

SEP

SNEST

DGEST

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TOLUCA

MANUAL DE PRACTICAS DE
QUÍMICA ORGÁNICA II

REPORTE FINAL

Q.F.I. BENJAMÍN PORTILLO ALVA

Metepec, Estado de México, Agosto de 2008

OBJETIVO GENERAL

Contar un manual de prácticas que cubra todos los temas y subtemas de la asignatura de QUÍMICA ORGÁNICA II de la retícula IQUI-2005-299, proyecto propuesto como recurso didáctico de utilidad para los catedráticos que imparten la materia, como para los estudiantes ya que ayuda a relacionar los conocimientos teóricos con la práctica, contribuyendo a la obtención de un conocimiento significativo.

ÍNDICE

PRÁCTICA No.	TITULO DE LA PRÁCTICA	PÁG.
PRÁCTICA No. 1	IDENTIFICACIÓN DE GRUPOS FUNCIONALES ORGÁNICOS.....	1
PRÁCTICA No. 2	SÍNTESIS Y PROPIEDADES QUÍMICAS DE ALQUENOS	7
PRÁCTICA No. 3	OBTENCIÓN DE UN ALQUINO (ACETILENO)	10
PRÁCTICA No. 4	SÍNTESIS DE DIFENIL CARBINOL (BENCIDROL)	13
PRÁCTICA No. 5	OBTENCIÓN DEL ÁCIDO FENOXIACÉTICO, SÍNTESIS DE WILLIAMSON	17
PRÁCTICA No. 6	IDENTIFICACIÓN DE ALDEHÍDOS Y CETONAS	20
PRÁCTICA No. 7	OXIDACIÓN DE <i>n</i> -BUTANOL A <i>n</i> -BUTIRALDEHÍDO	24
PRÁCTICA No. 8	SÍNTESIS DE <i>o</i> -HIDROXIBENZALDEHÍDO	28
PRÁCTICA No. 9	OBTENCIÓN DE DIBENZALACETONA	32
PRÁCTICA No. 10	OBTENCIÓN DEL ÁCIDO BENZOICO	36
PRÁCTICA No. 11	SÍNTESIS MALÓNICA, OBTENCIÓN DEL ÁCIDO HEXANOICO ...	40
PRÁCTICA No. 12	OBTENCIÓN DE ACETATO DE ISOAMILO	45
PRÁCTICA No. 13	OBTENCIÓN DE BENZOATO DE FENILO	48
PRÁCTICA No. 14	OBTENCIÓN DE ÁCIDO ACETILSALICÍLICO	51
PRÁCTICA No. 15	SAPONIFICACIÓN, OBTENCIÓN DE UN JABÓN.....	54
PRÁCTICA No. 16	OBTENCIÓN DE UN DETERGENTE	57
PRÁCTICA No. 17	SÍNTESIS DE UNA AMIDA, ADICIÓN NUCLEOFÍLICA SOBRE UN DERIVADO DEL ÁCIDO CARBOXÍLICO	61
PRÁCTICA No. 18	OBTENCIÓN DE LA <i>m</i> -NITROANILINA	64
PRÁCTICA No. 19	OBTENCIÓN DE COLORANTES AZOICOS, ANARANJADO DE METILO Y NARANJA II	67
PRÁCTICA No. 20	SÍNTESIS DEL NYLON 66	71
PRÁCTICA No. 21	POLIMERIZACIÓN VÍA RADICALES LIBRES, SÍNTESIS DE POLIESTIRENO	75
ANEXO 1	REPORTE DE PRÁCTICAS	78
ANEXO 2	PREPARACIÓN DE SOLUCIONES	83

PRÁCTICA

1

IDENTIFICACIÓN DE GRUPOS FUNCIONALES ORGÁNICOS

OBJETIVO

El alumno aprenderá a identificar los grupos funcionales que se encuentran en compuestos orgánicos de origen natural o sintético mediante pruebas a la gota.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

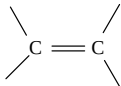
UNIDAD: I, II, y III

TEMA: Identificación de grupos funcionales

INTRODUCCIÓN:

El comportamiento físico y químico de una molécula orgánica se debe principalmente a la presencia en su estructura de uno o varios grupos funcionales químicos. Los grupos funcionales son grupos constantes de átomos, en disposición especial, que por tal regularidad confieren propiedades físicas y químicas muy similares a la estructura que las posee. Los grupos funcionales orgánicos más importantes de acuerdo a su reactividad se muestran en la siguiente tabla.

GRUPO FUNCIONAL	ESTRUCTURA	EJEMPLO
Sales de amonio	R_4N^+	$(CH_3)_3NH^+$: Trimetilamonio
Ácido carboxílico	$R-COOH$	CH_3COOH : ácido acético
Anhídrido	$R-CO-O-CO-R'$	$CH_3-CO-O-CO-CH_3$: Anhídrido acético
Esteres	$R-CO-O-R'$	$CH_3-CO-O-CH_2CH_3$: acetato de etilo
Haluro de acilo	$R-CO-X$	$CH_3CH_2-CO-Cl$: cloruro de propanoilo

Amida	$\begin{array}{c} \text{R}-\text{CO}-\text{NR}' \\ \\ \text{R}'' \end{array}$	CHO-NH ₂ : formamida
Nitrilo	R-CN	CH ₃ CH ₂ CH ₂ -CN: butanonitrilo
Aldehído	R-CHO	CH ₃ CH ₂ -CHO: propanal
Cetona	R-CO-R'	CH ₃ -CO-CH ₃ : acetona
Alcohol	R-CH ₂ OH	CH ₃ CH ₂ OH: etanol
Mercaptano	R-CH ₂ SH	CH ₃ CH ₂ -SH: etanotiol
Amina	R-CH ₂ NH ₂	CH ₃ (CH ₂) ₅ -NH ₂ : hexanamina
Éter	R-O-R'	(CH ₃ CH ₂) ₂ O: éter etílico
Sulfuro	R-S-R'	(CH ₃ CH ₂) ₂ S: sulfuro de dietilo
Alqueno		CH ₃ CH = CH ₂ : propeno
Alquino	- C ≡ C -	CH ₃ C ≡ CH propino
Halogenuro de alquilo	R - X	CH ₃ CH ₂ Br: bromuro de etilo
Nitro	R-NO ₂	C ₆ H ₅ NO ₂ : nitrobenzeno
Alcano	C - C	CH ₃ -(CH ₂) ₅ CH ₃ : n-heptano

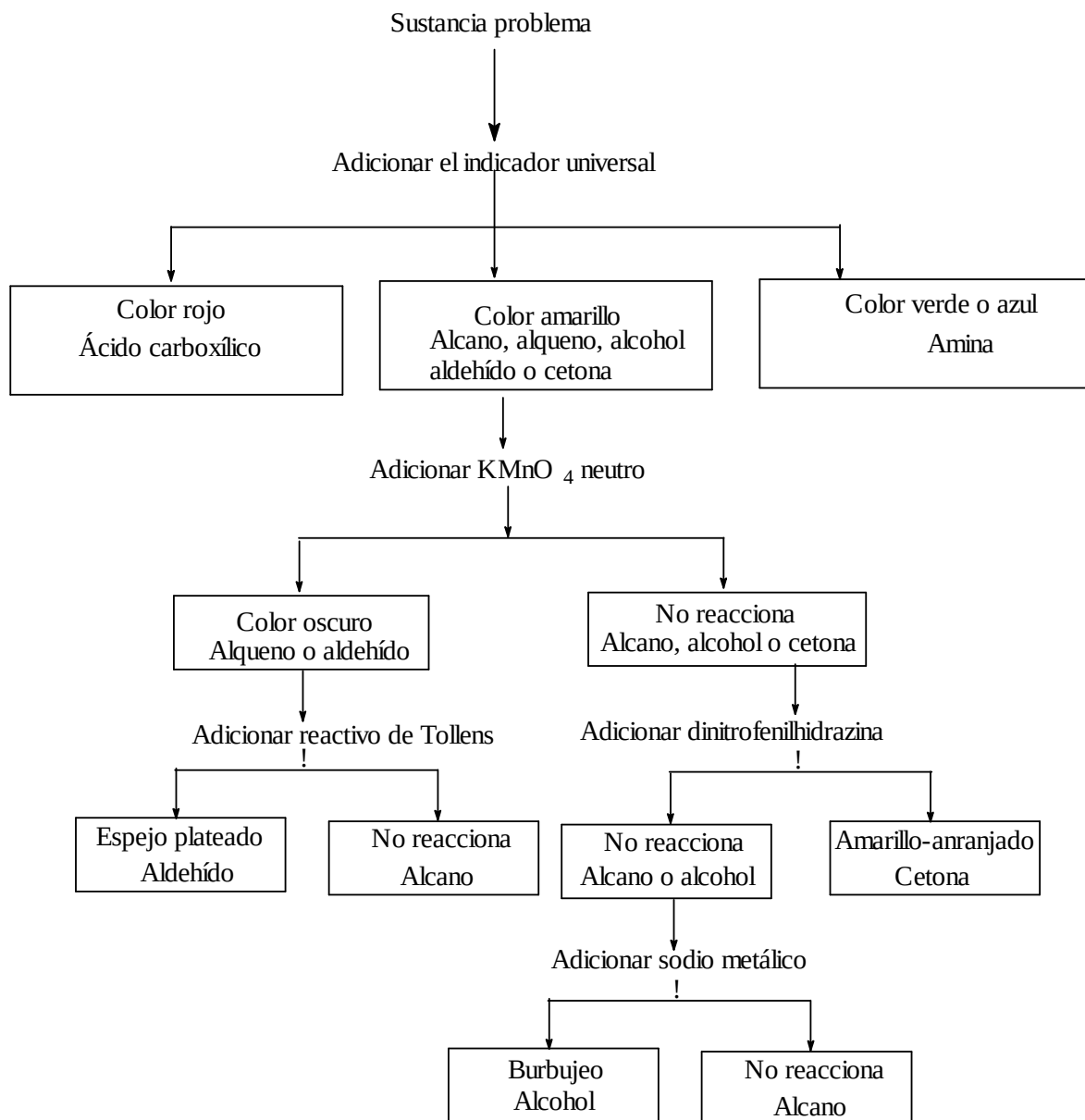
Nota: Los grupos R, R' y R'' representan cualquier grupo alquilo o arilo y X representa un halógeno (F, Cl, Br o I)

CLASIFICACIÓN DE UNA SUSTANCIA EN UN GRUPO FUNCIONAL

Más adelante se muestra la forma como el alumno podrá clasificar una sustancia desconocida dentro de una familia orgánica mediante pruebas a la gota con diversos reactivos que producen color; por ejemplo los ácidos carboxílicos, disueltos en agua, generan iones H₃O⁺ y las aminas OH⁻, estos iones se pueden detectar por medio del pH, utilizando papel indicador o con solución indicadora universal.

Con un ácido, el indicador universal cambia a color rojo y con una base, a color verde azulado. Si al agregar unas gotas del indicador la mezcla no cambia su color amarillo, la sustancia analizada no es ácida ni básica. Para clasificar una sustancia con tales características se utiliza KMnO₄, un agente oxidante neutro. Con este reactivo se detectan grupos oxidables fácilmente. Cuando tal oxidación ocurre, la disolución de KMnO₄, inicialmente de color violeta oscuro, se torna de color amarillo claro o a incolora y se observa

una precipitación de dióxido de manganeso, MnO_2 . Alguno de los grupos oxidables son a) los aldehídos, que al reaccionar producen ácidos carboxílicos, y b) los alquenos, que inicialmente se transforman a dioles que por oxidación posterior se producen dos moléculas carboxílicas, RCOR' y $\text{R}''\text{COR}'''$.



MATERIAL

Tubos de ensayo	12	Matraces aforados de 50 mL	2
Vasos de precipitados de 50 mL	2	Matraz Erlenmayer de 50 mL	1
Pipetas Pasteur	2	Matraces aforados de 100 mL	2
Pipeta graduada de 5 mL	1	Varilla de vidrio	1
Perilla	1	Espátula	1
Gradilla para tubo de ensayo	1		

REACTIVOS

n-Heptano		Ácido acético o ácido propionico	
Ciclohexeno		Dietilamina	
Etanol o butanol		Permanganato de potasio	
Propanaldehído		Nitrato de plata	
Acetona o 2-butanona		Hidróxido de sodio	
Ácido sulfúrico		Ácido nítrico	
2,4-Dinitrofenilhidrazina		Sodio metálico	
Fenolftaleína		Rojo de metilo	
Azul de bromo timol		Anaranjado de metilo	
Azul de timol			

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Se numeran 10 tubos y se colocan en ellos las sustancias en la cantidad indicada de acuerdo a la siguiente tabla:

TUBO No.	SUSTANCIA	VOLUMEN/GOTAS
1	Ácido acético o propionico	10
2	Agua destilada	10
3	Dietilamina	10
4	Propionaldehído o butiraldehído	10
5	Ciclohexeno	10
6	Propionaldehído o butiraldehído	2

7	Ciclohexeno	2
8	Acetona	10
9	Etanol	20
10	n-Heptano	20

Una vez hecho esto, proceda a realizar las pruebas que a continuación se indican.

- A) Se adicionan 10 gotas de agua destilada a los tubos 1-3, se mezclan perfectamente y se agrega una gota del indicador universal, anote sus observaciones.
- B) Se agregan 10 gotas de agua destilada y 5 gotas de solución 0.02M de KMnO_4 a los tubos 4 y 5. Se agitan suavemente cada tubo por un minuto aproximadamente, anote sus observaciones.
- C) Se agregan 2 mL de reactivo de Tollens a los tubos 6 y 7, se agitan suavemente por dos minutos y se dejan reposar por otros 5 minutos, anote sus observaciones.
- D) Se agregan 2 mL de solución de 2,4-dinitrofenilhidrazina (precaución es tóxica) al tubo 8, se agita vigorosamente y se deja reposar por dos minutos, Si no se forma de inmediato un precipitado, deberá dejarse reposar hasta 15 minutos.
- E) Se agregan a los tubos 9 y 10 una pequeña pizca de sodio metálico (precaución; el sodio metálico debe manejarse con cuidado libre de humedad). Agítese suavemente por unos 15 segundos y obsérvese si ocurre alguna reacción.

EXPERIMENTO No. 2

Se determinará que grupo funcional se encuentra en las muestras MP1 y MP2 siguiendo el esquema mostrado anteriormente. Para ello puede repetir lo realizado en los incisos de la A a la E.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

Los alumnos deberán investigar sobre:

- Reacciones de Tollens
- Reacciones de oxidación
- Reacción con 2,4-dinitrofenilhidracina

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. E. Boschmann y N. Well. 1990. *Chemistry in Action. A Laboratory Manual for General Organic and Biology Chemistry*. McGraw-Hill. New York,
2. *J. Chem. Educ.* (1945).25, 258
3. L. R. Shriner, R.C. Fuson y D.Y. Curtin. 1991. *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. Limusa. México.
4. Leonard y Gelfand, *J. Am. Chem.* (1955). 77, 3272.

PRÁCTICA

2

SÍNTESIS Y PROPIEDADES QUÍMICAS DE ALQUENOS

OBJETIVO

Obtención de amileno a partir de alcohol ter-amílico y realizar pruebas de instauración y combustibilidad.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD:

TEMA:

SUBTEMA:

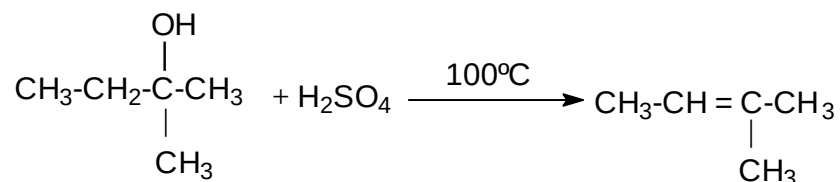
INTRODUCCIÓN:

La reacción de deshidratación del alcohol ter-amílico puede transcurrir teóricamente en dos direcciones para dar dos productos, pero el producto principal es el amileno.

De acuerdo con la regla general de que en la deshidratación de alcoholes catalizada por ácido, en la que se puede formar dos olefinas isómeras, el átomo de hidrógeno que se elimina es del carbono adyacente al que posee el OH que tenga el menor número de átomos de hidrógenos formándose el alqueno más ramificado.

A los alquenos de fórmula C_5H_{10} se les aplica el término "amileno". Todos los amilenos son compuestos conocidos y fácilmente asequibles. En esta práctica se preparará un amileno a partir del alcohol ter-amílico (2-metil-2-butanol).

REACCIÓN GENERAL



MATERIAL

Matraz redondo de 100 mL	1	Probetas de 50 mL	1
Refrigerante c/ mangueras	1	Pinzas para de tres dedos	3
Soporte universal	3	Tela de asbesto	1
Matraz Erlenmayer de 250 mL	1	Mechero Fisher	1
Baño maría	1	Termómetro de 100° C	1
Anillo metálico	1	Probeta de 10 mL	1
Kit a microescala	1		

REACTIVOS

KMnO ₄ al 0.3%	0.5 mL	H ₂ SO ₄ concentrado	10 mL
Alcohol ter-amílico	25 mL	NaOH al 10%	10 mL
CaCl ₂ anhidro	1 g	Sol. De Br ₂ / CCl ₄	0.5 mL

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Prepare una mezcla 1:2 de ácido sulfúrico-agua, añadiendo cuidadosamente, y en pequeñas porciones, 10 mL de H₂SO₄ concentrado a 20 mL de agua fría en un matraz redondo de 100 mL. El matraz debe enfriarse después de cada adición moviéndolo suavemente en un baño de hielo. Añada, enfriando y agitando, 25 mL de alcohol ter-amílico.

Monte un aparato de destilación simple y con cuidado caliente suavemente con el mechero. Al refrigerante se le adapta una alargadera para colector el destilado en un matraz Erlenmeyer de 250 mL que deberá estar rodeado de hielo con sal.

El producto frío se pasa a un embudo de separación y se añade 10 mL de solución fría de NaOH al 10%. Se invierte el embudo, se abre la llave para igualar la presión interior con la

atmosférica, una vez cerrada la llave, se agita de vez en cuando para abrir la llave e igualar la presión.

Cuando se hayan separado las dos capas abra la llave y desecha la capa acuosa (inferior), la capa superior se pasa a un matraz pequeño limpio y seco. Se añade 1 gramo de cloruro de calcio anhidro, se deja reposar, enfriándolo en agua con sal y agitando de vez en cuando.

El alqueno seco, se destila en un aparato de destilación simple a microescala el cual debe estar provisto de termómetro, se destila, calentando a baño María, recogiendo lo que destile entre 37° – 43° C en un matraz sumergido en hielo con sal.

EXPERIMENTO No. 2

PRUEBAS PARA ALQUENOS

PRUEBA DE BAEYER: Ponga 0.5 del destilado en un tubo de ensayo y agregue 2-3 gotas de permanganato de potasio alcalino, vea como lo decolora y se forma un precipitado café.

DECOLORACION DEL Br_2/CCl_4 : Ponga 0.5 mL de el destilado y agregue de 2-3 gotas de sol de bromo en tetracloruro de carbono, observe como lo decolora.

FLAMABILIDAD: En un vidrio de reloj ponga un mL de alqueno obtenido y con cuidado acerque un fósforo encendido y observe el color de la flama.

HIDRATACION: A 2 mL de agua contenidos en un tubo de ensaye añaden 2 mL de ácido sulfúrico concentrado y la mezcla se enfría con hielo exteriormente. A continuación se echan 4 mL de producto obtenido y se agita fuertemente, enfriando al mismo tiempo. Si no se separa una capa del alcohol correspondiente se saturará la solución con cloruro de sodio para que parezca éste.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

Los alumnos deberán investigar sobre:

- Reacciones de adición al doble enlace
- Reacciones de oxidación al doble enlace

BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. ¡989. Laboratory Investigations in Organic Chemistry. McGraw Hill. USA.
2. Morrison, R.T. y R.N. Boyd, 1992. Química Orgánica. 5ª ed. Adisson Wesly Iberoamérica. USA.

PRÁCTICA

3

OBTENCIÓN DE UN ALQUINO (ACETILENO)

OBJETIVO

Obtención de acetileno a partir de carburo de calcio y realizar las pruebas de instauración, combustibilidad y pruebas de acidez de los alquinos terminales.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD:

TEMA:

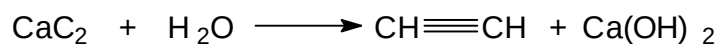
SUBTEMA:

INTRODUCCIÓN:

Tanto los alquinos como los dienos presentan la misma fórmula general C_nH_{2n-2} . Tal como la fórmula lo indica, contienen aun una proporción más pequeña de H que los alquenos. A pesar de que tienen la misma fórmula general, tanto los alquinos como los dienos son grupos funcionales diferentes con propiedades distintas. El miembro más pequeño de la familia de los alquinos es el Acetileno, C_2H_2 y el único más importante desde el punto de vista industrial. El acetileno es un gas incoloro, inoloro si esta puro, ligeramente insoluble en agua y más liviano que el aire.

La presencia del triple enlace hace al acetileno muy activo químicamente.

REACCIÓN GENERAL



MATERIAL

Matraz de dos bocas	1	Probeta de 50 mL	1
Embudo de separación	1	Pipeta graduada de 10 mL	1
Tubos de ensayo	4	Espátula	1
Balanza granataría	1		

REACTIVOS

Carburo de calcio	Reactivo de Baeyer
Solución de Br ₂ en CCl ₄	Cloruro cuproso

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

En un matraz de dos bocas, limpio y seco, coloque 2 g de carburo de calcio, en una de las bocas del matraz adapte el embudo de adición con 7 mL de agua, en la otra boca conecte un tubo desprendimiento. Gotee el agua del embudo sobre el carburo, se desprende acetileno, el cual deberá burbujear por medio del colector en tubos que contengan los reactivos específicos.

EXPERIMENTO No. 2

REACCIONES DE INSATURACIÓN: burbujee acetileno en 1 a 2 mL de una solución de bromo en tetracloruro de carbono. Observe e interprete los cambios que ocurren.

Burbujee acetileno en 1 a 2 mL de una solución acidulada de permanganato de potasio. Observe e interprete los resultados.

INFLAMABILIDAD: Prendimos fuego a uno de los tubos de ensayo que contenía el gas y anotamos lo que observamos.

REACCIONES PARA FORMAR ACETILUROS: Burbujee acetileno a 1 o 2 mL de una solución de cloruro cuproso amoniacal. Burbujee acetileno a 1o 2 mL de una solución de nitrato de plata amoniacal.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

Los alumnos deberán investigar sobre:

- Reacciones de adición al triple enlace

- Reacciones de formación de acetiluros
- Reacciones de identificación del grupo carbonilo
- Reacción con 2,4-dinitrofenilhidracina

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Brewster, R. Q. Vanderwerf, C. A. y McEwen. 1979 Curso Práctico de Química Orgánica. 3ª ed., Alambra, Madrid.
2. Hazzard, B. J. 1973. *Organicum, Practical Handbook of Organic Chemistry*. Addison - Wesley Publishing Company, USA,
3. Reusch. 1977. *Introduction to Organic Chemistry*. Holde Day. USA.
4. Vogel, A. I. 1962. *A text Book of Practical Organic Chemistry*, 3rd. Edición, Londres Inglaterra.
5. Wingrove, A. S., Caret. R. L. 1984. Química Orgánica. Harla. México.

PRÁCTICA

4

SINTESIS DE DIFENIL CARBINOL (BENCIDROL)

OBJETIVO

Obtener en el laboratorio un alcohol secundario, por reducción de un grupo carbonilo.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: I

TEMA: Métodos de obtención alcoholes

SUBTEMA: Reducción de compuestos carbonílicos

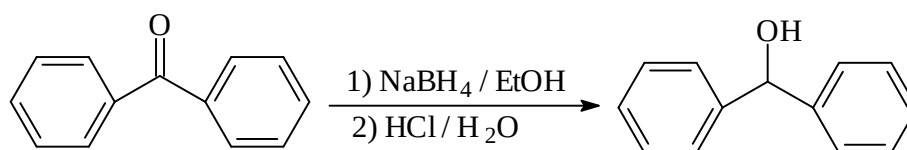
INTRODUCCIÓN:

El doble enlace $C=O$ de un aldehído o de una cetona se encuentra polarizado debido la elevada electronegatividad del oxígeno respecto al átomo de carbono. Por esta razón, una las reacciones más comunes de estos compuestos es la adición nucleofílica, la cual implica la adición de un nucleófilo al carbono electrófilo.

El borohidruro de sodio ($NaBH_4$) y el hidruro doble de litio y aluminio ($LiAlH_4$) son los reactivos más comunes para reducir un grupo carbonilo (aldehído o cetona) al alcohol correspondiente. Estos reactivos se le llama hidruros complejos debido a que no tienen una estructura simple y tienen la capacidad de donar iones hidruro (H^-).

El mecanismo mediante el cual el borohidruro de sodio reduce un compuesto carbonílico (aldehído o cetona) al alcohol correspondiente, se inicia con la transferencia de un ión hidruro al carbono electrofílico del enlace $C=O$ para generar el ión alcóxido que se estabiliza con el borano producido. Debido a que el boro tiene cuatro hidruros que puede donar, esta etapa se repite otras tres veces hasta que el boro haya transferido sus cuatro hidrógenos. De la hidrólisis de los alcóxidos resulta la formación del alcohol correspondiente.

REACCIÓN GENERAL



MATERIAL

Matraz de pera de una boca	1	Portaobjetos	3
Refrigerante c/mangueras	1	Pinzas de tres dedos c/nuez	3
Probeta graduada de 25 mL	1	Baño maría	1
Vaso de precipitados de 150 mL	1	Anillo metálico	1
Pipeta de 5 mL	1	Tela de asbesto	1
Embudo Buchner c/alargadera	1	Espátula	1
Vidrio de reloj	1	Embudo de vidrio	1
Tubo de ensayo	1	Matraz Kitasato de 250 mL	1
Frasco para cromatografía	1	Capilares	1

REACTIVOS

Benzofenona	0.2g	Bromohidruro de sodio	0.1 g
Metanol o etanol	25 mL	Ácido clorhídrico al 10 %	10 mL
Cloroformo	25 mL	Gel de silica (capa fina)	
Acetato de etilo	25 mL	Yodo	2 g
Hexano	30 mL	Solución de 2,4-dinitrofenilhidrazina	0.5 mL

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

En un matraz redondo, coloque 0.5g de benzofenona, agregue las cantidades necesarias de metanol o etanol y de borohidruro de sodio, adicione poco a poco con agitación continua pero tenga cuidado ya que la reacción es exotérmica.

Monte un aparato en posición de reflujo y caliente durante 15 minutos a baño maría. El curso de la reacción se puede seguir de dos maneras:

- a) Haciendo cromatoplasmas cada 5 minutos de la mezcla de reacción hasta la desaparición de la materia prima.
- b) Haciendo pruebas a la gota sobre vidrio de reloj, de la mezcla de reacción con 2,4-dinitrofenilhidrazina, hasta que no se forme precipitado color naranja, lo cual indica que toda la benzofenona ha reaccionado.

Añada 5 mL de agua (para hidrolizar el complejo que forma el borohidruro de sodio) y caliente a baño maría durante 5 minutos.

Deje enfriar la mezcla de reacción a temperatura ambiente y pásela a un vaso de precipitados de 150 mL, agregue ácido clorhídrico al 10%, hasta alcanzar un pH ligeramente ácido, logrando la precipitación del bencidrol.

EXPERIMENTO No. 2

El precipitado del experimento anterior, sepárelo por filtración al vacío, recristalícelo con hexano, calcule el rendimiento y determine el punto de fusión.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno debe revisar con anterioridad:

- Obtención de alcoholes por reducción del grupo carbonilo.
- Diferentes tipos de agentes reductores.
- Reductores selectivos para aldehídos y cetonas.

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Carey, F. A. y R. J. Sundberg. 1990. Advanced Organic Chemical Part B: Reactions and Synthesis. Plenum Press, 3ra. Ed. U.S.A.
2. Streitwieser, A. y C. H. Heathcock. 1979. Química Orgánica. Interamericana. México.
3. Vogel, A. I. 1978. A Textbook of Practical Organic Chemistry. Longman. 4ta. Ed. Londers.

PRÁCTICA

5

OBTENCIÓN DEL ÁCIDO FENOXIACÉTICO SÍNTESIS DE WILLIAMSON

OBJETIVO

Preparar mediante una reacción de sustitución nucleofílica bimolecular un éter, purificar el producto por método de extracción selectiva y distinguir las propiedades ácido-base de fenoles y ácidos carboxílicos.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: I

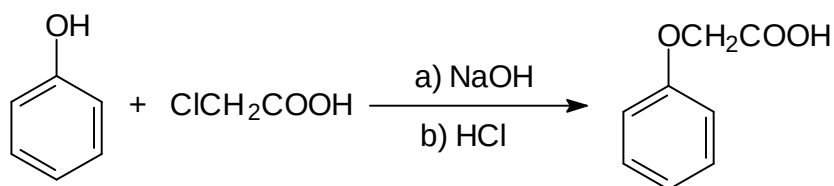
TEMA: Obtención de éteres

SUBTEMA: Método de Williamson

INTRODUCCIÓN:

Para la síntesis de éteres de Williamson se puede utilizar un fenóxido (derivado de un fenol o un alcohol aromático) como nucleófilo, pero no un haluro de fenilo como sustrato. Los fenoles son más ácidos que los alcoholes alifáticos y el hidróxido de sodio es lo suficientemente básico para formar el ión fenóxido. Lo mismo que con otros alcóxidos, el electrófilo deberá tener en el centro reactivo un grupo alquilo primario no impedido y un buen grupo saliente.

REACCIÓN GENERAL



MATERIAL

Baño María	1	Matraz Erlenmayer c/tapa	1
Agitador de vidrio	1	Vaso de precipitados de 250 mL.	1
Probeta graduada de 25 mL	1	Embudo Buchner c/alargadera	1
Matraz Erlenmayer de 125 mL	1	Matraz Kitasato c/manguera	1
Pinzas de tres dedos c/nuez	1	Embudo de separación	1
Vidrio de reloj	1	Espátula	
Pipeta graduada de 10 mL	1	Refrigerante	1
Vaso de precipitados de 150 mL	1	Matraz pera de una boca	1

REACTIVOS

Fenol	0.5g	NaOH al 33 %	2.5 mL
Ácido monocloroacético	0.75g	HCl conc.	7.5 mL
Éter etílico	15 mL	Na ₂ CO ₃ al 15 %	15 mL

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

En un matraz Erlenmayer de 50 mL disuelva 0.5g de fenol en 2.5 mL de solución de NaOH al 33% (verifique que el pH sea alcalino). Tape el matraz con un tapón de corcho, agite fuertemente durante 5 minutos y agregue posteriormente 0.75 g de ácido monocloroacético. Vuelva a tapar el matraz y continúe la agitación por 5 minutos más (sí la mezcla se hace

pastosa, puede agregar de 1 a 3 mL más de agua). Quite el tapón y coloque el matraz en baño maría durante 40 minutos. Transcurrido este tiempo, enfríe la solución y agregue 7 mL de agua. Acidule con HCl conc. Hasta pH = 1 (verifique con papel indicador).

Coloque la mezcla en un embudo de separación y extraiga 3 veces con porciones de 5 mL de éter etílico c/u. Reúna los extractos etéreos y lávelos con 3 porciones de 5 mL de agua. A la fracción orgánica extraígala 3 veces con porciones de 5 mL de Na₂CO₃ al 15%.

Reúna las fases acuosas alcalinas y acidule **cuidadosamente** con HCl 1:1 hasta que precipite el ácido fenoxiacético (realice esta operación lentamente para evitar la redisolución del producto). Filtre y seque al vacío y determine el punto de fusión.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de la práctica debe consultar:

- Diferentes métodos de obtención de éteres.
- Condiciones de reacción de la síntesis de Williamson.
- Acidez de fenoles y de ácidos carboxílicos.
- Extracción selectiva.

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Brewster, R.Q., Vanderwerf, C.A. y McEwen, W.E. 1970. Curso Práctico de Química Orgánica. 2ª ed., Alambra. España.
2. Cremlin, R.J.W. y Still, R.H. 1976. Named and miscellaneous Reactions in practical Organic Chemistry. Heinemann Educational Books. Londres, Inglaterra.
3. Walde, L. G. Jr. 2004. Química Orgánica. 5ª ed. Pearson Educación, S.A. Madrid, España.

PRÁCTICA

6

IDENTIFICACIÓN DE ALDEHÍDOS Y CETONAS

OBJETIVO

Identificar el grupo carbonilo de aldehídos y cetonas, distinguiendo entre un aldehído y una cetona por medio de reacciones características y fáciles de llevarse a cabo en el laboratorio.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: II

TEMA: Aldehídos y cetonas

SUBTEMA: Características del grupo carbonilo

INTRODUCCIÓN:

Los aldehídos y las cetonas contienen el grupo carbonilo, $C=O$, y a menudo se denominan colectivamente compuestos carbonílicos. El grupo carbonilo es el que determina en gran medida la química de aldehídos y cetonas.

No es de sorprender que aldehídos y cetonas se asemejen en la mayoría de sus propiedades. Sin embargo, el grupo carbonílico de los aldehídos contiene, además, un hidrógeno, mientras el de cetonas tiene dos grupo orgánicos. Esta diferencia estructural afecta a sus propiedades de dos formas: (a) los aldehídos se oxidan con facilidad; las cetonas sólo lo hacen con dificultad; (b) los aldehídos suelen ser más reactivos que las cetonas en adiciones nucleofílicas, reacciones estas últimas características de los compuestos carbonílicos.

MATERIAL

Matraz Erlenmeyer 50 ml	1	Pipeta 10 ml	1
Büchner c/alargadera	1	Embudo de vidrio	1
Vaso de pp. de 150 ml	1	Vidrio de reloj	1
Agitador de vidrio	1	Tubos de ensayo	1
Probeta graduada	1	Espátula	1
Matraz Kitazato c/manguera	1	Gradilla	1
Pinza de 3 dedos con nuez	1	Baño María	1
Pinzas para tubo de ensayo	1	Mechero Bunsen	1

REACTIVOS

Sol. 2,4-Dinitrofenilhidrazina 10 ml	Sol. de AgNO ₃ 5% 2 ml
Etanol 96° 20 ml	Sol NH ₄ OH 5% 5 ml
Sol. de NaOH 10% 10 ml	H ₂ SO ₄ conc. 5 ml
Dioxano 3 ml	Sol. de Ácido crómico 1 ml
HNO ₃ conc. 5 ml	Benzaldehído 1 ml
Sol. de Yodo/Yoduro de K 15 ml	Propionaldehído 1 ml
2-Butanona 1 g	Formaldehído 1 ml
Acetona destilada de KMnO ₄ 1 ml	Acetofenona 1g

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

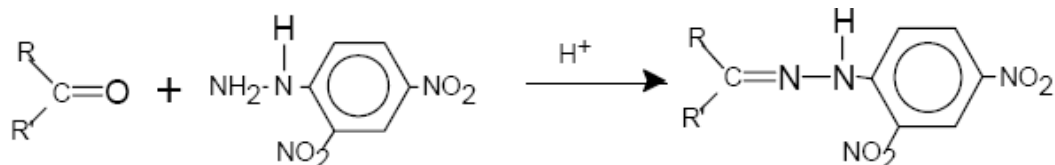
Cada equipo debe elegir para trabajar un aldehído aromático, aldehído alifático, una cetona aromática y una cetona alifática de entre las muestras patrón que se colocarán en la campana y debe de realizar todas las pruebas a cada sustancia. Posteriormente se recibirá una muestra problema.

REACCIÓN DE IDENTIFICACIÓN DE GRUPO CARBONILO

EXPERIMENTO No. 1

Ensayo con 2,4-dinitrofenilhidrazina.

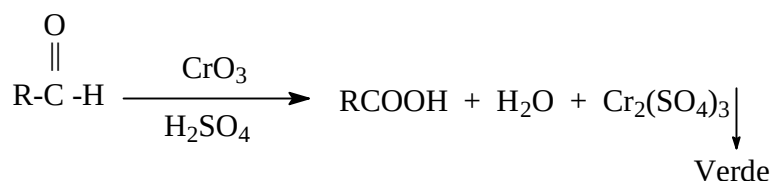
La reacción general de 2,4-dinitrofenilhidrazonas para aldehídos y cetonas



Disuelva 0.2 g o 0.2 ml (4 gotas) del compuesto en 2 ml de etanol, adicione 2 ml de solución de 2,4-dinitrofenilhidrazina y caliente en baño de agua durante 5 minutos, deje enfriar e induzca la cristalización agregando una gota de agua y enfriando sobre hielo. La aparición de un precipitado indica prueba positiva y confirma la presencia de un grupo carbonilo. Filtre el precipitado y recristalice de etanol o etanol-agua. Determine punto de fusión o descomposición y consulte las tablas de derivados.

EXPERIMENTO No. 2

Ensayo con ácido crómico. Reacción positiva con aldehídos e hidroxiketones y negativa para cetonas.

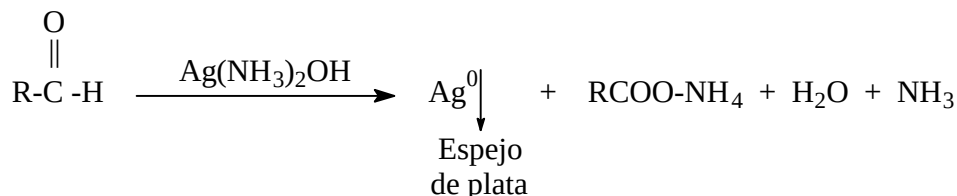


Disuelva 3 gotas o 150 mg de aldehído en 1 ml de acetona, añada 0.5 ml de la solución de ácido crómico recién preparada. Un resultado positivo será indicado por la formación de un precipitado verde o azul de sales cromosas.

Con los aldehídos alifáticos, la solución se vuelve turbia en 5 segundos y aparece un precipitado verde oscuro en unos 30 segundos. Los aldehídos aromáticos requieren por lo general de 30 a 90 segundos para la formación del precipitado.

EXPERIMENTO No. 3

Reacción de Tollens. Reacción positiva para aldehídos, negativa para cetonas.



SE EFECTUA SOLAMENTE EN CASO DE OBTENER PRUEBA POSITIVA CON ÁCIDO CRÓMICO PARA EVITAR FALSAS POSITIVAS.

Preparación del reactivo de hidróxido de plata amoniacal. En un tubo de ensayo limpio coloque 2 gotas de solución de nitrato de plata al 5%, una a dos gotas de hidróxido de sodio al 10% y gota a gota, con agitación, una solución de hidróxido de amonio al 5%, justo hasta

el punto en que se disuelva el óxido de plata que precipitó, evitando cualquier exceso. Este reactivo debe usarse recién preparado por cada alumno. Al reactivo recién preparado agregue 0.1 g o 2 gotas de la sustancia, agite y caliente en baño de agua brevemente. La aparición de un espejo de plata indica prueba positiva. Una vez terminada la prueba, el tubo de ensayo deberá limpiarse con ácido nítrico.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno deberá investigar sobre:

- Formación de derivados para caracterización de aldehídos y cetonas.
- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- Reacciones de identificación de aldehídos.
- Reacciones de identificación de cetonas.

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Allinger N.L. (1975.) Química Orgánica. Edit. Reverté S.A. España
2. Daniels, Rush, Baver. J. Chem. Ed. 1960, 37, 203.
3. Fiegl F. y Anger V. (1978) Pruebas a la gota en el Análisis Orgánico. Edit. El Manual Moderno México.
4. Lehman, J.W. (1999). Operational Organic Chemistry. 3er edition. Prentice Hall. New Jersey, USA.
5. Pasto D.J. y Johnson C.R. (1974). Determinación de Estructuras Orgánicas Edit. Reverté S.A. México.
6. Shriner R.L. Fuson R.C. y Curtin D.Y. (1973). Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos Editorial Limusa-Wiley. México.
7. Vogel, A.I. (1989). A textbook of Practical Organic Chemistry. 5a. Edición, Longmans. Scientific and Technical, N.Y. USA.

PRÁCTICA

7

OXIDACIÓN DE DE *n*-BUTANOL A *n*-BUTIRALDEHÍDO

OBJETIVO

Obtener un aldehído alifático a partir del alcohol respectivo mediante la oxidación en mezcla crómica y caracterizarlo si es un aldehído.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: II

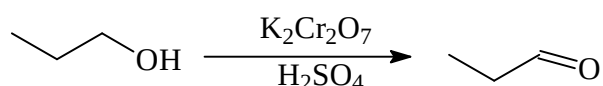
TEMA: Métodos de obtención de aldehídos

SUBTEMA: Oxidación de alcoholes primarios

INTRODUCCIÓN:

Dependiendo de la disponibilidad de materias primas, pueden prepararse aldehídos alifáticos a partir de alcoholes o cloruros de ácido de igual esqueleto de átomos de carbono, mientras que los aldehídos aromáticos pueden obtenerse con metilbencenos o cloruros de ácidos aromáticos. Además, hay varios métodos que permiten introducir el grupo aldehído en el anillo aromático.

REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

Matraz pera de dos bocas de 50 mL	1	Refrigerante c/manguera	1
Matraz Erlenmayer 50 mL	1	Matraz Kitazato c/manguera	1
Embudo de filtración rápida	1	Mechero Bunsen	1
Tela alambre c/asbesto	1	Embudo de separación c/tapón	1
Anillo metálico	1	Espátula	1
Tubos de ensaye	2	Pinzas de tres dedos c/nuez	3
Probeta graduada 25 mL	1	Pinzas para tubo de ensayo	1
Vidrio de reloj	1	Termómetro -10 a 400° C	1
Vaso de precipitados 150 mL	1	Baño María	1
Matraz Erlenmeyer 125 mL	1	Vaso de precipitados 250 mL	1
Embudo Büchner c/alargadera	1	Columna Vigreux	1
Pipeta graduada 5 mL	2		

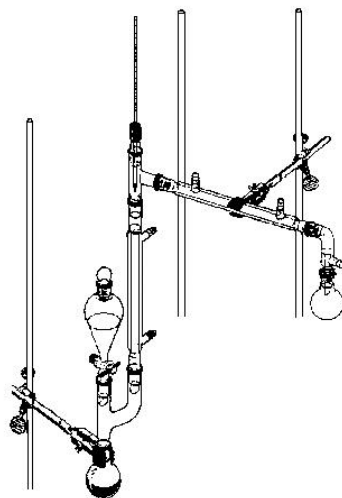
REACTIVOS

Dicromato de potasio 1.9 g	Ácido sulfúrico conc. 2.0 mL
Solución de 2 4- dinitrofenilhidrazina 0.5 mL	Etanol
n-butanol 20 mL	

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Se adapta un sistema de destilación fraccionada sobre una columna empacada con fibra de vidrio (poca), como se muestra en la figura. En la otra boca de la junta Claissen se coloca un embudo de separación.



En un vaso de precipitados disuelva 5.5g de dicromato de potasio dihidratado en 25 mL de agua, añada cuidadosamente y con agitación 5 mL de ácido sulfúrico concentrado.

Adicione 7 mL de *n*-butanol al matraz pera, en el embudo de separación coloque la solución de dicromato de potasio-ácido sulfúrico. Caliente a ebullición el *n*-butanol con flama suave usando un baño de aire, de manera que los vapores del alcohol lleguen a la columna de fraccionamiento. Agregue entonces, gota a gota, la solución de dicromato de potasio-ácido sulfúrico en un lapso de 15 minutos de manera que la temperatura en la parte superior de la columna no exceda de 80-85°C.

Cuando se ha añadido todo el agente oxidante continúe calentando la mezcla suavemente por 15 minutos más y colecte la fracción que destila abajo de los 90°C.

Pase el destilado a un embudo de separación (limpio), decante la fase acuosa y mida el volumen de butiraldehído obtenido para calcular el rendimiento.

EXPERIMENTO No. 2

Agregue dos gotas del producto a 0.5 ml de una solución de 2,4-dinitrofenilhidrazina en un tubo de ensayo y agite vigorosamente; al dejar reposar precipita el derivado del aldehído el cual puede purificar por cristalización de etanol-agua.

El punto de fusión reportado para la 2,4-dinitrofenilhidrazona del butiraldehído es de 122°C.

NOTAS

- 1) ¡PRECAUCION! La reacción es exotérmica. Cuando se enfría la solución, el dicromato cristaliza, de ser así, caliente suavemente con flama y pásela al embudo de separación en caliente. Continúe con la técnica.
- 2) Más o menos dos gotas por segundo.
- 3) La oxidación del alcohol se efectúa con producción de calor, pero puede ser necesario calentar la mezcla de vez en cuando para que la temperatura no baje de 75°C.
- 4) La probeta en la que reciba el destilado debe estar en baño de hielo.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de la práctica debe consultar:

- Diferentes agentes oxidantes y su acción sobre alcoholes y grupo carbonilo de aldehídos y cetonas.
- Métodos de obtención de aldehídos y cetonas.
- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y productos.

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Brieger, G. 1970. Química Orgánica Moderna. Curso Práctico de Laboratorio. Ediciones del Castillo, S.A. Madrid. España.
2. Morrison, R.T y R.N. Boyd. 1985. Química Orgánica. 2a. Edición. Fondo Educativo Interamericano S.A. México. D.F.
3. Vogel, A.I. 1989. A textbook of Practical Organic Chemistry. 5a. Edición, Longmans Scientific and Technical, N.Y. USA.

PRÁCTICA

8

SÍNTESIS DE *o*-HIDROXIBENZALDEHÍDO

OBJETIVO

Obtener un aldehído aromático mediante la reacción de Reimer-Tiemann a partir de fenol y cloroformo en medio básico y caracterizar el producto.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: I y II

TEMA: Propiedades químicas

Métodos de obtención de aldehídos

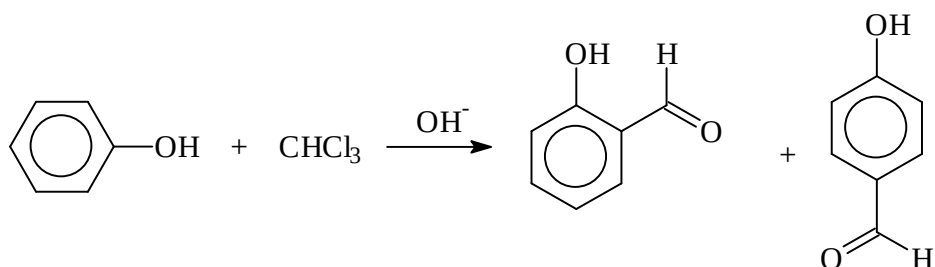
SUBTEMA: Sustitución electrofílica aromática de los fenoles

INTRODUCCIÓN:

Los fenoles son altamente reactivos en la sustitución electrofílica aromática ya que los electrones no enlazantes del grupo hidroxilo estabilizan el complejo sigma que se forma debido al ataque de un electrófilo en la posición *orto* o *para*. Por lo tanto, el grupo hidroxilo es fuertemente activante en *orto*, *para*-director. Los fenoles son sustratos excelentes para la halogenación, nitración, sulfonación y algunas reacciones de Friede-Crafts.

Los iones fenóxidos, generados fácilmente tratando un fenol con hidróxido de sodio, son incluso más reactivos que los fenoles respecto a la sustitución electrofílica aromática. Al tener carga negativa, los iones fenóxidos reaccionan con los electrófilos cargados positivamente para dar un complejo sigma neutro.

REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

Equipo Quifit	1	Matraces Erlenmayer de 50 mL	2
Matraz kitazato de 120 mL	1	Embudo Buchner	1
Cristalizador	1	Vasos de precipitados de 100 mL	2
Pipeta graduada de 5 mL	1	Probeta de 10 mL	1
Soporte universal	2	Pinzas de tres dedos con nuez	4
Espátula	1	Anillo metálico	1
Parrilla Eléctrica	1	Agitador magnético	1

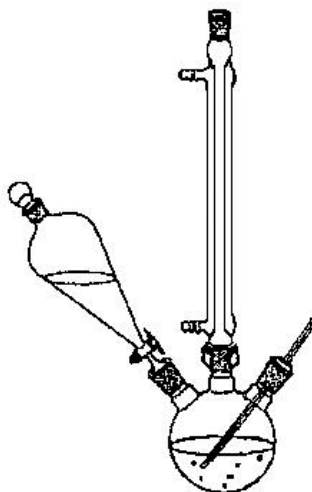
REACTIVOS

Cloroformo, CHCl ₃	Hidróxido de sodio, NaOH
Bisulfito de sodio, NaHS ₂ O ₄	Ácido sulfúrico, H ₂ SO ₄
Fenol, C ₆ H ₅ OH	Sulfato de magnesio anhidro, MgSO ₄
Éter etílico, (CH ₃ CH ₂) ₂ O	Etanol, C ₂ H ₅ OH
n-Butanol, C ₄ H ₁₀ O	

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Se monta un sistema de reflujo con un matraz de tres bocas y un condensador. Se coloca un agitador magnético y un termómetro de tal manera que el bulbo de éste quede a 2 cm del fondo del matraz. (ver figura)



En el matraz se agrega una solución de 8 g de hidróxido de sodio y 8 mL de agua destilada. Se calienta ligeramente hasta lograr que el hidróxido se disuelva en su mayor parte. Agitando constantemente, se agrega una solución de 2.5g de fenol en 2.5 mL de agua. Se ajusta la temperatura a 60-65° C, calentando con un baño de agua tibia, para evitar que el fenóxido de sodio formado se separe. Con mucho cuidado se adicionan 4 mL de cloroformo, en tres porciones y a intervalos de 15 minutos, por la parte superior del condensador. Debe mantenerse la temperatura entre 65 y 70° C y agitar constantemente. Finalmente, se calienta a la temperatura de ebullición del agua por una hora. Después de enfriar, se acidifica el líquido de color anaranjado que se ha formado, agregando un poco de ácido sulfúrico diluido. Se destila totalmente el o-salicilaldehído, por arrastre de vapor.

La destilación se detendrá hasta que ya no se observe la salida de gotas de aspecto aceitoso por la parte inferior del condensador.

Para purificar el o-salicilaldehído, se transfiere el líquido destilado y se realizan dos o tres extracciones con 5 mL de éter. Los extractos etéreos se recolectan en un matraz Erlenmeyer de 50 mL y se procede a evaporar el éter con agua tibia. El residuo que queda y que contiene fenol y salicilaldehído se agrega aproximadamente el doble del volumen de una solución saturada de bisulfito de sodio y se agita vigorosamente (de preferencia en forma mecánica) durante un mínimo de media hora. Se deja reposar media hora y después de este tiempo se separa la pasta de bisulfito, mediante filtración a vacío, lavando con un poco de etanol y finalmente con un poco de éter (para eliminar el fenol).

El sólido filtrado se coloca en un matraz redondo pequeño y se calienta en agua tibia, agregando al matraz un poco de ácido sulfúrico diluido. Después de enfriar, se separa el

salicilaldehído con un poco de éter y se seca con sulfato de magnesio anhidro. El salilaldehído crudo se obtiene al evaporar el éter.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá investigar:

- El mecanismo de la síntesis de o-salicilaldehído mediante la reacción de Reimer-Tieman.
- ¿Cómo puede cerciorarse de que el producto obtenido es efectivamente un aldehído?
- Con la metodología arriba expuesta, ¿Es posible obtener aldehídos no aromáticos? ¿Por qué?

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Plunket E.R. 1978. Manual de Toxicología Industrial. Enciclopedia de la Química Industrial. Ed. Urmo, S.A. Madrid. España.
2. Shriner, R. L., R. C. Fuson y D. Y. Curtin. 1991. Identificación sistemática de Compuestos Orgánicos. Limus. México.
3. Vogel, A. I. 1962. Text-Book Practical Organic Chemistry. Logman. 3ª ed. Londres.

PRÁCTICA

9

OBTENCIÓN DE DIBENZALACETONA

OBJETIVO

Efectuar una condensación aldólica cruzada dirigida para obtener un producto de uso comercial.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: II

TEMA: Reacciones de aldehídos y cetonas

SUBTEMA: Reacciones de condensación

INTRODUCCIÓN:

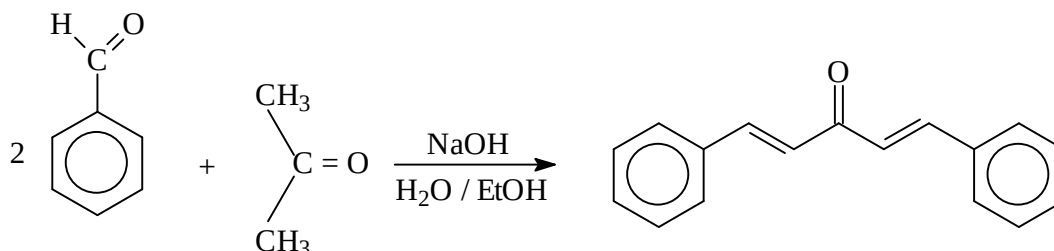
La reacción que se lleva a cabo es una condensación aldólica cruzada, debido a que se efectúa con dos compuestos carbonílicos diferentes (aldehído y cetona). Esta reacción no siempre es factible, puesto que puede resultar una mezcla de cuatro productos si ambos tienen hidrógeno en el carbono α .

Se puede obtener un solo producto si se siguen las siguientes condiciones:

- Uno de los reactivos no debe de tener hidrógenos α , de modo que no puedan autocondensarse.
- Mezclar este reactivo con el condensador.
- Adicionar al final el compuesto carbonílico con hidrógenos α para que haya una concentración muy baja del compuesto carbonílico ionizable.

La síntesis de dibenzalacetona involucra la condensación de dos moléculas de benzaldehído con una de acetona, catalizada con hidróxido de sodio.

REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

Vaso precipitados 250 mL	1	Embudo de filtración rápida	1
Matraz Erlenmeyer 125 mL	2	Resistencia eléctrica	1
Kitazato c/manguera	1	Baño María	1
Vidrio de reloj	1	Pinzas de tres dedos con nuez	1
Büchner c/alargadera	1	Agitador mecánico	1
Frascos p/cromatografía	1	Termómetro -10 a 400° C	1
Espátula	1	Vaso de precipitados de 150 mL	1
Probeta graduada 25 mL	1	Agitador de vidrio	1
Barra para agitación	1	Pipeta 10 mL	1
Frascos viales	2	Portaobjetos	2

REACTIVOS

NaOH 1.25 g	Etanol 70 mL
Benzaldehído 1.25 g	Acetona 8 mL
Acetato de etilo 10 mL	Yodo 0.01g
Gel de sílice G 2 g	Hexano 3 mL

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Coloque en un matraz Erlenmayer de 125 mL 1.25 g de NaOH, 12.5 mL de agua y 10 mL de etanol. Posteriormente, agregue poco a poco y agitando 1.25 mL de benzaldehído y luego 0.5 mL de acetona. Continúe la agitación durante 20-30 minutos más, manteniendo la temperatura entre 20-25° C utilizando baños de agua fría. Filtre el precipitado, lave con agua fría, seque, recritalice en etanol.

EXPERIMENTO No. 2

Pese, determine punto de fusión y cromatoplaça comparando la materia prima y el producto.

Datos cromatoplaça:

- Suspensión: Gel de sílice al 35% en $\text{CHCl}_3/\text{MeOH}$ o en acetato de etilo.
- Disolvente: Acetona o acetato de etilo
- Eluyente: Hexano/Acetona 3:1
- Revelador: I_2 o luz U.V.

NOTA

Si al recritalizar la solución se torna de un color rojo-naranja, puede que se encuentre demasiado alcalina, por lo que será necesario agregar ácido clorhídrico diluido 1:1, hasta que se tenga un pH entre 7 y 8.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá:

- Reacciones de condensación aldólica.
- Reacciones de condensación aldólica cruzada.
- Usos de la dibenzalacetona
- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y productos.

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Cremlyn, R.J.W. and Still, R.H. 1967. Named and Miscellaneous Reactions in Organic Chemistry. Heinman. Educational Books Ltd. London.
2. Journal of Organic Chemistry 1962, 27, 327-328
3. Lehman, J.W. 1999. Operational Organic Chemistry. 3er edition. Prentice Hall. New Jersey. USA.
4. Mohring, J.R., Hammond, C.N., Morril, T.C., Neckers, D.C. 1997. Experimental Organic Chemistry. W.H. Freeman and Company. New York. USA.
5. Vogel, A.I. 1998. A textbook of Practical Organic Chemistry. 5a. Edición, Longmans Scientific and Technical, NY. USA.

PRÁCTICA

10

OBTENCIÓN DEL ACIDO BENZOICO

OBJETIVO

Efectuar la síntesis del ácido benzoico a partir de la acetofenona por medio de la reacción del haloformo y comprobar la presencia de un grupo carboxilo por medio de una reacción característica.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: III

TEMA: métodos de obtención

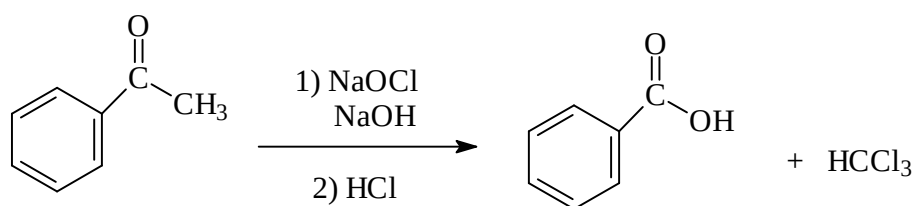
SUBTEMA: Métodos especiales

INTRODUCCIÓN:

Las metil-cetonas reaccionan con halógenos en presencia de bases, realizando halogenaciones múltiples en el carbono del grupo metilo.

La primera reacción se da entre el hipoclorito de sodio y la acetofenona, metilcetona, para que a través de un equilibrio ácido-base se forme un carbanión y el ácido hipocloroso. El ácido hipocloroso es el responsable de introducir el halógeno en el carbona hasta eliminar todos los hidrógenos α .

REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Tapón esmerilado	1
T de destilación	1	Refrigerante de agua con mangueras	1
Matraz de boca esmerilada 125 mL	1	Embudo de vidrio, tallo corto	1
Agitador magnético	1	Matraz Erlenmayer de 250 mL con tapón	1
Pinzas de 3 dedos con nuez	2	Kitasato de 250 mL c/manguera	1
Baño maría	1	Buchner c/alargadera	1
Probeta de 25 mL	1	Vidrio de reloj	1
Vaso de precipitados de 250 mL	1	Espátula	1

REACTIVOS

Solución de hipoclorito de sodio comercial (cloralex) 80 mL	Acetona 1 ml
Acetofenona 2 mL	Acido clorhídrico (1:1) 200 mL

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Coloque 80 mL de hipoclorito de sodio comercial (solución al 6%) en un matraz de boca esmerilada de 125 mL, agregue 2 mL de acetofenona y agite vigorosamente durante 50 min. Pasado este tiempo, coloque el matraz en un baño de agua caliente y destile el cloroformo producido. Agregue 1 mL de acetona o bisulfito de sodio para eliminar el hipoclorito de sodio que no haya reaccionado y vuelva a colocar el matraz en el baño de agua otros 10 minutos. De ser necesario, decolore la solución con carbón activado y filtre.

Acidule la solución en caliente hasta pH=1 con ácido clorhídrico (1:1). Elimine la acetofenona que no haya reaccionado (en forma de aceite) por decantación. Enfríe a temperatura ambiente y coloque en baño de hielo hasta completar la cristalización. Filtre el sólido obtenido y purifique el producto por recristalización con agua caliente. Si aún queda acetofenona, decante nuevamente antes de enfriar la solución.

EXPERIMENTO No. 2

Calcule el rendimiento y determine el punto de fusión

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- Reacciones de sustitución electrofílica en carbonos ($\square$) a grupos carbonilo.
- La formación de carbaniones, estabilidad de los mismos.
- La oxidación de metil-cetonas.
- Reacciones de adición-eliminación.
- Métodos de obtención de ácidos carboxílicos.
- Reacción del haloformo
- Características químicas de los ácidos carboxílicos.
- Solubilidad de los ácidos carboxílicos y sus sales.

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Allinger, N.L., et al. 1973, *Organic Chemistry*. Worth Pub., Nueva York, USA.
2. March, J. 1985, *Advanced Organic Chemistry*. Wiley Interscience, 3ª Ed., Nueva York, USA,. pp 567. 788, 789.
3. Robertson, G. Ross, Jacobs, T.L., Truce. W.E. 1974, *Laboratory Practice of Organic Chemistry*, 5a. Ed., Mac Millan, Nueva York, USA, pp. 325.
4. Solomons, TWJ. 1982, *Química Orgánica*, Limusa, México, pp. 759-762.
5. Streitwieser, A. y Heathcock, C.H. 1976, *Introducción to Organic Chemistry*. Collier McMillan International, USA, pp. 367.

PRÁCTICA

11

SÍNTESIS MALÓNICA OBTENCIÓN DEL ÁCIDO HEXANOICO

OBJETIVO

Realizar la síntesis del ácido hexanoico a partir de malonato de dietilo y comprobar la presencia de un grupo carboxilo por medio de una reacción característica.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: III

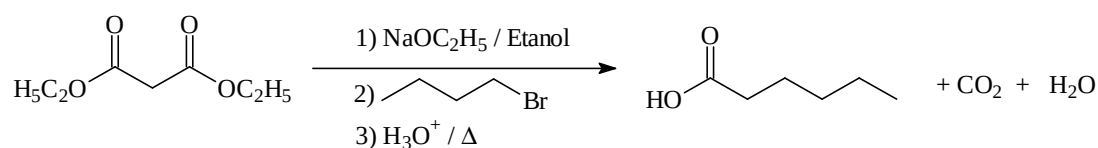
TEMA: métodos de obtención

SUBTEMA: Síntesis Malónica

INTRODUCCIÓN:

La síntesis malónica es un método para la obtención de compuestos con 1 o 2 sustituyentes en posición $\alpha\alpha$ al carboxilo. En la primera etapa, una base quita uno de los hidrógenos α y el ión malonato obtenido actúa como un nucleófilo efectivo que desplaza al grupo saliente unido al grupo alquilo o arilo que se agrega en la segunda etapa. Finalmente, en la tercera etapa se agrega un ácido y se calienta para hidrolizar el malonato y para catalizar la descarboxilación del ácido malónico generado.

REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

Matraz redondo de 100 mL	1	Matraz redondo de 50 mL	1
Refrigerante	1	Vaso de precipitados de 100 mL	2
Junta Claissen	1	Adaptador para termómetro	1
Pipeta graduada de 10 mL	2	Cristalizador	1
Soporte universal	3	Pinzas de tres dedos con nuez	4
Baño de arena	1	Espátula	1
Termómetro	1	Agitador magnético	1

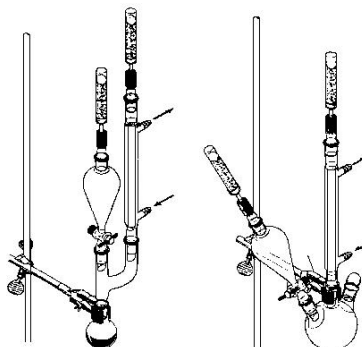
REACTIVOS

Etanol, C_2H_5OH	Ácido clorhídrico concentrado, HCl
Sodio metálico, Na	Ácido sulfúrico concentrado, H_2SO_4
Cloruro de calcio, $CaCl_2$	Hidróxido de potasio, KOH
Malonato de dietilo, $CH_2(COOC_2H_5)_2$	Éter etílico, $(CH_3CH_2)_2O$
Bromuro de n-butilo, $BrCH_2CH_2CH_2CH_3$	Hielo
Sulfato de magnesio anhidro, $MgSO_4$	

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

En un matraz redondo de 50 mL coloque un agitador magnético y se adapta una junta Claissen, como se muestra en la siguiente figura.

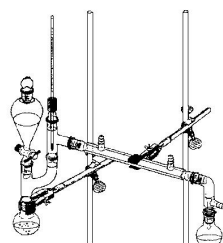


En la junta Claissen se coloca un refrigerante y un embudo de separación. Se conecta una trampa de humedad (de cloruro de calcio) para mantener las condiciones anhidras. Se colocan 20 mL de etanol absoluto y 0.7 g de sodio metálico* limpio (en pequeños trozos) en el matraz redondo.

Si la reacción se torna muy exotérmica, deberá utilizarse un baño de agua fría para mantener una temperatura baja. Pero si la reacción no ocurre, es recomendable calentar un poco para iniciarla.

Cuando la temperatura de la mezcla de reacción se encuentre por debajo de los 50° C, se agregan lentamente y con agitación 4.7 mL (0.031 mol) de malonato de dietilo recién destilado ($\rho = 1.05 \text{ g/mL}$) en un periodo de 5 minutos. La reacción se completa mediante el reflujo por 15 minutos.

Se colocan 3.6 mL de bromuro de n-butilo en un embudo de separación y se agrega, lentamente a la mezcla de reacción durante un periodo de 5 – 10 minutos, agitando continuamente durante el proceso. Si la reacción se torna violenta durante las adiciones, será necesario enfriar. Después de finalizada la adición del bromuro de n-butilo, se mantiene el reflujo por 90 minutos. Durante este tiempo puede aparecer una sal inorgánica que precipitará, provocando un burbujeo violento, por lo cual deberá sujetarse bien el sistema. Utilizando una junta "Y", el sistema de reflujo se modifica a uno de destilación, como se muestra en la siguiente figura, y se elimina el etanol utilizando un cristizador con agua caliente.



El residuo que permanece en el matraz redondo se enfría y se agregan 20 mL de agua que contienen 2 gotas de ácido clorhídrico concentrado. El agua se agita y elimina con un embudo de separación. El matraz se lava con 5 mL de agua, los cuales se vierten al embudo de separación, se agita y se separa nuevamente la capa acuosa de la orgánica. El proceso se repite con dos porciones de agua fría. La fase orgánica que contiene el éster se seca con sulfato de magnesio anhidro.

El éster seco se decanta y purifica destilando cualquier sustancia que hierva a menos de 100° C. El éster remanente se destila a presión reducida, colectando el líquido en el rango de 130 - 135° C (a 20 mm). El producto formado se pesa, se mide su volumen, se determina el punto de ebullición que es de 235-240° C.

Se monta nuevamente un sistema de reflujo con un matraz redondo de 100 mL en el que se colocan 8 g de hidróxido de potasio y 8 mL de agua. El hidróxido de potasio se disuelve con agitación y se adicionan gota a gota 8 mL del éster obtenido. La mezcla se mantiene a reflujo hasta que no se observe capa aceitosa en la superficie del líquido, para saponificar

* El sodio metálico reacciona violentamente con agua y puede provocar una explosión e incluso un incendio con los disolventes inflamables.

totalmente el éster, lo cual debe ocurrir en 1 o 2 horas. El sistema se modifica a uno de destilación, se adicionan 8 mL de agua y se destilan 8 mL o el volumen de la mezcla etanol-agua que se genere.

Se adicionan a la mezcla ya fría 12 mL de ácido sulfúrico concentrado disuelto en 8 mL de agua. La adición anterior se lleva a cabo de manera que la reacción no sea muy violenta. La mezcla debe ser fuertemente acidificada y el reflujo debe mantenerse por un periodo de 1 a 3 horas. Se enfría la mezcla, se separa la capa acuosa inferior y se extrae con cuatro porciones de 25 mL de éter etílico. Los extractos etéreos se combinan con la capa orgánica y se secan con sulfato de magnesio anhidro. La solución se transfiere a un matraz redondo de 50 mL y se destila el éter, recibiendo en un recipiente sumergido en hielo. Cuando todo el éter se ha eliminado. El ácido hexanoico se destila entre 190 y 210° C. Pese y mida el volumen obtenido y determine su punto de ebullición.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- ¿Qué compuesto se obtendría si en lugar de malonato de dietilo se utilizara acetilacetato de etilo?
- ¿Para qué se utiliza el sodio metálico?
- Sí no se dispone de bromuro de n-butilo, ¿Se puede utilizar n-butanol?
- ¿Qué gas genera cuando se adiciona el ácido sulfúrico y se calienta?

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. 1989. Laboratory Investigations in Organic Chemistry. McGraw-Hill. USA.
2. McMurry, J. 1993. Química Orgánica. 3ª ed. Grupo Editorial Iberoamérica. México.
3. Pine, S.H. 1989. Química Orgánica. 2ª ed. McGraw-Hill. México.

PRÁCTICA

12

OBTENCIÓN DE ACETATO DE ISOAMILO

OBJETIVO

Preparar un éster a partir de un alcohol y un ácido carboxílico, aplicando algunas técnicas como calentamiento a reflujo, extracción y destilación simple.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: III

TEMA: Derivados carboxílicos

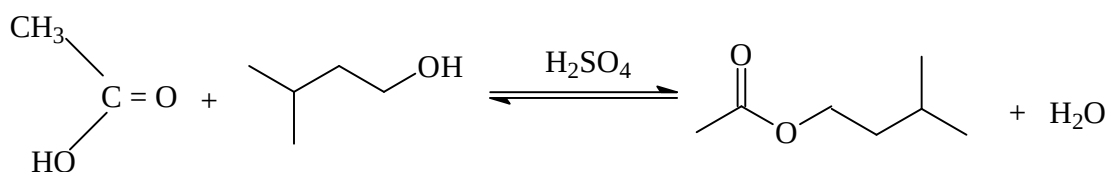
SUBTEMA: Preparación de derivados carboxílicos.

INTRODUCCIÓN:

El acetato de isoamilo es un líquido incoloro que hierve a 134° C, con una densidad de 0.87 g/ mL y tiene un intenso olor a plátano. Se emplea en la fabricación de barnices a base de nitrocelulosa y en la preparación de esencias artificiales de frutas.

En esta práctica se obtiene acetato de isoamilo, por sustitución nucleofílica del grupo OH del ácido acético por el alcohol isoamilico (isopentanol) en medio ácido.

REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

Matraz pera de una boca de 50 mL	1	Vaso de precipitados de 250 mL	1
Probeta graduada de 25 mL	1	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Refrigerante con mangueras	1	Matraz Erlenmeyer de 250 mL	1
Anillo metálico	1	Embudo de separación	1
Rejilla con asbesto	1	Termómetro de -10 a 400° C	1
Mechero con manguera	1	Espátula	1
"T" de destilación		Pinzas de tres dedos	2

REACTIVOS

Alcohol isoamílico	Sol. De NaHCO ₃ al 5%
Ácido acético glacial	Sol. Saturada de cloruro de sodio
Ácido sulfúrico concentrado	Sulfato de sodio anhidro

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Coloque en un matraz pera de 50 mL de una boca 4.0 mL de alcohol isoamílico, 6 mL de ácido acético glacial y añada agitando cuidadosamente 1 mL de ácido sulfúrico concentrado. (Nota 1), agregue cuerpo de ebullición y monte su equipo en posición de reflujo.

Caliente la mezcla de reacción en baño de aire manteniendo el reflujo durante una hora. Pasando este tiempo suspenda el calentamiento, retire el baño de aire y enfríe la mezcla de reacción a temperatura ambiente.

Pase la mezcla fría a un embudo de separación y agregue cuidadosamente 14 mL de agua fría, lave el matraz de reacción con 2.5 mL de agua y páselos al embudo de separación. Agite varias veces, separe la fase acuosa y deséchela. La fase orgánica contiene el éster y un poco de ácido acético, el cual puede ser removido por dos lavados sucesivos con 7.5 mL de solución de bicarbonato de sodio al 5% (Nota 2). Lave la capa orgánica con 6 mL de agua mezclados con 1.5 mL de solución saturada de cloruro de sodio. Deseche la capa acuosa, vierta la fase orgánica en un vaso de precipitados y seque con un gramo de sulfato de sodio anhidro (Nota 3)

Monte un aparato de destilación simple (Nota 4), decante la fase orgánica al matraz pera de 50 mL, agregue cuerpos de ebullición y destile.

El recipiente que recibe el destilado deberá estar en un baño de hielo. Colecte la fracción que destile entre 132-134° C y calcule el rendimiento.

NOTAS

1. Hágalo cuidadosamente y con agitación constante.
2. ¡PRECAUCIÓN! Se produce CO₂. Este procedimiento se repite hasta que la capa orgánica esté alcalina. Verifique el pH.
3. Se necesitan casi 15 minutos para que el secado sea completo, si después de este tiempo la solución sigue turbia, decante la solución y añada otro gramo de agente desecante.
4. El material debe estar limpio y seco.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- Métodos de obtención de ésteres.
- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- Cuáles son los usos de los ésteres.

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA:

1. Lehman, J.W. (1999). Operational Organic Chemistry. 3er edition. Prentice Hall. New Jersey, USA.
2. Mohring, J.R., Hammond, C.N., Morril, T.C., Neckers, D.C. 1997. Experimental Organic Chemistry. W.H. Freeman and Company. New York. USA.
3. Pavia, D., Lampman, G. M. Y Kriz, G. S. Jr. 1999. Introduction to Organic Laboratory Techniques. W. S. Saunders Co. Philadelphia, USA.
4. Solomons, TWJ. 1982, *Química Orgánica*, Limusa, México.

PRÁCTICA

13

OBTENCIÓN DE BENZOATO DE FENILO

OBJETIVO

Determinar el efecto del hidróxido de sodio sobre la reacción de Schotten-Baumann, así como la cantidad que deberá agregar y el tiempo de reacción para obtener un buen rendimiento (80% o más).

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

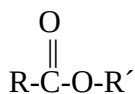
UNIDAD: III

TEMA: Derivados carboxílicos

SUBTEMA: Preparación de derivados carboxílicos.

INTRODUCCIÓN:

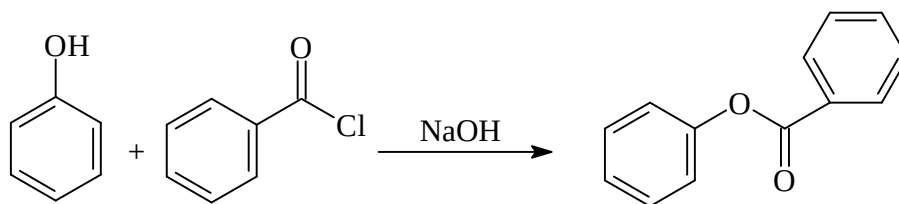
La reacción entre un cloruro de ácido y un alcohol produce un éster cuyo grupo funcional es:



Los fenoles son nucleófilos débiles que son activados al adicionar una base, formando un fenolato que reacciona con un cloruro de ácido. Los cloruros de ácido se hidrolizan para dar ácido clorhídrico y el ácido carboxílico correspondiente.

Los fenoles pueden ser separados de los ácidos carboxílicos, por medio de una extracción selectiva con solución al 10% de carbonato de sodio.

REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

Matraz Erlenmayer de 50 mL	1	Vaso de precipitados de 250 mL	1
Probeta graduada de 25 mL	1	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Pipeta graduada de 1º mL	1	Matraz Erlenmeyer de 125 mL	1
Matraz Kitasato c/manguera	1	Embudo de filtración rápida	1
Agitador magnético	1	Baño María	1
Mechero con manguera	1	Espátula	1
Barra de agitación		Pinzas de tres dedos	2

REACTIVOS

Fenol	Cloruro de benzoilo
Solución de NaOH al 10%	Etanol

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Disuelva 0.5 g de fenol en 7.5 mL de solución de hidróxido de sodio al 10 % en un matraz Erlenmayer de 125 mL. Adicione 1 mL de cloruro de benzoilo (Nota 1), agite la mezcla de reacción por 15 minutos mediante un agitador magnético, el matraz deberá estar tapado con un tapón de corcho que se quitará de vez en cuando para evitar que la presión lo levante. Al término del tiempo la reacción debe haberse llevado a cabo y separado un producto sólido, filtre el sólido al vacío, lave con agua y seque por succión.

Recrystalice el producto crudo en etanol y seque. Calcule el rendimiento y determine el punto de fusión (Nota 2).

NOTAS:

1. La adición del cloruro de benzoilo debe hacerse en la campana de extracción.

2. El punto de fusión del producto es de 70^a C.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- Métodos de esterificación de fenoles.
- Un mecanismo de reacción razonable para la obtención de benzoato de fenilo.

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Mc Murry, J. 1993. Química Orgánica. 3^a ed. Grupo Editorial Iberoamérica. México.
2. Wingrove, A. S., Caret. R. L., (1994). Química Orgánica. 3^a ed. Harla. México.

PRÁCTICA

14

OBTENCIÓN DE ÁCIDO ACETILSALICILICO

OBJETIVO:

Efectuar la síntesis de un derivado de un ácido carboxílico para obtener un éster como el ácido acetilsalicílico por un proceso de química verde.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: III

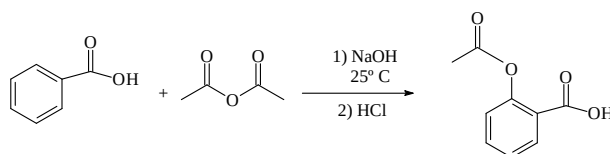
TEMA: Derivados carboxílicos

SUBTEMA: Preparación de derivados carboxílicos.

INTRODUCCIÓN:

El ácido acetilsalicílico es un fármaco excelentemente maravilloso. Se utiliza ampliamente como analgésico, como antiinflamatorio, antipirético y aún es capaz de prevenir ataques cardiacos. No obstante que para algunas personas presenta pocos efectos colaterales, se le considera lo bastante segura para ser vendida sin receta médica. Debido a que es fácil de preparar, la aspirina es uno de los fármacos disponibles menos costosos. Es producida en grandes cantidades. La industria farmoquímica produce cerca de 200 toneladas de este fármaco cada año.

REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

Pipeta graduada de 10 mL	1	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Matraz Kitasato con mangueras	1	Espátula de acero inoxidable	1
Embudo Büchner	1	Matraz Erlenmayer	1
Agitador de vidrio	1		

REACTIVOS

Anhídrido acético	Hidróxido de sodio
Ácido salicílico	Hidróxido de potasio
Acetato de etilo	Carbonato de sodio
Hexano	Ácido clorhídrico

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

En un vaso de precipitados de 100 mL coloque 0.560 g (4 mmoles) de ácido salicílico y 1.2 mL (1.3 g, 12.68 mmoles) de anhídrido acético. Con una varilla de vidrio mezcle bien los dos reactivos. Una vez que obtenga una mezcla homogénea, adicione 4 lentejas de NaOH (o bien KOH o 2.4 g de carbonato de sodio) previamente molidas y agitar nuevamente la mezcla con la varilla de vidrio por 10 minutos. Adicionar lentamente 6 mL de agua destilada y posteriormente una solución de ácido clorhídrico al 50% hasta que el pH de la solución sea de 3. La mezcla se deja enfriar en un baño de hielo. El producto crudo se aísla por medio de filtración al vacío. Bajar los cristales del ácido acetilsalicílico con agua fría. (Nota 1).

Purifique el producto crudo por medio de una recrystalización con 9 mL de una mezcla de acetato de etilo:hexano (60:40). Aislar los cristales por filtración al vacío. Determinar el rendimiento y punto de fusión.

NOTAS

1. Es importante que el agua esté bien fría, ya que de lo contrario el ácido acetilsalicílico se rediduelve en agua tibia.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- ¿Para que se utiliza el anhídrido acético?
- ¿Se podría utilizar cloruro de acetilo en lugar de anhídrido?

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

4. Handel-Vega, E.; Loupy, A. P.D.; García, J. M.C. Pat. Wo. 1999. 98-1B2083.
5. Curzons, A.D.; Constable, D.J.C.; Mortimer, D.N. and Cunningham, V.L. Green Chemistry. 2001. 3. 1-6.

PRÁCTICA

15

SAPONIFICACIÓN OBTENCIÓN DE UN JABÓN

OBJETIVO:

Obtener un jabón mediante la reacción de una base fuerte, como hidróxido de sodio, con una grasa animal o un aceite vegetal.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: III

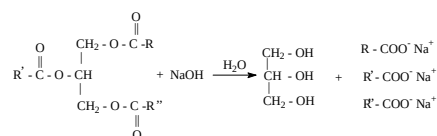
TEMA: Derivados carboxílicos

SUBTEMA: Preparación de derivados carboxílicos.

INTRODUCCIÓN:

El jabón es un éster metálico que se obtiene al hacer reaccionar un ácido carboxílico con una base fuerte como hidróxido de sodio o de potasio, aunque puede presentarse con otros metales. La característica principal del jabón es la presencia de dos zonas de distinta polaridad: la hidrofílica, que es fuertemente atraída por las moléculas de agua y que se localiza en torno al grupo carboxilo, y la zona hidrofóbica, que es poco polar y que se mantiene lejos de las moléculas de agua, ubicado en el extremo mas alejado de la cadena hidrocarbonada.

REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

Matraz Kitasato de 250 mL	1	Vaso de precipitados de 250 mL	1
Embudo Büchner 250 mL	1	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Pipeta graduada de 10 mL	2	Probeta graduada de 100 mL	1
Agitador de vidrio	1	Cristalizador	1
Rejilla con asbesto	1	Termómetro de -10 a 400° C	1
Mechero con manguera	1	Espátula	1

REACTIVOS

Hidróxido de sodio, NaOH	Etanol absoluto, C ₂ H ₅ OH
Cloruro de sodio, NaCl	Grasa vegetal o aceite vegetal

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Se disuelven 9 g de hidróxido de sodio en una mezcla de 9 mL de etanol absoluto y 9 mL de agua contenida en un vaso de precipitados de 100 mL.

Por otra parte, se preparan 40 mL de una mezcla etanol-agua al 50% V/V (20 mL de agua y 20 mL de etanol).

En otro vaso de precipitados de 250 mL se colocan 5 g de grasa o aceite y se agrega la solución que contiene hidróxido de sodio. La mezcla se calienta, agitando constantemente, en un baño de vapor por 30 minutos. Durante ese tiempo se agrega la solución de agua-etanol, siempre que sea necesario para evitar la formación excesiva de espuma.

La mezcla anterior se vierte, con agitación vigorosa, en una solución fría de 25 g de cloruro de sodio en 75 mL de agua (Nota 1). El jabón o éter metálico se precipita al enfriar, se filtra a vacío y lavado con agua helada. Se seca al aire, dejando reposar durante 24 horas el sólido obtenido. La cantidad lograda se pesa.

NOTAS:

1. Para preparar la solución, debe calentarse si la sal no se disuelve. Para enfriar, primero se hace a temperatura ambiente y después con un baño de hielo.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- ¿Qué grasa o aceites son los que utilizan comúnmente para la preparación de jabones?
- Explicar por que los jabones “limpian”.
- ¿Para qué se adiciona cloruro de sodio a la mezcla saponificante?
- ¿Por qué la solución jabonosa es básica?

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

2. Eaton, David C. 1989. Laboratory Investigations in Organic Chemistry. McGraw Hill. USA.
3. Iklan, R. 1991. Natural Products, a Laboratory Guide. 2ª ed. Academic Press. USA.
4. Morrison, R.T. y R.N. Boyd, 1992. Química Orgánica. 5ª ed. Adisson Wesly Iberoamérica. USA.
5. Murillo, H. 1970. Tratado de Química Orgánica. 10ª ed., ECLALSA. México.
6. Pine, S.H. 1989. Química Orgánica. 2ª ed. Mc Graw-Hill. México.

PRÁCTICA



16

OBTENCIÓN DE UN DETERGENTE

OBJETIVO

Obtener un detergente mediante la reacción entre un alcohol de cadena larga y ácido clorosulfónico.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: I

TEMA: Propiedades químicas

SUBTEMA: Reacciones de los alcoholes

INTRODUCCIÓN:

Los detergentes son una mezcla de muchas sustancias. El componente activo de un detergente es similar al de un jabón, su molécula tiene también una larga cadena lipófila y una terminación hidrófila. Suele ser un producto sintético normalmente derivado del petróleo.

Una de las razones por las que los detergentes han desplazado a los jabones es que se comportan mejor que estos en aguas duras.

Existen varios tipos de detergentes:

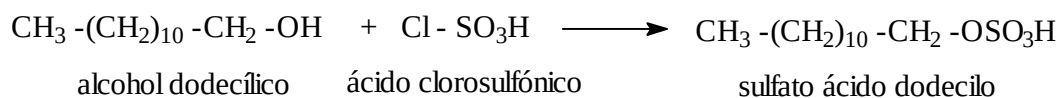
Aniónicos: son los más utilizados a nivel doméstico.

Catiónicos: tienen propiedades desinfectantes, aunque no lavan tan bien.

No-Iónicos: empleados con frecuencia para vajillas, no forman mucha espuma.

Anfotéricos: utilizados en champús y cremas para usar sobre la piel.

REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

Matraz Kitasato de 250 mL	1	Matraz Erlenmayer de 25 mL	1
Embudo Buchner 250 mL	1	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Pipeta graduada de 10 mL	2	Papel pH	1
Agitador de vidrio	1	Bomba de vacío	1

Mechero con manguera	1	Espátula	1
----------------------	---	----------	---

REACTIVOS

Ácido acético glacial. CH_3COOH	Ácido clorosulfónico. $\text{Cl-SO}_3\text{H}$
Alcohol láurílico. $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)-\text{CH}_2-\text{OH}$	Cloruro de sodio. NaCl
Carbonato de sodio. Na_2CO_3	Hielo

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Antes de iniciar el experimento, se lava todo el material de vidrio y se seca en una estufa.

Se colocan 2.5 mL de ácido acético glacial en un matraz Erlenmayer de 25 mL y se enfrían moderadamente en un baño de hielo. Trabajando en la campana de extracción, se adicionan lentamente y en pequeñas porciones 1 mL (0.0155 moles) de ácido clorosulfónico al ácido acético frío, procurando agitar continuamente. En esta parte de la práctica debe ponerse especial cuidado de que el agua no entre en contacto con el ácido clorosulfónico.

A continuación se agregan, agitando continuamente, 2.9 g (0.0155 moles) de alcohol láurico en pequeñas porciones al matraz frío. Se continúa agitando hasta que todo el alcohol láurico se disuelva, se deja reposar 20 minutos, agitando ocasionalmente, para que la reacción se complete.

Durante este intervalo se prepara una solución de 3.5 g de cloruro de sodio en 12 mL de agua en un vaso de precipitados de 50 mL al que también se le adiciona hielo picado, de manera que el volumen total de la solución no rebase los 25 mL. (Nota1). La mezcla de la reacción se agrega al vaso que contenga la mezcla sal-hielo, y se adicionan lentamente porciones de 0.5 mL de solución saturada de carbonato de sodio hasta que la mezcla sea básica. El detergente precipitado se obtiene filtrando por succión y lavado con pequeñas cantidades de agua fría. El producto se deja secar y se pesa para determinar el rendimiento de la síntesis.

NOTAS:

1. No es recomendable usar sal de mesa debido a los otros componentes que trae consigo.
2. El ácido clorosulfónico es muy corrosivo y peligroso, y puede causar quemaduras severas, por lo que debe utilizarse con mucho cuidado. Reacciona violentamente con el agua, así que es necesario usar material de vidrio perfectamente seco, guantes y gafas protectoras. En caso de contacto con la piel, hay que lavarse inmediatamente con mucho agua y acudir con el profesor.

EXPERIMENTO No. 2

PRUEBAS PARA JABONES Y DETERGENTES

A) Con jabón:

Se disuelven 0.175 g de jabón obtenido en 12.5 mL de agua destilada y se colocan 2.5 mL de esta solución en un tubo de ensaye. Se agita el tubo para formar espuma y se deja reposar 30 segundos, se observa el nivel de espuma formado y se anotan las observaciones. A continuación se agregan 3 mL de solución al 5 % de cloruro de calcio, se agita vigorosamente y se deja reposar. Se observa el efecto de adicionar el cloruro. Después se agregan 0.15 g de fosfato trisódico o bien carbonato de sodio, se agita vigorosamente, se deja reposar y se observa lo que ocurre.

Las pruebas anteriores se repiten pero con adición al 5% de cloruro de magnesio.

B) Con detergente:

Se disuelven 0.175 g de jabón obtenido en 12.5 mL de agua destilada y se colocan 2.5 mL de esta solución en un tubo de ensaye. Se agita el tubo para formar espuma y se deja reposar 30 segundos, se observa el nivel de espuma formado y se anotan las observaciones. A continuación se agregan 3 mL de solución al 5 % de cloruro de calcio, se agita vigorosamente y se deja reposar. Se observa el efecto de adicionar el cloruro. Después se agregan 0.15 g de fosfato trisódico o bien carbonato de sodio, se agita vigorosamente, se deja reposar y se observa lo que ocurre.

Las pruebas anteriores se repiten pero con adición al 5% de cloruro de magnesio.

C) Efecto del aceite:

Se colocan 5 gotas de aceite vegetal en tres tubos de ensaye. Al primero se le adicionan 2.5 mL de agua destilada, al segundo 2.5 mL de solución de jabón y al tercero 2.5 mL de solución de detergente. Se agitan vigorosamente todos los tubos, se dejan reposar unos minutos y se anota lo observado.

D) Efecto del ácido diluido:

A las cantidades restantes de la solución jabonosa y detergente se les adicionan algunas gotas de ácido sulfúrico diluido hasta que las mezclas sean ácidas. Se anota lo observado.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- ¿En qué difiere un detergente de un jabón?
- ¿Qué es un detergente catiónico, uno aniónico y un neutro? Ejemplifique cada caso.
- Algunos libros de química describen a los detergentes como *duros o blandos*; ¿a qué se refieren tales calificativos?

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA:

1. Eaton, David C. 1989. Laboratory Investigations in Organic Chemistry. McGraw Hill. USA.
2. Morrison, R.T. y R.N. Boyd, 1992. Química Orgánica. 5ª ed. Adisson Wesly Iberoamérica. USA.
3. Pine, S.H. 1989. Química Orgánica. 2ª ed. Mc Graw-Hill. México.

PRÁCTICA

17

SÍNTESIS DE UNA AMIDA ADICIÓN NUCLOFÍLICA SOBRE UN DERIVADO DEL ÁCIDO CARBOXÍLICO

OBJETIVO

Obtener una amida cíclica, N-(*p*-clorofenil)-maleimida, mediante la adición nucleofílica de *p*-cloroanilina sobre anhídrido maleico.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: III

TEMA: Derivados carboxílicos

SUBTEMA: Preparación de derivados carboxílicos. (AMIDAS)

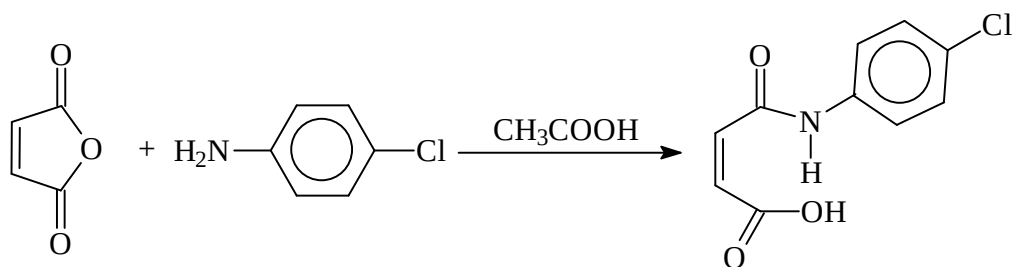
INTRODUCCIÓN:

La obtención de la N-(*p*-clorofenil)-maleimida en la presente práctica es un proceso que se desarrolla en dos etapas: en la primera reacción de ellas ocurre un ataque nucleofílico del nitrógeno de la *p*-cloroanilina, catalizado por medio ácido, sobre el carbono carboxílico del anhídrido ftálico.

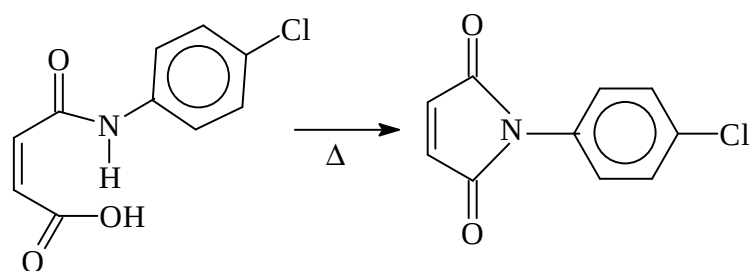
La segunda reacción el ácido N-(*p*-clorofenil)-maleámico se cierra y el nitrógeno ataca al otro carbono carboxílico para formar la N-(*p*-clorofenil)-maleimida.

REACCIÓN GENERAL:

PRIMERA REACCIÓN



SEGUNDA REACCIÓN



MATERIAL

Matraz Kitasato de 250 mL	1	Vaso de precipitados de 250 mL	1
Embudo Buchner 250 mL	1	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Pipeta graduada de 10 mL	2	Probeta graduada de 100 mL	1
Agitador de vidrio	1	Cristalizador	1
Rejilla con asbesto	1	Termómetro de -10 a 400°C	1
Mechero con manguera	1	Espátula	1

REACTIVOS

<i>p</i> -cloroanilina, $\text{Cl-C}_6\text{H}_5\text{-NH}_2$	Ácido acético glacial, CH_3COOH
Anhídrido maleico, $\text{C}_4\text{H}_2\text{O}_3$	Anhídrido acético, $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$
Etanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	Acetato de sodio, CH_3COONa
Carbón activado	Hielo

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

En un vaso de precipitados de 50 mL se vierten 3.8 mL de p-cloroanilina y 6 mL de ácido acético. La mezcla se calienta ligeramente hasta lograr la disolución total. A continuación formado se adicionan, de manera lenta y con agitación vigorosa, 2.94 g de anhídrido maleico. El precipitado se filtra con bomba de vacío y se lava con 3 mL de ácido acético. El sólido filtrado se cristaliza en etanol caliente, se determina su punto de fusión. El sólido formado es N-(p-clorofenil)-maleámico, que funde a 205° C.

En un matraz redondo de 50 mL se colocan 3.3 g de N-(p-clorofenil)-maleámico, 6 mL de anhídrido acético y 0.15 g de acetato de sodio. La mezcla se calienta a baño María entre 85 y 95° C, durante una hora, agitando lenta y continuamente. Se filtra al chorro de agua y se coloca la mezcla en un cristizador con hielo y agua, agitando de manera enérgica hasta que termine de formarse un precipitado. La melamida formada se filtra al vacío, se redissuelve en etanol caliente y se agrega un poco de carbón activado para eliminar las impurezas. La disolución caliente se filtra y se deja cristalizar. Se filtran los cristales formados y se determina el punto de fusión.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- ¿Por qué se utiliza ácido acético para la síntesis del ácido N-(p-clorofenil)-maleámico?
- Cuál es el nucleófilo y cuál el electrófilo en la presente síntesis.
- El mecanismo de reacción de la presente síntesis.

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. 1989. Laboratory Investigations in Organic Chemistry. McGraw Hill. USA.
2. Morrison, R.T y R.N. Boyd. 1985. Química Orgánica. 2a. Edición. Fondo Educativo Interamericano S.A. México. D.F.
3. Pine, S.H. 1989. Química Orgánica. 2ª ed. Mc Graw-Hill. México.
4. Shriner, R. L., R. C. Fuson y D. Y. Curtin. 1991. Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. Limus. México.

PRÁCTICA

18

OBTENCIÓN DE LA *m*-NITROANILINA

OBJETIVO

Efectuar una reducción selectiva de un grupo nitro del meta-dinitrobenceno, para obtener meta-nitroanilina y su separación utilizando sus propiedades ácido-base.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: IV

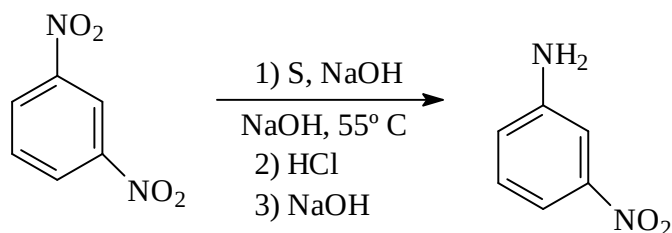
TEMA: AMINAS

SUBTEMA: MÉTODOS DE OBTENCIÓN (Por reducción).

INTRODUCCIÓN:

El método más usual para preparar las aminas aromáticas, es la nitración del anillo y la reducción subsiguiente del grupo nitro a un grupo amino. La reducción de un grupo nitro a un grupo amino supone la reducción del nitrógeno desde su estado de oxidación del más alto al más bajo. Cuando un nitrocompuesto se reduce en ausencia de ácidos fuertes, se pueden obtener productos de reducción en un estado de oxidación intermedio; estos productos están representados en el esquema general de reducción de nitrobenceno de Haber. Existe un tipo de reducción llamada reducción selectiva, en la cual se puede reducir un grupo nitro de un compuesto dinitrado, utilizando sulfuro de hidrógeno en amoníaco acuoso o alcohólico, sulfuros o polisulfuros sódicos o amónicos. Cuando se usa H_2S , debe medirse cuidadosamente este porque si se usa una cantidad excesiva, se podría provocar la reducción del otro grupo nitro.

REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

Matraz bola de 25 mL	1	Matraz Erlenmayer de 150 mL	1
Embudo Buchner 250 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz Kitazato de 250 mL	2	Probeta graduada de 25 mL	1
Agitador de vidrio	1	Refrigerante para agua	1
Rejilla con asbesto	1	Embudo Tallo corto	1
Mechero con manguera	1	Espátula	1

REACTIVOS

m-dinitrobenceno	Hidróxido de sodio
Etanol	Azufre
Solución de ácido clorhídrico al 20%	Solución de hidróxido de sodio al 30%
Carbón activado	

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

En un matraz bola de 50 mL adicionar 1.01 g de meta-dinitrobenceno, 1.7 g de azufre en polvo y una solución de hidróxido de sodio en una mezcla etanol-agua (se disuelven 0.85 g de NaOH en 7.5 mL de agua y 7.5 mL de etanol). Se monta un equipo de reflujo y se calienta en baño de arena con agitación magnética durante 45 minutos. Terminado el tiempo de calentamiento, la mezcla se vierte sobre un vaso de precipitados de 50 mL que contenga 5 mL de solución de ácido clorhídrico al 20 % (compruebe que el pH de la mezcla de reacción sea de 1). La mezcla de reacción se filtra y el filtrado se coloca en un matraz Erlenmayer de

125 mL, se coloca sobre un agitador magnético y bajo agitación vigorosa se calienta la solución a ebullición en el momento que la solución esté ebulliendo se agrega carbón activado, se mantiene en ebullición durante 5 minutos y una vez transcurrido este tiempo, se filtra en caliente. El filtrado se deja enfriar y con agitación se agrega solución de hidróxido de sodio al 30% hasta que la solución tenga un pH básico. (pH entre 8 y 9). El precipitado se aísla por filtración. La meta-nitroanilina pura se deja secar, se pesa, se determina el rendimiento y el punto de fusión.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- Diferentes agentes reductores para obtener aminas a partir de derivados nitrados.
- Agentes reductores selectivos de grupos nitro mas empleados en el laboratorio.
- Efecto de los sustituyentes en la región selectividad de la reducción selectiva de compuestos polinitrados.
- Toxicidad de los productos y los reactivos.

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Allinger N.L. 1975.. Química Orgánica. Edit. Reverté S.A. España
2. Fieser. Louis F. Willianson, Kenneth. 1992. Organic Experiments. D.C. Heat and Company. U.S.A.
3. Kremlin, R.J.W. y Still, R.H. 1967. Naned and Miscellaneous Reactions in Practical Organic Chemistry. Heinemann Educations Books. Londres, Inglaterra.
4. Vogel, A. I. 1962. *A text Book of Practical Organic Chemistry*, 3rd. Edición, Londres Inglaterra.
5. Walde, L. G. Jr. 2004. Química Orgánica. 5^a ed. Pearson Educación, S.A. Madrid, España.

PRÁCTICA

19

OBTENCIÓN DE COLORANTES AZOICOS ANARANJADO DE METILO Y NARANJA II

OBJETIVO

Por medio de la técnica de preparación de sales de diazonio, sintetizar los colorantes azoicos y su aplicabilidad en fibras naturales como colorantes.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: IV

TEMA: REACCIONES DE AMINAS

SUBTEMA: NITROSACIÓN

INTRODUCCIÓN:

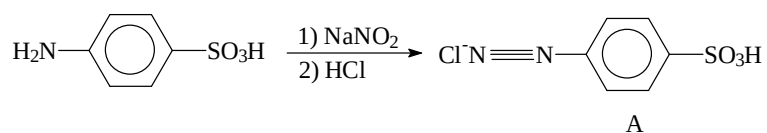
La copulación de sales de diazonio con fenoles o aminas aromáticas genera azocompuestos, los cuales son de gran importancia para la industria de los colorantes. La obtención de un colorante diazoico consta de las operaciones siguientes:

- Diazotación de una sustancia aromática que contenga un grupo amino primario.
- Preparación de una disolución de algún compuesto amino-aromático en un ácido diluido o de una sustancia fenólica en un álcali diluido.
- Mezclado de las soluciones anteriores con lo que tiene lugar la formación del colorante en una reacción que se denomina copulación.

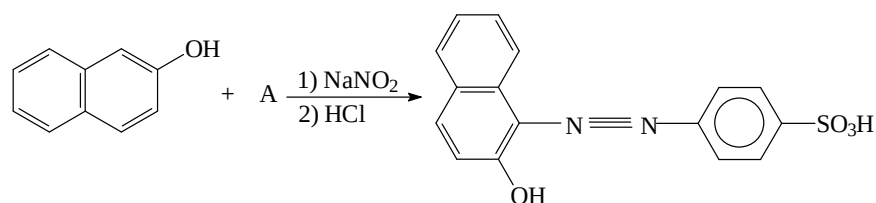
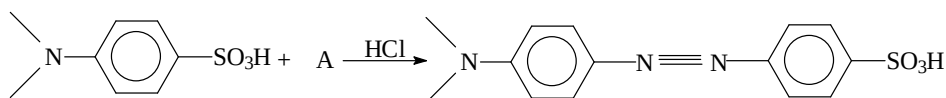
Para que tenga lugar esa reacción, la solución debe estar alcalina o ligeramente ácida.

REACCIÓN GENERAL:

Diazonización:



Reacción de Copulación:



MATERIAL

Matraz Kitasato de 250 mL	1	Vaso de precipitados de 250 mL	1
Embudo Buchner 250 mL	1	Vaso de precipitados de 125 mL	2
Pipeta graduada de 5 mL	2	Baño María	1
Agitador de vidrio	1	Matraz Erlenmayer de 125 mL	1
Rejilla con asbesto	1	Termómetro de -10 a 400° C	1
Mechero con manguera	1	Espátula	1

REACTIVOS

Carbonato de sodio, Na_2CO_3	Hidróxido de sodio al 10%, NaOH
Ácido clorhídrico conc., HCl	Etanol, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$
Ácido sulfanílico,	Nitrito de sodio, NaNO_2
Dimetilamina,	Cloruro de sodio, NaCl

β -naftol,	
------------------	--

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

OBTENCIÓN DE AMARANJADO DE METILO

En un vaso de precipitados de 125 mL, coloque 1g de ácido sulfanílico, 0.6 mL de dimetilamina, 0.5 mL de HCl concentrado, 5 mL de agua destilada y enfríe la mezcla hasta alcanzar una temperatura entre 0 y 5°C.

Manteniendo la temperatura por debajo de los 5°C, agregue gota a gota y con agitación constante, 2.5 mL de solución de nitrito de sodio al 20%, una vez terminada la adición, quite el baño de hielo y agite la mezcla hasta que alcance la temperatura ambiente y observe que la mezcla adquiere una coloración roja oscuro. Posteriormente, gota a gota y agitando una solución de hidróxido de sodio al 10% hasta tener un pH de 10. Si el producto es muy oscuro, puede añadir un poco más de hidróxido de sodio al 10% hasta tener un color característico del producto.

Caliente la mezcla de reacción con agitación constante retire el recipiente en el momento en que se inicia la ebullición. Enfríe en un baño de hielo e induzca la cristalización raspando las paredes del vaso. El anaranjado de metilo precipita como la sal sódica del ácido, la cual debe de filtrar y lavar con agua helada, seque el producto y pese para determinar el rendimiento.

EXPERIMENTO No. 2

OBTENCIÓN DE NARANJA II

Coloque 0.4 g de carbonato de sodio en un vaso de precipitados de 25 mL y 10 mL de agua. Agregue 1 g de ácido sulfanílico, agite hasta que se disuelva y coloque la solución en baño de hielo con sal. Agregue a esta mezcla de reacción, 10 g de hielo picado, 4 mL de solución de nitrito de sodio al 10% y 4 mL de ácido clorhídrico al 20% v/v. Al cabo de unos minutos se forma la sal de diazonio.

Disuelva en un matraz Erlenmeyer de 125 mL: 0.8 g de beta-naftol en 4 mL de hidróxido de sodio al 10% (Nota 1). Enfríe dentro del baño de hielo y sal hasta que la temperatura se encuentre entre 0 y 5°C, posteriormente, con agitación constante adicione cuidadosamente la sal de diazonio, y mantenga la mezcla de reacción dentro del baño con hielo con sal. Terminada la adición, deje reposar la mezcla a temperatura ambiente entre 15 y 20 minutos.

Agregue 4 g de cloruro de sodio, caliente casi a ebullición hasta disolución completa y enfríe en baño de hielo para facilitar la cristalización, (Nota 2). Filtre al vacío, lave con 2 mL de etanol frío y deje secar el producto. Pese el producto obtenido y calcule el rendimiento.

EXPERIMENTO No. 3

PRUEBAS DE TINCIÓN

En un matraz o vaso pequeño, coloque 10 mL de solución al 1% del colorante, agregar cortes pequeños de diferentes telas: algodón, lana o seda preferentemente blancos, caliente hasta ebullición durante 5 minutos. Al final, los cortes de tela deben lavarse con agua; observe y anote sus resultados.

NOTAS:

Nota 1: Si es necesario, caliente suavemente para que se disuelva totalmente el beta-naftol.

Nota 2: Si el producto es muy oscuro, agregue hidróxido de sodio al 10% hasta tener el color anaranjado característico.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- ¿Cuál es la razón por la que las sales de diazonio aromáticas son relativamente más estables que las sales de diazonio alifáticas?
- ¿Qué es un colorante?
- ¿Qué grupos funcionales, en los colorantes ha sintetizar son auxocromos y cual es su función?

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Adams R. J.R. Jhoson and C.F. Wilcox. 1970. Laboratory Experiments in Organic Chemistry. Collie mC Millan. USA.
2. Brieger, G. 1970. Química Orgánica Moderna. Curso Práctico de Laboratorio. Ediciones del Castillo, S.A. Madrid. España.
3. C.F. Wilcox Jr., M.F. Wilcox. 1995. Experimental Organic Chemistry. A Small_Scale Approach, Printice Hall. 2ª ed. New Jersey. USA.
4. Morrison, R.T y R.N. Boyd. 1985. Química Orgánica. 2a. Edición. Fondo Educativo Interamericano S.A. México. D.F.
5. Vogel, A. I. 1970. Elementary Practical *Organic Chemistry*, Part I: Small Scale Preparations. Longaman, 2nd. Ed., Londres. Inglaterra.

PRÁCTICA

20

SÍNTESIS DEL NYLON 66

OBJETIVO

Obtención del nylon 66 a partir de hexametilendiamina y ácido adípico.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: V

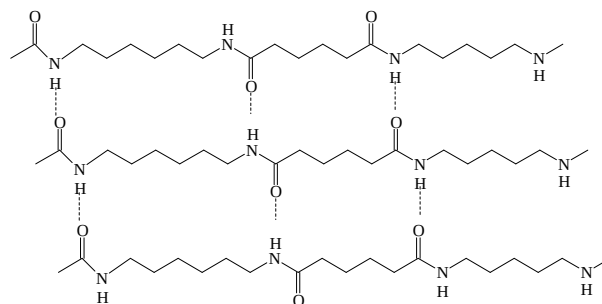
TEMA: Monómeros, productos intermedios y reacciones de polimerización

SUBTEMA: Reacciones de condensación

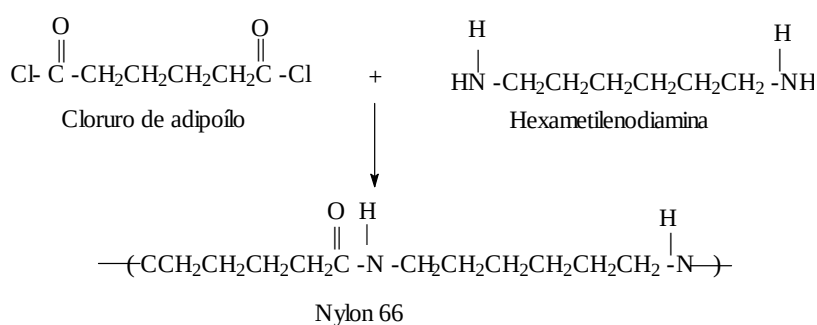
INTRODUCCIÓN:

Son polímeros naturales, el algodón y la celulosa (*carbohidratos*), la seda y la lana (*proteínas*) y el caucho (*hidrocarburos*), entre otros, que como todos sabemos son materiales que utilizamos cotidianamente. Los polímeros también pueden ser de origen sintético, de hecho el hombre ha desarrollado procedimientos industriales para la preparación de productos de interés. Uno de ellos es el *nylon* que como todos sabemos (o sabremos en un momento dado) se trata en general de un conjunto de estructuras de poliamida (por la agrupación amida repetitiva en la cadena) que tiene como características principales una gran resistencia y capacidad de hilarse lo que hace que pueda utilizarse como *fibra*.

En esta práctica obtendremos un polímero muy utilizado industrialmente, como es el nylon 6,6. Para ello haremos reaccionar una diamina con un derivado de ácido carboxílico para formar la agrupación amida característica de estas poliamidas. En este caso, las interacciones por puente de hidrógeno entre los grupos NH de la amida y las agrupaciones carbonílicas de cadenas vecinas aportan a dicho material las propiedades que lo caracterizan.



REACCIÓN GENERAL:



MATERIAL

1 vaso de precipitados de 150 mL	Clip metálico
Papel de filtro	Una probeta de plástico o algo similar para enrollar el hilo.

REACTIVOS

Hidróxido de sodio al 20%	Cloruro de adipoílo(cloruro de dihexanoílo). al 5% en
Hexametenodiamina (1,6-hexanodiamina) al 5% en agua, en botella con dispensador.	Ciclohexano

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Aviso: Se trabajará en vitrina, con gafas y guantes.

Se vierten 5 mL de una disolución de hexametenodiamina en un vaso de precipitados de 150 mL perfectamente limpio.

Se añaden 5 gotas de una disolución de hidróxido de sodio al 20% y se agita. A partir de este momento el vaso se dejará en reposo y sin moverlo.

Se toman, con una pipeta de plástico, 5 mL de la disolución de cloruro de adipóilo y se adicionan con cuidado sobre la disolución de hexametenodiamina **vertiéndolos lentamente por la pared del vaso**.

Se formarán dos capas e inmediatamente aparecerá una película de polímero en la interfase. Con ayuda del clip metálico, se despegan suavemente los hilos de polímero de las paredes del vaso de precipitados. Se junta la masa en el centro del vaso y se levanta lentamente el gancho de manera que la poliamida vaya formándose continuamente y se obtenga un hilo de gran longitud que se enrollará alrededor de la probeta de plástico. El hilo puede romperse si se estira con demasiada rapidez, pero será muy grueso si se va muy lento, es por tanto que la persona más “hábil” conseguirá el hilo más largo.

Una vez finalizado el proceso, la probeta con el hilo enrollado se lavan bajo la llave de agua para eliminar los restos de disolvente y el nylon obtenido se deja secar sobre papel de filtro, pero desenrollado para medir su longitud.

La disolución que ha sobrado en el vaso se depositará en el recipiente de residuos para disolventes halogenados. El vaso se lavará con agua y jabón, frotando con el estropajo para eliminar posibles restos de nylon sobre las paredes.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- ¿Por qué hay que lavar varias veces con agua el polímero antes de secarlo?
- ¿Por qué hay que adicionar con cuidado y por la pared del vaso ligeramente inclinado la disolución de cloruro de adipóilo en ciclohexano al 5%?
- ¿Por qué se forman dos capas? ¿Qué hay en cada una de ellas? ¿Qué ocurre en la interfase?

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

BIBLIOGRAFÍA

1. Horta, A., Sánchez, C.; Pérez, A.; Fernández, I. 2000. *Los Plásticos más usados*. UNED, Madrid, España.
2. Primo Yúfera E. 1995. *Química Orgánica Básica. De la molécula a la Industria*. Ed Reverté.
3. Vollhardt, K.P. Schore N.S. 2000. *Química Orgánica. Estructura y Función*. Tercera Ed. Omega, Barcelona, España.
4. Areizaga, J.; Cotázar M. M.; Elorza, J.M.; Iruin, J.J., *Polímeros*, Ed Síntesis. 2002.

PRÁCTICA

21

POLIMERIZACIÓN VÍA RADICALES LIBRES SÍNTESIS DEL POLIESTIRENO

OBJETIVO

Identificar el efecto producido sobre el peso molecular del polímero al variar la cantidad de indicador empleado.

RELACION DE PROGRAMA VIGENTE

UNIDAD: V

TEMA: Síntesis selectas

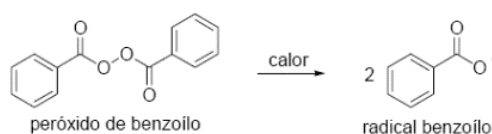
SUBTEMA: Reacciones por radicales libres: Aniónicas y Catiónicas

INTRODUCCIÓN:

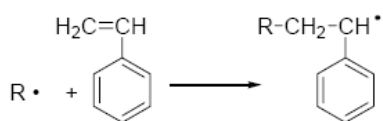
Un polímero es una molécula de elevado peso molecular, formada por enlaces repetidos de muchas moléculas pequeñas llamadas monómeros. Los alquenos de bajo peso molecular experimentan una reacción de polimerización rápida vía radicales libres, cuando son tratados con pequeñas cantidades de un radical iniciador. Como todas las reacciones en cadena por radicales, se requieren tres tipos de pasos: iniciación, propagación y terminación.

REACCIÓN GENERAL:

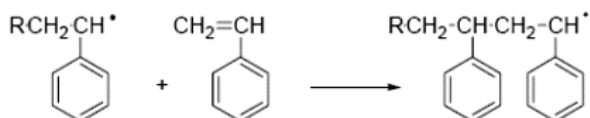
Ruptura homolítica del peróxido



Formación del radical sobre la cadena de estireno



Formación del polímero por unión de moléculas de estireno



MATERIAL

Tubo de ensayo	Papel satinado
Varilla de vidrio	Baño María

REACTIVOS

Estireno	Peróxido de benzoílo
----------	----------------------

DESARROLLO EXPERIMENTAL:

EXPERIMENTO No. 1

Colocar 6 mL de estireno en un tubo y añadir 0.4 g de peróxido de benzoílo. Nota 1. Calentar la mezcla a baño María hasta que presente un color amarillo. Cuando desaparezca el color y empiecen a formarse burbujas, sacar inmediatamente el tubo del baño, ya que la reacción es exotérmica. Cuando el burbujeo haya disminuido, volver a introducir el tubo en el baño y continuar calentándolo hasta que el líquido se vuelva muy pegajoso. Con una varilla sacar un hilo de material. Si el hilo, al cabo de unos segundos (al enfriarse) se rompe fácilmente, indica que el poliestireno está a punto para verterlo. Si el filamento no se rompe, continuar calentando la mezcla y repetir la operación mencionada hasta que el filamento se rompa fácilmente. Verter el líquido pegajoso en un papel satinado. El poliestireno, una vez enfriado, puede despegarse de la superficie con una espátula. Pesar la cantidad de poliestireno obtenida.

NOTA 1. Como el peróxido de benzoílo es inflamable y puede explotar tanto por percusión como por calentamiento o fricción, pesar el producto sobre una hoja de papel satinado. Lavar todos los residuos con agua y lavar el papel antes de tirarlo.

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS:

El alumno antes de realizar la práctica deberá consultar:

- Usos principales de los polímeros
- Tipo de indicadores de radicales libres
- ¿Para qué se añade peróxido de benzoílo?, ¿Sucederá lo mismo si no se agrega?
- ¿Se puede determinar teóricamente el peso molecular de u polímero?
- ¿Qué tipo de polímero se obtendrá?

REPORTE DEL ALUMNO (resultados):

Haga el reporte de acuerdo al formato ANEXO 1.

BIBLIOGRAFÍA

1. Fessenden, Ralph J. and Joan S. Fessenden. 1983. Techniques and Experiments for Organic Chemistry. Willard Grand Press. USA.
2. Mc Murry, J. 1993. Química Orgánica. 3ª ed. Grupo Editorial Iberoamérica. México.
3. Nimitz Jonathan S. 1955. Experiments in Organic Chemistry from microscale to macroscale. Printice Hall. USA.
4. The Merck Index. 1996. Merck & Co., 12va. Edición. USA.

ANEXO 1

REPORTE

LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA II

ALUMNO:

EQUIPO:

Práctica No.

Nombre:

Fecha:

Objetivos:

Reacción o reacciones:

Introducción:	
Sustancias peligrosas:	Precauciones recomendadas:

Experimentación y observaciones:

RESULTADOS

Peso o volumen del o los productos:	Estado	Color:	Pf o Peb (°C):
Fórmula:	P.M. (g/mol):	Otros:	Datos bibliográficos:
Estructura:		Otras pruebas:	

Cálculos:
Discusión:
Conclusiones:

Notas y sugerencias:

Bibliografías:

ANEXO 2

PREPARACION DE SOLUCIONES

BROMO EN TERTACLORURO DE CARBONO: Disuelva 0.1-0.2 mL de bromo en 15 mL de tetracloruro de carbono.

2,4-DINITROFENILHIDRAZINA.- Se disuelven 1.5 g de 2,4-dinitrofenilhidrazina en 7.5 mL de ácido sulfúrico concentrado y se añaden, agitando, 10 mL de agua y 35 mL de etanol al 95%, se mezcla perfectamente y se filtra para eliminar los sólidos no disueltos.

INDICADOR UNIVERSAL.- Se disuelven en 200 mL de etanol 50 mg de fenolftaleína, 100 mg de rojo de metilo, 150 mg de anaranjado de metilo, 200 mg de azul de bromotolol y 250 mg de azul de timol. Una vez que se tiene una disolución de color oscuro, se adiciona gota a gota (aproximadamente entre 20 y 25 gotas) una disolución 1M de NaOH hasta que la disolución sea de color amarillo oscuro. Cuando esto haya ocurrido, se afora a 250 mL con alcohol etílico y se agita mezcla perfectamente. La solución se cubre y se guarda en un lugar fresco.

REACTIVO DE BAEYER: Disuelva 1g de permanganato de potasio en 80 mL de agua, agregue 0.1 g de carbonato de sodio disuelva bien y afora a 100 mL,

REACTIVO DE BENEDICT.- Se disuelven 100g de Na_2CO_3 , 175g de citrato de sodio y 17.3g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en un litro de agua destilada.

REACTIVO DE FEHLING.- Sol. A: Es una solución al 3% de sulfato cúprico. **Sol B:** Es una solución al 15% de sal de Rochelle (Tartrato de sodio y potasio) en solución acuosa de NaOH al 5%.

REACTIVO DE TOLLENS.- En un matraz de 50 mL se vierten 25 mL de una solución al 5% de AgNO_3 y se añade gota a gota 0.5 mL de solución de NaOH. Se observa la formación de un precipitado color café oscuro. A continuación se agrega gota a gota de solución de NH_3 al 5%, con agitación constante hasta que se disuelva el óxido de plata formado (de 15 a 20 mL). Para obtener un reactivo sensible es necesario evitar un exceso de hidróxido de amonio.

NOTA: Este reactivo debe prepararse poco antes de usarse, no debe de almacenarse ya que se descompone con rapidez, formándose un precipitado que es un poderoso explosivo.

REACTIVO DE WIJS.- Pesar aproximadamente 3g de yodo metálico, colocarlo en un matraz Erlenmayer de 500 mL. Agregar 200 mL de ácido acético glacial y calentar en baño de agua hasta que el yodo se disuelva, filtrar la solución a través de lana de vidrio o papel filtro, guardar el frasco ámbar con tapón esmerilado. Verter 50 mL de la solución anterior en un vaso de precipitados y pasar cloro** a través del resto de la solución que está en el frasco, hasta que desaparezca el color púrpura.

Agregar la solución del vaso al frasco hasta que haya eliminado el cloro libre y haya un ligero exceso de yodo. No debe quedar exceso de cloro en la solución. Tapar bien el frasco y dejarlo en un lugar oscuro.

REACTIVO DE YODO-YODURO.- Disolver 0.15g de yoduro de potasio en 100 mL de agua destilada, agregue 0.05g de yodo metálico y disuelva completamente.