

## Cómo llevar a cabo una reacción química desde el punto de vista experimental

Para obtener un compuesto se pueden utilizar varias técnicas, que incluyen el aislamiento y la purificación del mismo. Pero si se quiere obtener ese compuesto mediante una síntesis química, el primer paso es planificar una ruta sintética viable y, posteriormente, llevarla a la práctica en un laboratorio. Para llevar a cabo la síntesis de un compuesto es necesario conocer los montajes que se utilizan habitualmente, y que dependen principalmente de la naturaleza de los reactivos y de la temperatura del proceso. Una vez terminada la reacción, el siguiente paso es aislar y purificar el compuesto obtenido mediante extracción, filtración, cromatografía, destilación, recristalización, etc. En esta introducción vamos a tratar las formas más generales en que se lleva cabo una reacción (a temperatura ambiente, con calefacción, con enfriamiento, bajo atmósfera inerte) y, de una forma somera, los tratamientos de reacción más típicos.

Las reacciones se llevan a cabo generalmente en disolución, y la mezcla de reacción (es decir, la mezcla inicial de reactivos y disolvente, en la que van apareciendo los productos de reacción) debe ser lo más homogénea posible, para que la reacción progrese adecuadamente. Para favorecer este progreso, la mezcla de reacción debe agitarse desde la adición de los reactivos hasta el final del proceso. La forma más habitual de hacerlo, si el volumen de la reacción no es muy grande (inferior a 1 litro) o la mezcla no es muy viscosa, es la utilización de un agitador magnético, también llamado núcleo agitador (Figura 1A). Dicho núcleo consiste en un imán en forma de barra, recubierto de teflón. Para que la agitación tenga lugar, el núcleo debe colocarse dentro del recipiente donde está la mezcla que se quiere agitar, y éste se coloca sobre una placa de agitación. La placa de agitación está formada por un motor rotatorio acoplado a un imán, que, al girar, provoca el giro del núcleo magnético y la agitación de la disolución (Figura 1B)



Figura 1A



Figura 1B

En las síntesis químicas, las placas agitadoras más comúnmente utilizadas combinan la capacidad de agitar con la de calentar, puesto que muchas reacciones transcurren a temperaturas superiores a la ambiente.

Cuando se lleva a cabo una reacción, se suele utilizar como reactor un matraz de fondo redondo de una, dos o tres bocas, según las necesidades del montaje experimental, para que la agitación sea más eficaz. El tamaño del matraz, además, depende del volumen de la mezcla de reacción: nunca debe llenarse más de la mitad de su capacidad.

La primera parte de una reacción química consiste en la adición de los reactivos. El método más general, a no ser que por las características de la reacción sea conveniente aplicar otro, consiste en introducir en el matraz uno de los reactivos (preferiblemente si hay algún reactivo sólido), disolverlo y a continuación añadir el resto de los reactivos. Nunca debe añadirse un reactivo sobre otro sin la presencia de un disolvente, salvo si uno de los reactivos es un líquido que disuelve a los otros reactivos y no es necesaria la adición de un disolvente adicional.

Según las características de los reactivos y las necesidades de la reacción, los montajes experimentales van a variar. Comentaremos aquí los más generales.

**1. Reacción a temperatura ambiente y sin reactivos sensibles a la humedad:** Los reactivos se introducen en el matraz de tamaño adecuado siguiendo el orden que se ha indicado

- primero se añade uno de los reactivos, preferiblemente si alguno de ellos es sólido. En este caso se introduce con una ayuda de una espátula o de un embudo de adición de sólidos, según la cantidad que haya que añadir.

- después se añade el volumen correspondiente del disolvente, y se pone en marcha la agitación para homogeneizar

- por último se añaden el resto de reactivos manteniendo la agitación. Si son sólidos, pueden añadirse poco a poco con la ayuda de una espátula. Si son líquidos, se deben añadir en pequeñas porciones, con la ayuda de una pipeta Pasteur en el caso de volúmenes pequeños, o con un embudo de adición si se trata de volúmenes grandes.

El embudo de adición más frecuentemente utilizado es el de presión compensada, que presenta una tubuladura lateral que permite que se compensen las presiones del exterior y del interior del embudo aun estando éste tapado, por lo tanto podemos

utilizarlo en un montaje cerrado al exterior. Si se utiliza un embudo de adición para añadir alguno de los reactivos es necesario emplear un matraz de dos bocas como reactor.

Cuando ha terminado la adición de los reactivos, se tapa el matraz (si no lo teníamos tapado ya como en el caso de la adición de reactivos líquidos con embudo de presión compensada) y se empieza a contar el tiempo de reacción.

En la Figura 2 se puede apreciar la diferencia en los montajes de reacción cuando no se necesita un embudo de adición para añadir los reactivos (2A) y cuando se utiliza un embudo de adición compensada (3B).

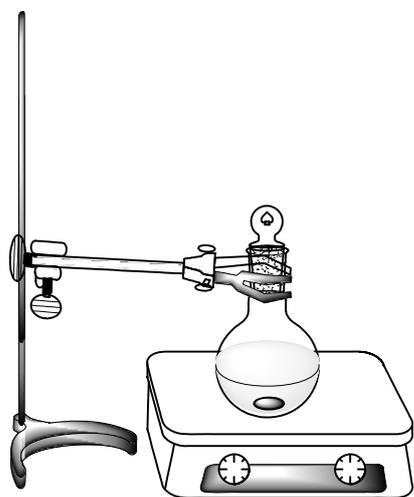


Figura 2A

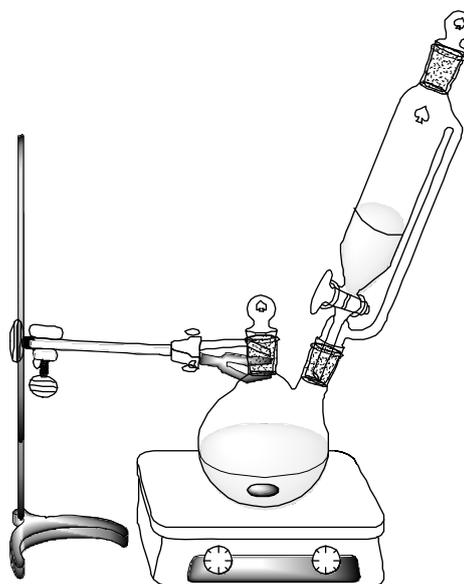


Figura 2B

**2. Reacción con calefacción:** En este caso es obligatorio utilizar una placa que además de ser agitadora sea calefactora. Los reactivos se introducen en el matraz de tamaño adecuado siguiendo el orden que se ha indicado en el caso anterior, y después se procede al calentamiento de la mezcla de reacción.

Un proceso de calefacción siempre requiere agitación para evitar que el líquido hierva a saltos y asegurar una temperatura homogénea en la mezcla de reacción. Además, siempre que se lleve a cabo una reacción a temperatura superior a la ambiente es necesario colocar un refrigerante de reflujo en la boca del matraz, aunque el disolvente no hierva. La función del refrigerante es condensar los vapores del disolvente que suben por el interior del mismo a medida que la mezcla de reacción se calienta, aunque no se

encuentre a su temperatura de ebullición. El líquido condensado vuelve al matraz, manteniéndose constante el volumen de la reacción. Para que la condensación de los vapores sea más eficaz, el agua que circula por la camisa exterior del refrigerante tiene que circular a contracorriente, como ya se comentó al hablar de la destilación, de manera que el agua debe entrar por la parte inferior de la camisa externa (la más próxima al matraz) y salir por la parte superior.

El refrigerante se coloca una vez terminada la adición de los reactivos y, como la boca del matraz suele ser de mayor diámetro que el esmerilado inferior del refrigerante, es necesario colocar entre ambas piezas un adaptador de reducción macho-hembra. Se abre el grifo de agua conectado a la camisa del refrigerante para hacer circular por ella un flujo suave de agua. Entonces se coloca un baño sobre la placa calefactora en el que se introducirá el matraz para calentar la reacción. Para calentar por debajo de  $100^{\circ}\text{C}$  se suele utilizar un baño de agua, y para temperaturas superiores se utiliza un baño de aceite mineral (hasta  $200^{\circ}\text{C}$ ) o de aceite de silicona para temperaturas superiores. Cuando se dice que una reacción se pone a reflujo quiere decir que la reacción transcurre a la temperatura de ebullición de la mezcla de reacción.

Para controlar la temperatura del baño se coloca en su interior un termómetro (hay que tener en cuenta que hay una diferencia de aproximadamente unos  $10^{\circ}\text{C}$  entre la temperatura del baño y la del interior del matraz), y el tiempo de reacción se empieza a contar desde que la temperatura de reacción se estabiliza (Figura 3A).

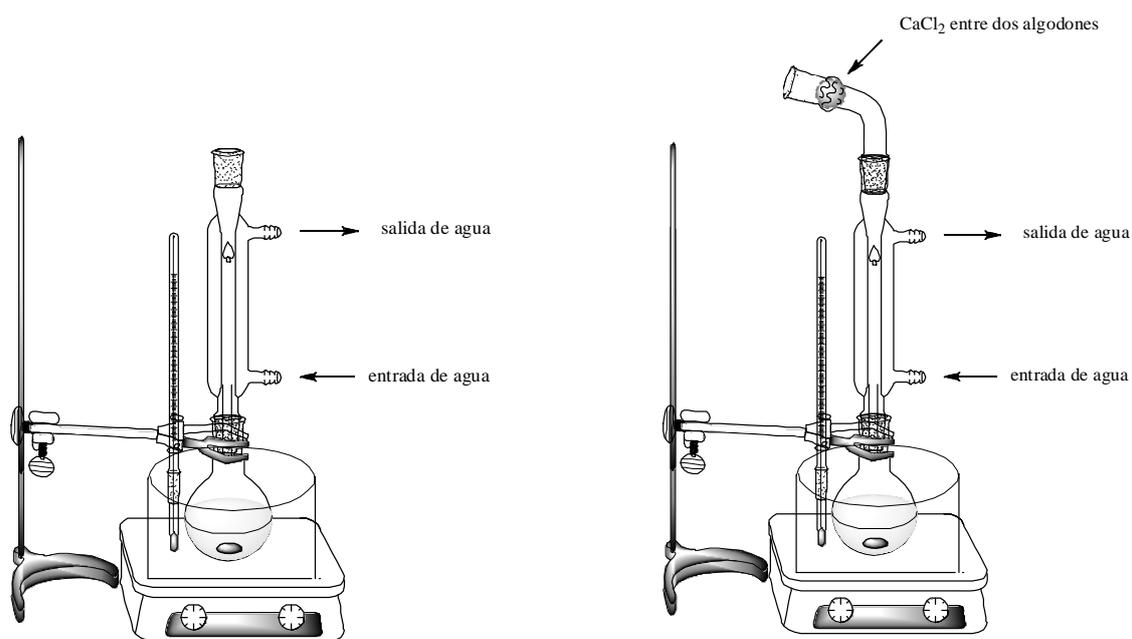


Figura 3A

Figura 3B

Debido a la presión que se genera al calentar, el montaje de reflujo nunca puede estar cerrado. Al estar abierto al aire, es posible que parte de la humedad atmosférica condense en el interior del refrigerante frío. Si los reactivos son sensibles a la humedad, para evitar que esto suceda, podemos colocar en el extremo superior del refrigerante un tubo de cloruro de calcio, que contiene este sólido anhidro colocado entre dos algodones (Figura 3B). De esta manera, los vapores pueden salir a través del sólido, pero la humedad ambiental no entra porque queda retenida por el agente desecante.

**3. Reacción a baja temperatura:** Es habitual que se llevan a cabo reacciones a temperatura inferior a la ambiente. En estos casos el montaje será igual que el de una reacción a temperatura ambiente, pero el matraz deberá estar inmerso en un baño frigorífico colocado sobre la placa de agitación. Las *mezclas frigoríficas* más utilizadas suelen ser mezclas de hielo con sales inorgánicas. Para temperaturas inferiores a  $-50^{\circ}\text{C}$  se emplean mezclas de nieve carbónica y sales inorgánicas. Si la reacción debe transcurrir a  $0^{\circ}\text{C}$ , se usa una mezcla de agua y hielo ya que el contacto del matraz con el hielo solo no es eficaz.

Cuando la reacción se tiene que mantener a baja temperatura durante un periodo largo, se recomienda usar *un baño criostático*. Esto baños consisten en un recipiente aislado térmicamente que conteniendo un líquido de punto de congelación bajo (normalmente, alcohol), en el que se introducen un termopar conectado a un termostato que controla la temperatura, y una sonda que se enfría mediante un compresor.

Sea cual sea el método elegido para enfriar la mezcla de reacción, la temperatura del baño se controla con un termómetro de baja temperatura (termómetro de alcohol con escala de  $30^{\circ}\text{C}$  a  $-100^{\circ}\text{C}$  aproximadamente).

En algunas ocasiones, la reacción debe llevarse a cabo a temperatura ambiente, pero la adición de los reactivos es exotérmica y debe llevarse a cabo a baja temperatura. En Este caso, la adición de los reactivos se realiza con agitación y con el matraz introducido en la mezcla frigorífica. Una vez terminada la adición, se saca el matraz del baño y se deja que la reacción alcance la temperatura adecuada, empezando entonces a contar el tiempo de reacción.

**4. Reacción bajo atmósfera inerte:** Se diferencian de las anteriores en que es necesario sustituir el aire del interior del montaje por un gas inerte, habitualmente argón. Estas condiciones son necesarias cuando los reactivos o los productos son sensibles a la humedad o al oxígeno atmosféricos, y se deben mantener desde antes de la adición de los reactivos hasta el final de la reacción.

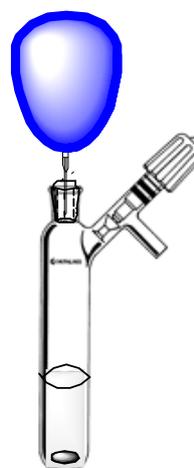
Los disolventes usados cuando se trabaja bajo atmósfera inerte deben ser disolventes anhidros, es decir, en los que se han eliminado las trazas de agua que llevan los disolventes comerciales. Además, el material de vidrio empleado tiene que estar perfectamente seco y libre de humedad.

Para sustituir el aire por el gas inerte de manera sencilla se puede realizar una purga del sistema haciendo pasar por el matraz de reacción una corriente de dicho gas que desplace al aire. Si las condiciones de reacción requieren una atmósfera libre por completo de humedad y/o oxígeno, se necesita tener un sistema de reacción cerrado al exterior y utilizar una línea de vacío conectada tanto a la fuente de vacío como a la de gas inerte. De esta manera, mediante unas llaves de doble vía, el matraz puede conectarse a una fuente u otra, permitiendo así eliminar el aire del interior y llenarlo con el gas inerte.

Para poner una reacción en atmósfera inerte se necesita un matraz de dos bocas o un matraz tipo Schlenk, que dispone de una boca y una salida lateral con una llave que permite conectar el matraz a la línea de vacío (Figura 4B). Las adiciones de disolvente y reactivos deben realizarse ya bajo atmósfera inerte, habitualmente introduciéndolos en el matraz con una jeringuilla a través de un septum de goma colocado en una de las bocas del matraz.



Figura 4A



Matraz tipo Schlenk

Figura 4B

Para que la atmósfera de gas inerte se mantenga durante la reacción y se eviten cambios de presión por enfriamiento, calentamiento o evolución de gases, se coloca un globo pinchado a través del septum que se hinchará con el gas inerte en el momento en que éste llene el sistema (Figura 4)

### **Tratamiento de la reacción**

Una vez terminada la reacción, la mezcla resultante suele ser bastante compleja, y el procedimiento de aislamiento de los productos finales implica la aplicación sucesiva de diferentes técnicas. Los tratamientos son diferentes en función de las particularidades de la reacción, de los reactivos que han intervenido y de los productos formados. Al proceso de aislamiento de los productos una vez finalizada la reacción se le llama *tratamiento de la reacción*, y puede incluir extracciones, lavados, precipitaciones, eliminación de disolventes en rotavapor, etc.

Es habitual que, tras su aislamiento, el producto no se obtenga con la pureza requerida. Se procede entonces a purificarlo mediante la técnica más adecuada: recristalización en el caso de los sólidos, destilación para los líquidos o por cromatografía en columna. Esta última técnica suele ser la más utilizada en las síntesis de compuestos orgánicos, independientemente de su naturaleza porque es la que permite obtener el producto puro con un rendimiento elevado.