

# PRÁCTICA

# 1A

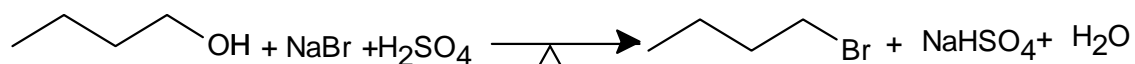
## DERIVADOS HALOGENADOS:

### OBTENCIÓN DE BROMURO DE *n*-BUTILO

#### I. OBJETIVOS

- Obtención de un haluro de alquilo primario a partir de un alcohol primario mediante una reacción de sustitución nucleofílica.
- Investigar el mecanismo y las reacciones competitivas que ocurren durante la reacción.

#### II. REACCIÓN



|                                   | <i>n</i> -Butanol | Bromuro de <i>n</i> -butilo |
|-----------------------------------|-------------------|-----------------------------|
| Masa molar (g/mol)                |                   |                             |
| Densidad (g/mL)                   |                   |                             |
| Punto de fusión o ebullición (°C) |                   |                             |
| Masa (g)                          |                   |                             |
| Volumen (mL)                      |                   |                             |
| Cantidad de sustancia (mol)       |                   |                             |

### III. MATERIAL

|                                   |   |                                      |   |
|-----------------------------------|---|--------------------------------------|---|
| Agitador de vidrio                | 1 | Portatermómetro                      | 1 |
| Anillo metálico                   | 1 | Probeta graduada 25 mL               | 1 |
| Colector                          |   | Recipiente de peltre                 | 1 |
| Columna Vigreux                   | 1 | Refrigerante                         | 1 |
| Embudo de adición                 | 1 | "T" de destilación                   | 1 |
| Espátula de acero inoxidable      | 1 | "T" de vacío                         | 1 |
| Manguera de hule para conexión    | 1 | Tapón esmerilado 14/23               | 1 |
| Mangueras p/refrigerante          | 2 | Tapón para matraz Erlenmeyer de 50mL | 1 |
| Matraz bola QF de 25 mL           | 1 | Tela de alambre c/asbesto            | 1 |
| Matraz Erlenmeyer de 50 mL        | 2 | Termómetro -10 a 400 °C              | 1 |
| Matraz Kitazato                   | 1 | Tubo de vidrio de 20 cm con manguera | 1 |
| Matraz pera de dos bocas de 50 mL | 1 | Vaso de pp de 250 mL                 | 1 |
| Mechero con manguera              | 1 | Vidrio de reloj                      | 1 |
| Pinzas de tres dedos con nuez     | 4 |                                      |   |

### IV. SUSTANCIAS

|                          |         |                            |         |
|--------------------------|---------|----------------------------|---------|
| Bromuro de sodio         | 14.0 g  | Hidróxido de sodio         | 20.0 g  |
| Disolución de NaOH al 5% | 10.0 mL | Alcohol <i>n</i> -butílico | 10.0 mL |
| Ácido sulfúrico conc.    | 10.0 mL | Sulfato de sodio anhidro   | 10.0 g  |

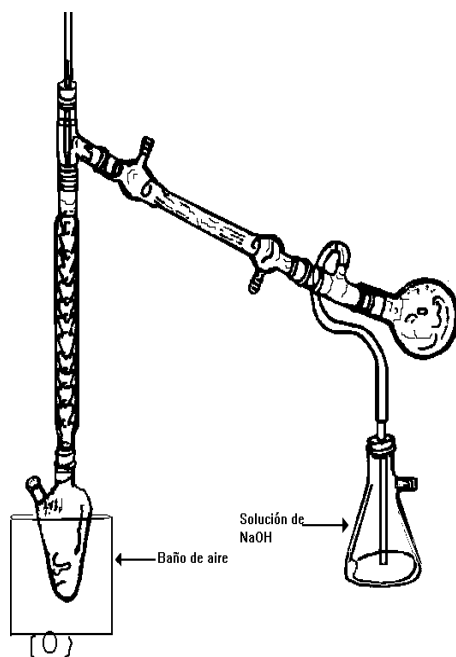
### V. INFORMACIÓN

La conversión de alcoholes en haluros de alquilo se puede efectuar por varios procedimientos. Con alcoholes primarios y secundarios se usan frecuentemente cloruro de tionilo o haluros de fósforo; también se pueden obtener calentando el alcohol con ácido clorhídrico concentrado y cloruro de zinc anhidro, o usando ácido sulfúrico concentrado y bromuro de sodio. Los alcoholes terciarios se convierten al haluro de alquilo correspondiente sólo con ácido clorhídrico y en algunos casos sin necesidad de calentar.

## VI. PROCEDIMIENTO

En un matraz pera de dos bocas de 50 mL coloque 10 mL de agua, añada 14 g de bromuro de sodio, agite, y adicione 10 mL de *n*-butanol. Mezcle perfectamente, añada cuerpos de ebullición, adapte un sistema de destilación fraccionada, y adapte una trampa de disolución de sosa (25 mL), como lo indica la figura.

Enfríe el matraz en un baño de hielo y pasados unos minutos adicione por la boca lateral del matraz 10 mL de ácido sulfúrico concentrado, mediante un embudo de adición, en porciones de aproximadamente 2 mL cada vez (*Nota 1*). Terminada la adición, retire el baño de hielo y el embudo de adición y tape la boca lateral del matraz de pera con el tapón esmerilado.



Caliente la mezcla de reacción suavemente empleando un baño de aire. Se empieza a notar el progreso de la reacción por la aparición de dos fases, siendo la fase inferior la que contiene el bromuro de *n*-butilo. Reciba el destilado en un recipiente enfriado en un baño de hielo (*Nota 2*). Continúe el calentamiento hasta que el destilado sea claro y no contenga gotas aceitosas (*Nota 3*).

Pase el destilado al embudo de separación y lave éste con 5 mL de agua (el bromuro es la capa inferior), agite vigorosamente. Verifique que el pH no sea ácido (en caso necesario haga otro lavado con 5 mL de agua). Transfiera el bromuro de *n*-butilo húmedo a un matraz Erlenmeyer de 50 mL y seque con sulfato de sodio anhidro. Decante el producto al embudo de separación y lávelo tres veces con ácido sulfúrico concentrado al 5 %, posteriormente séquelo nuevamente con sulfato de sodio anhidro, mida el volumen obtenido y determine el rendimiento.

## NOTAS

- 1) ¡CUIDADO! el ácido sulfúrico causa severas quemaduras. Use lentes de seguridad y agite después de cada adición.
- 2) En el condensador se forma una mezcla aceitosa de agua con bromuro de *n*-butilo.
- 3) Analice cuidadosamente cada uno de los pasos involucrados en este procedimiento; trabaje con ventilación adecuada ya que puede haber desprendimientos de HBr.

## VII. ANTECEDENTES

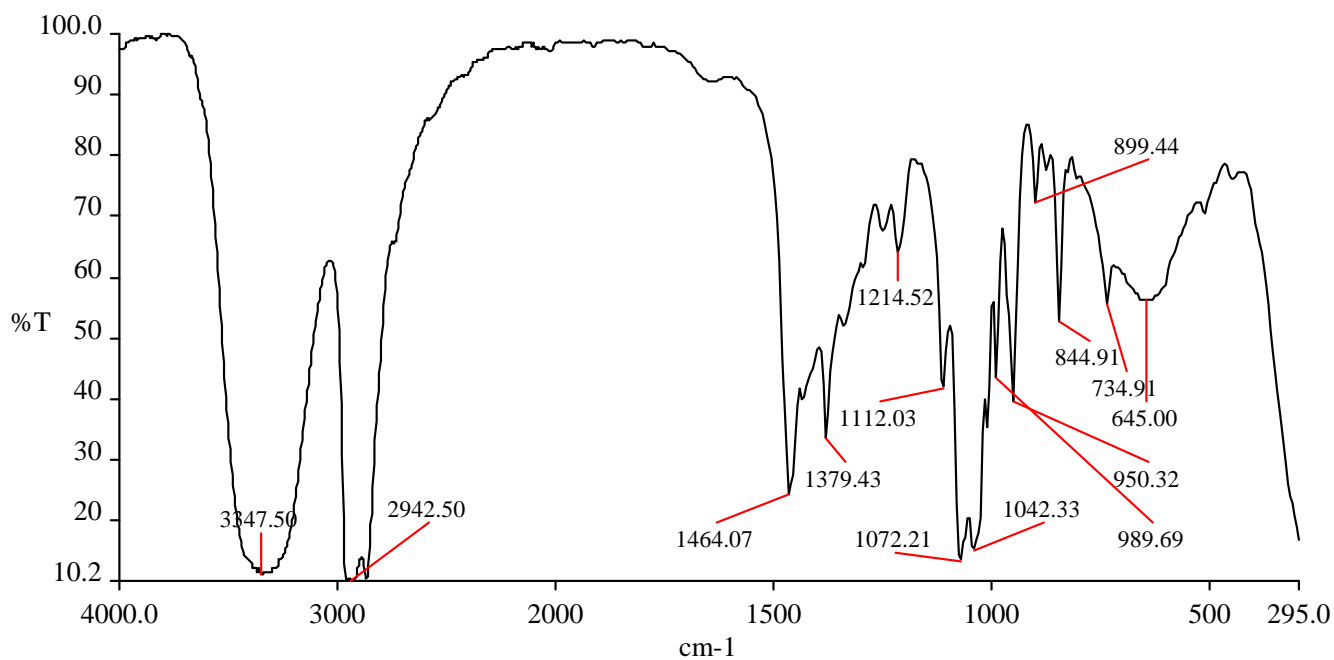
- 1) Obtención de haluros de alquilo.
- 2) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y productos.
- 3) Realiza una tabla comparando los mecanismos S<sub>N</sub>1 y S<sub>N</sub>2.

## VIII. CUESTIONARIO

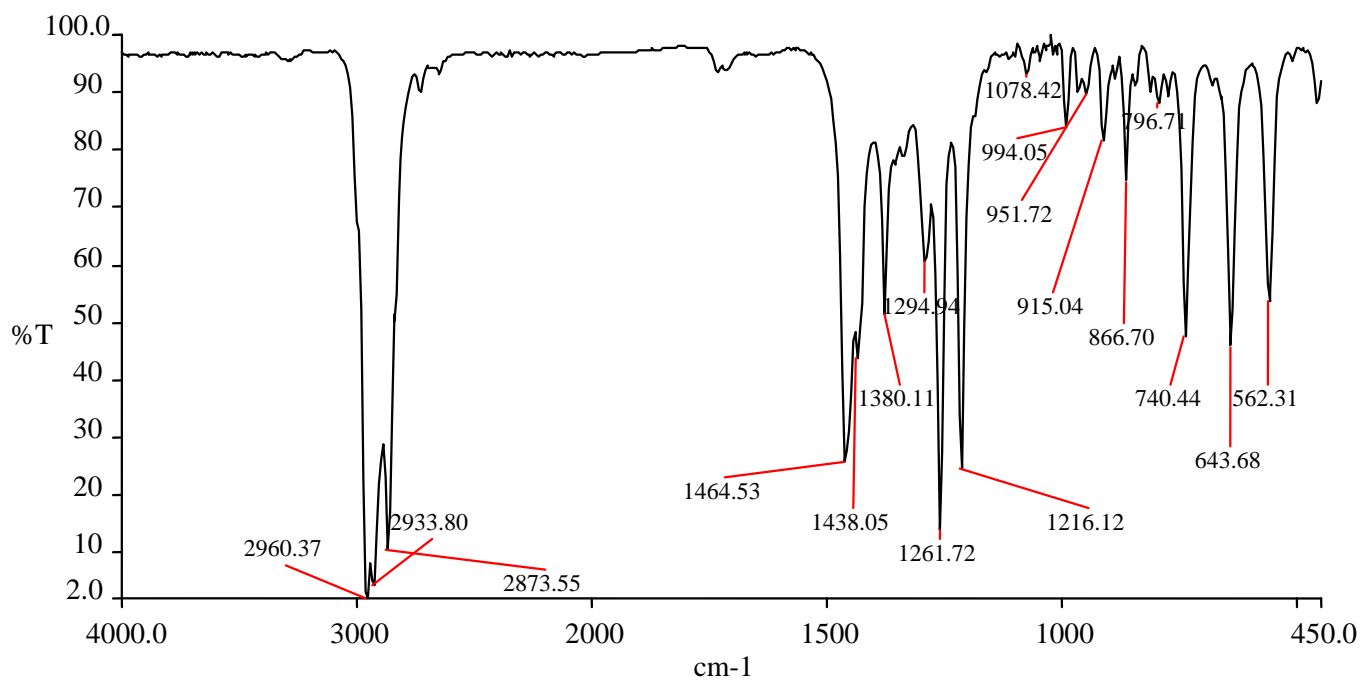
- 1) Considerando los residuos de la mezcla de reacción, ¿cuál procedimiento químico realizaría antes de desecharla?
- 2) ¿Cómo eliminaría los residuos de la disolución de hidróxido de sodio y de ácido sulfúrico concentrado?
- 3) Asigne las bandas principales a los grupos funcionales presentes en los espectros de IR de reactivos y productos.

### Espectros de IR.

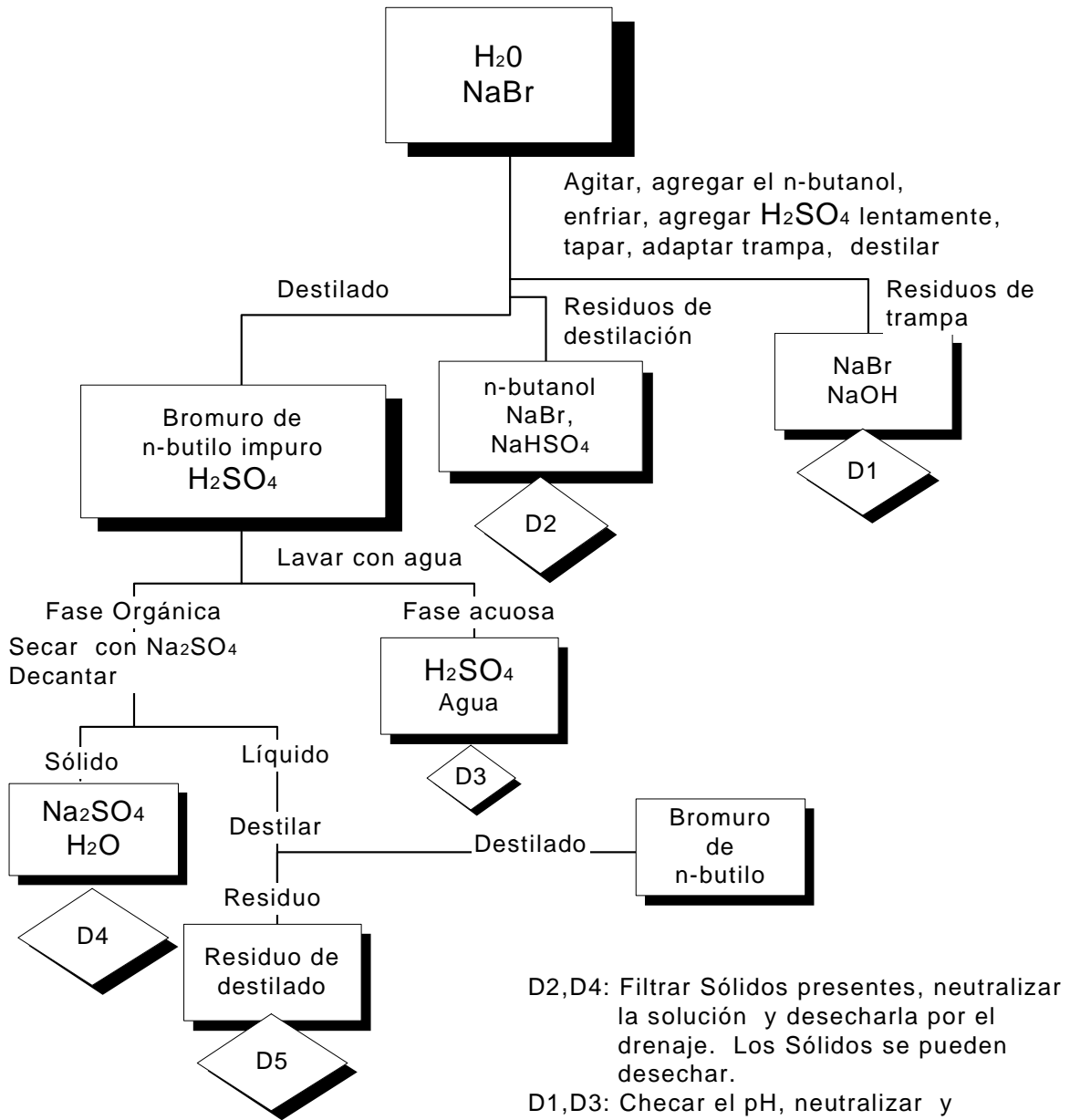
#### a) *n*-Butanol



**b) Bromuro de n-butilo**



## OBTENCIÓN DE BROMURO DE n-BUTILO



D2,D4: Filtrar Sólidos presentes, neutralizar la solución y desecharla por el drenaje. Los Sólidos se pueden desechar.

D1,D3: Checar el pH, neutralizar y desechar por el drenaje.

D5: Mandar a incineración.

## IX. BIBLIOGRAFÍA

- a) D. Pavia, G. M. Lampmann y G. S. Kriz. Jr. Introduction to Organic Laboratory Techniques.  
W. B. Saunders Co., Philadelphia, USA (1976)
- b) A. I. Vogel.  
A Textbook of Practical Organic Chemistry.  
5<sup>th</sup> edition, Longmans Scientific and Technical, NY (1989).
- c) R. Q. Brewster y C. A. Vander Werf.  
Curso Práctico de Química Orgánica.  
2<sup>a</sup> edición, Editorial Alhambra, España (1970).
- d) J. D. Roberts y M. C. Caserio.  
Modern Organic Chemistry.  
W. A. Benjamin Inc., USA (1967)
- e) N. L. Allinger *et al.*  
Química Orgánica.  
Editorial Reverté, España (1975)
- f) J. W. Lehman.  
Operational Organic Chemistry  
3<sup>rd</sup> edition, Prentice Hall, New Jersey, USA (1999).
- g) J. R. Mohring, C. N. Hammond, T. C. Morrill y D. C. Neckers.  
Experimental Organic Chemistry.  
W. H. Freeman and Company, NY, USA (1997).