



UNIVERSIDAD  
DE MÁLAGA

# PRUEBAS SELECTIVAS

TÉCNICO ESPECIALISTA DE LABORATORIO  
–QUÍMICA ORGÁNICA–

---

(Resolución de 26 de junio 2019)

---

FASE DE OPOSICIÓN  
2º Ejercicio  
Málaga, 19 de diciembre de 2019



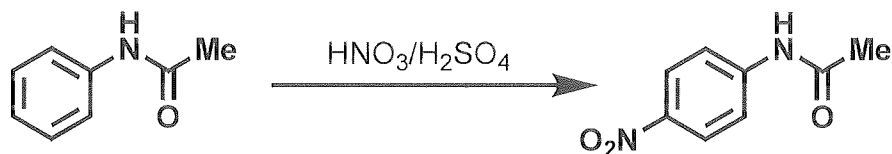
## PRUEBA SEGUNDA: EXAMEN PRÁCTICO

1) Se realizó en el laboratorio la síntesis de la *p*-nitroacetanilida por una reacción de nitración de acetanilida de acuerdo al procedimiento descrito en el **anexo I** adjunto. Obtenido el crudo de reacción, tras su precipitación en agua/hielo, y que se encontrará en la mesa de laboratorio, se pide que realice la purificación del producto, previo análisis del mismo para comprobar su grado de pureza. Igualmente, tras finalizar la purificación, aportar alguna información que confirme su pureza final.

2) El tratamiento del ácido salicílico con metanol en medio ácido generó el salicilato de metilo siguiendo el protocolo que se adjunta en el **anexo II**. Tras completar la reacción se dejó enfriar el crudo de reacción. Disponiendo sobre la mesa un matraz con el contenido de este crudo de reacción, se pide que continúe con la elaboración de acuerdo al protocolo descrito y, tras ello, realizar la purificación del producto. Indicar el rendimiento de la reacción sabiendo que se partió de 7 g de ácido salicílico e indicar la temperatura a la que destila el salicilato de metilo. Finalmente, con este último dato, indicar la presión a la que se ha realizado la destilación.

## ANEXO I

### Preparación de *para*-Nitroacetanilida a partir de Acetanilida



#### Reacción:

Nitración y sulfonación del benceno. Ataque electrófilo sobre derivados del benceno. Control de la regioselectividad por los sustituyentes. Síntesis de un derivado nitro-aromático por sustitución electrófila aromática (SEAr) de un derivado bencénico con un sustituyente activante.

#### Reactivos:

Acetanilida. Ácido sulfúrico concentrado. Ácido nítrico concentrado.

#### Técnicas:

Cristalización. Filtración. Punto de fusión. Cromatografía en capa fina.

#### Precauciones:

Los ácidos sulfúrico y nítrico concentrados son muy corrosivos. Evitar inhalar sus vapores. Manejar siempre en vitrina. Manipular con guantes y gafas de seguridad.

#### Procedimiento experimental:

En un vaso pequeño, se mezclan 7.5 mL de ácido sulfúrico concentrado y 3.4 g de acetanilida, añadida en pequeñas porciones y con agitación constante. Cuando se ha disuelto la acetanilida, se introduce el vaso en un baño con hielo picado y se deja enfriar.

Por otro lado, en un Erlenmeyer pequeño se mezclan 3 mL de HNO<sub>3</sub> y 3 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado, se enfrían y se añaden gota a gota sobre la disolución de acetanilida, procurando que la temperatura no sobrepase los 35 °C. Cuando se ha añadido todo el ácido, se saca el vaso del baño de hielo y se deja estar a temperatura ambiente durante unos diez minutos.

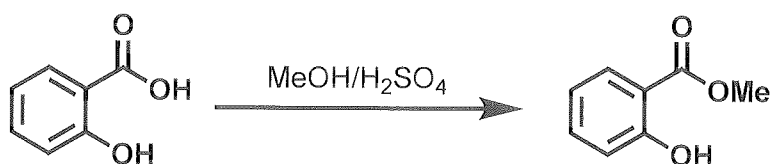
Transcurrido este tiempo, la mezcla de reacción se vierte lentamente sobre 50 mL de agua y 15 g de hielo. La mezcla se agita durante 5 min y el precipitado se recoge por filtración a vacío, lavándose a continuación con 2 x 30 mL de agua fría. (el lavado es más efectivo si el sólido se traslada a un vaso de precipitados, se adiciona el agua de lavado, se agita y se vuelve a filtrar). El producto se purifica por recristalización en metanol.

Comprobar la pureza del producto recristalizado.

Información: Eluyente recomendado para cromatografía en capa fina Tolueno:Acetato de Etilo 4:1.

## ANEXO II

### Preparación de Salicilato de Metilo a partir de ácido salicílico



#### Reacción:

Esterificación. Reactividad del grupo carboxilo.

#### Reactivos:

Ácido salicílico. Metanol. Ácido sulfúrico concentrado. Diclorometano.

#### Técnicas:

Calentamiento a reflujo. Extracción líquido-líquido. Eliminación de disolvente en el rotavapor. Destilación a vacío.

#### Precauciones:

El ácido sulfúrico causa quemaduras graves y es muy corrosivo. El metanol es tóxico por ingestión, inhalación o absorción por la piel. El diclorometano es narcótico en altas concentraciones.

#### Procedimiento experimental:

En un matraz de fondo redondo de 100 mL se mezcla 7 g de ácido salicílico y 20 mL de metanol. Se agita la suspensión y se va añadiendo gota a gota 7.5 mL de ácido sulfúrico concentrado. Terminada la adición se calienta a reflujo durante 1h. Una vez pasado el periodo de calentamiento, enfriar el matraz hasta temperatura ambiente.

A continuación se pasa el contenido del matraz a un embudo de decantación que contiene aproximadamente 140 mL de agua y se extrae con diclorometano (3 x 30 mL). La fase diclorometánica se lava con 60 mL de una disolución acuosa de bicarbonato sódico al 5%, se decanta y seca con sulfato magnésico anhidro. El diclorometano se elimina en el rotavapor, quedando un aceite que es salicilato de metilo.

El salicilato de metilo se purifica por destilación a vacío (p. eb. 222 °C a presión atmosférica, 145-150 °C a 15 mm de Hg).

Calcular el rendimiento de la reacción.