

OPERACIONS BÀSIQUES DE LABORATORI

José Barbosa Torralbo
Enrique Grosche Martínez
Santiago Hernández Cassou
Miquel Seco García
Dolores Velasco Castrillo

Facultat de Química

OPERACIONS BÀSIQUES DE LABORATORI

José Barbosa Torralbo
Enrique Grosche Martínez
Santiago Hernández Cassou
Miquel Seco García
Dolores Velasco Castrillo

Facultat de Química

Publicacions i Edicions



UNIVERSITAT DE BARCELONA



ÍNDEX

Introducció

L'assignatura en el marc del Pla d'estudis.....	1
Objectius.....	3
Planificació del desenvolupament de l'assignatura.....	5
Avaluació.....	5
Agraïments.....	6
1. Generalitats	
1.1 Símbols de perillositat.....	7
1.2 Normes de seguretat dins el laboratori.....	9
1.3 Noms químics comuns.....	10
1.4 Descripció de l'utilatge de laboratori.....	11
1.5 Diccionari bàsic de l'utilatge químic.....	15
1.6 Neteja del material de laboratori.....	17
1.7 Diari de laboratori.....	18
1.8 Vídeos relacionats amb les operacions bàsiques de laboratori.....	21
1.9 Bibliografia.....	22
2. Recristal·lització de l'alum ordinari.....	23
3. Obtenció de PbCrO_4 per precipitació.....	25
4. Obtenció d'aigua desionitzada per bescanvi iònic.....	27
5. Purificació de iode per sublimació.....	30
6. Manipulació d'un gas.....	32
7. Reaccions químiques en tub d'assaig.....	34
8. Volumetria.....	37
9. Síntesi de l'aspirina.....	41
10. Preparació de l'òxid de crom(III) per reacció en estat sòlid.....	43
11. Separació de barreges líquides per destil·lació.....	45
12. Obtenció de gasos al laboratori: obtenció de clor i de diòxid de carboni.....	48
13. Extracció de la cafeïna d'una beguda de cola.....	51
14. Reacció a reflux: síntesi d'acetat d'isoamil (oli de plàtan).....	54
15. Determinació de la composició d'una barreja de productes per cromatografia en capa fina.....	56
16. Determinació de la concentració d'una dissolució per colorimetria.....	58

INTRODUCCIÓ

L'assignatura en el marc del Pla d'estudis

Dintre del procés de reforma dels ensenyaments que porta implícit impartir els nous plans d'estudi a la Facultat de Química de la Universitat de Barcelona, vàrem creure que l'aplicació del Pla d'estudis de 1992 era un moment molt adient per plantejar-nos una reforma profunda de les classes pràctiques a cursar.

El treball que presentem és el text guia de l'assignatura d'Operacions Bàsiques de Laboratori, que s'imparteix en la nostra Facultat en el primer semestre des del curs 1992-93. Aquesta assignatura forma part del nou pla d'estudis de la Llicenciatura en Química de la Universitat de Barcelona.

L'experiència en impartir classes pràctiques demostra que l'existència d'un manual de laboratori pot ser de gran utilitat per als alumnes. Un manual de pràctiques facilita la tasca del professor i de l'alumne, ja que allibera una part del temps de la dedicació del professor, que així pot atendre altres tipus de dubtes i conduir l'alumne a una discussió més aprofundida sobre altres temes relacionats amb cada experiència proposada, i d'altra banda permet que aquest disposi d'una informació bàsica que té sempre al seu abast i que pot ampliar amb la bibliografia recomanada i amb les orientacions del professor.

Hem de subratllar que l'assignatura Operacions Bàsiques de Laboratori és una assignatura que s'imparteix en la seva totalitat mitjançant classes pràctiques en el laboratori, amb una qualificació i la consegüent acta única i que per tant té una qualificació independent de qualsevol altra assignatura teòrica o pràctica. Aquest fet ja representa per si mateix una innovació important respecte als plantejaments tradicionals, en que les classes pràctiques de laboratori només constitueixen una part d'una assignatura que també inclou classes teòriques, i, és la qualificació d'aquestes últimes les que en general determinen la qualificació final.

Creiem que és important destacar que l'assignatura Operacions Bàsiques de Laboratori és l'única assignatura de classes pràctiques de laboratori de la branca de Química que s'imparteix en el primer i segon semestre del pla d'estudis de 1992 de la Llicenciatura de Química de la Universitat de Barcelona. De tota manera són nombroses les classes pràctiques de laboratori que s'imparteixen en la resta del semestre de la Llicenciatura, cosa que reflecteix d'aquesta manera l'opinió generalitzada de la nostra Facultat que, en el pla d'estudis a desenvolupar, les classes pràctiques han de presentar un pes específic considerable.

El caràcter únic de l'assignatura Operacions Bàsiques de Laboratori en el context del Pla d'estudis obliga a uns plantejaments ambiciosos sobre el seu contingut, en produir-se, durant el seu desenvolupament, la primera estada dels alumnes en un laboratori universitari i, per desgràcia en massa ocasions, la primera estada en un laboratori. En efecte, el seu contingut ha de ser, segons el nostre entendre, integrat entre les diferents disciplines químiques de forma que completi, amb les assignatures teòriques que s'imparteixen en el primer i segon semestre, la formació química de

l'alumne. Així mateix, el desenvolupament de l'assignatura ha de mostrar les bases de la formació de l'alumne en aspectes tan fonamentals com l'adquisició de bons hàbits de treball en el laboratori, de forma que serveixi de base per a la resta de les assignatures de les classes pràctiques que s'imparteixen en el Pla d'estudis de 1992.

Tenint en compte que és una assignatura que no depèn específicament de cap disciplina teòrica, el seu desenvolupament s'ha de basar en els coneixements químics adquirits en l'ensenyament mitjà. Així, el professor s'ha de centrar més en com efectuar la pràctica que en el seu fonament teòric, per poder així evitar l'adquisició de mals hàbits que difícilment es poden eliminar posteriorment. En aquest context, l'assignatura no ha de primar la quantitat d'experiències a realitzar sinó la qualitat i l'aplicació en el treball desenvolupat ja que considerem que la pràctica s'obté per reiteració.

Tots els condicionaments exposats ens porten a considerar aquesta assignatura com a especialment important, de forma que es puguin assolir els objectius marcats amb un aprofitament pràctic dels recursos disponibles. Per això, i donat el caràcter integrat entre les diferents disciplines d'Operacions Bàsiques de Laboratori, en el Consell d'Estudis de la llicenciatura de Química es va creure oportú la creació d'una comissió multidisciplinària que desenvolupés la tasca de confecció d'un text guia de l'assignatura que recollís les innovacions didàctiques necessàries per a un desenvolupament eficaç. En aquesta línia és de destacar el suport institucional rebut per a la realització d'aquest treball. D'una banda des del Gabinet d'Avaluació i Innovació Universitària de la Universitat de Barcelona, que mitjançant un ajut rebut al projecte presentat en la seva convocatòria de 1992, ens va proporcionar els mitjans imprescindibles perquè el treball de la comissió es veiés reflectit en el text guia, com també els mitjans audiovisuals necessaris per a la impartició de les classes. D'altra banda, l'equip de govern de la mateixa Universitat de Barcelona ens ha permès disposar d'un pressupost extraordinari, dins el pla de posada en marxa de noves titulacions, totalment imprescindible per a l'adquisició de l'instrumental i material fungible necessari per a la impartició de l'assignatura d'Operacions Bàsiques de Laboratori.

Així doncs, l'elaboració del programa de l'assignatura i l'organització de les noves classes pràctiques s'ha realitzat mitjançant una comissió interdisciplinària, formada per un professor de cadascun dels departaments de Química Inorgànica, Química Analítica, Química Orgànica i Química Física, i pel cap d'Estudis de Química.

Dr. José Barbosa Torralbo. Cap d'Estudis de l'Ensenyament de Química de la Universitat de Barcelona. Catedràtic de Química Analítica.

Dr. Miquel Seco García. Adjunt al cap d'Estudis de l'Ensenyament de Química de la Universitat de Barcelona. Professor titular de Química Inorgànica.

Dr. Santiago Hernández Cassou. Col·laborador d'Estudis de l'Ensenyament de Química de la Universitat de Barcelona. Professor titular de Química Analítica.

Dra. Dolores Velasco Castrillo. Professora titular de Química Orgànica.

Dr. Enrique Grosche Martínez. Professor associat de Química Física.

Tots els membres de la comissió han estat professors de pràctiques de laboratori en els seus diferents graus d'especialitat i de dificultat (cursos d'introducció, superiors i d'especialització), com també encarregats directes i supervisors del desenvolupament de les classes pràctiques en els seus respectius departaments. Aquesta composició es va creure que era la més adient per oferir una visió àmplia i variada del que ha de constituir la nova assignatura i també

assegurava poder donar a aquesta el caràcter multidisciplinari i bàsic que es pretén com a assignatura de primer cicle, punt de partida per desenvolupar els coneixements pràctics superiors. Una vegada finalitzat el projecte de programa elaborat per la comissió, es va debatre en els departaments i després de considerar els comentaris aportats s'elaborà el programa final, que va ésser assumit per tots i cadascun dels Departaments implicats. Així doncs, presentem aquest text guia com el treball desenvolupat per la comissió després d'incloure les modificacions derivades de l'experiència en la impartició de l'assignatura en aquests primers tres anys des de la posada en marxa del nou Pla d'estudis.

No s'ha d'oblidar que a causa del mateix dinamisme de la tècnica aplicada a la química, aquesta assignatura ha de tenir un plantejament flexible, de forma que el seu contingut pugui adaptar-se a les necessitats que vagin sorgint en el futur.

Objectius

L'objectiu principal que es persegueix amb l'elaboració del text guia per a l'assignatura d'Operacions Bàsiques de Laboratori, impartida íntegrament mitjançant classes pràctiques, és l'adquisició per part de l'alumne de bons hàbits de treball en el laboratori, de manera que serveixi de pauta per cursar, amb el màxim aprofitament possible, les diferents assignatures pràctiques que componen el Pla d'estudis de la titulació de Química de la Universitat de Barcelona.

Des d'un punt de vista docent, la necessitat d'una relació professor/alumne suficientment alta és imprescindible per aconseguir els objectius prefixats. En una assignatura totalment experimental, aquest punt és crucial, tenint en compte, a més, que la qualificació final en gran part ha de ser fruit de l'avaluació quotidiana del treball de l'alumne i no solament d'una prova final.

La implantació de la nova assignatura respon a la necessitat de l'alumne de conèixer el millor possible quines són les metodologies que se segueixen i les tècniques que s'empren en els treballs que es realitzen en un laboratori de química. Aquest objectiu és imprescindible per poder desenvolupar les experiències pràctiques que se li exigiran en cursos superiors i en la seva vida professional.

Els objectius concrets més importants que es pretenen aconseguir es poden resumir en els punts següents:

- Coneixement de l'utilatge químic.
- Operacions més importants a realitzar en un laboratori.
- Realització de càlculs estequiomètrics senzills.
- Seguretat al laboratori.
- Tractament de residus.
- Confecció correcte d'un diari de laboratori.

Així doncs, el primer objectiu de l'assignatura és el coneixement de l'utilatge químic, els seus noms i l'aplicació o aplicacions que tenen les diferents versions d'un mateix utilatge en funció del treball a realitzar.

Una vegada conegut el material de laboratori, l'objectiu següent se centra en com s'apliquen aquests estris d'una manera pràctica en el que podríem definir com a operacions de laboratori. En aquesta fase, s'explica a l'alumne la forma correcta de treballar i els problemes que poden presentar-se en la manipulació i la conservació dels estris de laboratori. Les principals operacions bàsiques que s'han cobert en aquesta assignatura se citen a continuació:

Pesada
Centrifugació
Concentració de disolucions
Intercanvi iònic
Decantació
Dessecació

Destil·lació
Evaporació a sequedat
Filtració amb embut de Buchner
Filtració amb gresol filtrant
Manipulació de tubs d'assaig
Obtenció de gasos

Dilució	Preparació de dissolucions
Extracció	Recollida de gasos
Filtració amb paper	Utilització d'un reflux
Utilització del bec Bunsen	Utilització del material volumètric
Colorimetria	Precipitació
Cristal·lització	Control del punt d'ebullició
Cromatografia en capa fina	Recristal·lització
Control del punt de fusió	Utilització del rotaevaporador

Considerem que si l'alumne fa un bon aprenentatge d'aquestes operacions bàsiques, estarà preparat correctament per desenvolupar profitosament les pràctiques de les matèries que se li impartiran posteriorment, que lògicament presentaran un major grau de dificultat.

Un altre punt que es pretén abordar és el relacionat amb la seguretat en el laboratori. És evident que en qualsevol laboratori químic es treballa amb substàncies que són perilloses per a la seguretat personal i dels altres. De l'experiència dels professors que han impartit pràctiques de laboratori es despren que sempre hi ha, pel cap baix, un accident en qualsevol grup de pràctiques, especialment en els primers cursos. Cal doncs ensenyar i mentalitzar a l'alumne sobre aquests perills i sobre quina és la manera d'evitar-los. Com a exemple, cal subratllar la prohibició estricta de la permanència (o entrada) en el laboratori d'alumnes o professors sense ulleres de seguretat. S'ha d'incidir en la coneixença del nivell de perillositat de les substàncies més comunes i la manera de poder actuar ràpidament en cas d'accident. Ara bé, no tan sols la perillositat és deguda a l'existència de productes químics tòxics. El treball de laboratori comporta intrínsecament la manipulació d'estris de materials diversos, freds i calents. Un dels materials més comuns en els laboratoris és el vidre. Com tothom coneix, es tracta d'un material dur però fràgil, i s'ha de conèixer el seu comportament, tant en fred com en calent, per tal de conservar-lo i que no es trenqui. La conservació i cura del material de vidre és molt important, ja que en cas contrari es pot trencar en el curs d'una reacció i, a banda de les qüestions econòmiques, es pot vessar el seu contingut, la qual cosa és molt perillosa pel químic pels danys que li pot causar.

De tot el que s'ha dit anteriorment es deriva la necessitat de donar uns coneixements bàsics de primers auxilis al laboratori, que han de ser exposats en forma de normes concretes i d'actuació ràpida. La Comissió d'Higiene i Seguretat de la Universitat de Barcelona ha editat un tríptic que recull d'una manera concisa totes les normes sobre el tema.

Un altre dels aspectes en què la docència de la química ha de ser més punyent és en el tractament dels residus que s'obtenen de tota reacció química. El químic ha de ser conscient de la seva responsabilitat davant d'aquest tema. El més adient és crear un hàbit, des del primer dia, sobre la importància d'aquesta qüestió i que l'alumne aprengui què és el que es pot llençar, com i a on. Per això s'han col·locat diferents contenidors en el laboratori amb el fi de recollir els diferents residus sòlids, dissolvents orgànics, àcids, bases, vidre trencat, etc.

L'últim objectiu que es pretén abordar és que l'alumne adquireixi l'hàbit de recollir en una llibreta totes les activitats realitzades al laboratori. Aquest hàbit és molt important ja que és l'únic lloc on restaran tots i cadascun dels passos realitzats, les quantitats emprades, les incidències i qualsevol fet que s'hagi observat fora del previst. Per un químic, el diari de laboratori és fonamental, tant en un treball d'investigació, com en feines rutinàries. És l'únic lloc on trobarem les dades que *a posteriori* podrem estudiar en cas que els resultats no siguin els esperats. A partir d'aquestes dades podrem analitzar la feina feta i esbrinar on s'ha produït l'error.

Planificació del desenvolupament de l'assignatura

Els coneixements que s'imparteixen en aquesta assignatura presenten dos vessants: un d'un clar contingut expositiu i l'altre de contingut totalment pràctic. La primera part dona a l'alumne la visió dels aparells i estris que posteriorment utilitzarà en el laboratori. El desenvolupament del contingut de l'assignatura es realitza mitjançant la visió de cintes de vídeo, exposicions del professor i treball de manipulació de l'alumne. Com és de suposar, aquest últim punt és el que comporta el major nombre d'hores en el conjunt de la disciplina. Tot això ve complementat amb sessions de discussió de resultats.

La visió de vídeos especialitzats en l'utilatge químic i la seva manipulació cobreix la part expositiva de l'assignatura. Aquesta part és complementada per explicacions del professor intercalades en el moment del visionat de les cintes. L'oferta de vídeos en aquest camp de la química és suficientment àmplia com per cobrir les necessitats que exigeix l'assignatura.

Una vegada superada la part expositiva es passa a l'experimentació pràctica per part de l'alumne en el laboratori. Com s'ha comentat anteriorment, aquesta part cobreix el major temps de l'assignatura i se centra en la utilització pràctica de l'utilatge descrit. El desenvolupament es realitza en forma de mòduls que cobreixen una operació bàsica o bé diverses concatenades. Aquests mòduls presenten una dificultat gradual en la seva realització de forma que els primers es basen en manipulacions senzilles i els últims impliquen la utilització d'equips més sofisticats.

L'organització de l'assignatura, en la Facultat de Química de la Universitat de Barcelona, presenta certes complicacions a causa de l'alt nombre d'alumnes implicats (aproximadament 500) i a les disponibilitats horàries dels laboratoris. Per impartir l'assignatura es disposa de dos laboratoris amb una capacitat per a 40 alumnes cadascun. Els alumnes estan distribuïts en grups de matí i tarda de forma que cada taquilla s'utilitza per emmagatzemar el material corresponent per que puguin treballar dos alumnes. Amb una bona distribució rotatòria de les pràctiques a realitzar per cada alumne, s'aconsegueix un estalvi considerable de l'instrumental i utilatge necessaris per al desenvolupament de les classes pràctiques.

Les pràctiques es realitzen individualment i cada grup d'alumnes realitza 60 hores de pràctiques. El grup està dirigit per tres professors, dels quals com a mínim un ha de ser professor ordinari. Aquest professor és el responsable directe i el que finalment firma les actes corresponents a aquest grup.

De tots els professors responsables, un actua com a coordinador de tota l'assignatura i al llarg del curs convoca les reunions pertinents per coordinar els objectius i les formes d'actuació davant de casos concrets, i establir els horaris i els punts a tenir en compte en l'avaluació final. El coordinador és nomenat anualment pel cap d'Estudis.

Avaluació

Com ja ho hem reflectit, l'avaluació dels alumnes que cursen aquesta assignatura s'ha de fer mitjançant un control continuat de la feina realitzada i no únicament mitjançant una prova final. El control continuat per part del professorat serveix tant per ensenyar d'una manera crítica a l'alumne la forma correcta de treballar, com per poder constatar l'aprenentatge i assimilació dels diversos conceptes per part dels estudiants. Considerem que en el moment en què l'alumne observi que el seu treball està sent controlat constantment pel professor intentarà millorar i optimitzar la seva forma de treballar en el laboratori, i complirà d'aquesta manera els objectius marcats. D'altra banda, el fet que hi hagi una qualificació específica fa que l'alumne presenti un interès més gran per l'assignatura.

L'avaluació es realitza tenint en compte els paràmetres següents:

- Assistència (un màxim de tres faltes justificades)
- Actitud i constància
- Mètode de treball (control del diari de laboratori)
- Habilitat manual
- Comprensió (test final de comprensió)

Els quatre primers punts es valoren mitjançant el seguiment en el laboratori, encara que no els creiem suficients com per poder avaluar totalment l'alumne. Donades les característiques d'aquesta assignatura entenem que la comprensió del treball realitzat ha de tenir un cert pes en la qualificació final. És per això que es realitza un test final escrit, on es pregunten a l'alumne qüestions relacionades amb la manipulació en el laboratori així com qüestions sobre certs aspectes teòrics bàsics com ara càlcul de rendiments, concentracions, etc.

Agraïments

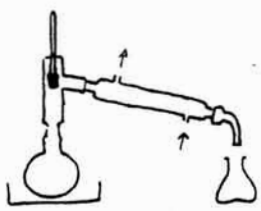
Finalment volem agrair a tots aquells companys que en aquests tres anys d'impartir aquesta assignatura ens han fet arribar suggeriments per millorar el text guia inicial. Estem segurs que aquests comentaris han estat un ajut inqüestionable per a l'optimització del contingut i del format d'aquest llibre.

Barcelona, abril de 1995

1.3 Noms químics comuns

<u>Nom comú</u>	<u>Nom sistemàtic</u>	<u>Fórmula química</u>
aigua oxigenada	peròxid d'hidrogen	H_2O_2
aigua règia	mescla d'àcid nítric i clorhídric	$\text{HNO}_3 + \text{HCl}$ (1:3 en volum)
alcohol	etanol	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$
alúmina	òxid d'alumini	Al_2O_3
aspirina	àcid acetilsalicílic	$\text{CH}_3\text{COOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$
bicarbonat de sodi	hidrogencarbonat de sodi	NaHCO_3
caç viva	òxid de calç	CaO
calomelans	clorur de mercuri(I)	Hg_2Cl_2
DDT	bis(p-clorofenil)tricloroetà	$(\text{C}_6\text{H}_4\text{Cl})_2\text{CHCCl}_3$
èter	diètilèter	$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$
èter de petroli	barreja d'hidrocarburs	$\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$ (n = 5-7)
freó	diclorodifluorometà	CCl_2F_2
guix	sulfat de calci dihidratat	$\text{CaSO}_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$
glicerina	glicerol	$\text{C}_3\text{H}_5(\text{OH})_3$
lleixiu	hipoclorit de sodi al 5 %	NaClO
marbre	carbonat de calci	CaCO_3
oli de plàtan	acetat d'isopentil	$\text{CH}_3\text{COOC}_5\text{H}_{11}$
potassa càustica	hidròxid de potassi	KOH
sal	clorur de sodi	NaCl
salfumant	àcid clorhídric 30 %	HCl
sfílica	diòxid de silici	SiO_2
sosa càustica	hidròxid de sodi	NaOH
sucre	sacarosa	$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$
tefló	polímer de tetrafluoroetilè	$(\text{C}_2\text{F}_4)_n$

Model de diari de laboratori

	data	títol																														
objectiu	29 de Setembre de 1992	Síntesi de $\text{trans-}[\text{RhCl}(\text{CO})(\text{PPh}_3)_2]$																														
equació	En aquesta síntesi, el compost $\text{RhCl}(\text{PPh}_3)_3$, conegut com a catalitzador de Wilkinson, reacciona amb <i>n</i>-heptaldehid en toluè per a produir $\text{trans-}[\text{RhCl}(\text{CO})(\text{PPh}_3)_2]$ i heptà segons: $\text{RhCl}(\text{PPh}_3)_3 + \text{C}_6\text{H}_{13}\text{CHO} \rightarrow \text{trans-}[\text{RhCl}(\text{CO})(\text{PPh}_3)_2] + \text{C}_6\text{H}_{14} + \text{PPh}_3$																															
reactius i procedència	Reactius i productes: <table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>P.M.</th> <th>P.E.(°C)</th> <th>densitat</th> <th>mmol</th> <th>pes/vol</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><i>n</i>-heptaldehid (M & M 2520/7)</td> <td>114,19</td> <td>153</td> <td>0,850</td> <td>0,372</td> <td>0,05 ml</td> </tr> <tr> <td>$\text{RhCl}(\text{PPh}_3)_3$ (20/9/92)</td> <td>925,23</td> <td>-</td> <td>-</td> <td>0,054</td> <td>50 mg</td> </tr> <tr> <td>Toluè (M & M) 437/2)</td> <td>92,14</td> <td>110</td> <td>0,867</td> <td>18,8</td> <td>2 ml</td> </tr> <tr> <td>$\text{trans-}[\text{RhCl}(\text{CO})(\text{PPh}_3)_2]$</td> <td>690,91</td> <td>-</td> <td>-</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> </tbody> </table>			P.M.	P.E.(°C)	densitat	mmol	pes/vol	<i>n</i> -heptaldehid (M & M 2520/7)	114,19	153	0,850	0,372	0,05 ml	$\text{RhCl}(\text{PPh}_3)_3$ (20/9/92)	925,23	-	-	0,054	50 mg	Toluè (M & M) 437/2)	92,14	110	0,867	18,8	2 ml	$\text{trans-}[\text{RhCl}(\text{CO})(\text{PPh}_3)_2]$	690,91	-	-	-	-
	P.M.	P.E.(°C)	densitat	mmol	pes/vol																											
<i>n</i> -heptaldehid (M & M 2520/7)	114,19	153	0,850	0,372	0,05 ml																											
$\text{RhCl}(\text{PPh}_3)_3$ (20/9/92)	925,23	-	-	0,054	50 mg																											
Toluè (M & M) 437/2)	92,14	110	0,867	18,8	2 ml																											
$\text{trans-}[\text{RhCl}(\text{CO})(\text{PPh}_3)_2]$	690,91	-	-	-	-																											
càlculs	$\frac{0,850 \text{ g/ml} \times 0,05 \text{ ml}}{114,19} = 0,372$ $\frac{50}{925,23} = 0,054$ $\frac{0,867 \times 1000}{92,14} = 18,8$																															
notes de seguretat	NOTA: Com que l'èter és un líquid inflamable, no farem servir cap flama, i donat que el <i>n</i>-heptaldehid té una olor penetrant treballarem dins la vitrina. EXPERIMENTAL I) Montem un aparell de destil·lació utilitzant un baló de 25 ml amb esmerlat 14/23, un capçal de destil·lació, un refrigerant tipus Liebig, i un col·lector acodat. Utilitzem greix de silicona per les juntes, i un termòmetre 0-200°C. 																															
quantitats dels reactius, material auxiliar i ordre d'addició	II) En el baló introduïm: 50 mg de catalitzador de Wilkinson, $\text{RhCl}(\text{PPh}_3)_3$ 2 ml de toluè (amb una pipeta) 0,05 ml de <i>n</i>-heptaldehid (amb una micropipeta graduable) 1 barra agitadora magnètica																															
		propietats físico-químiques pesos i volums descripció del material																														

57

III) Escalfem el bany amb un bany de sorra fins que arriba a un reflux suau (10,30 A.M.)

IV) Mentre que la destil·lació està en marxa, preparem una solució en un erlenmeyer de 25 ml utilitzant:

- 2 ml de toluè
- 0,05 ml de n-hexà
- tapem l'erlenmeyer per prevenir l'evaporació de l'hexà

V) El líquid que destilla el recollim en un erlenmeyer de 25 ml quan l'aigua deixa de destil·lar treiem el bany de sorra i el refredem.

Fem una cromatografia de gasos: destil·lat i de la solució anterior (Thermo-col, model A-2507) amb temperatura de forn de 155°C. Es confirma la presència d'hexà.

VI) La solució del bany de destil·lació es tracta amb 0,5 ml d'etanol i es refreda en un bany de gel. Els cristalls grossos els filtrem amb una placa del 2.

- contenim amb 3 gotes d'etanol
- contenim amb (0,5 ml d'etanol) i 1 ml d'èter
- asseguem i pesem: 25 mg

Totals: 13,0370 g
Placa: 13,0120 g
pes: 0,0250 g

rendiment

$$0,054 \text{ mmol RhCl(PPh}_3)_3 = \frac{1 \text{ mol RhCl(CO)(PPh}_3)_3}{1 \text{ mol RhCl(PPh}_3)_3} \times \frac{690,91 \text{ mg}}{1 \text{ mmol}} = 37,3 \text{ mg RhCl(CO)(PPh}_3)_3$$

$$\% \text{ Rendiment} = \frac{25 \text{ mg}}{37,3 \text{ mg}} \times 100 = 67\%$$

VII) Fem un punt de fusió dels cristalls: 196°C (d'acord amb el que es troba descrit a la bibliografia, 195-197°C)

Fem espectre d'infraroig i donem bandes de carbonil a 1760 i 1763 cm⁻¹ molt intenses (d'acord amb la bibliografia, Inorg. Synth 3(1966) 214)

NOTA

S'ha de vigilar la temperatura del bany de sorra perquè la solució bull empergament amb molta facilitat, agitant el capçal de destil·lació amb el pontell de que passi al refrigerant!

control de subproductes

manipulació

temps de reacció

correccions visibles

control del producte

9. SÍNTESI DE L'ASPIRINA

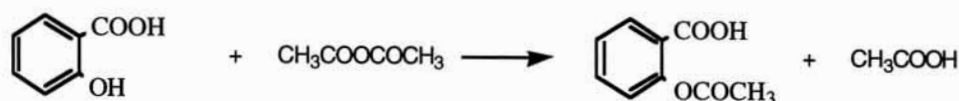
Objectius específics

Filtració amb embut de forma alemanya i embut de Büchner. Purificació d'un àcid orgànic. Determinació del punt de fusió com a mesura de puresa d'un producte. Utilització del dessecador de buit.

Introducció

L'àcid acetilsalicílic (àcid 2-etanoiloxibenzoic), comunament conegut com a aspirina, es pot preparar per esterificació de l'àcid salicílic (àcid 2-hidroxibenzoic) en medi àcid amb bons rendiments. L'àcid acetilsalicílic té propietats analgèsiques, és a dir, esmoreïdores del dolor, i també antipirètiques o antitèrmiques, que disminueixen o eliminen els quadres febrils.

Procediment experimental



Es pesen 2 g d'àcid salicílic cristal·litzat en un erlenmeyer de 100 ml net i sec i s'hi afegixen 5 ml d'anhidrid acètic ($d = 1,087 \text{ g/ml}$) i, a continuació, 5 gotes d'àcid sulfúric concentrat. La dissolució s'agita fins que l'àcid es dissol completament, i s'escalfa suaument en un bany de vapor a 80°C durant uns 10 o 15 minuts. Quan s'hagi refredat a temperatura ambient, es refreda a 0°C amb un bany de gel-aigua. En aquest punt es comença a veure la precipitació de cristalls; si no és així es pot afavorir la precipitació gratant amb compte les parets interiors de l'erlenmeyer amb una vareta de vidre. A continuació s'hi afegixen 50 ml d'aigua, s'agita la mescla de reacció durant un parell de minuts i es deixa reposar, tot mantenint la temperatura exterior a 0°C , a fi de completar el procés de cristal·lització. El producte sòlid que se separa es filtra amb un embut de Büchner, es renta amb aigua freda i s'asseca durant 10 minuts a l'aire (encara en el buchner i connectat a la trompa d'aigua). Assequeu una petita quantitat de producte (una punta d'espàtula), esteneu-la sobre un tros de plat porós i determineu el seu punt de fusió.

El producte es purifica de la forma següent: el sòlid que s'ha de purificar es passa a un vas de precipitats i es tracta lentament amb 25 ml d'una dissolució d'hidrogenocarbonat de sodi aproximadament al 10 % en pes fins que pari el bombolleig de CO_2 . Es filtra a través d'un filtre de plecs; el filtrat s'aboca lentament sobre una dissolució que contingui 3,5 ml d'HCl concentrat i 10 ml d'aigua i s'agita eventualment per homogeneïtzar la dissolució. La barreja es refreda en un bany de gel. El sòlid que es forma es filtra amb un embut de Büchner, es renta amb aigua a 0°C i s'asseca amb paper de filtre per eliminar la major part de l'aigua i després es deixa en el dessecador de buit⁽¹⁾ amb presència de pentòxid de fòsfor o de sulfat de calci anhidre⁽²⁾. Determineu el punt de fusió i el rendiment.

La puresa del producte pot comprovar-se aprofitant la reacció del clorur de ferro(III), que dóna una coloració violeta amb els compostos fenòlics (com l'àcid salicílic). Aquesta prova pot fer-se en dos tubs d'assaig que continguin respectivament una punta d'espàtula d'àcid acetilsalicílic i d'àcid salicílic. Es dilueixen amb 5 ml d'aigua i s'hi afegeixen unes gotes (5 o 6) de dissolució aquosa de clorur de ferro(III) a l'1 %.

Seguretat i residus

L'àcid sulfúric concentrat és corrosiu (C) i provoca cremades greus. En cas de contacte amb la pell, tracteu-lo immediatament amb aigua abundant. Compte amb el pentòxid de fòsfor, que és també un deshidratant fort. És corrosiu (C) i provoca cremades greus. En cas de contacte amb la pell renteu-vos immediatament amb aigua abundant. L'àcid salicílic (Xi) irrita la pell, els ulls i la part superior del sistema respiratori i membranes mucoses. L'anhídrid acètic (C) és corrosiu i altament irritant per a tots els teixits.

Qüestions

- a) Per què un cop afegits els reactius demanem que agiteu fins que es dissolen completament?
- b) Per separar l'àcid acetilsalicílic del medi de reacció filtrem amb un embut de Büchner. Seria igual utilitzar un embut de forma alemanya? Quin dels dos és l'idoni per a aquesta operació concreta i per què?
- c) Per què diem que el punt de fusió és un criteri de puresa?
- d) Per purificar l'àcid acetilsalicílic el tractem amb una dissolució de NaHCO_3 al 10 % i a continuació amb HCl concentrat. Expliqueu els fenòmens que hi observeu.
- e) Citeu alguns dessecants típics que s'utilitzen en un dessecador.

Observacions

- (1) Assabenteu-vos de com funciona un dessecador, i de com fer-hi i trencar-hi el buit.
- (2) Per poder aconseguir un bon asseccament de l'àcid acetilsalicílic cal fer un bon buit al dessecador i sobretot que el dessecant es trobi en bon estat. Per això caldrà canviar-lo tot sovint. Consulteu-ho amb el professor.