la del punto de ebullición del disolvente) los reactivos. En este sistema, el disolvente se evapora al alcanzar la temperatura de ebullición (realmente siempre se emplea una temperatura unos grados superior a la de ebullición de la mezcla de reacción), condensa en el refrigerante de reflujo y vuelve al matraz de reacción, con lo que el volumen del disolvente no varía en todo el proceso. Actualmente, las reacciones que se realizan con el sistema de reflujo se hacen con agitación (usando una barra magnética agitadora), con lo que se evita que se produzcan salpicaduras. Además, para evitar la entrada de humedad en el seno de la disolución (sobre todo si esto es indeseable en la reacción), se coloca un tubo desecante en el extremo superior, el cual puede presentar diversos diseños.



Destilación Simple

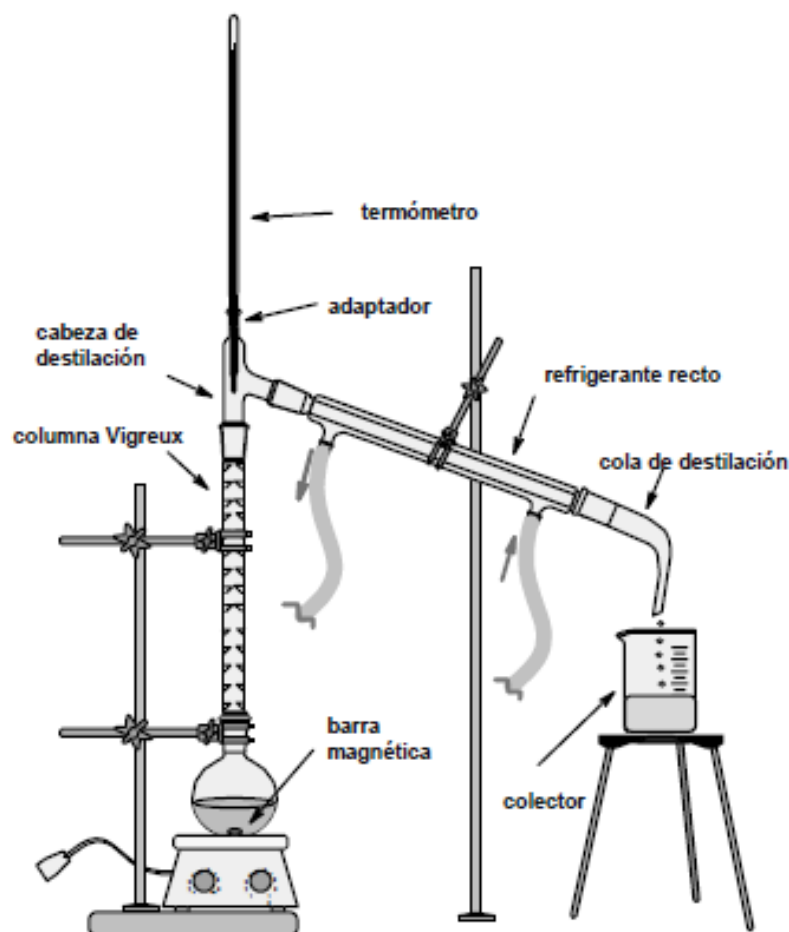
Este sistema de destilación se usa para la separación de líquidos que presentan puntos de ebullición inferiores a 150 °C (a presión atmosférica) de impurezas no volátiles, o de otros líquidos miscibles que tengan un punto de ebullición al menos 25 °C superior al primero de ellos.



Destilación con rectificación (o fraccionada)

Este segundo tipo de sistema de destilación se suele emplear para llevar a cabo la separación de mezclas de líquidos que, en este caso, difieren en menos de 25 °C en sus puntos de ebullición. Cada uno de los componentes separados de esta forma se denominan fracciones. Tal y como se observa en la figura, el montaje es muy similar al visto para el sistema de destilación simple, con la diferencia de que entre el matraz y la cabeza de destilación se coloca una columna de rectificación, la cual puede tener un diseño diverso (tipo vigreux, de relleno, etc.). Al calentar la mezcla, el vapor se va

enriqueciendo en el componente más volátil, que es el primero que asciende por la columna para así conseguir la separación.



Destilación con rectificación

Eliminación de disolventes a presión reducida: Uso del rotavapor

La eliminación de un disolvente para dejar en el interior del matraz la sustancia deseada se realiza bajo presión reducida en un dispositivo conocido por rotavapor (ver imagen). El fundamento de este dispositivo consiste en, mediante la aplicación de una presión negativa (vacío), disminuir el punto de ebullición del disolvente de la mezcla problema. Así, éste se evaporará (también se aplica calor para facilitar la evaporación), condensará en el refrigerante y será recogido en la bola colectora. Por su parte, la sustancia deseada (ya sea sólida o líquida), que normalmente tiene un punto de

ebullición bastante por encima al del disolvente, quedará en el matraz, habiéndose conseguido de esta manera la separación deseada.



Secado de Líquidos

Los procesos de síntesis y aislamiento de compuestos orgánicos generalmente conducen a la obtención de una disolución de dicho compuesto en un disolvente orgánico, contaminado con trazas de agua. Por ejemplo, en los lavados con disoluciones acuosas de una fase orgánica se produce normalmente la transferencia de parte del agua a la fase orgánica, debido a una miscibilidad parcial de la fase acuosa y la orgánica. También puede ocurrir que alguna reacción se realice en fase acuosa y sea necesario extraer el compuesto con un disolvente orgánico, para aislarlo y caracterizarlo adecuadamente.

En cualquier caso, para eliminar las trazas de agua presentes de manera indeseada en la fase orgánica, lo usual es tratar dicha fase con una sustancia o agente desecante. Los desecantes suelen ser sales inorgánicas anhidras que toman agua hasta hidratarse. Las más empleadas suelen ser CaCl_2 , CaSO_4 , MgSO_4 , K_2CO_3 o Na_2SO_4 , siendo esta última la que nosotros usaremos de manera casi exclusiva.

El desecante se deja en contacto durante unos minutos con la disolución y después se separa por filtración.

GUIONES DE LAS PRÁCTICAS

PRÁCTICA N° 1

Separación de los componentes de una mezcla mediante extracción líquido-líquido

Introducción

La extracción líquido-líquido es una de las operaciones más frecuentes en un laboratorio de Química Orgánica, dado que numerosas reacciones conllevan el empleo de esta técnica en la manipulación de las mismas para el aislamiento de los productos obtenidos.

Los ácidos carboxílicos y los fenoles pueden reaccionar con bases tales como bicarbonato sódico, carbonato sódico o hidróxido sódico, cediendo un protón y formando los correspondientes aniones los cuales son solubles en agua. Por otro lado, las aminas generan iones solubles en agua por protonación, como las sales de amonio.

En esta práctica se procede a la separación de los componentes de una mezcla compuesta por naftaleno, p-cloroanilina y ácido benzoico que estará disuelta en un disolvente orgánico como el cloruro de metileno, basándonos en el carácter ácido o básico de los componentes de dicha mezcla.

Material necesario:

1 embudo de decantación	1 vaso de precipitados
3 erlenmeyer	1 büchner y kitasato
1 embudo cónico	1 probeta de 100 ml

Reactivos necesarios:

Disolución problema	Hidróxido sódico al 5% y al 10%
Ácido clorhídrico al 5% y 6N	Cloruro de metileno

Procedimiento

En un embudo de decantación de 250 ml, colocar 30 ml de la disolución problema. Añadir 20 ml de disolución de ácido clorhídrico al 5% y agitar vigorosamente. Dejar decantar y separar ambas capas. El proceso se repite de nuevo con nueva cantidad de ácido y finalmente se reúnen los extractos acuosos (Disolución A).

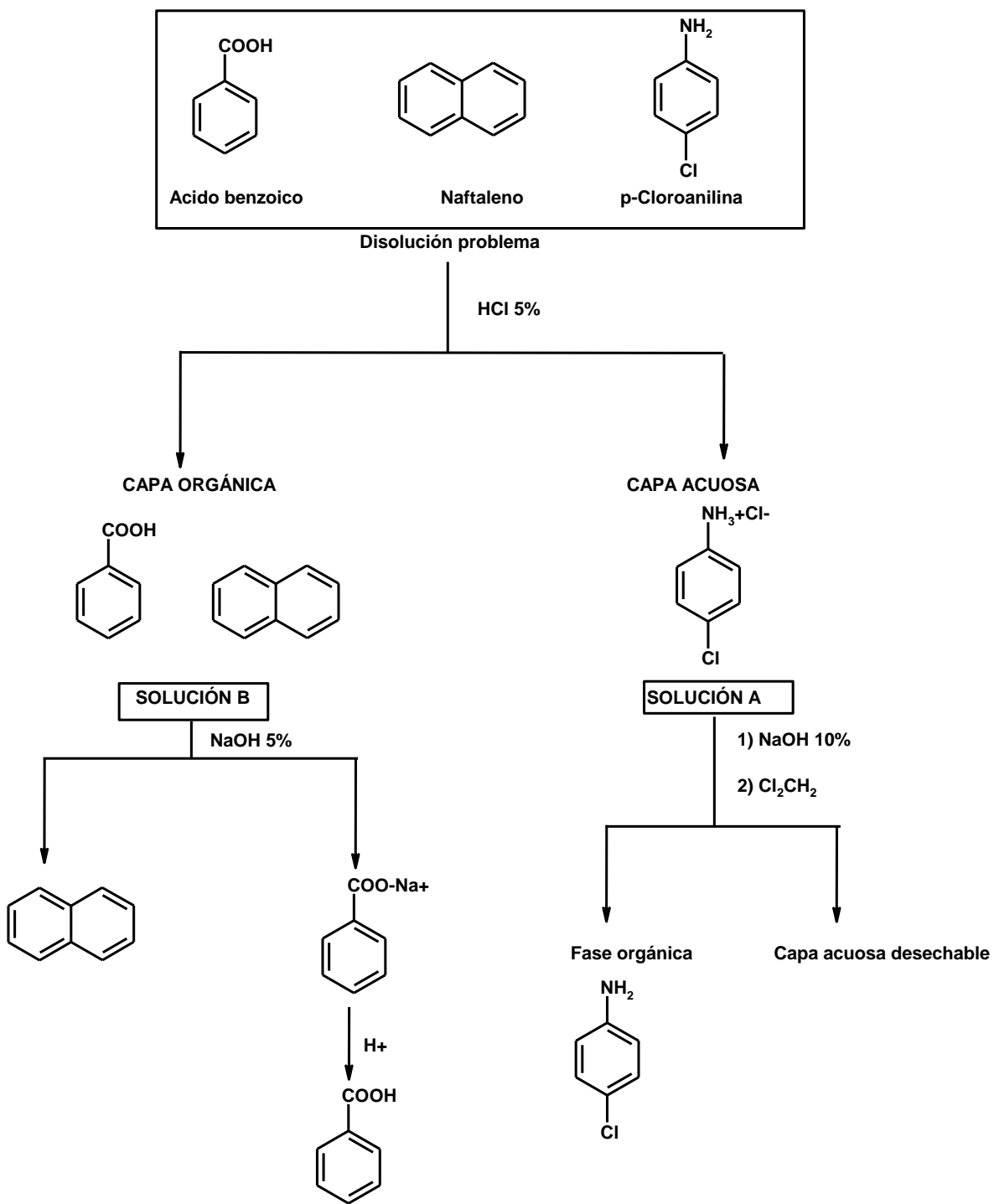
El extracto de cloruro de metileno anterior, se trata, como se ha indicado anteriormente, con dos porciones de 20 mL cada una de disolución de NaOH al 5%, reteniéndose finalmente estos extractos (Disolución B).

Finalmente la capa de cloruro de metileno (con la menor cantidad de agua posible, lo que exige buenas decantaciones en los proceso anteriores) se seca con sulfato sódico anhidro, durante 10 minutos y agitando. La disolución se filtra y se concentra a vacío, apareciendo naftaleno conforme se va concentrando la disolución.

Los extractos acuosos de ácido clorhídrico (Disolución A) se hacen básicos mediante la adición de pequeñas porciones de disolución de hidróxido sódico al 10%, enfriando la mezcla hasta temperatura ambiente si es necesario. Esta disolución básica se extrae con dos porciones de 10 mL cada una de cloruro de metileno, que una vez unidas, se secan sobre sulfato sódico anhidro, se filtran y se concentran a vacío, obteniéndose, en este caso, el componente básico de la mezcla, la p-cloroanilina.

Los extractos acuosos básicos (Disolución B) se acidifican por adición de pequeñas porciones de ácido clorhídrico 6N. La mezcla se enfría y el producto cristalino que aparece se filtra en un Büchner a vacío (comprobar sobre el filtrado que la adición de una pequeña cantidad de ácido clorhídrico no produce la aparición de más sustancia cristalina. Si apareciera, añadir un poco más de ácido y volver a filtrar sobre el mismo Büchner). Los cristales se lavan con 20 ml de agua fría y se secan dejando pasar una corriente de aire a través del sistema de filtración. Así se obtiene el ácido benzoico, componente ácido de la mezcla inicial.

Tanto el ácido benzoico como la amina se recrystalizan de agua. Sobre los productos recrystalizados y secos determinense los puntos de fusión correspondientes.



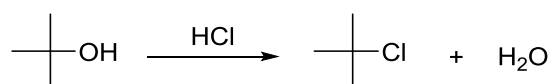
PRÁCTICA N° 2

Síntesis de cloruro de *t*-butilo mediante reacción de S_N1

Introducción:

La reacción de sustitución nucleofílica unimolecular (S_N1) es un ejemplo de reacción de sustitución típico de los haluros de alquilo (u otros derivados) que permite la sustitución de un buen grupo saliente por un nucleófilo adecuado, mediante un proceso por etapas. Implica la formación de un intermedio carbocatiónico, al contrario de lo que ocurre en los procesos de tipo S_N2, donde la reacción es concertada y no conlleva la aparición de un intermedio de reacción real. Es por ello que se trata de un proceso unimolecular, implicando solo al compuesto de partida de la misma en la velocidad del proceso

Como ejemplo de este tipo de reacciones, en la presente práctica se propone la realización de la reacción de S_N1 sobre el compuesto *tert*-butanol, usando como fuente de ácido y de nucleófilo ácido clorhídrico (HCl), para generar cloruro de *tert*-butilo. El esquema general de la reacción es el siguiente:

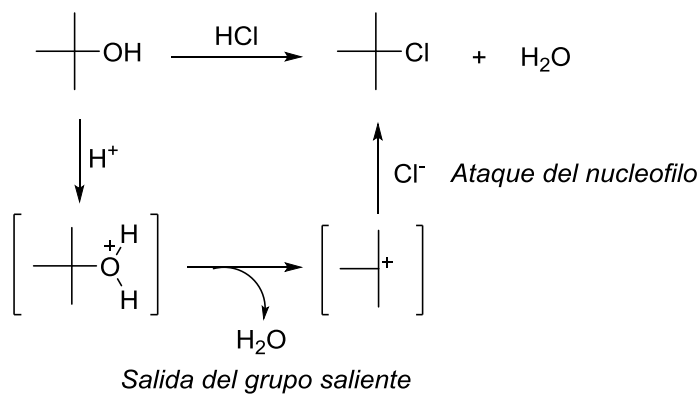


En esta reacción, el efecto del HCl es doble. Por un lado, promueve la protonación del grupo hidroxilo del *tert*-butanol para generar un buen grupo saliente. Por otra parte, aporta el nucleófilo de la reacción (Cl⁻), que reaccionará posteriormente con el carbocatión formado, generando el cloruro de *tert*-butilo.

Posteriormente, el producto de esta reacción debe ser purificado, para eliminar las impurezas producidas así como productos secundarios de la reacción de S_N1. Esto se realizará mediante la técnica de destilación simple (ver página 10).

Mecanismos de reacción:**Formación del haluro de alquilo**

En esta práctica realizaremos la síntesis de cloruro de *t*-butilo. Este compuesto lo obtendremos por reacción de *t*-butanol con ácido clorhídrico, siguiendo un mecanismo de tipo S_N1.

**Material necesario:****Preparación de cloruro de *t*-butilo.**

1 embudo de decantación de 250 mL	1 aro metálico
1 probeta de 100 mL	1 embudo
2 matraces de 250 mL	1 montaje de destilación simple

Reactivos necesarios:**Preparación de cloruro de *t*-butilo.**

<i>t</i> -Butanol	Ácido clorhídrico 12N
Disolución de K ₂ CO ₃ 5%	Sulfato sódico anhidro

Procedimiento experimental:**Preparación de cloruro de *t*-butilo**

Se toma un embudo de decantación de 250 mL y se coloca en un aro metálico situado en el interior de la vitrina extractora. Con la probeta, se mide el volumen correspondiente a 0.26 moles de *t*-butanol y se introducen en el embudo de

decantación. Posteriormente, se añaden muy lentamente 100 mL de disolución de HCl 12N, y se remueve lentamente para que se mezclen ambas fases.

A continuación, se agita vigorosamente durante 2 o 3 minutos de forma continuada, abriendo esporádicamente la llave del embudo de decantación para liberar los gases producidos y evitar sobrepresión. Posteriormente, se agita el embudo de decantación de forma esporádica durante un periodo de 10 minutos. Finalmente, se deja reposar la mezcla hasta separación nítida de las dos fases. Se desecha la fase acuosa, y la fase orgánica se lava a continuación con disolución de K_2CO_3 al 5% (2 x 10 mL), abriendo nuevamente la llave del embudo durante la agitación para evitar sobrepresión. A continuación, se transfiere la fase orgánica a un matraz Erlenmeyer de 250 mL y se seca con Na_2SO_4 anhidro. El desecante se elimina por filtración.

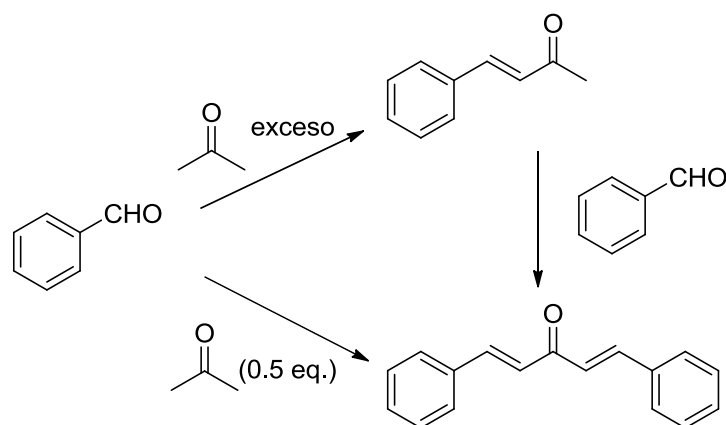
El fluido obtenido se transfiere a un matraz de fondo redondo de 50 mL sobre el que se coloca el montaje estándar de destilación simple. Se calienta con placa calefactora, y se recogen dos fracciones. Una primera fracción con las primeras gotas de destilado (que se desecha) y una segunda fracción sobre un matraz tarado previamente. Se pesa esta segunda fracción, se calcula el rendimiento de cloruro de *t*-butilo obtenido y se emplea dicho producto en el siguiente paso.

Cálculo de cantidades necesarias:

Reactivo	Cantidad (g)	PM (mg/mmol)	mol	Volumen (mL)	Densidad (g/mL)	Equivalentes
<i>t</i> -Butanol		74.12	0.26		0.775	1
HCl 12N		36.5		100 mL		
Cloruro de <i>t</i> -butilo		92.57			0.84	

PRÁCTICA N° 3**Síntesis de cetonas α,β -insaturadas: reacción de Claisen-Schmidt****Introducción:**

La reacción de Claisen-Schmidt es un tipo de condensación aldólica consistente en la síntesis de cetonas α,β -insaturadas por condensación de un aldehído aromático con una cetona. Como el aldehído aromático no presenta átomos de hidrógeno en la posición α respecto al grupo carbonilo, no puede sufrir el fenómeno de autocondensación, pero sí es capaz de reaccionar fácilmente con la cetona presente en el medio. El aducto inicial de la condensación no puede ser aislado ya que deshidrata espontáneamente bajo las condiciones de reacción empleadas. La cetona α,β -insaturada así obtenida también presenta átomos de hidrógeno reactivos y puede condensar con una segunda molécula de aldehído. Dependiendo de la cantidad de cetona utilizada se puede optimizar la formación de los productos mono- y doblemente condensados, respectivamente, que se distinguen atendiendo a sus propiedades físicas y espectroscópicas.



La formación del derivado procedente de la mono-condensación se produce añadiendo un gran exceso de cetona, que evita o minimiza el posible segundo paso de condensación. Sin embargo, cuando se quiere obtener de manera directa el derivado doblemente condensado se utiliza el doble de cantidad del aldehído respecto a la cetona, en presencia de un exceso de EtOH que permite que el derivado inicial dure el tiempo

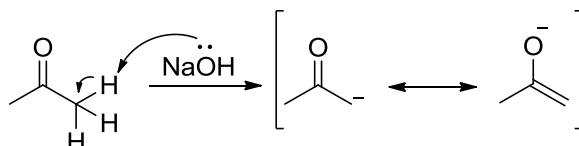
suficiente para reaccionar con una segunda molécula de aldehído y generar así el correspondiente producto de doble condensación.

En nuestro caso, realizaremos la preparación del compuesto dibencilidenacetona (dba), usando como reactivos de partida benzaldehído y acetona.

Mecanismos de reacción:

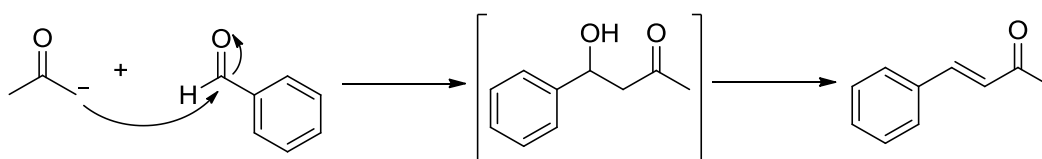
a) Formación del enolato de la acetona

Cuando se trata acetona en presencia de un medio básico fuerte (NaOH 10%) se produce la desprotonación de la misma, por abstracción de un átomo de hidrógeno en posición relativa α del grupo carbonilo por parte de la base, generando el correspondiente anión enolato:



b) Adición del enolato de la acetona sobre el benzaldehído

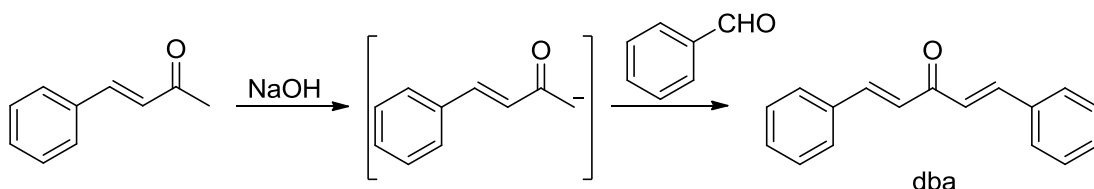
Una vez formado el anión enolato de la acetona, éste se adiciona sobre el grupo carbonilo del benzaldehído, produciéndose de forma inmediata la deshidratación (crotonización) del producto obtenido:



Se genera el producto de mono-condensación (bencilidenacetona).

c) Preparación de la dibencilidenacetona (dba)

Los dos pasos anteriores se repiten de igual forma sobre la segunda posición α disponible de la acetona, para generar el producto de doble condensación, la dibencilidenacetona (dba).

**Material necesario:**

1 matraz esférico de 100 mL

1 matraz Erlenmeyer de 100 mL

Jeringas de 1 y 3 mL

1 barra agitadora

1 büchner

1 kitasatos

Reactivos necesarios:

Benzaldehído

Acetona

Hidróxido sódico

Etanol

Acetato de etilo

Procedimiento experimental:

Por un lado, en el matraz Erlenmeyer de 100 mL se añaden las lentejas de hidróxido sódico y se disuelven en 25 mL de agua. A continuación, se añade el etanol, agitando ligeramente. Si la mezcla se calienta, enfriar con un baño de agua.

Por otra parte, el matraz esférico de 100 mL se coloca en una placa agitadora y se le añaden las cantidades correspondientes de acetona y benzaldehído (calcular en la tabla correspondiente) utilizando las jeringas adecuadas, además de una barra magnética agitadora. A continuación, se añade la disolución etanólica alcalina preparada previamente y la mezcla se agita durante 15 min a 20-25 °C (colocar un baño de agua para ello). Posteriormente, el precipitado obtenido se filtra por succión, lavando con agua fría para eliminar los restos de base. Se seca el producto lo mejor posible a vacío y colocándolo en un papel de filtro para absorber la mayor cantidad de humedad. Finalmente, se pesa y se calcula el rendimiento de la dibencilidenacetona (dba) impura. Para obtener dba pura y cristalina, el compuesto obtenido se somete a recristalización en acetato de etilo (utilizar 2.5 mL de acetato de etilo por cada gramo de dba) y calcular el rendimiento y el punto de fusión para el producto puro.

Cálculo de cantidades necesarias:

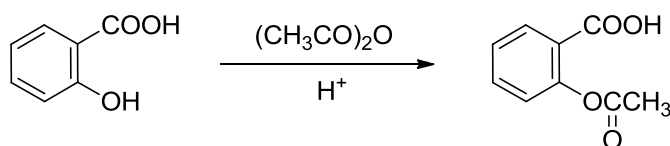
Reactivo	Cantidad (g)	PM (mg/mmol)	mol	Volumen (mL)	Densidad (g/mL)	Equivalentes
Acetona		58.1	0.0122		0.791	1
Benzaldehído		106.12			1.04	2
Hidróxido sódico		40				5.1
Etanol				20 mL		
Dibencilidenacetona		234.29				

PRÁCTICA N° 4**Síntesis de la aspirina****Introducción:**

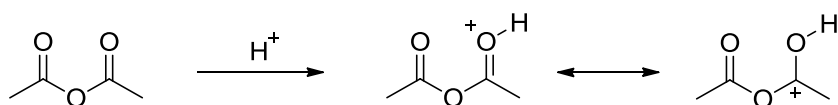
Aspirina es el nombre del fármaco con el que, la casa Bayer, comercializó por primera vez el ácido acetilsalicílico. Este ácido se obtiene a partir de ácido salicílico, presente en la naturaleza en el sauce blanco (*Salix alba*); la corteza y hojas de este árbol han sido usadas desde muy antiguo con fines medicinales. El ácido salicílico se aisló de la corteza de sauce en 1828 por Johann Buchner fue sintetizado por primera vez por Charles Frédéric Gerhardt en 1853, aunque con baja pureza. En 1897, Felix Hoffmann, investigador de Bayer, consiguió sintetizar este ácido con gran pureza, comenzando poco después su comercialización.

Esta sustancia actúa fundamentalmente como analgésico, antipirético, antiinflamatorio y antiagregante plaquetario, aunque presenta inconvenientes como son la posibilidad de irritación de la mucosa gástrica y la disminución de la capacidad de coagulación de la sangre.

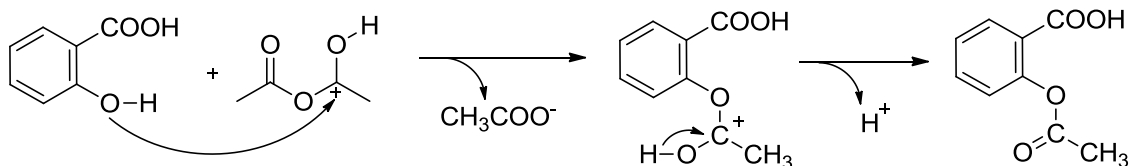
El ácido acetilsalicílico se sintetiza a partir de ácido salicílico y anhídrido acético, en medio ácido.

**Mecanismos de reacción:**

En primer lugar se produce la protonación del anhídrido acético, lo cual aumenta la electrofilia de este compuesto:



Posteriormente, los electrones del oxígeno del fenol del ácido salicílico se adicionan sobre al carbocatión que hemos generado en el anhídrido acético, con liberación de un grupo acetato. El ácido acetilsalicílico se obtiene tras la desprotonación del intermedio obtenido.

**Material necesario:**

1 matraz esférico de 100 mL	1 refrigerante de reflujo
1 torre desecante	1 baño de agua
1 placa y barra agitadora	1 büchner y kitasato
1 vaso de precipitados	1 baño de hielo
1 erlenmeyer de 100 mL	1 embudo cónico

Reactivos necesarios:

Ácido salicílico	Anhídrido acético
Ácido fosfórico (85%)	Etanol

Procedimiento experimental:

PRECAUCIÓN: Debido al carácter irritante y lacrimógeno del anhídrido acético, realizar la práctica en la vitrina.

Se añaden 0.022 moles de ácido salicílico en un matraz esférico de 100 mL y se agregan 3 equivalentes de anhídrido acético y luego de 6 a 8 gotas de ácido fosfórico 85%. Al matraz se le acopla un refrigerante de reflujo y se calienta en un baño de aceite a 70-80 °C durante 15 min. A continuación, se aparta el matraz del baño y se añade gota a gota alrededor de 1 mL de agua, agitando después de cada adición. (Nota: el anhídrido acético reacciona violentamente con el agua y la mezcla puede salpicar). Una vez adicionado el primer mililitro de agua pueden añadirse rápidamente otros 20 mL de la misma. El matraz se enfría en un baño de hielo, con lo que el producto debe de comenzar a precipitar, y una vez precipitado se recoge por filtración a vacío. El matraz y el producto se lavan con una pequeña cantidad de agua fría.

El ácido acetilsalicílico puede purificarse por recristalización en una mezcla de disolventes. Se coloca la aspirina obtenida en un erlenmeyer de 100 mL y se añaden de 8 a 10 mL de etanol. Se calienta suavemente hasta total disolución, y a

continuación se añade lentamente 25 mL de agua continuando la calefacción hasta que la disolución entre en ebullición. Se filtra en caliente con un embudo cónico y el filtrado se deja reposar, al enfriar deben de ir apareciendo cristales, los cuales, como antes, se recogen por filtración a vacío, y se lavan con una pequeña cantidad de agua fría.

Para comprobar la pureza del producto sintetizado se realiza una cromatografía en capa fina, utilizando el producto de partida y la aspirina comercial como referencias. Se deja secar durante 24 horas, se pesa para calcular el rendimiento y se mide su punto de fusión (138-140 °C).

Cálculo de cantidades necesarias:

Reactivo	Cantidad (g)	PM (mg/mmol)	mol	Volumen (mL)	Densidad (g/mL)	Equivalentes
Ácido Salicílico		138.12	0.022			1
Anhídrido acético		102.09			1.08	3
Ácido acetilsalicílico		180.16				

Bibliografía

- Práctica 2:

a) A. I. Vogel. "Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry", Revised by B. S. Furniss, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith, A. R. Tatchell, 5th Ed. Longman Scientific & Technical, **1989**. ISBN: 0-582-46236-3; b) J. Isac García, J. A. Dobado, F. G. Calvo-Flores, H. Martínez-García, "Experimental Organic Chemistry: Laboratory Manual", Academic Press, **2016**. ISBN: 978-0-12-803893-2.

- Práctica 3:

L. M. Harwood, C. J. Moody, J. M. Percy, "Experimental Organic Chemistry. Standard and Microscale.", 2nd Ed. Blackwell Science Ltd., **1999**. ISBN: 0-632-04819-0.

- Práctica 4:

a) J. A. Olmsted III, *J. Chem. Educ.* **1998**, 75, 1261; b) J. Isac García, J. A. Dobado, F. G. Calvo-Flores, H. Martínez-García, "Experimental Organic Chemistry: Laboratory Manual", Academic Press, **2016**. ISBN: 978-0-12-803893-2.

