

## **1. GAIA**

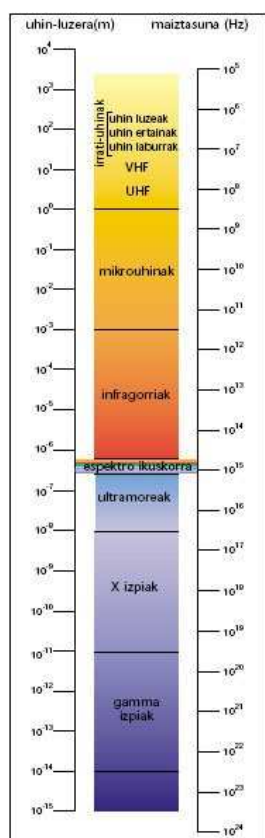
### **ESPEKTROSKOPIA INFRAGORRIAREN (IR) SARRERA**

- 
- 1.- Espektroskopiaren sarrera**
  - 2.- Espektroskopia infragorria**
  - 3.- Espektro infragorriak lortzeko prozedura**
-

## 1.- ESPEKTROSKOPIAREN SARRERA

Erreakzio baten produktua araztu ondoren beharrezkoa da konposatuaren identifikazioa egitea. Horretarako teknika analitikoak eta espektroskopikoak erabiltzen dira.

Espektroskopiaren helburua konposatu organikoak identifikatzea da. Teknika espektroskopikoen oinarria erradiazio elektromagnetikoaren (argiaren) eta materiaren arteko elkarrekintza da. Materiaren energia-edukia hainbat motatakoa izan daiteke: translazio-energia, errotazio-energia, bibrazio-energia (IR) eta energia elektronikoa. Horren arabera zenbait espektroskopia mota ditugu, hala nola, X izpien espektroskopia, erresonantzia magnetiko nuklearra, espektroskopia infragorria, espektroskopia ultramore-ikusgaia eta masa-espektrometria.



1. irudia. Espektro elektromagnetikoa

Espektroskopiak absortzioak erregistratzen ditu, eta horretarako espektrometroak erabiltzen dira.

## 2.- ESPEKTROSKOPIA INFRAGORRIA (IR)

Espektroskopia infragorria funtzio taldeak identifikatzeko erabiltzen da. Espektroskopia mota horrek atomoen kitzikapen bibrazionala neurtzen du. Horretarako argi infragorria erabiltzen da ( $\lambda = 2 \mu\text{m} - 16 \mu\text{m}$ ). Argi horren absorzioak bibrazatzen die molekulei.

Infragorrian, absorzio-bandak ager daitezke absorbatutako argiaren uhin-luzera ( $\lambda$ ) gisa edo uhin-kopuru ( $\nu \text{ (cm}^{-1}\text{)} = 1/\lambda$ ) gisa. Infragorri arrunt baten eskala  $4000 \text{ cm}^{-1}$ -etik  $600 \text{ cm}^{-1}$ -era bitartekoa da.



**2. irudia.** Infragorri-espektrofotometro baten irudia

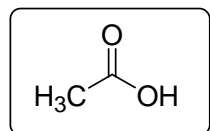
Espektrofotometroan sartzen diren laginak edozein egoeratan egon daitezke, hots, gas-, likido- edo solido-egoeran. Likidoa denean disolbatzaile batean disolbatzen da, eta solidoa bada, potasio bromuroarekin (KBr-rekin) nahasten da. Espektro infragorrian, espektrofotometroaren argi-iturritik bi izpi ateratzen dira, bata erreferentziakoa eta bestea lagina zeharkatzen duena. Erregistratzaileak argi-maiztasun bakoitzerako zenbat intentsitate galdu den neurtzen du.

Espektro infragorrien oinarria da molekula osatzen duten atomoen arteko bibrazioaren maiztasuna. Hori espektroan absorzioaren maiztasun moduan agertzen da, eta faktoreren menpe dago:

- i) Lotura osatzen duten atomoen masa. Masa zenbat eta handiagoa izan, bibrazio-maiztasuna txikiagoa izango da.
- ii) Loturaren indarra. Zenbat eta handiagoa izan loturaren indarra, bibrazio-maiztasuna handiagoa izango da.

Lotura mota bakoitzak bibrazio-maiztasun bat izango du. Horren arabera molekula baten lotura bakoitzak absortzio-banda espezifiko bat izango du infragorrian.

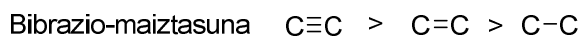
*Adibidea:*



C-C	$\nu_1$
C-O	$\nu_2$
C=O	$\nu_3$
O-H	$\nu_4$
C-H	$\nu_5$

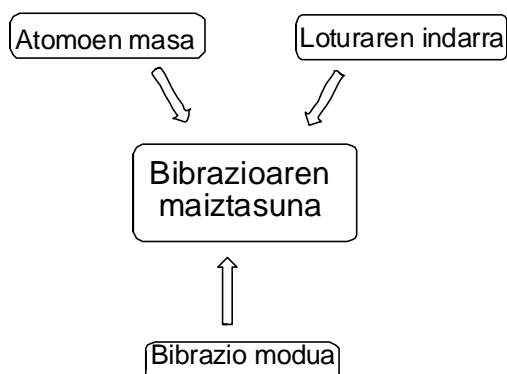
### 3. irudia. Azido azetikoaren bibrazio-maiztasunak

Loturaren indarra eta bibrazio-maiztasuna erlazionaturik daudenez, aurrez esan daiteke  $\nu_4 > \nu_5$  dela, O-H lotura sendoagoa delako. Era berean, karbono-karbono lotura bikoitz eta hirukoitzaren bibrazio-maiztasuna lotura sinplearena baino handiagoa izango da.



Lotura baten bibrazio-maiztasunean inguruko atomoek ez dute eraginik. Beraz, espektro batean lotura mota bakoitza beti agertuko da maiztasun konkretu batean, nahiz eta inguruan atomo ezberdinak egon. Adibidez, espektro infragorri batean C=C lotura beti egongo da maiztasun konkretu batean.

Espektro infragorrien konplexutasuna bibratzeko modu ugarietan datza. Izan ere, bibratzeko modu bakoitzak absortzio era bat dakar.

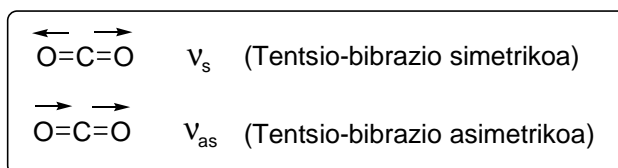


#### 4. irudia. Bibrazio-maiztasunean eragina duten faktoreak

#### Bibrazio motak

i) Tentsio-bibrazioa ( $\nu$ ):

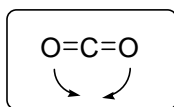
Tentsio-bibrazioa simetrikoa edo asimetrikoa izan daiteke.



#### 5. irudia. CO<sub>2</sub>-aren tentsio-bibrazioak

ii) Deformazio-bibrazioa ( $\delta$ ):

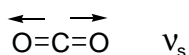
Bibrazio mota honetan lotura-angelua aldatzen da.



#### 6. irudia. CO<sub>2</sub>-aren deformazio-bibrazioa

Bibrazio guztiak ez dira infragorrian ikusten. Espektroan ikusteko bibrazioaren ondorioz dipolo-momentua aldatu behar da. Hala, zenbat eta gehiago aldatu dipolo-momentua absortzioa handiagoa izango da.

*Adibidea:*



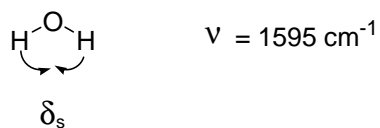
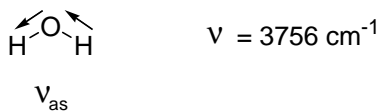
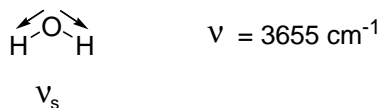
Tentsio-bibrazio horrek ez du sortzen dipolo-momenturik; beraz, seinale oso ahulak agertuko dira IRn.

C-O, C-N, C=O eta antzeko loturak polarrak direnez, seinale gogorrak ematen dituzte. C-C, C=C eta antzeko lotura ez-polarrek, ordea, seinale ahulagoak ematen dituzte.

### Bibrazio moduak

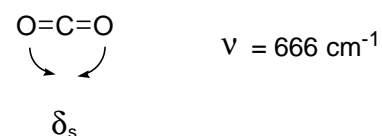
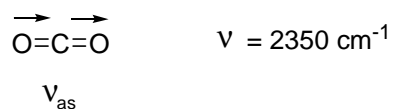
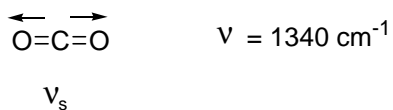
i) Molekula angeluarren kasuan:

*Adibidea:* H<sub>2</sub>O

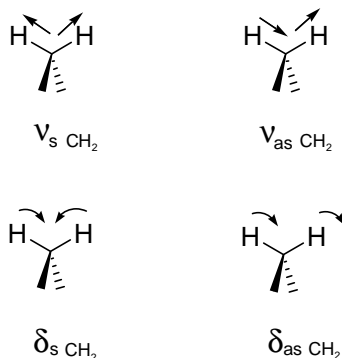


ii) Molekula linealen kasuan:

*Adibidea:* CO<sub>2</sub>



iii) Karbono tetrahedrikoen kasuan:



Espektro infragorrian agertzen diren bandek loturen bibrazioa adierazten dute. Bibrazio moduaren arabera hainbat maiztasunetan agertzen da absortzioa. Gehienetan, bibrazio-maiztasunak honela aldatzen dira:

$$\nu_{as} > \nu_s > \delta_s$$

Bibrazio modu horietaz kanpo, molekula osoak bibratzeko era bat du. Bibrazio horien ondorioz, zenbait banda agertzen dira; horiei hatz-marka deritze, eta 1450-800  $\text{cm}^{-1}$  maiztasun-tartean agertzen dira.

Zenbait kasutan banda batzuk ez dira espektroan ikusten, bibrazioa ahula delako edo banda zabal batek beste bat estal dezakeelako.

Honako taula honetan, funtzio taldeen absortzio-banda garrantzitsuenak agertzen dira.

Funtzio talde	Absortzio-banda <sup>a</sup>	( $\text{cm}^{-1}$ )
Alkanoak	C-H $\nu$	2950-2800
	CH <sub>2</sub> $\delta$	~1465
	CH <sub>3</sub> $\delta$	~1375
	CH <sub>2</sub> $\delta$	~720
Alkenoak	=CH $\nu$	3100-3010
	C=C $\nu$ (isolatua)	1690-1630
	C=C $\nu$ (konjukturatua)	1640-1610
	C-H $\delta$	1430-1290
	C-H $\delta$ (monoordezkaturatua)	~990 eta ~910
	C-H $\delta$ (diordezkaturatua, <i>E</i> )	~970
	C-H $\delta$ (1,1- diordezkaturatua)	~890

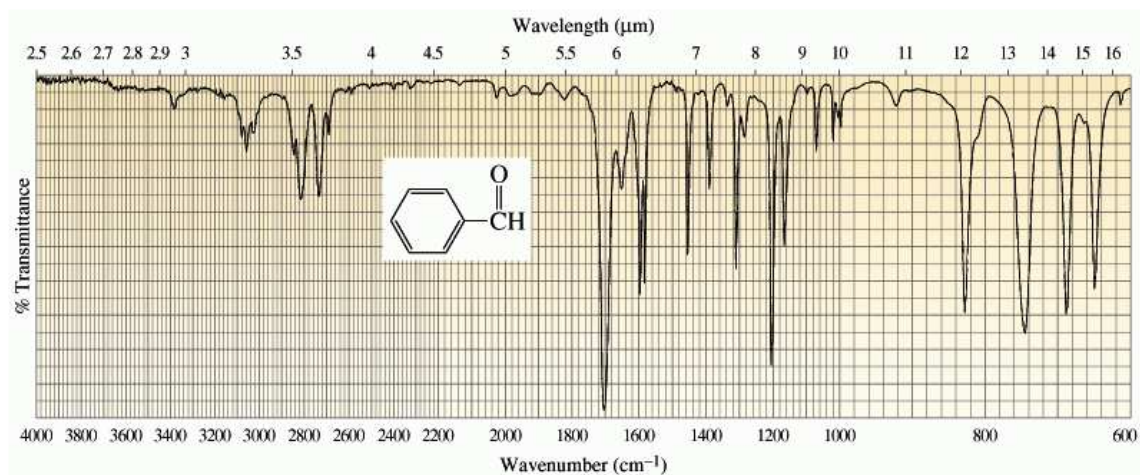
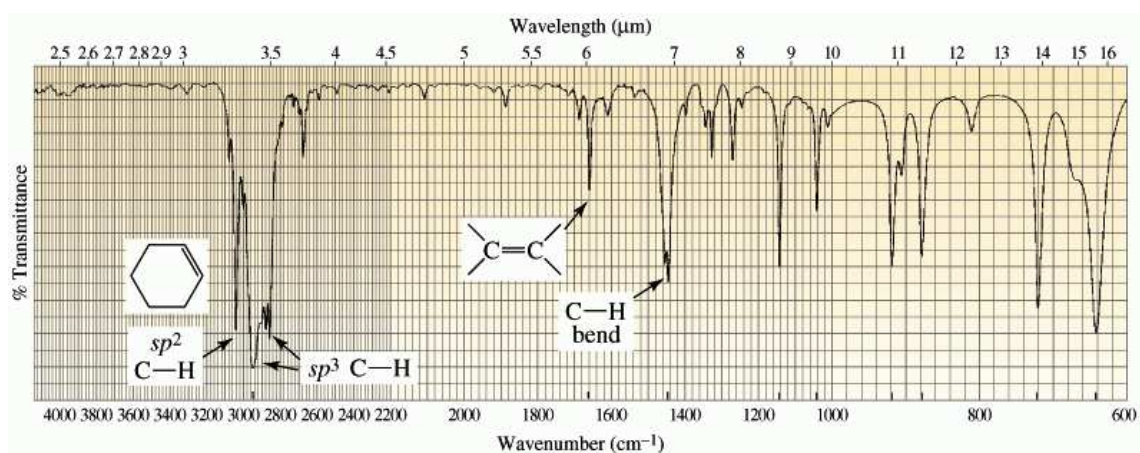
	C-H $\delta$ (diordezkatua, Z)	~700
	C-H $\delta$ (triordezkatua)	~815
Alkinoak	C-H $\nu$ (azetilenikoa)	~3300
	CC $\nu$ (lotura hirukoitza)	~2150
	C-H $\delta$ (azetilenikoa)	650-600
Aromatikoak	C-H $\nu$	3020-3000
	C=C $\nu$	~1600 eta ~1475
	C-H $\delta$ (monoordezkatua)	770-730 eta 715-685
	C-H $\delta$ ( <i>orto</i> )	770-735
	C-H $\delta$ ( <i>meta</i> )	~880 eta ~780 y ~690
	C-H $\delta$ ( <i>para</i> )	850-800
Alkoholak	O-H $\nu$	~3650 edo 3400-3300
	C-O $\nu$	1260-1000
Eterrak	C-O-C $\nu$ (dialkil)	1300-1000
	C-O-C $\nu$ (diaril)	~1250 eta ~1120
Aldehidoak	C-H $\nu$ (aldehidoa)	~2850 eta ~2750
	C=O $\nu$	~1725
Zetonak	C=O $\nu$	~1715
	C-C $\nu$	1300-1100
Azido karboxilikoak	O-H $\nu$	3400-2400
	C=O $\nu$	1730-1700
	C-O $\nu$	1320-1210
	O-H $\delta$	1440-1400
Esterrak	C=O $\nu$	1750-1735
	C-C(O)-C $\nu$ (azetatoak)	1260-1230
	C-C(O)-C $\nu$	1210-1160
Azil kloruroak	C=O $\nu$	1810-1775
	C-Cl $\nu$	730-550
Anhidridoak	C=O $\nu$	1830-1800 eta 1775-1740
	C-O $\nu$	1300-900
Aminak	N-H $\nu$	3500-3300
	N-H $\delta$	1640-1500
	C-N $\nu$ (alkil)	1200-1025
	C-N $\nu$ (aril)	1360-1250
	N-H $\delta$	~800
Amidak	N-H $\nu$	3500-3180
	C=O $\nu$	1680-1630
	N-H $\delta$	1640-1550
	N-H $\delta$ (1°)	1570-1515
Alkil haluroak	C-F $\nu$	1400-1000
	C-Cl $\nu$	785-540
	C-Br $\nu$	650-510
	C-I $\nu$	600-485
Nitriloak	CN $\nu$ (lotura hirukoitza)	~2250
Isozianatoak	-N=C=O $\nu$	~2270
Isotiozianatoak	-N=C=S $\nu$	~2125
Iminak	R <sub>2</sub> C=N-R $\nu$	1690-1640
Nitro taldea	-NO <sub>2</sub> (alifatikoa)	1600-1530 eta 1390-1300

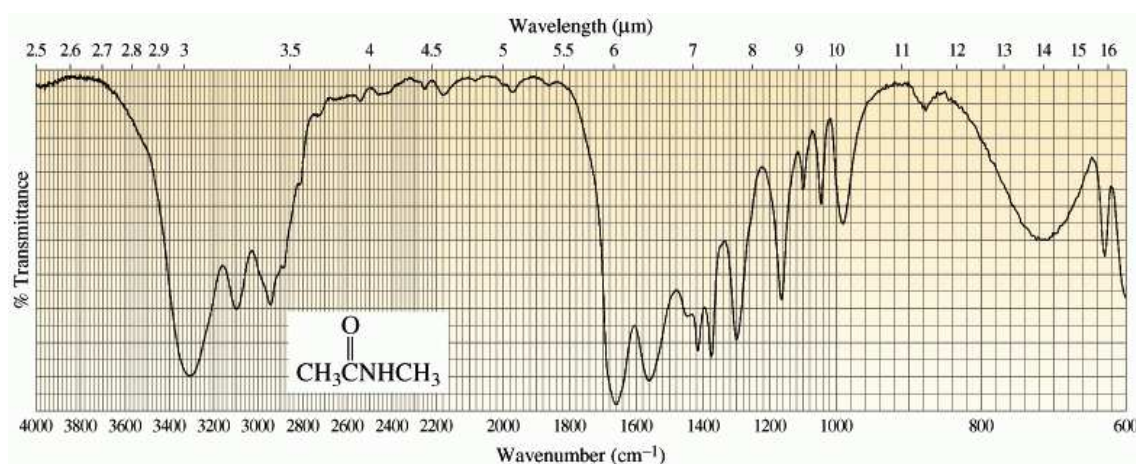


	-NO <sub>2</sub> (aromatikoa)	1550-1490 eta 1355-1315
Merkaptanoak	S-H v	~2550
Sulfoxidoak	S=O v	~1050
Sulfonala	S=O v	~1300 eta ~1150
Sulfonatoak	S=O v	~1350 eta ~11750
	S-O v	1000-750
Fosfinak	P-H v	2320-2270
	P-H δ	1090-810
Fosfina oxidoak	P=O v	1210-1140

1. taula. funtzio-taldearen absortzio-bandak

Espektro infragorrien adibideak:





### 3.- ESPEKTRO INFRAGORRIAK LORTZEKO PROZEDURA

IR espektroak erabilgarriak dira erreakzioen jarraipena egiteko; hots, erreakzioen monitorizazioa egiteko. Espektro infragorriak egiteko konposatu organikoa egoera solidoan, likidoan edo disoluzioan egon daiteke. Analizatu nahi den lagina, zelula batean jartzen da, eta zuzenean espektrofotometrora sartzen da.

#### Likido-egoeran edo disoluzioan dauden laginak:

Erabiltzen diren zelulek 4.000-650 cm<sup>-1</sup> maiztasun-tartean erradiazio infragorria absorbatzen ez duten materialez osaturik egon behar dute. Honako taula honetan gehien erabiltzen diren materialak jaso dira. Horietatik erabilienak NaCl eta KBr dira.

Materiala	Transmisio-muga (cm <sup>-1</sup> )	Errefrakzio-indizea 4000 cm <sup>-1</sup> -en	20 °C-an uretan disolbagarritasuna (g/100 mL)
NaCl	650	1,5	36
KCl	500	1,5	35
KBr	400	1,5	53
CsI	150	1,7	80
AgCl	400	2,0	Disolbaezina
Irtran-2	800	2,3	Disolbaezina

2. taula. IR zelulak egiteko erabiltzen diren materialak

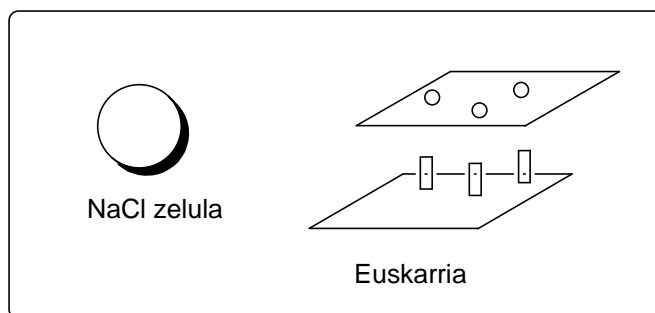
Konposatu likidoen espektro infragorriak eskuarki egoera puruan egiten dira, eta horretarako laginaren pelikula mehea jartzen da zelularen gainean. Horretaz gain, likidoen eta solidoen kasuan, disolbatzaile egoki batekin disolbaturik erregistra daiteke espektroa. Azken kasu horretan, kontuan izan behar dira disolbatzaileak ematen dituen bandak, zenbait kasutan laginaren banda adierazgarrienak ezkutuan utzi ditzaketelako. Beraz, espektroak egiteko laginean agertzen diren funtzio taldeak ez dituzten disolbatzaileak erabili behar dira. Honako taulan honetan eskuarki erabiltzen diren disolbatzaileen *tarte iluna* agertzen da. Horietatik guztietatik karbono tetrakloruroa, kloroformoa edo diklorometanoa erabiltzea gomendatzen da.

<b>Disolbatzailea</b>	<b><i>Tarte iluna</i></b>
CS <sub>2</sub>	2200-2100 eta 1600-1400
CCl <sub>4</sub>	850-700
CHCl <sub>3</sub>	1250-1175 eta 820-650
CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	1300-1200 eta 820-650
CH <sub>3</sub> CN	2300-2200 eta 1600-1300
Et <sub>2</sub> O	3000-2700 eta 1200-1050
Hexanoa	3000-2800 eta 1500-1400
DMSO	1100-900
Toluenoa	3100-2800 eta 750-650

**3. taula.** Zenbait disolbatzailearen *tarte ilunak*.

*Espektroa lortzeko egin beharreko pausoak:*

- 1.- KBr edo NaCl zelularen gainean 5 mm inguruko lagina jartzen da Pasteur pipeta baten laguntzaz. Lagina solido-egoeran badago edo likido likatsua bada, aurretik aukeratutako disolbatzailean disolbatu behar da, eta ondoren disolbatzailea lehortzen utzi. Lagina likidoa denean, beste zelula bat erabili behar da bestearen gainean jartzeko.
- 2.- Ondoren, zelulak metalezko euskarri batean kokatzen dira, eta torloju batzuen bidez lotzen da.
- 3.- Euskarria espektrofotometroan sartu eta espektroa erregistratu.
- 4.- Euskarria atera, zelulak jaso eta azetonaz edo diklorometanoz garbitu.



**7. irudia.** NaCl zelula eta metaluzko euskarria

**Solido-egoeran dauden laginak:**

Bi modutan egin daiteke neurketa.

- 1.- Solidoa mortero baten laguntzaz birrindu eta parafina-olioaren (Nujolaren) bidez ore lodia bihurtu. Ondoren disoluzioan jarraitutako prozedura bera erabili.
- 2.- Morteroaren laguntzaz solidoa birrindu eta KBr gatza erabiliz nahaste bat egiten da. Ondoren, hutsean prentsatzeko da, eta lortutako pilula euskarrian jarri eta espektrofotometroan sartzen da. Hau da disolbaezinak diren solidoekin gehienetan erabiltzen den teknika.

## **2. GAIA**

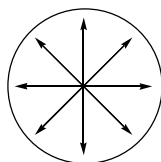
### **POLARIMETRIAREN SARRERA**

- 
- 1.- Kiraltasuna eta aktibitate optikoa**
  - 2.- Errotazio optikoa eta tresnak**
  - 3.- Prozedura: errotazio optikoaren neurketa**
-

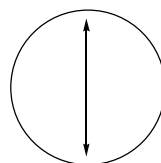
## 1.- KIRALTASUNA ETA AKTIBITATE OPTIKOA

Enantiomeroak ispilu-irudi gainezarrezinak diren bi konposatu dira. Konposatu batek enantiomero bat duenean, konposatua *kirala* dela esaten da. Definizio hori zabalagoa izan daiteke. Hala, edozein gauza eta beraren ispilu-irudia gainezarrezinak badira, gauza hori kirala dela esaten da. Eskuak, adibidez, ispilu-irudi gainezarrezinak dira beraz, eskuak kiralak dira. Molekula organikoetan, definizio hori aplika daiteke, eta propietate hori betetzen duten molekulak kiralak direla esaten da.

Konposatu kirala dugunean, bi enantiomero ezberdin izan ditzakegu. Enantiomeroen ezaugarri fisiko guztiak (irakite-puntua, urtze-puntua, polaritatea, disolbagarritasuna, infragorri-espektra, eta abar) berdinak dira. Beraz, oso zaila da bi enantiomeroak bereiztea. Ezberdintasun bakarra argi polarizatuaren aurrean duten portaeran datza. Argi arrunta eremu elektromagnetikoan oszilatzen duen uhin batez osatuta dago, eta hedatze-norabidearekiko plano perpendikular posible guztietan oszilatzen du uhin horrek, baina, argi polarizatuaren kasuan, oszilazioa plano bakar batean gertatzen da.



**Argi arrunta**  
Eremu elektromagnetikoaren  
oszilazioa plano guztietan



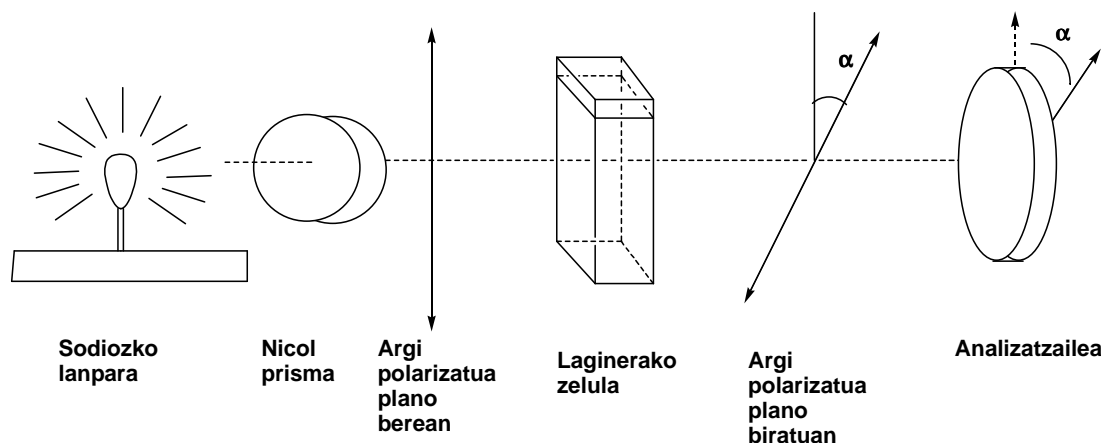
**Argi polarizatua**  
Eremu elektromagnetikoaren  
oszilazioa plano bakar batean

### 1 .irudia. Argi arrunta eta argi polarizatuaren arteko ezberdintasuna

Argi polarizatuarekiko elkarrekintza modu ezberdinez gertatzen da enantiomero bakoitzean. Konposatu kirala puru batean zehar polarizatutako argia pasazten badugu, argiaren plano norabide batera biratzen da (ezkerretara edo eskuinera), magnitude jakin batez. Fenomeno horri **aktibitate optiko** deritzen.

## 2.- ERROTAZIO OPTIKOA ETA TRESNAK

Aktibitate optikoa neurtzeko erabiltzen den tresna polarimetroa da. Honako irudi honetan, polarimetroak neurtzen duen argi polarizatuaren desbideratzea ageri da:



Maiztasun jakin bateko argia lortzeko, sodiozko lanpara ( $\lambda=540\text{nm}$ ) kokatzen da. Lanpara horrek polarizatu gabeko argia igortzen du eta nicol prisma izeneko materialetik pasaratzen da. Nicol prisma horrek argia absorbatzen du, eta plano batean oszilatzeko duen argi polarizatuari bakarrik uzten dio pasatzen. Ondoren, konposatu kirala disolbaturik dagoen zelula batetik pasatzen da argi polarizatu hori. Hala, argi polarizatuaren oszilazio-planoa angelu zehatz batean ( $\alpha$ ) desbideratzen da. Analizatzaile baten bidez neurtzen da angelu hori. Neurtutako angelu horri *errotazio optiko* deritzen.

Errotazio espezifikoaren zeinua positiboa edo negatiboa izaten da. Zeinu horrek adierazten du argi polarizatu norantz desbideratzen den. Planoa ezkererantz desbideratzen bada, errotazio espezifikoa (-) zeinuaz adierazten da, eta esaten da konposatua *lebogiroa* dela. Konposatuak argi polarizatu eskuinalderantz desbideratzen badu, berriz, (+) zeinuaz adierazten da, eta *dextrogiroa* dela esaten da. Kiraltasuna nomenklaturan ere adierazten da, eta izenaren aurrean (-)- edo (+)- zeinua idazten da. Era berean,  $d$  eta  $l$  letrak dextrogiroa edo lebogiroa adierazteko erabil daitezke.

Neurtutako  $\alpha$  angelua hainbat elementuren mende dago; besteak beste, eragina dute laginaren kontzentrazioak, lagin-hodiaren luzerak, argiaren uhin-luzerak, disolbatzaileak, tenperaturak eta abarrek. Balio konstantea erabiltzearren, *errotazio espezifikoa* definitzen da.

$$[\alpha]_{\lambda}^{t^{\circ}\text{C}} = \alpha / (1 \times c)$$

$t(^{\circ}\text{C})$  = tenperatura,  $^{\circ}\text{C}$ -tan

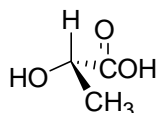
$\lambda$  = argiaren uhin-luzera. Sodioaren argia denez, D ikurra erabiltzen da.

$\alpha$  = polarimetroan neurtutako angelua, gradutan.

$l$  = lagin-hodiaren luzera, dm-tan.

$c$  = laginaren disoluzioaren kontzentrazioa, g/mL-tan.

Errotazio espezifikoa edozein molekula kiralen ezaugarria da.

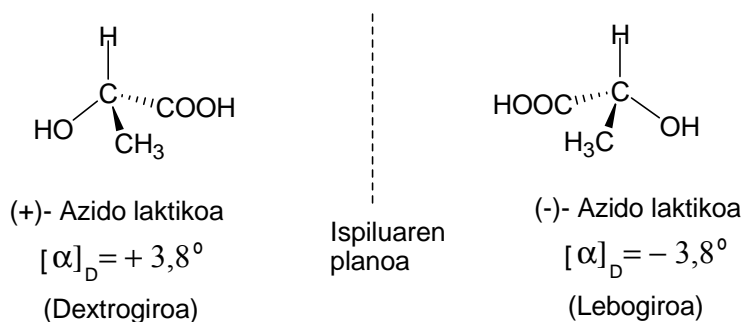


(+)- Azido laktikoa

$$[\alpha]_{\text{D}} = + 3,8^{\circ}$$

## 2. irudia. Azido laktikoaren errotazio espezifikoa

Bi enantiomeroen ezaugarri garrantzitsuena zera da: errotazio espezifiko bera baina zeinu kontrakoa dutela. Hau da, konposatu kiral puru batek argi polarizatuaren planoan angelu zehatz batean desbideratzen badu, beraren enantiomeroak (beraren ispilu-irudiak) magnitude berean baina kontrako noranzkoan desbideratuko du argi polarizatuaren planoan.



## 3. irudia. Azido 2-hidroxipropanoikoaren (azido laktikoaren) enantiomeroak

Bi enantiomeroen nahaste ekimolekularrak ez du argi polarizatuaren planoan desbideratzen, nahiz eta enantiomero bakoitza optikoki aktiboa izan. Nahaste horiei *nahaste errazemiko* deritze.

## 3.- PROZEDURA: ERROTAZIO OPTIKOAREN NEURKETA

Polarimetroaren bidez optikoki aktiboak diren konposatuen errotazio optikoa neurtzen da. Laginaren disoluzioak erasotzen duen erradiazioarengan eragiten duen argi polarizatuaren planoaren desbideratzea neurtzen du horrek.





#### 4. irudia. Polarimetroa

Eskuarki, argi-iturri moduan sodiozko lanpara erabiltzen da. Beraren erradiaziotik 589 nm-ko (D lerroa) uhin luzera iragazten da errotazio optikoaren neurketa egiteko.

Aktibitate optikoa neurtzeko jarraitu beharreko pausoak honako hauek dira:

- 1.- Polarimetroaren lanpara pizten da, eta 10 minutu inguru uzten da egonkortzen.
- 2.- Kontzentrazio ezaguna (g/mL) duen laginaren disoluzioa prestatzen da.
- 3.- Pipetaren laguntzaz disoluzioa kubetara sartzen da. Arruntean erabiltzen diren kubetek 10 cm-ko luzera eta 1 mL, 5 mL edo 10 mL-ko edukiera dute.
- 4.- Kubeta polarimetroara sartu eta emaitza apuntatzen da. Kubeta atera, zeroan jarri, eta berriro beste neurketa bat egiten da. Prozedura hori 3-4 aldiz errepikatzen da, balioa egonkortu arte.
- 5.- Kubeta erabilitako disolbatzailearekin garbitzen da.

Errotazio optikoaren neurketak konposatuaren purutasun optikoaren balioa ematen du. Purutasun optikoak adierazten du enantiomero batetik bestetik baino zenbat gehiago dagoen: hots, enantiomero bat dugunean beste enantiomeroarekin zer neurritaraino kutsatuta dagoen adierazten du.

$$\% \text{ purutasun optikoa} = \frac{[\alpha]_{\text{Behatutakoa}}}{[\alpha]_{\text{Enantiomero purua}}} \times 100$$

***Enantiomeria-gaindikin*** kontzeptua ere horrekin erlazionatuta dago. Horrek adierazten du enantiomeroen nahaste batean enantiomero batek beste enantiomeroarekiko duen gaindikina.

$$\% ee = \frac{[R] - [S]}{[R] + [S]} \times 100$$

### **3. GAIA**

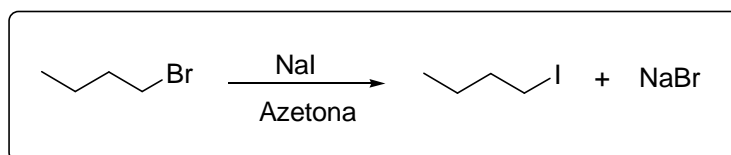
#### **PRAKTIKAK**

- 
- 1.- Ordezkapen nukleozalea**
  - 2.- Ordezkapen elektroizale aromatikoa**
  - 3.- Diels-Alder zikloadizioa**
  - 4.- Fischer esterifikazioa**
  - 5.- Erredukzio-erreakzioak**
  - 6.- Karboniloaren gaineko adizio-erreakzioa: babestea**
  - 7.- Karboniloaren gaineko adizio-erreakzioa: Grignard erreaktiboaren adizioa**
  - 8.- Michael erreakzioa eta kondentsazio aldolikoa**
  - 9.- Nahaste errazemikoen erresoluzioa**
-

## 1.- ORDEZKAPEN NUKLEOZALEA. *n*-BUTIL IODUROAREN SINTESIA

### Sarrera:

Alkil ioduroak alkil bromuroen ordezkapen nukleozalea eginez prestatzen dira. Praktika honetan, NaI errektiboa erabiltzen da nukleozale moduan eta azetona disolbatzaile gisa. Erreakzioaren mekanismoa  $S_N2$  da, eta albo-produktu moduan eratzen den solidoaren (NaBr) banaketak oreka eskuinetarantz desplazatzen du. Modu horretan, bukaerako konposatuaren eraketa errazten da. Horrela lortzen den *n*-butil ioduroa destilazioaren bidez arazten da, eta irakite-puntuaren bidez identifikatzen.



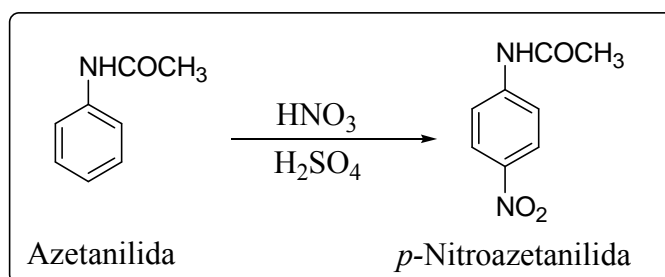
### Prozedura esperimentalak:

- 1.- Matraze biribil batean 30 g NaI sartu, eta 80 mL azetona lehorretan disolbatzen da. *n*-Butil bromuroa gehitu (10.8 mL), eta nahastea birfluxutan berotzen da 30 minutuz (CaCl<sub>2</sub> hodia jarri).
- 2.- Birfluxua bukatu ondoren, matrazea giro-tenperaturara heldu arte egonean uzten da eta grabitatez iragazten da. Ondoren, lurrungailu birakarian azetona lurrundu, eta, ondoren, 20 mL eter eta 20 mL ur gehitzen dira. Dekantazio-inbutuan, faseak bereizi, eta fase urtsua eterrez erauzten da (2 x 20 mL). Fase organikoa batu, eta birritan urez garbitzen da (iodoaren kolorea agertzen bada, bisulfito sodikoaren disoluzioz garbitzen da, 20 mL). Azkenik, sodio sulfato anhidroz lehortu, eta disolbatzailea lurrungailu birakarian lurruntzen da.
- 3.- Lortutako produktua destilazio sinplearen bidez arazten da. Produktuaren irakite-puntua 125-135 °C-koa da.

## 2.- ORDEZKAPEN ELEKTROIZALE AROMATIKOA. AZETANILIDAREN NITRAZIOA

### Sarrera:

Eraztun aromatikoean agertzen diren hidrogenoek eraso elektroizale baten aurrean ordezkapen erreakzioak jasaten dituzte. Praktika honetan, azetanilidaren nitrazioa egiten da. Erreakzio honetan errektibo moduan erabiltzen den nahaste sulfonitrikotik eratzen den nitronio ioi positiboak eraso elektroizalea egiten dio eraztun aromatikori. Nitro (-NO<sub>2</sub>) taldea bentzeno eraztunaren hiru posizio ezberdinetan (*orto*, *meta* eta *para*) sar daiteke. Azetanilidan agertzen den -NHCOCH<sub>3</sub> ordezkatzailak *para* posizioa zuzentzen du nagusiki nitro taldea. Ezpurutasun moduan eratzen diren beste bi isomeroen (*orto* eta *meta*) kantitate txikiak kristalizazioz banatzen dira.



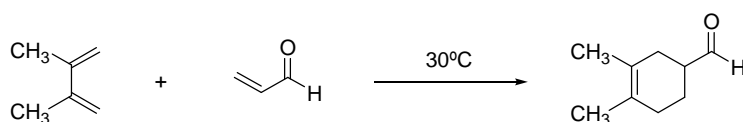
### Prozedura esperimentalak:

- 1.- Hiru ahoko matrizean, 4 g azetanilida 15 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kontzentratutan disolbatzen da.
- 2.- Hauspeakin-ontzi batean, 6 mL HNO<sub>3</sub> eta 6 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nahasten dira.
- 3.- Matrazea izotz-urezko bainuan sartu, irabiatu, eta HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> disoluzioa gehitzen da astiro (tenperaturak ez du 35 °C-tik gora igo behar).
- 4.- Nahastea ur-izotzezko bainutik ateratzen da, eta 5 minutuz uzten da giro-tenperaturan.
- 5.- Disoluzioa ur-izotz nahasteari (50 mL-50 g) gehitzen zaio eta lortutako *p*-nitroazetanilidaren hauspeakina hutsean iragazten da.
- 6.- Hauspeakin horretatik 1,0 g hartu, eta kristalizazioa egiten da EtOH-tan.
- 7.- Araztu aurreko produktua, eta *p*-azetanilida puruaren geruza fineko kromatografia egiten da, garbiketa ondo egin dela ikusteko.

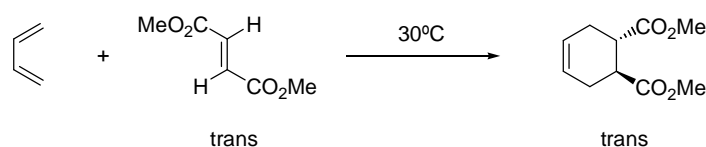
### 3.- DIELS-ALDER ZIKLOADIZIOA: FURANOA ETA ANHIDRIDO MALEIKOAREN ARTEKO ERREAKZIOA

#### Sarrera:

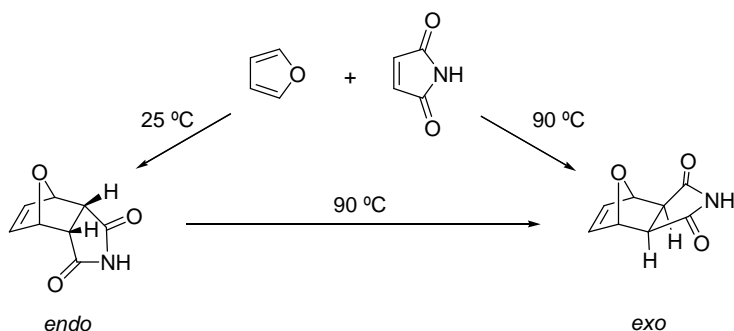
Diels-Alder zikloadizioa erreakzio bat da, hain zuzen, 4 elektro dituen dienoaren eta 2 elektro dituen dienofilo izeneko alkenoaren artekoa. Dienoak eduki ditzakeen talde elektro-emaileek eta dienofiloak eduki ditzakeen talde elektro-erakarleek erreakzioa errazten dute. Hori dela eta, 2,3-dimetil-1,3-butadienoak akroleinarekin erreakzionatzen du 30 °C-an eta dagokion Diels-Alder produktua eratzen du.



Zikloadizioa mekanismo kontzertatuaren bidez gertatzen da; hots, loturen eraketa eta apurketa aldi berean gertatzen da. Diels-Alder erreakzioa estereoespezifikoa da, eta dienofiloaren konfigurazioa (*cis* edo *trans*) azken produktuan mantentzen da. Beraz, butadienoak *trans*-dimetil fumaratoarekin erreakzionatzen du, eta *trans*-dimetil 4-ziklohexeno-1,2-dikarboxilatoa ematen du.

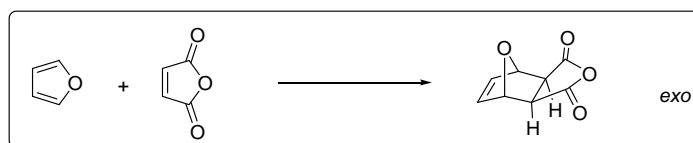


Diels-Alder erreakzioetan bi isomero konfigurazional, *endo* eta *exo* isomeroak, era daitezke. Eskuarki, *endo* isomeroa eratzen da erreakzioa kontrol zinetikopean egiten denean, eta *exo* isomeroa kontrol termodinamikopean eratzen da. Adibidez, furanoak eta maleimidak 25 °C-an elkarrekin erreakzionatzen dutenean, *endo* isomeroa lortzen da, baina 90 °C-an erreakzionatzean, *exo* isomeroa lortzen da. *Endo* isomeroa *exo* isomero bihurtzen da erraz, 90 °C-an berotu ondoren. Era horretan, erreakzioa itzulgarria dela ikusten da.



Praktika honetan, furanoaren (dienoa) eta anhidrido maleikoaren (dienofiloa) arteko erreakzioa gertatzen da, Diels-Alder zikloadizioaren adibide gisa. Anhidrido maleikoak urarekin erreakzionatzen duela eta berehala dagokion azido karboxilikoa eratzten duela kontuan izanda, erreaktibo horrekin batera erabiliko dugun materialak guztiz lehor egon behar du, produktu-nahasketarik era ez dadin.

Erreakzio honetan anhidrido *exo*-7-oxabiziklo[2.2.1]-hept-5-eno-2,3-dikarboxilikoa eratzten da. Segur aski, erreakzioan zehar *endo* aduktoa eratzten da, baina, hura eratu ahala, egonkorragoa den *exo* isomero bihurtzen da.



### Prozedura esperimentalak:

- 1.- 2 g (20 mmol) anhidrido maleiko matraxe biribil txiki batean jarri, eta 5 mL dioxano gehitzen dira. Nahasketa irabiatu egiten da, anhidridoa disolbatu arte. Komeni da anhidrido maleikoaren hautsa ez arnastea eta ez ukitzea, narritagarria baita.
- 2.- Disoluzioari 1,5 mL (1.4 g, 20 mmol) furano gehitu, eta ondo nahasten egiten da. Matraxe beirazko tapoi batekin estali, eta erreakzionatzen uzten da 24-48 orduz.
- 3.- Eratzten den konposatu kristalinoa hutsean iragazi, eta dietil eterrez garbitzen da.

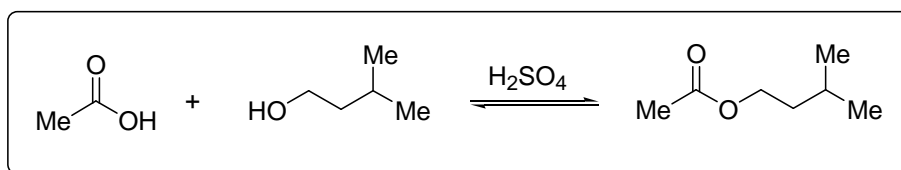
#### 4.- FISCHER ESTERIFIKAZIOA. 3-METILBUTIL AZETATOAREN SINTEZIA (banana-esentzia)

##### Sarrera:

Isoamil azetatoa (3-metilbutil azetatoa) banana-usaina ematen duen konposatua da. Horretaz gain, konposatu hori erleen feromonetan agertzen den printzipio aktiboetako bat da.

Praktika honetan, isoamil azetatoa sintetizatzen da 3-metil-1-butanolaren (isoamil alkohola) eta azido azetikoaren arteko kondentsazioz. Fischer esterifikazio deritzon erreakzio honetan azido karboxiliko batek alkohol batekin erreakzionatzen du, ingurune azido sendoaren laguntzaz (HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>...). Erreakzio hori itzulgarria da, eta haren oreka konstantea, K=4, da.

Erreakzioan lortutako produktua destilazioz arazten da, eta irakite-puntuaren bidez identifikatzen da.



##### Prozedura esperimentalak:

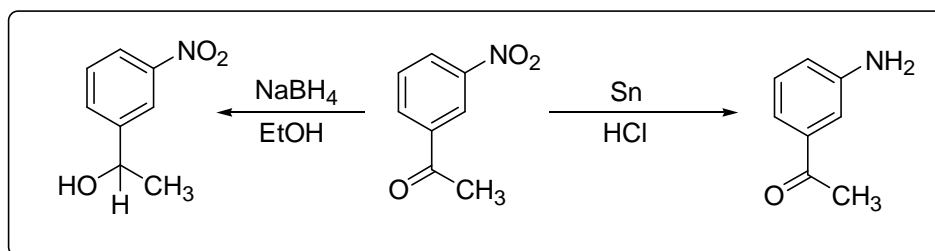
- 1.- Matraze biribil batean azido azetiko (11 mL) eta isoamil alkohola (5 mL) isurtzen dira.
- 2.- Lortutako disoluzioari irabiatu ahala, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kontzentratuaren 1 mL gehitzen zaio astiro.
- 3.- Nahastea birfluxutan berotzen da 90 minutuz. Berotzeko hareazko bainua erabiltzen da, eta imanarekin irabiatzen da.
- 4.- Birfluxua bukatzean, erreakzio-nahastea uretan hoztu, eta erreakzio-nahastea 25 gr izotz gainera gehitzen da hauspeakin-ontzi batean.
- 5.- Nahastea dekantazio-inbutura sartu, eta eterrarekin (2 x 15 mL) erauzten da.
- 6.- Fase organikoa sodio karbonatoz (2 x 15 mL) garbitzen da.
- 7.- Fase organikoa Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidroz lehortu eta iragazi egiten da.
- 8.- Isoamil azetatoa destilazioaren bidez arazten da.



## 5. ERREDUKZIO-ERREAKZIOAK. 3-NITROAZETOFENONAREN ERREDUKZIOAREN KIMIOSELEKTIBITATEA

### Sarrera:

Kimioselektibitatea –hots, talde funtzional baten erreakzio selektiboa– ez da beti erraz lortzen, eta gehienetan talde-babesleengana jo behar da, hori lortzea nahi bada. Hala ere, erreaktiboa eta erreakzio-baldintza egokiak aukeratuz gero, kimioselektibitatea eraginkorra izan daiteke. Bi zatitan banatuta dagoen praktika honetan, 3-nitroazetofenonaren, erreduzi daitezkeen bi talde (karboniloa eta nitroa) dituen konposatuaren, erredukzio kimioselektiboa gertatzen da. Lehenengo zatian, zetona taldea erreduzitzen da hidruro iturri moduan, sodio borohidruoa erabiliz. Bigarren zatian, nitro taldea amina aromatikora erreduzitzen da, eztainua eta azido klorhidrikoa erabiliz.



### 5.1. Sodio borohidruoaren bidezko erredukzioa. Prozedura esperimental:

- 1.- 100 mL-ko matraze biribilean, 1,65 g 3-nitroazetofenona disolbatu egiten dira 20 mL etanol berotan.
- 2.- Disoluzioa minutu batzuetan irabiatu, eta ondoren ur-izotzezko bainuan hozten uzten da, zetona gehiena disolbatua egon arte.
- 3.- Disoluzio horren gainean 0,45 g sodio borohidruo gehitu, zati txikitik, 5 minutuko denbora-tarteetan. Erreakzioa beste 15 minutuan irabiatzen uzten da giro-tenperaturan.
- 4.- 15 mL ur gehitu, eta nahastea birfluxutan berotzen da 5 minutuz.
- 5.- Nahastea giro-tenperaturara heldu arte uzten da, eta ondoren matrazearen edukia dekantazio-inbutu batera pasatzen da.
- 6.- Fase urtsua eter etilikoarekin (2 x 20 mL) erauzten da.
- 7.- Fase organikoa sodio kloruro disoluzio aseztu garbitzen da.

8.- Lortutako fase organikoa  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidroz lehortzen da. Iragazi eta hutsean lurruntzen da lurrungailu birakariaren bidez.

9.- Lortutako produktua hurrengo egunera arte hozkailuan uzten da, kristalizazio-prozesua eragiteko.

10.- Hasierako produktua eta lortutako produktuaren geruza fineko kromatografia (Hexano: ACOEt 5:5) egiten da, erreakzioa gertatu dela frogatzeko.

### **5.2. Eztainu eta azido klorhidrikoaren bidezko erredukzioa. Prozedura esperimentalak:**

1.- Imana duen 100 mL-ko matraze biribilean, 3,3 g eztainu sartu zati txikitik.

2.- 1,65 g 3-nitroazetofenona gehitu, eta ondoren 24 mL ur eta 9 mL azido klorhidriko kontzentratu gehitzen dira.

3.- Erreakzio-nahastea 1 ordu eta 30 minutuz birfluxutan berotzen uzten da.

4.- Nahastea giro-tenperaturara heltzen uzten da, eta iragazi egiten da, geratzen den eztainu solidoa kentzeko.

5.- Iragazitakoari % 40 den 20 mL NaOH gehitu. Horretarako, nahastea irabiatzen eta ur-izotzezko bainuan jartzen da. Lortzen den disoluzioaren pH-a basikoa dela frogatu behar da.

6.- Lortzen den hauspeakin horia hutsean iragazi, eta buchner inbutua urez ondo garbitu.

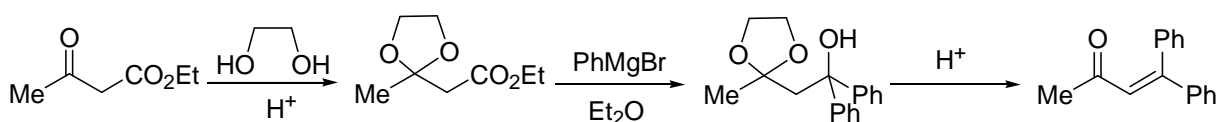
7.- Lortzen den solido zuri-grisa matraze biribilera pasatu, eta uretan eginiko kristalizazioaren bidez arazten da. Lortutako nahastean disolbatzen ez diren eztainu-gatzak ager daitezke.

8.- Lortutako kristalak iragazi eta lehortzen uzten dira.

## 6.- KARBONILOAREN GAINEKO ADIZIO-ERREAKZIOA. ETIL OXOBUTANOATOAREN AZETALAREN SINTESIA

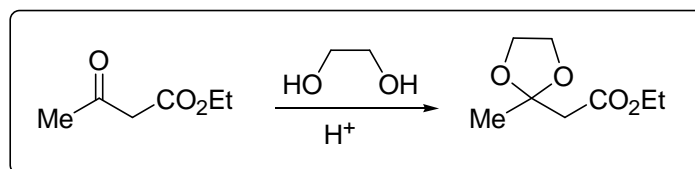
### Sarrera:

Esterrek Grignard errektiboekin azkar erreakzionatzen dute, eta horrela alkohol tertziarioak eratzen dira. Molekulan Grignard errektiboak eraso diezaiokeen beste funtzio talderen bat badago, lehenik talde hori babestu behar da, eta sintesiaren ondorengo etapan talde hori desbabestu egin beharko da. Beraz, etil azetilazetatoari magnesiar batekin erreakzionarazi nahi baldin bazaio, lehenik zetonaren karboniloa babestu behar da, nahi ez diren albo-produktuen eraketa ekiditeko eta ondoren karboxilato taldearen gaineko adizioa egin daiteke.



Aldehido eta zetonen talde babesle erabilienetakoa 1,3-dioxolano azetala da. Azetal hori erraz presta daiteke, 1,2-etanodiolari (etilenglikolak) eta konposatu karbonilikoari katalizatzaile azido baten presentzian erreakzionaraztean. Talde-babeslea ingurune azido urtsuan elimina daiteke azkeneko etapan.

Praktika honetan, etil 3-oxobutanoato (etil azetilazetato) konposatua babestu egiten da. Horretarako, 1,2-etanodiola eta katalizatzaile moduan azido *p*-toluensulfonikoa erabiltzen dira. Erreakzioan zehar sortzen den ura destilazio azeotropikoaren bidez eliminatzen da, Dean-Stark aparatua erabiliz. Modu horretan lortzen den produktu babestua ondorengo praktikan erabiliko dugu.



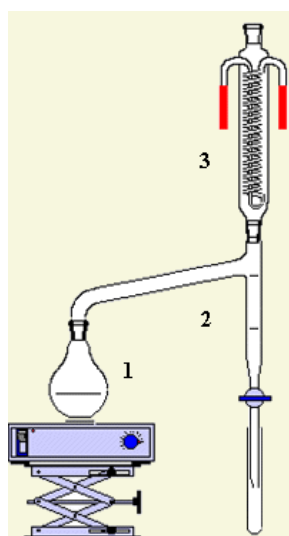
### Uraren eliminazio azeotropikoa: Dean-Stark aparatua

Itzulgarriak diren erreakzioetan (azido karboxilikoaren esterifikazioa, azetalen eraketa...), oreka produktuen eraketarantz desplazatu daiteke, eta, hala, ingurunean eratzen den ura eliminatu. Ura eliminatzeko modurik errazena harekin nahastezina eta

dentsitate baxuagoa duen disolbatzaile batekin batera destilatzea da. Horrela irakite-temperatura baxuagoa duen azeotropoa eratzen da. Hori egiteko erabiltzen diren disolbatzaile ohikoenak bentzenoa (ez da gomendagarria toxikotasun handia duelako,  $T_1 = 80\text{ }^\circ\text{C}$ ) eta toluenoa ( $T_1 = 110.8\text{ }^\circ\text{C}$ ) dira, eta horretarako erabiltzen den aparatuari Dean-Stark deritzo.

Uraren eliminazio azeotropikoa egiteko jarraitu beharreko pausoak honako hauek dira:

- Erreakzio-matrizean, disolbatzailea eta gainerako errektiboak sartu.
- Dean-Stark aparatua toluenoz bete. Hoztailea jarri, eta berotzen eta irabiatzen hasi. Lurrunak hoztailean kondentsatzen direnean, azeotropoa bere bi osagaietan (ura eta toluenoa) banatzen dela ikusten da. Ura, dentsitate handiagoa duenez, behean geratzen da, eta toluenoak gainezka egiten du eta matrazera berriro itzultzen da. Modu horretan matrizean eratzten den ura eliminatzen da, eta toluenoz ordezkatzen da.



1. Matrazea
2. Dean-Stark
3. Hoztailea

### 1. irudia Uraren eliminazio azeotropikoa

#### Prozedura esperimentalak

- 1.- 100 mL-ko matraze biribil batean, 12,7 mL (13 g) etil azetilazetato, 5,8 mL etilenglikol, 0,05 g azido *p*-toluensulfoniko eta 50 mL tolueno jartzen dira.
- 2.- Uraren destilazio azeotropikoa egiteko sistema jartzen da, Dean-Stark eta birfluxua egiteko hoztailea.

- 3.- Nahastea birfluxutan berotzen da ordu batez.
- 4.- Giro-tenperatura hartzen utzi, nahastea dekantazio-inbutura pasatu, eta % 10 den NaOH disoluzioaren 15 mL erabiliz garbitu egiten da nahastea.
- 5.- Fase organikoa urez erauzi (2 x 20 mL), sodio sulfato anhidroz lehortu, iragazi eta disolbatzailea lurrungailu birakarian lurrundu.

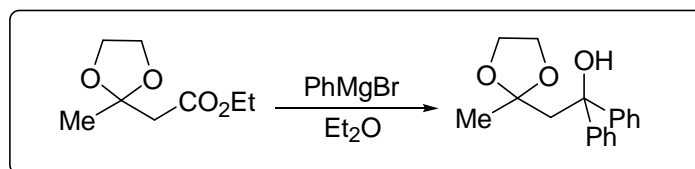
## 7.- KARBONILOAREN GAINEKO ADIZIO-ERREAKZIOA. GRIGNARD ERREAKTIBOEN ADIZIOA

### Sarrera:

*Erreaktibo organometaliko* terminoak sintesi organikoan erabiltzen diren metal ugari tartean dituen arren, horietatik erabilienak litio erreaktiboak (organolitikoak) eta magnesio erreaktiboak (organomagnesiarrak edo Grignard erreaktiboak) dira. Grignard erreaktiboak modu errazean prestatzen dira. Horretarako, dagokion alkil haluroa, magnesio metalikoa eta disolbatzaile moduan eter lehorra erabiltzen dira.

Praktika honetan, etil azetilazetato babestuaren gaineko fenil magnesio bromuroaren adizioa egiten da. Magnesiarra, bromobentzenoa eta magnesio zatitxoak erabiliz prestatzen da aurretik, eta adizioaren ondorioz dagokion alkohol tertziarioa lortzen da. Ondoren, nahiz eta praktika honetan ez egin, talde babeslea hidrolisi azidoaren bidez elimina zitekeen. Horrela, hidroxilo funtzio-taldearen berezko deshidratazioaren bidez dagokion zetona  $\alpha,\beta$ -asegabea lor daiteke.

Grignard erreaktiboaren prestaketak baldintza bereziki anhidroak behar ditu; beraz, erabiliko den materialak guztiz lehor egon behar du aurreko egunetik ( $T > 120\text{ }^\circ\text{C}$ ).



### Prozedura esperimentalak

1.- Imana, adizio-inbutua eta  $\text{CaCl}_2$  hodia duen hoztailea bi edo hiru ahoko 100 mL-ko matraxe biribil batean jarri, eta 1,34 g magnesio, 10 mL eter lehor eta iodo zati bat gehitzen dira. Erabiliko den materialak guztiz lehor egon behar du, eta muntaketa azkar egin behar da, erreaktiboak airearekin kontaktuan ahalik eta denbora gutxien egon daitezen.

2.- Adizio-inbutuan 5,3 mL (7,85 g, 50 mmol) bromobentzeno lehor 10 mL eter lehorrean jarri, eta disoluzio horren tanta batzuk gehitzen dira magnesioaren gainean. Irabiatzen hasi eta Grignard erreaktiboaren eratzeko arte itxaroten da. Une horretan eterra birfluxuan hasten da, eta erreakzioak kolore gris-marroia hartzen du. Minutu batzuetan erreakzioa ez bada hasi, matraxe ur-bainu batean berotzen da leunki.

- 
- 3.- Inbutuan geratzen den bromobentzeno disoluzioa 20 mL eter gehiago botaz diluitu eta matrazean dagoen nahasteari astiro gehitu.
  - 4.- Adizioa bukatzean nahastea ur-bainuan berotzen da, birfluxutan, 10 minutuz. Eterra birfluxutan egon dadin, ur-bainua 40-50 °C-an mantentzen da.
  - 5.- Ur-izotzezko bainuan matrazea hozten utzi, eta tantaka, adizio-inbutua erabiliz, 10 mL eter lehorretan prestatutako azetalaren 4,35 g (25 mmol) disoluzioa gehitzen da.
  - 6.- Adizioa bukatzean nahastea 30 minutuz irabiatzen uzten da giro-tenperaturan.
  - 7.- Matrazera 20 mL izotz-ur gehitzen dira.
  - 8.- Izotza urtzen denean, nahastean geratzen den hondakina 20 mL eterrez garbitzen da. Disoluzioa dekantatu; hauspeakina beste 20 mL eterrez garbitu, eta berriro dekantatzen da.
  - 9.- Fase organikoak batu eta dekantazio-inbutua erabiliz 10 mL urez araztu, sodio sulfato anhidridoa erabiliz lehortu, iragazi eta disolbatzailea lurrungailu birakarian eliminatzen da. Modu horretan, hotzean kristalizatzen den olio hori-laranja agertzen da.
  - 10.- Lortutako produktu gordina eterra erabiliz kristalizatu egiten da.

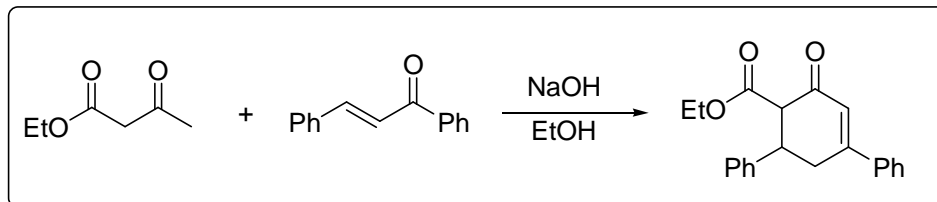
## 8.- MICHAEL ERREAKZIOA ETA KONDENTSAZIO ALDOLIKOA. ZETONA $\alpha,\beta$ -ASEGABE BATEN PRESTAKETA

### Sarrera:

Saiakuntza honetan sintesian erabiltzen diren bi erreakzioen (Michael erreakzioa eta kondentsazio aldolikoa) arteko konbinazioz 6-etoxikarbonil-3,5-difenil-2-ziklohexenona, zetona  $\alpha,\beta$ -asegabea, sintetizatuko dugu.

Sintesiaren lehenengo pausoa *trans*-kalkonaren gaineko etil azetoazetatoaren adizio konjokatua da. Erreakzio honetan, sodio hidroxidoak katalizatzaile gisa jokatzen du.

Sintesiaren bigarren pausuan, baseak katalizaturiko erreakzio aldoliko intramolekularra gertatzen da. Erreakzioaren bitartekari moduan aldola eratzen da. Azkenik, aldolak ura galtzen du, eta 6-etoxikarbonil-3,5-difenil-2-ziklohexenona, zetona  $\alpha,\beta$ -asegabea, eratzen da. Konposatu hori oso egonkorra da, zeren eratzen den lotura bikoitza karbonil taldearekin eta 3. posizioan dagoen feniloarekin konjokaturik baitago.



### Prozedura esperimentalak:

- 1.- 100 mL-ko matraze biribil batean birrindutako 1,68 g *trans*-kalkona, 1,05 g etil azetoazetato eta 35 mL etanol jartzen dira. Nahastea irabiatzen da solido guztia edo gehiena disolbatu arte.
- 2.- Aurreko nahasteari 2,2 M den NaOH disoluzioaren 1,75 mL gehitzen zaio.
- 3.- Nahastea birfluxutan mantentzen da ordubetez. Birfluxuak irauten duen bitartean nahastea arre bilakatzen da.
- 4.- Birfluxua bukatu ondoren nahastea giro-tenperaturara hozten uzten da.
- 5.- 14 mL ur gehitu, eta matraze biribilaren paretak beirazko ziria erabiliz harraskatu egiten dira kristalizazioa eragiteko.



6.- Matraze biribila izotz-bainuan sartzen da 30 minutuz. Produktua ondo kristalitzeko, funtsezkoa da nahastea hoztea. Produktua poliki-poliki kristalizatuz joango da; beraz, izotz-bainuan sartuta dagoen bitartean noizean behin paretak harraskatzea komeni da.

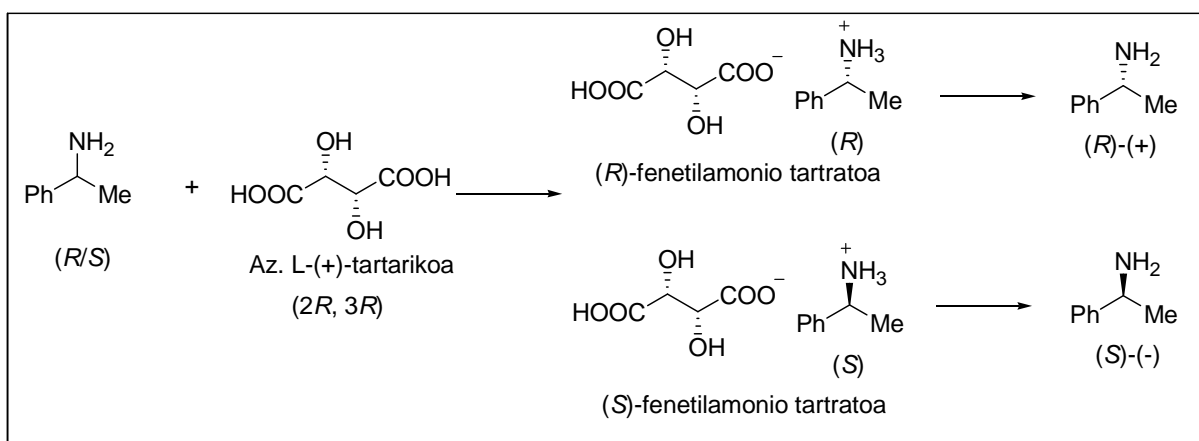
7.- Kristalak hutsean iragazi, eta garbitzeko, izotzez hoztutako etanol (7 mL) hotza erabiltzen da.

## 9.- NAHASTE ERRAZEMIKOEN ERRESOLUZIOA

### Sarrera:

Nahaste errazemiko baten enantimeroaren erresoluzioa egiteko ohiko metodoa konposatuarekin konbinatzen den produktu eskuragarri eta enantiomerikoki purua (erresoluzio-agentea) erabiltzea da. Horrela, nahaste errazemikoaren enantimeroak, enantiomerikoki purua den konposatuarekin elkartzean, ezaugarri fisiko ezberdinak dituzten diastereoisomeroen bikote bat sortzen da, eta, beraz, teknika arrunten bidez bana daitezke. Bereizketa egin ondoren, erresoluzio-agentea berreskuratu egiten da, eta, hala, enantimero puruak lortzen dira.

Praktika honetan, azido (+)-tartarikoa erresoluzio-agente moduan erabiliz, ( $\pm$ )- $\alpha$ -fenetilamina konposatuaren erresoluzioa egiten da, eta, horrela, enantimero puruak lortzen dira.



Sortutako gatzak, fenetilamonio tartratoaren gatzak diastereomerikoak dira, eta propietate fisiko eta kimiko ezberdinak dituzte;  $(S)$ -(-)-fenetilamina konposatuaren gatzak bere diastereoisomeroak,  $(R)$ -(+)-fenetilamina konposatuaren gatzak, baino disolbagarritasun txikiagoa du. Ondorioz, lehenengoa erraz kristaliza daiteke, eta bigarrena disoluzioan geratuko da. Kristalak iragazketaren bidez bana daitezke, eta ingurune basikoan egindako tratamenduaren ondorioz  $(S)$ -(-)-fenetilamina lor daiteke.

$\alpha$ -Fenetilamina konposatuak airean dagoen  $\text{CO}_2$ -arekin azkar erreakzionatzen du, eta solido zuri bat, fenetilamonio karbonatoa, eratzen da. Beraz, konposatu horrek airearekin kontaktua izatea saihestu behar da. Gatz kristalinoak, ordea, ez du aireko  $\text{CO}_2$ -arekin erreakzionatzen.

**Prozedura esperimentalak:**

- 1.- 250 mL-ko erlenmeyerrean 7,8 g azido L-(+)-tartariko eta 125 mL metanol gehitzen dira.
- 2.- Nahastea berotu egiten da irakite-puntutik gertu egon arte.
- 3.- Disoluzio beroari, poliki-poliki, 6,25 g  $\alpha$ -fenetilamina errazemiko gehitzen zaio.
- 4.- Erlenmeyerra hurrengo egun arte uzten da.
- 5.- Sortutako kristalak hutsean iragazi, eta MeOH hotzez garbitzen dira.
- 6.- Gatza 25 mL uretan disolbatu, eta % 50 den NaOH disoluzioaren 4 mL gehitzen da.
- 7.- Disoluzioa  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  (3 x 10 mL) erabiliz erauzten da.
- 8.- Lortutako fase organikoa  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidroa erabiliz lehortzen da. Ordutik aurrera, ontzia tapatu behar da, amina askearen eta aireko  $\text{CO}_2$ -aren arteko kontaktua saihesteko.
- 9.- Sodio sulfatoa iragazi, eta disolbatzailea lurrungailu birakarian lurruntzen da. Amina askea likidoa da. Baloiaren paretetan solidoa eratzen dela ikusten bada, fenetilamonio karbonatoa sortu delako izango da.
- 10.- Errotazio optikoaren neurketa egin. Horretarako, lortutako likidoa 10 mL-ko matraze aforatu batean jarri, eta kontzentrazioa kalkulatu (g/mL).
- 11.- MeOH erabiliz, disoluzioa arrasean jarri eta irabiatzen da, homogenea izan dadin.
- 12.- Polarimetrora eraman, errotazio optikoaren balioa neurtzeko.

**Bibliografia**

1. Martínez, M.A.; Csáky, A.G.: *Técnicas experimentales en síntesis orgánica*, Síntesis, Madril, 1998.
2. Harwood, L.M.; Moody, C.J.; Percy, J.M.: *Experimental Organic Chemistry. Standard and Microscale*, 2 argit., Blackwell Science, Oxford, 1999.
3. Pavia, D.L.; Lampman, G.M.; Kriz, G.S.; Engell, R.G.: *Introduction to Organic Laboratory Techniques. A Microscale Approach*", 3 argit., Saunders College Publishing, Fort Worth, 1999.
4. Mayo, D.W.; Pike, R.M.; Trumper, P.K.: *Microscale Organic Laboratory*", 3 argit., John Wiley and Sons, New York, 1994.
5. Hesse, M.; Meier, H.; Zeeh, B.: *Métodos espectroscópicos en química orgánica*, Síntesis, Madril, 1997.
6. Kotsultatzeko web-orri interesgarria: Quiored. Recursos educativos en Química Orgánica: <http://www.ugr.es/~quiored>