



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ORGÁNICA

PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II, (1407) QA

SEMESTRE 2021-2



Semana	Fecha	Nombre
	01-mar-21	INICIO DE CLASES
1	1-5 marzo 21	Presentación inicial del curso.
2	8-12 marzo 21	Taller de Espectroscopia de Infrarrojo
3	15-19 marzo 21	Reacciones de S_NA : S_N1 Obtención de cloruro de <i>t</i> -butilo
4	22-26 marzo 21	Reacciones de S_NA : S_N2 Obtención de bromuro de <i>n</i> -butilo
	29 mar/2 abr 21	S E M A N A S A N T A
5	5-9 abril 21	Reacción de Eliminación: Deshidratación de alcoholes E1 Obtención de ciclohexeno
6	12-16 abril 21	Caso de hechos
7	19-23 abril 21	Reacciones de Oxidación de Alcoholes: Oxidación de <i>n</i> -butiraldehído
8	26-30 abril 21	Reacciones de reducción: Reducción del grupo cetona a alcohol: Obtención del Bencidrol
9	3-7 mayo 21	Reacciones de Sustitución Electrofilica Aromática S_EAr Nitración: Obtención de <i>m</i> -nitrobenzoato de metilo
10	10-14 mayo 21	Reactividad del grupo Carbonilo: Obtención de la dibenzalacetona.
11	17-21 mayo 21	Reacciones de derivados de ácidos carboxílicos Obtención de Acetato de isoamilo
12	24-28 mayo 21	Caso de hechos
13	21 mayo/ 4 junio	Entrega de calificaciones a los alumnos y a la Jefatura.
16	25-jun-21	FIN DE SEMESTRE 2021-2

Cd. Mex., a 25 de febrero de 2021.

PRÁCTICA

1

REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA ALIFÁTICA

OBTENCIÓN DE CLORURO DE *t*-BUTILO

OBJETIVOS

- 👤 Obtener teóricamente un haluro de alquilo a partir de un alcohol terciario mediante una reacción de sustitución nucleofílica unimolecular (S_N1).
- 👤 Comprender el mecanismo y las reacciones que pueden competir durante una reacción de sustitución nucleofílica.
- 👤 Identificar el haluro de alquilo obtenido en el laboratorio mediante reacciones sencillas.

INFORMACIÓN

Los haluros de alquilo son todos los compuestos de fórmula general R-X, donde R es un grupo alquilo y X es un halógeno. Uno de los diversos métodos para la obtención de haluros de alquilo consiste en la conversión de alcoholes en R-X usando varios procedimientos. Con los alcoholes primarios y secundarios se usan frecuentemente reactivos como el cloruro de tionilo o haluros de fósforo; también se puede calentar el alcohol con ácido clorhídrico concentrado y cloruro de zinc anhidro, o usar ácido sulfúrico concentrado y bromuro de sodio. Los alcoholes terciarios se convierten al haluro de alquilo correspondiente sólo con ácido clorhídrico y en algunos casos sin necesidad de calentamiento, debido a que la transformación ocurre vía un mecanismo S_N1 .

El mecanismo S_N1 ocurre por etapas: en el primer paso se ioniza el sustrato por la pérdida de un grupo saliente formándose un carbocatión (etapa lenta) y en el segundo paso un nucleófilo ataca al carbocatión formado (etapa rápida) para obtener el producto final. Dado que, la etapa lenta del mecanismo es la formación del carbocatión, la rapidez de la reacción depende exclusivamente de la estructura del sustrato.

ANTECEDENTES

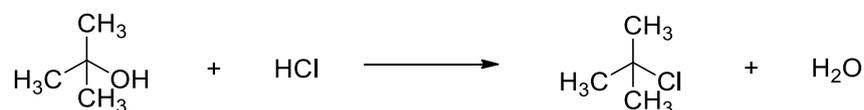
- 👤 Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y productos.
- 👤 Sustitución nucleofílica alifática.
- 👤 Reacciones de alcoholes con haluros de hidrógeno.
- 👤 Utilidad industrial de la sustitución nucleofílica alifática como método de síntesis de diferentes materias primas.
- 👤 Cuadro comparativo de las reacciones S_N1 y S_N2 respecto a: Orden de reacción, estereoquímica, condiciones de reacción, tipo de sustrato, reacciones de competencia, productos y subproductos de la reacción.

DESARROLLO EXPERIMENTAL**MATERIAL**

Barra para agitación	1	Pinzas de tres dedos con nuez	1
Embudo de filtración rápida	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Embudo de separación con tapón	1	Recipiente para baño de hielo	1
Embudo de adición de sólidos	1	Tubo de ensaye	2
Espátula	1	Vaso de precipitados de 10 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Vidrio de reloj	1
Parrilla de agitación con calentamiento	1		

REACTIVOS

HCl concentrado	9 mL	Disolución de NaHCO ₃ al 10%	20 mL
Alcohol <i>t</i> -butílico	3 mL	Disolución de Br ₂ en CCl ₄	0.5 mL
CaCl ₂	1 g	Disolución de AgNO ₃ al 5%	0.5 mL
Etanol	1 mL	Na ₂ SO ₄ anhidro	1 g

REACCIÓN S_N1: OBTENCIÓN DE CLORURO DE *t*-BUTILO

	Alcohol <i>t</i> -butílico	Cloruro de <i>t</i> -butilo
Masa molar (g/mol)		
Densidad (g/mL)		
Punto de fusión o ebullición (°C)		
Masa (g)		
Volumen (mL)		
Cantidad de sustancia (mol)		

PROCEDIMIENTO

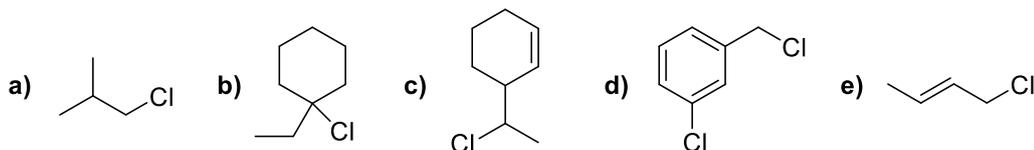
En un matraz Erlenmeyer de 50 mL coloque la barra de agitación magnética, adicione 3 mL de *t*-butanol, 9 mL de ácido clorhídrico concentrado y 1 g de cloruro de calcio y mezcle con agitación vigorosa en la parrilla durante 15 minutos. La mezcla de reacción se transfiere a un embudo de separación, permitiendo reposar hasta observar la separación de las dos fases. Se elimina la fase inferior (fase acuosa) y se realizan 2 lavados a la fase orgánica con 5 mL de una solución de NaHCO₃ al 10% cada uno. Las fases se separan cuidadosamente y la fase orgánica se seca con Na₂SO₄ anhidro. Se mide el volumen obtenido para calcular el rendimiento de la reacción. Finalmente, realice las pruebas de identificación del producto.

Pruebas de identificación

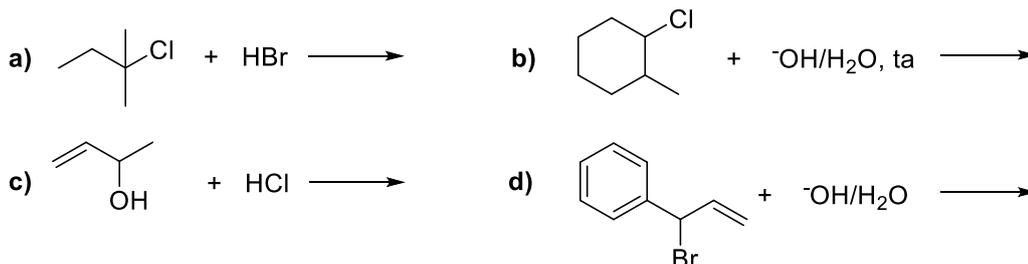
- Identificación de halógenos:** En un tubo de ensaye limpio y seco, coloque tres gotas del haluro obtenido, adicione 0.5 mL de etanol y 5 gotas de solución de AgNO₃ al 5% y agite. La prueba es positiva si se observa la formación de un precipitado blanco.
- Presencia de insaturaciones:** En un tubo de ensaye limpio y seco coloque 5 gotas del haluro obtenido, adicione una o dos gotas de una disolución de Br₂ en CH₂Cl₂ y agite, observe e interprete los resultados.

CUESTIONARIO

1. Clasificar los siguientes haluros de alquilo como primarios, secundarios, terciarios, alílicos o bencílicos.



2. En las siguientes reacciones, escriba las estructuras de los productos de sustitución. Escriba también el mecanismo bajo el cual proceden.



3. Prediga cuál de los siguientes alcoholes reaccionará más rápido frente a HBr:
- Alcohol bencílico
 - 2-Butanol
 - 1-Metilciclohexan-1-ol
4. Escriba el mecanismo de la reacción de sustitución nucleofílica alifática entre el *t*-butanol y HCl
5. Durante la reacción se forman dos fases, ¿cuál de ellas es la orgánica? Justifique
6. Posterior al lavado con la disolución de NaHCO₃ se forman nuevamente dos fases, ¿cuál corresponde a la orgánica? Justifique
7. En un embudo de separación hay dos fases una orgánica y una acuosa, de cada una de estas hay 5 mL y se desconocen sus densidades relativas, ¿qué harías experimentalmente para identificar alguna de las fases?
8. Justifique porque no es necesario calentar esta reacción.
9. ¿Qué pasaría si la reacción se calienta?

BIBLIOGRAFÍA

- Allinger, N. L., Química Orgánica 2^a edición, Reverté, Barcelona; **1984**, pág. 372-382.
- Ávila Z. J. G. et al, Química Orgánica: Experimentos con un enfoque ecológico 2^a edición, UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, **2009**, pág. 127-138
- Brewster, R. Q., Vanderweft, C. A. and McEwen, W. E., Curso Práctico de Química Orgánica 2^a ed., Ed. Alhambra, Madrid, **1970**, pág. 79-81.
- Bruice, P. Y., Química Orgánica 5^a edición, Pearson Educación, México **2008**, pág. 352, 728-732.
- Carey, F. A., Química Orgánica 6^a edición, McGraw-Hill Interamericana, México, **2006**, pág. 158-165, 172-174, 372.
- Fieser, L. F., Organic Experiments 7th edition, D. C. Heath, Lexington, Massachusetts, **1992**, pág. 157.

- g. McMurry, J., Química Orgánica 8^a edición, Cengage Learning, México, **2012**, pág. 359-380.
- h. Morrison, R. T. y Boyd, R. N., Química Orgánica 5^a edición, Addison-Wesley Iberoamericana, Boston Massachusetts, **1988**, pág. 191-266.
- i. Pavia, D. L., Lampman, G. M. and Kriz, G. S., Introduction to Organic Laboratory Techniques: A Contemporary Approach, Saunders College, Philadelphia, **1988**, pág. 194-198.
- j. Pine, S., Química Orgánica 2^a edición, McGraw-Hill, **1988**, pág. 412-413, 460.
- k. Solomons, T. W. G., Química Orgánica 2^a edición, Limusa-Wiley, México, **1999**, pág. 276-311, 521-524.
- l. Wade, L. G. Jr., Química Orgánica 7^a edición, Prentice Hall, España, **2012**, pág. 252-253.

PRÁCTICA

2

REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA ALIFÁTICA

OBTENCIÓN DE BROMURO DE *n*-BUTILO

OBJETIVOS

- 👤 Obtener un haluro de alquilo primario a partir de un alcohol primario mediante una reacción de sustitución nucleofílica bimolecular
- 👤 Comprender el mecanismo y las reacciones que pueden competir durante una reacción de sustitución nucleofílica.
- 👤 Identificar los haluros de alquilo obtenidos en el laboratorio mediante reacciones sencillas.

INFORMACIÓN

Las reacciones de sustitución nucleofílica, conocidas así porque cada etapa involucra la sustitución de un nucleófilo por otro, son reacciones muy comunes y versátiles en química orgánica, por ello la importancia de estudiarlas y comprender el mecanismo por el cual proceden. En toda reacción química existe una relación directa entre la velocidad a la cual ocurre la reacción y las concentraciones de los reactivos. La rapidez de una reacción de sustitución nucleofílica alifática depende también de factores como, la temperatura, el disolvente y la naturaleza del sustrato utilizado. Los alcoholes primarios generalmente se pueden transformar al haluro de alquilo correspondiente vía un mecanismo bimolecular.

En un mecanismo bimolecular, están involucradas dos especies químicas y son las responsables de su particular cinética. Estas especies reaccionan de forma concertada para alcanzar un máximo energético en un diagrama de energía. A este punto de máxima energía se le denomina estado de transición (ET) y corresponde al paso determinante de la transformación. La cinética de este mecanismo tiene ecuaciones de velocidad de segundo orden.

ANTECEDENTES

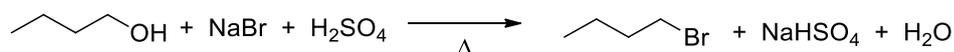
- 👤 Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y productos.
- 👤 Características del mecanismo de sustitución nucleofílica alifática bimolecular (S_N2).
- 👤 Condiciones de reacción particulares para favorecer un mecanismo tipo S_N2 .
- 👤 Utilidad industrial de la sustitución nucleofílica alifática como método de síntesis de diferentes materias primas.
- 👤 Tabla en la que se clasifiquen los nucleófilos como fuertes, moderados y débiles.
- 👤 Clasificación de grupos salientes (moléculas neutras, bases débiles y sulfonatos/fosfatos).

DESARROLLO EXPERIMENTAL**MATERIAL**

Barra para agitación	1	Portatermómetro	1
Bomba de agua sumergible	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Colector	1	Recipiente de peltre	1
Embudo de filtración rápida	1	Recipiente para baño de hielo	1
Embudo de separación con tapón	1	Refrigerante con mangueras	1
Embudo de adición de sólidos	1	T de destilación	1
Espátula	1	Termómetro de -10 a 400° C	1
Matraz bola de fondo plano de 25 mL	1	Tubo de ensaye	2
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	1	Vaso de precipitados de 10 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Parrilla de agitación con calentamiento	1	Vidrio de reloj	1
Pinzas de tres dedos con nuez	3		

REACTIVOS

H ₂ SO ₄ concentrado	3 mL	Disolución de NaHCO ₃ al 10%	20 mL
Alcohol <i>n</i> -butílico	3 mL	Disolución de Br ₂ en CCl ₄	0.5 mL
NaBr	3 g	Disolución de AgNO ₃ al 5%	0.5 mL
Etanol	1 mL	Na ₂ SO ₄ anhidro	1 g

REACCIÓN S_N2: OBTENCIÓN DEL BROMURO DE *n*-BUTILO

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

PROCEDIMIENTO

En un matraz bola de fondo plano de 25 mL coloque una barra de agitación magnética, adicione 3 mL de agua y 3 g de bromuro de sodio, agite por unos minutos. Adicione 3 mL de *n*-butanol y coloque la mezcla de reacción en un baño de hielo. Adicione lentamente y con cuidado 3 mL de ácido sulfúrico concentrado; una vez terminada la adición, retire el matraz del baño de hielo. Ensamble un equipo de destilación simple* (ver página 12) y caliente para que se lleve a cabo la reacción y destile el producto una vez que se forme.

Durante este proceso se puede observar el progreso de la reacción por la aparición de dos fases. Reciba el destilado en un recipiente sumergido en un baño de hielo. La destilación se detiene cuando se observa que el destilado es claro y no contiene gotas aceitosas, o la temperatura de destilación sea mayor a 90 °C. Lave el destilado obtenido con 5 mL de una disolución de NaHCO₃ al 10% (verificar que el pH no sea ácido. Si el pH es ácido, realice otro lavado con bicarbonato de sodio).

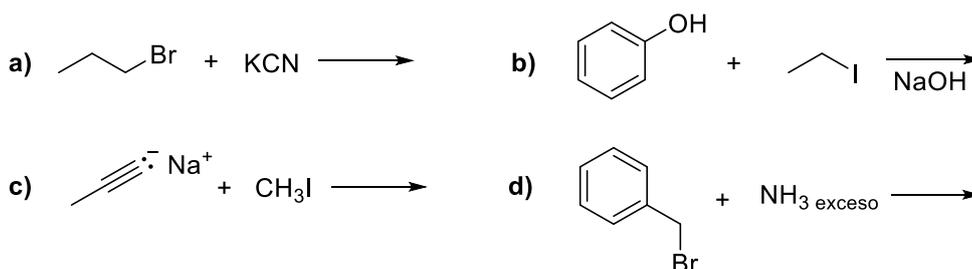
Finalmente, realice un lavado con 5 mL de agua, coloque la fase orgánica en un matraz Erlenmeyer de 10 mL y seque con Na_2SO_4 anhidro. Mida el volumen obtenido y determine el rendimiento de la reacción.

Pruebas de identificación

- 1. Identificación de halógenos:** En un tubo de ensaye limpio y seco, coloque tres gotas del haluro obtenido, adicione 0.5 mL de etanol y 5 gotas de solución de AgNO_3 al 5%, agite y observe. La prueba es positiva si se observa la formación de un precipitado blanco.
- 2. Presencia de insaturaciones:** En un tubo de ensaye limpio y seco coloque 5 gotas del haluro obtenido, adicione una o dos gotas de una disolución de Br_2 en CH_2Cl_2 , agite, observe e interprete los resultados.

CUESTIONARIO

1. ¿Por qué la reacción para obtener bromuro de *n*-butilo es bimolecular?
2. En las siguientes reacciones, dibuje las estructuras de los productos de sustitución (si los hay). Escriba también el mecanismo bajo el cual proceden.



3. Prediga en cada caso, ¿cuál nucleófilo reaccionará más rápido frente a CH_3I ?
 - a) $^-\text{OH}/\text{H}_2\text{O}$
 - b) $\text{H}_2\text{O}/\text{NH}_3$
 - c) $^-\text{SH}/^-\text{OH}$
4. Escriba el mecanismo de la reacción de sustitución nucleofílica alifática entre el *n*-butanol y Br^- en medio fuertemente ácido.
5. Durante la reacción se forman dos fases, ¿cuál de ellas es la orgánica? Justifique
6. Posterior al lavado con la disolución de NaHCO_3 se forman nuevamente dos fases, ¿cuál corresponde a la orgánica? Justifique
7. En un embudo de separación hay dos fases una orgánica y una acuosa, de cada una de estas hay 5 mL y se desconocen sus densidades relativas, ¿qué harías experimentalmente para identificar alguna de las fases?
8. ¿Por qué es necesario calentar esta reacción para que se lleve a cabo?
9. ¿Cuál es el objetivo de destilar el producto obtenido de la mezcla de reacción?

BIBLIOGRAFÍA

- a. Allinger, N. L., Química Orgánica 2ª edición, Reverté, Barcelona; **1984**, pág. 372-382.
- b. Ávila Z. J. G. et al, Química Orgánica: Experimentos con un enfoque ecológico 2ª edición, UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, **2009**, pág. 127-138
- c. Brewster, R. Q., Vanderweft, C. A. and McEwen, W. E., Curso Práctico de Química Orgánica 2ª ed., Ed. Alhambra, Madrid, **1970**, pág. 79-81.
- d. Bruice, P. Y., Química Orgánica 5ª edición, Pearson Educación, México **2008**, pág. 352, 728-732.
- e. Carey, F. A., Química Orgánica 6ª edición, McGraw-Hill Interamericana, México, **2006**, pág. 158-165, 172-174, 372.
- f. Fieser, L. F., Organic Experiments 7th edition, D. C. Heath, Lexington, Massachusetts, **1992**, pág. 157.
- g. McMurry, J., Química Orgánica 8ª edición, Cengage Learning, México, **2012**, pág. 359-380.
- h. Morrison, R. T. y Boyd, R. N., Química Orgánica 5ª edición, Addison-Wesley Iberoamericana, Boston Massachusetts, **1988**, pág. 191-266.
- i. Pavia, D. L., Lampman, G. M. and Kriz, G. S., Introduction to Organic Laboratory Techniques: A Contemporary Approach, Saunders College, Philadelphia, **1988**, pág. 194-198.
- j. Pine, S., Química Orgánica 2ª edición, McGraw-Hill, **1988**, pág. 412-413, 460.
- k. Solomons, T. W. G., Química Orgánica 2ª edición, Limusa-Wiley, México, **1999**, pág. 276-311, 521-524.
- l. Wade, L. G. Jr., Química Orgánica 7ª edición, Prentice Hall, España, **2012**, pág. 252-253.

PRÁCTICA

3

REACCIONES DE ELIMINACIÓN

DESHIDRATACIÓN DE ALCOHOLES: OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO

OBJETIVOS

- 📺 Preparar ciclohexeno por deshidratación catalítica de ciclohexanol.
- 📺 Comprender la influencia de variables experimentales que modifican una reacción reversible.
- 📺 Revisar el video de la práctica.

INFORMACIÓN

La reacción para la síntesis de ciclohexeno por la deshidratación del ciclohexanol es reversible, lo cual disminuye el rendimiento. Este efecto negativo se puede evitar de diferentes formas:

- a) Si se elimina el producto del medio de la reacción a medida que ésta progresa.
- b) Si se aumenta la concentración de uno o varios de los reactivos.
- c) Si se aumenta o disminuye la temperatura en el sentido que se favorezca la reacción.

Por ello, las condiciones experimentales en las que se efectúa una reacción determinan su resultado, influyendo en la calidad y cantidad del producto obtenido.

ANTECEDENTES

- 📺 Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- 📺 Deshidratación catalítica de alcoholes para la obtención de alquenos. Mecanismo de reacción.
- 📺 Influencia de las condiciones experimentales en la reversibilidad de una reacción.
- 📺 Reacciones de adición a enlaces dobles.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

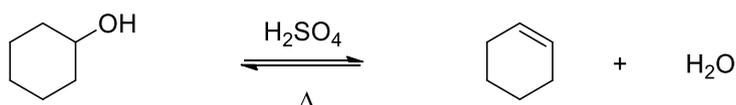
MATERIAL

Barra para agitación	1	Portatermómetro	1
Bomba de agua sumergible	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Colector	1	Recipiente de peltre	1
Embudo de separación con tapón	1	Refrigerante con mangueras	1
Espátula	1	T de destilación	1
Matraz de bola de fondo plano de 25 mL	1	Termómetro de -10 a 400° C	1
Matraz bola de 25 mL	1	Tubo de ensaye	2
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Parrilla de agitación con calentamiento	1	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Pinzas de tres dedos con nuez	3		

REACTIVOS

Disolución de H ₂ SO ₄ /H ₂ O (1:2)	3 mL	Disolución de Br ₂ en CCl ₄	0.5 mL
Ciclohexanol	3 mL	Disolución de KMnO ₄ al 2%	0.5 mL
Disolución de NaHCO ₃ al 10%	10 mL	Na ₂ SO ₄ anhidro	1 g

REACCIÓN



	Ciclohexanol	Ciclohexeno
Masa molar (g/mol)		
Densidad (g/mL)		
Punto de fusión o ebullición (°C)		
Masa (g)		
Volumen (mL)		
Cantidad de sustancia (mol)		

PROCEDIMIENTO

Método A: En el matraz bola de fondo plano de 25 mL coloque una barra de agitación magnética y adicione con cuidado 3 mL de ciclohexanol y 3 mL de una disolución de H₂SO₄/H₂O en una proporción 1:2. Ensamble un equipo de destilación simple como se muestra en la Figura 1. Encienda la agitación y caliente la mezcla de reacción hasta que comience a destilar el producto (evite sobrecalentar la parrilla). Reciba el destilado en un matraz bola de 25 mL sumergido en un baño de hielo. Colecte todo lo que destile entre 80-85° C.

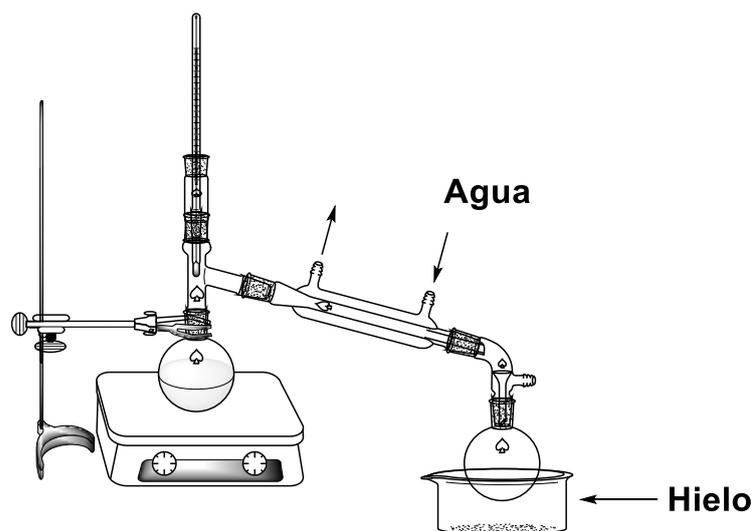


Figura 1. Equipo para una destilación simple

Suspenda el calentamiento si la temperatura aumenta a más de 85° C y permita que se enfríe un poco el sistema antes de desmontarlo. Tape el matraz de reacción y colóquelo dentro de un baño de hielo.

Transfiera el producto a un embudo de separación y lávelo dos veces con 5 mL de una disolución de NaHCO_3 al 10% cada una. Coloque la fase orgánica en un vaso o un matraz Erlenmeyer de 50 mL, seque con Na_2SO_4 anhidro, decante y registre el volumen obtenido de ciclohexeno obtenido para calcular el rendimiento.

Método B: En un matraz bola de fondo plano de 25 mL coloque una barra de agitación magnética y adicione con cuidado 3 mL de ciclohexanol y 3 mL de una disolución de $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}$ en una proporción 1:2. Coloque el refrigerante en posición de reflujo (Figura 2), agite y caliente la mezcla de reacción a temperatura de reflujo durante 30 minutos. Transcurrido este tiempo, retire la fuente de calentamiento y permita que se enfríe un poco el sistema, vierta cuidadosamente la mezcla de reacción en un vaso de precipitados de 50 mL con hielo (aproximadamente 10 g).

Transfiera el contenido del vaso a un embudo de extracción y separe la fase orgánica, realice dos lavados con 5 mL de una disolución de NaHCO_3 al 10% cada uno (tome en cuenta la densidad del ciclohexeno para no perder la fase orgánica). Coloque la fase orgánica en un vaso de precipitados o en un matraz Erlenmeyer de 50 mL y séquela con Na_2SO_4 anhidro. Finalmente, mida el volumen de producto obtenido en una probeta y calcule el rendimiento de la reacción. Compare los resultados de ambos métodos (Tabla de resultados).

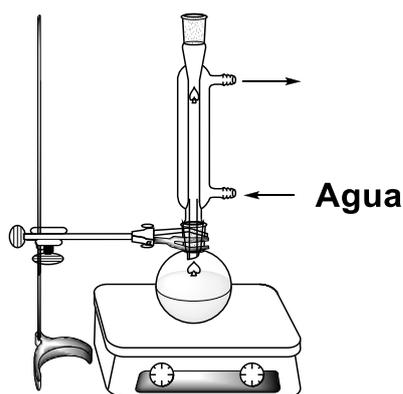


Figura 2. Sistema de Reflujo

Tabla de resultados.

	V (mL)	% Rendimiento	Observaciones
Método A			
Método B			

Pruebas de identificación

- Reacción con KMnO_4 :** En un tubo de ensaye coloque una o dos gotas del producto y adicione una o dos gotas de una disolución de KMnO_4 . Agite, observe e interprete los resultados. Escriba las observaciones y la reacción que se lleva a cabo.
- Reacción con $\text{Br}_2/\text{CH}_2\text{Cl}_2$:** En un tubo de ensaye coloque una o dos gotas de una disolución de Br_2 en CH_2Cl_2 , adicione una o dos gotas del producto, agite, observe e interprete los resultados. Escriba las observaciones y la reacción que se lleva a cabo.

CUESTIONARIO

1. Con base en los resultados obtenidos, ¿cuál de los dos métodos es el más eficiente para obtener el ciclohexeno? Explique por qué.
2. ¿Qué es una reacción reversible?
3. ¿Qué es una reacción irreversible?
4. ¿Qué es una reacción en equilibrio?
5. ¿Cuáles fueron los principales factores experimentales que se controlaron en esta práctica?
6. En el embudo de extracción, ¿cuál de las dos fases corresponde a la orgánica? ¿A qué atribuye la densidad observada con respecto a la fase acuosa?
7. ¿Cuáles son los productos que se forman en las pruebas de identificación? ¿Cómo sabe que se formaron?

BIBLIOGRAFÍA

- a. Allinger, N. L., Química Orgánica 2ª edición, Reverté, Barcelona; **1984**, pág. 430-433.
- b. Ávila Z. J. G. et al, Química Orgánica: Experimentos con un enfoque ecológico 2ª edición, UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, **2009**, pág. 145-148.
- c. Brewster, R. Q., Vanderweft, C. A. and McEwen, W. E., Curso Práctico de Química Orgánica 2ª ed., Ed. Alhambra, Madrid, **1970**, pág. 69-73.
- d. Carey, F. A., Química Orgánica 6ª edición, McGraw-Hill Interamericana, México, **2006**, pág. 212-220.
- e. McMurry, J., Química Orgánica 8ª edición, Cengage Learning, México, **2012**, pág. 619-622.
- f. Pavia, D. L., Lampman, G. M. and Kriz, G. S., Introduction to Organic Laboratory Techniques: A Contemporary Approach, Saunders College, Philadelphia, **1988**, pág. 222-223.
- g. Solomons, T. W. G., Química Orgánica 2ª edición, Limusa-Wiley, México, **1999**, pág. 404-415.
- h. Wade, L. G. Jr., Química Orgánica 5ª edición, Prentice Hall, España, **2004**, pág. 300-301.

PRÁCTICA

4

REACCIONES DE ÓXIDO-REDUCCIÓN

OXIDACIÓN DE *n*-BUTANOL A BUTIRALDEHÍDO

OBJETIVOS

- ☞ Ejemplificar un método para obtener aldehídos alifáticos mediante la oxidación de alcoholes.
- ☞ Formar un derivado sencillo de aldehído para caracterizarlo.
- ☞ Revisar el video de la práctica.

INFORMACIÓN

La oxidación de alcoholes a aldehídos o cetonas es una reacción muy útil. El ácido crómico (H_2CrO_4) y diversos complejos de CrO_3 son reactivos muy útiles en los procesos de oxidación en el laboratorio. En el mecanismo de oxidación con ácido crómico se forma inicialmente un éster crómico, el cual experimenta una eliminación 1,2 produciendo el enlace doble del grupo carbonilo.

Los aldehídos son compuestos con punto de ebullición menor que el de los alcoholes y de los ácidos carboxílicos con masa molar semejante, debido a la carencia de formación de puentes de hidrógeno.

ANTECEDENTES

- ☞ Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- ☞ Oxidación. Diferentes agentes oxidantes. Acción sobre alcoholes y grupo carbonilo de aldehídos y cetonas.
- ☞ Métodos de obtención de aldehídos y cetonas.
- ☞ Principales derivados de aldehídos y cetonas usados para su caracterización (reactivos y reacciones).

MATERIAL

Barra para agitación	2	Portatermómetro	1
Bomba de agua sumergible	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Baño de hielo	1	Recipiente peltre	1
Colector con oliva	1	Refrigerante con mangueras	1
Embudo de separación con tapón	1	T de destilación	1
Espátula	1	Termómetro de -10 a 400° C	1
Matraz bola de fondo plano de 25 mL	1	Tubo de ensaye	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 10 mL	1	Vaso de precipitados de 10 mL	1
Parrilla de agitación con calentamiento	1	Vial cónico de 3 mL	1
Pinzas para tubo de ensaye	1	Vidrio de reloj	1
Pinzas de tres dedos con nuez	3		

REACTIVOS

H ₂ SO ₄ concentrado	0.8 mL	Na ₂ SO ₄ anhidro	1 g
<i>n</i> -Butanol	3 mL	Disolución de 2,4-Dinitrofenilhidrazina	0.5 mL
K ₂ Cr ₂ O ₇	1 g		

REACCIÓN

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

PROCEDIMIENTO

En un vaso de precipitados de 50 mL disuelva 1 g de K₂Cr₂O₇·2H₂O en 10 mL de agua, coloque la disolución en un baño de hielo y añada cuidadosamente y con agitación 0.8 mL de H₂SO₄ concentrado (¡PRECAUCIÓN! La reacción es exotérmica y desprende vapores, realice la adición del ácido en la campana). Cuando la disolución se enfría, el K₂Cr₂O₇ se cristaliza, de ser así, caliente un poco hasta que se disuelva completamente.

En un matraz bola de fondo plano de 25 mL coloque 3 mL de *n*-butanol y la barra de agitación magnética, coloque el matraz en un baño de hielo y adicione lentamente la disolución de K₂Cr₂O₇. Una vez terminada la adición, coloque el matraz de reacción en la parrilla y ensamble un sistema de destilación simple, Figura 1.

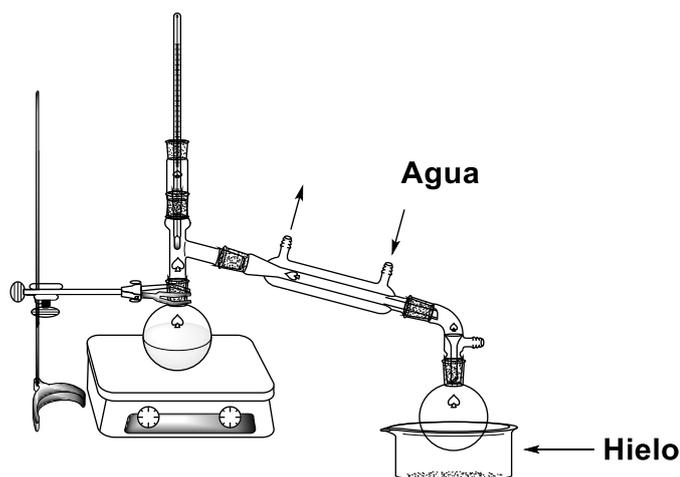


Figura 1. Sistema de destilación simple

Caliente la mezcla de reacción de manera que la temperatura no exceda de 80-85° C, colecte la fracción que destila por debajo de los 90°C en un vial cónico de 3 mL (o matraz bola) que debe estar inmerso en un baño de hielo. Coloque el destilado obtenido en un embudo de separación (limpio), separe la fase acuosa de la orgánica y seque el producto

con Na_2SO_4 anhidro, mida el volumen del butiraldehído obtenido para calcular el rendimiento de la reacción.

Prueba de identificación

1. En un tubo de ensaye coloque cinco gotas del producto obtenido y adicione de tres a cinco gotas de una disolución de 2,4-dinitrofenilhidrazina y agite vigorosamente. Deje reposar hasta observar el precipitado derivado del aldehído.

CUESTIONARIO

1. ¿Cuál es la finalidad de hacer la mezcla de dicromato de potasio, agua y ácido sulfúrico?
2. ¿Cómo evita que el butiraldehído se oxide hasta ácido butírico?
3. ¿Cuáles son las condiciones experimentales que deben cuidarse para favorecer el rendimiento en la obtención del butiraldehído?
4. ¿Cómo se puede comprobar la obtención del butiraldehído en la práctica?
5. Escriba la reacción de identificación que se realiza para confirmar la obtención del butiraldehído.
6. ¿Cómo deben desecharse los residuos de sales de cromo?

BIBLIOGRAFÍA

- a. Allinger, N. L., Química Orgánica 2ª edición, Reverté, Barcelona; **1984**, pág. 495-498.
- b. Ávila Z. J. G. et al, Química Orgánica: Experimentos con un enfoque ecológico 2ª edición, UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, **2009**, pág. 265-270.
- c. Brewster, R. Q., Vanderweft, C. A. and McEwen, W. E., Curso Práctico de Química Orgánica, Alhambra, Madrid, **1970**, pág. 81-85.
- d. Carey, F. A., Química Orgánica 6ª edición, McGraw-Hill Interamericana, México, **2006**, pág. 763-766, 735-738, 661-663.
- e. Fieser, L. F., Organic Experiments 7th edition, D. C. Heath, Lexington, Massachusetts, **1992**, pág. 306.
- f. McMurry, J., Química Orgánica 8ª edición, Cengage Learning, México, **2014**, pág. 623-626, 698-701.
- g. Morrison, R. T. y Boyd, R. N., Química Orgánica 5ª edición, Addison-Wesley Iberoamericana, Boston Massachusetts, **1988**, pág. 736-738, 747-752, 470-472, 505-506.
- h. Solomons, T. W. G., Química Orgánica 2ª edición, Limusa-Wiley, México, **1999**, pág. 829-836.

PRÁCTICA

5

REACCIONES DE REDUCCIÓN.

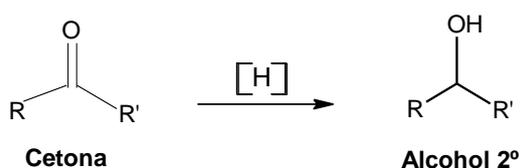
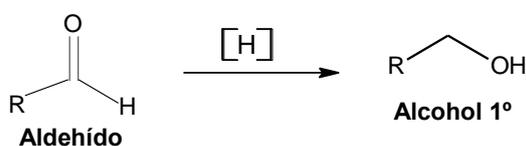
REDUCCIÓN DEL GRUPO CETONA A ALCOHOL. OBTENCIÓN DE BENCIDROL

OBJETIVOS

- 🎧 Obtener un alcohol secundario a través de la reducción del grupo carbonilo de una cetona.
- 🎧 Seguir el curso de la reacción mediante una prueba de identificación del grupo carbonilo de aldehídos y cetonas.
- 🎧 Revisar el video de la práctica.

INFORMACIÓN

Una reacción de **reducción** orgánica lleva al aumento en el número de enlaces carbono-hidrógeno, y/o una disminución en el número de enlaces carbono-oxígeno. Uno de los métodos más importantes para obtener alcoholes, consiste en la reducción del grupo carbonilo de aldehídos y cetonas. Los aldehídos pueden ser reducidos a alcoholes primarios y las cetonas a alcoholes secundarios.



$[\text{H}]$ = Agente reductor

La reducción de una cetona o un aldehído a alcohol, implica la adición de dos átomos de hidrógeno al enlace C=O. Entre los agentes reductores más empleados para este propósito se encuentran el hidruro doble de litio y aluminio (LiAlH_4) y el borohidruro de sodio (NaBH_4), a los cuales se les denomina hidruros complejos.

Estos reactivos funcionan como **donadores de iones hidruro** (H^-); reducen a los compuestos carbonílicos a través de una reacción de **adición nucleofílica**, en la cual el ión hidruro actúa como nucleófilo.

Las reacciones de adición nucleofílica son las reacciones más importantes que experimentan los aldehídos y cetonas; consisten en el ataque de un **nucleófilo** al carbono

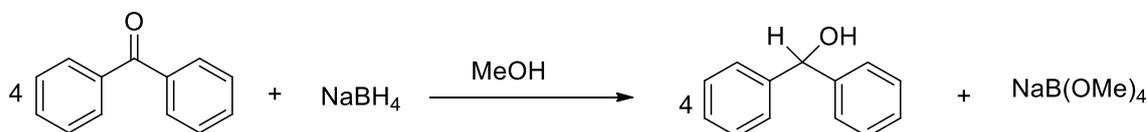
del grupo carbonilo. El doble enlace carbonílico se encuentra polarizado debido a la elevada electronegatividad del oxígeno respecto al átomo de carbono, de esta manera, el carbono lleva una carga parcial positiva, y el oxígeno una carga parcial negativa. Debido a su carácter electrofílico, el carbono es propenso a ser atacado por un nucleófilo, que utiliza un par de electrones para formar un nuevo enlace con el carbono; al efectuarse dicho ataque, dos electrones del doble enlace carbonílico se desplazan hacia el átomo de oxígeno, formándose de este modo un *ión alcóxido*. Posteriormente este ión es protonado, ya sea por un ácido débil presente en el medio de reacción como agua o alcohol, o bien, por agua o un ácido fuerte diluido adicionados en una etapa subsecuente, para dar lugar así a un alcohol (o derivado).

Dado que el NaBH_4 no reduce a los ácidos carboxílicos ni a los ésteres, es posible reducir un aldehído o una cetona en presencia de un ácido carboxílico o de un éster, utilizando borohidruro de sodio.

ANTECEDENTES

- ☞ Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- ☞ Métodos de obtención de alcoholes por reducción de grupos carbonilo de aldehídos, cetonas, ácidos carboxílicos y ésteres.
- ☞ Diferentes tipos de agentes reductores de compuestos carbonílicos a alcoholes, características y uso específico.
- ☞ Reductores selectivos de aldehídos y cetonas, características y ejemplos de reacciones de reducción empleando estos agentes reductores

REACCIÓN



	Benzofenona	Bencidrol
Masa molar (g/mol)		
Densidad (g/mL)		
Punto de fusión o ebullición (°C)		
Masa (g)		
Volumen (mL)		
Cantidad de sustancia (mol)		

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

MATERIAL

Embudo de Büchner c/alargadera	1	Pinza para tubo de ensayo	1
Espátula	1	Pipeta graduada de 5 mL	2
Matraz Kitasato con manguera	1	Tubo de ensayo	1
Pinzas de tres dedos con nuez	1	Vidrio de reloj	1

SUSTANCIAS

2,4-dinitrofenilhidracina, disolución en metanol	1.0 mL	Borohidruro de sodio	0.1 g
Ácido clorhídrico al 10%	2.0 mL	Metanol	4 mL
Benzofenona	0.16 g		

PROCEDIMIENTO

Coloque 0.16 g de benzofenona en un tubo de ensayo, agregue 4 mL de metanol y agite hasta la disolución completa de la benzofenona. Agregue poco a poco y agitando, 0.1 g de borohidruro de sodio, adicione piedras de ebullición y caliente a baño maría (*nota*). Cada cinco minutos, realice una prueba a la gota sobre un vidrio de reloj de la mezcla de reacción y disolución de 2,4-dinitrofenilhidracina, hasta que **no** se forme un precipitado color naranja, lo que indica que toda la benzofenona ha reaccionado.

Adicione 4 mL de agua destilada y agite, acidule con ácido clorhídrico al 10% hasta pH ácido (2-4). Enfríe en baño de hielo, separe el sólido formado por filtración al vacío y lávelo con agua destilada. Determine punto de fusión y rendimiento.

Nota: Cuide la ebullición del agua del baño maría. Si se reduce demasiado el volumen de la mezcla de reacción, compense la pérdida con metanol.

CUESTIONARIO

1. En el experimento efectuado, ¿cuál es la finalidad de efectuar las pruebas a la mezcla de reacción con la disolución de 2,4-dinitrofenilhidracina?
2. Escriba la ecuación de la reacción que se efectúa en las pruebas mencionadas en la pregunta anterior. Indique el nombre y apariencia del producto orgánico obtenido en esta reacción.
3. En los espectros de infrarrojo de la benzofenona y del bencidrol, asigne las bandas correspondientes a los grupos funcionales principales.

BIBLIOGRAFÍA

- a) T.W.G. Solomons, *Organic Chemistry*, John Wiley & Sons, 5ta. edición, Estados Unidos, 1992.
- b) F.A. Carey y R.J. Sundberg, *Advanced Organic Chemistry. Part B: Reactions and Synthesis*, Plenum Press, 3ra. edición, Estados Unidos, 1990.
- c) J. McMurry, *Química Orgánica*, International Thomson Editores, S.A de C.V., 6a. edición, Estados Unidos, 2004.

PRÁCTICA

6

REACCIONES DE SUSTITUCIÓN ELECTROFÍLICA AROMÁTICA

NITRACIÓN DEL BENZOATO DE METILO:

OBTENCIÓN DEL 3-NITROBENZOATO DE METILO

OBJETIVOS

- Conocer una reacción de sustitución electrofílica aromática y aplicar los conceptos de la sustitución al desarrollo experimental de la nitración del benzoato de metilo.
- Utilizar las propiedades de los grupos orientadores a la posición *meta* del anillo aromático para sintetizar un derivado disustituido.

INFORMACIÓN

Al igual que los alquenos, el benceno tiene una nube de electrones π por encima y por debajo de los enlaces sigma. A pesar de que los electrones π se encuentran en un sistema aromático estable, están disponibles para reaccionar con un electrófilo fuerte y dar lugar a un carbocatión estabilizado por resonancia (también conocido como complejo sigma) en el cual se ha perdido la aromaticidad. La aromaticidad se regenera cuando el complejo sigma pierde el protón del carbono tetraédrico dando lugar a un producto de sustitución. La reacción global es la sustitución de un protón (H^+) del anillo aromático por un electrófilo (E^+): Sustitución electrofílica aromática (S_EAr).

ANTECEDENTES

- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- Sustitución electrofílica aromática: nitración.
- Efecto de los grupos sustituyentes en el anillo en una reacción de sustitución electrofílica aromática.
- Reactividad del benzoato de metilo hacia la sustitución electrofílica aromática.
- Mecanismo de reacción.
- Condiciones experimentales necesarias para realizar la nitración.
- Variación en las condiciones experimentales en una nitración y sus consecuencias.
- Ejemplos de agentes nitrantes.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

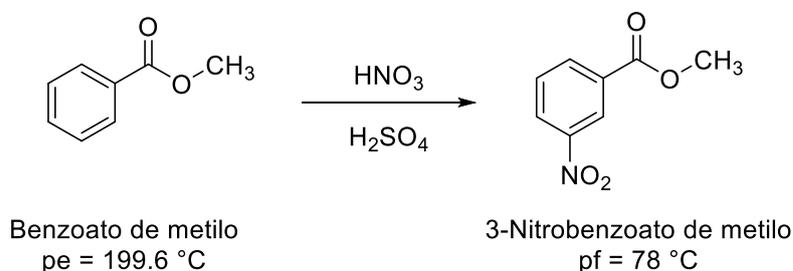
MATERIAL

Barra para agitación	1	Parrilla de agitación con calentamiento	1
Embudo Hirsch con alargadera	1	Pinzas de tres dedos con nuez	1
Embudo de filtración rápida	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Espátula	1	Recipiente de plástico para hielo	1
Matraz Erlenmeyer de 10 mL	1	Vaso de precipitados de 10 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Matraz Kitazato de 50 mL con manguera	1	Vidrio de reloj	1

REACTIVOS

HNO ₃ concentrado	0.5 mL	Benzoato de metilo	0.6 g
H ₂ SO ₄ concentrado	1 mL	Metanol	10 mL

REACCIÓN



	Benzoato de metilo	Ácido nítrico	Ácido sulfúrico	3-Nitrobenzoato de metilo
Masa molar (g/mol)				
Densidad (g/mL)				
Punto de fusión o ebullición (°C)				
Masa (g)				
Volumen (mL)				
Cantidad de sustancia (mol)				

PROCEDIMIENTO

En un matraz Erlenmeyer de 10 mL provisto de un agitador magnético inmerso en un baño de hielo, adicione 0.5 mL de HNO₃ concentrado, manteniendo la temperatura cercana a 0 °C. Adicione 0.6 g (0.55 mL) de benzoato de metilo, en todo momento se debe cuidar que la temperatura se encuentre entre los 0–10° C (si es posible puede bajar más la temperatura con sal de grano sobre el hielo para que la reacción sea mejor). Posteriormente, adicione MUY LENTAMENTE 1 mL de H₂SO₄ concentrado con agitación constante y la temperatura entre 5-10° C (mantener la temperatura baja durante la adición de los reactivos es MUY IMPORTANTE. En caso de ser necesario, se pueden adicionar pequeños trozos de hielo a la mezcla de reacción para facilitar la agitación).

Al término de la adición, permita que la mezcla de reacción llegue a temperatura ambiente mientras se agita en la parrilla por 15 minutos. Una vez terminado este tiempo, adicione trozos de hielo al matraz de reacción hasta observar que el producto precipita (se debe adicionar hielo para diluir un poco la mezcla de reacción ya que tiene un pH muy ácido). Filtre al vacío el sólido y lave con agua helada; guarde una muestra pequeña para determinar el punto de fusión del producto crudo.

Recrystalice el resto del producto de metanol, pese para calcular el rendimiento y determine el punto de fusión del producto crudo y el puro (pf producto puro = 78 °C).

CUESTIONARIO

1. Explique la formación del ión nitronio a partir de la mezcla sulfonítrica.
2. ¿Por qué es importante controlar la temperatura de la mezcla de reacción?
3. ¿Por qué el benzoato de metilo se disuelve en ácido sulfúrico concentrado? Escriba una ecuación mostrando los iones que se producen.
4. ¿Cuál sería la estructura que se esperaría del éster dinitrado, considerando los efectos directores del grupo éster y que ya se introdujo un primer grupo nitro?
5. Ordene de menor a mayor la rapidez de mononitración entre el benceno, tolueno y benzoato de metilo. Justifique

BIBLIOGRAFÍA

- a. Allinger, N. L., Química Orgánica 2ª edición, Reverté, Barcelona; **1984**, pág. 337-338.
- b. Ávila Z. J. G. et al, Química Orgánica: Experimentos con un enfoque ecológico 2ª edición, UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, **2009**, pág. 176-182.
- c. Brewster, R. Q., Vanderweft, C. A. and McEwen, W. E., Curso Práctico de Química Orgánica, Alhambra, Madrid, **1970**, pág. 178-180.
- d. Carey, F. A., Química Orgánica 6ª edición, McGraw-Hill Interamericana, México, **2006**, pág. 1039.
- e. Morrison, R. T. y Boyd, R. N., Química Orgánica 5ª edición, Addison-Wesley Iberoamericana, Boston Massachusetts, **1988**, pág. 594-597, 602-604, 608-612.
- f. Pine, S., Química Orgánica 2ª edición, McGraw-Hill, **1988**, pág. 652-656, 665-668.
- g. Solomons, T. W. G., Química Orgánica 2ª edición, Limusa-Wiley, México, **1999**, pág. 773-777, 790-806.
- h. Wade, L. G. Jr., Química Orgánica 5ª edición, Prentice Hall, España, **2004**, 726, 728-741.

PRÁCTICA

7

REACCIONES DE CONDENSACIÓN DEL GRUPO CARBONILO

CONDENSACIÓN DE CLAISEN-SCHMIDT

OBJETIVOS

- ☞ Ilustrar una reacción de adición nucleofílica-eliminación
- ☞ Efectuar una condensación aldólica cruzada.
- ☞ Realizar reacciones de formación de enlace C-C.
- ☞ Estudiar reacciones del grupo carbonilo

INFORMACIÓN

Los aldehídos y las cetonas con hidrógenos en el carbono alfa al grupo carbonilo experimentan reacciones de condensación aldólica debido a que estos hidrógenos son ácidos. Cuando la reacción se da entre dos grupos carbonilos diferentes se llama aldólica cruzada. Un problema de este tipo de reacciones es que se producen mezclas de productos, por lo cual su utilidad sintética disminuye. No obstante, las reacciones de condensación entre cetonas y aldehídos no enolizables producen un solo producto (condensaciones aldólicas cruzadas dirigidas).

ANTECEDENTES

- ☞ Toxicidad de reactivos y productos.
- ☞ Reacciones de adición nucleofílica a grupos carbonilo.
- ☞ Reacciones de condensación aldólica y aldólica cruzada.
- ☞ Ejemplos de la reacción de Claisen-Schmidt.
- ☞ Usos de la dibenzalacetona.
- ☞ Deshidratación de aldoles en medio básico.
- ☞ Efectos inductivos y de resonancia.
- ☞ Conjugación de grupos carbonilo con enlaces dobles.

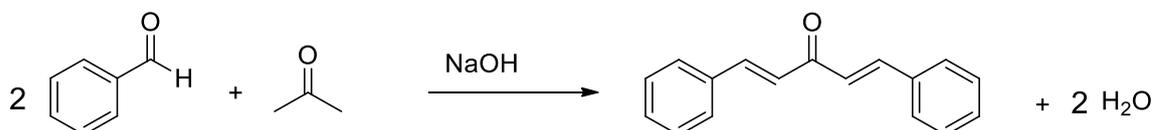
DESARROLLO EXPERIMENTAL

MATERIAL

Barra para agitación	1	Matraz Kitazato de 50 mL con manguera	1
Cámara de elución	1	Parrilla de agitación con calentamiento	1
Embudo Büchner con alargadera	1	Pinzas de tres dedos con nuez	2
Embudo de filtración rápida	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Espátula	1	Recipiente de peltre	1
Frasco vial	2	Vaso de precipitados de 10 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 10 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Vidrio de reloj	1

REACTIVOS

Acetato de etilo	1 mL	Etanol	15 mL
Acetona	0.1 mL	Hexano	4 mL
Benzaldehído	0.3 mL	NaOH	0.1 g
Cromatofolios	2	Solución de HCl 1:1	1 mL

REACCIÓN

	Benzaldehído	Acetona	Dibenzalacetona
Masa molar (g/mol)			
Densidad (g/mL)			
Punto de fusión o ebullición (°C)			
Masa (g)			
Volumen (mL)			
Cantidad de sustancia (mol)			

PARTE EXPERIMENTAL

En un vaso de 50 mL disuelva 0.15 g de hidróxido de sodio en 2 mL de agua. Por separado, en otro matraz erlenmeyer, coloque 8 mL de etanol y 0.30 mL de benzaldehído. Junte ambas soluciones, adicionando la solución de sosa a la del benzaldehído. Caliente la reacción a 30°C y posteriormente, con agitación constante, adicione gota a gota, 0.1 mL de acetona. Continúe agitando la mezcla de reacción a 30°C durante 30 min más (para mantener la temperatura, adicione agua o hielo según el caso). Terminado el tiempo de reacción, enfríe sobre hielo. Filtre el precipitado, lave con agua fría hasta que las aguas de lavado tengan pH = 7. Seque y purifique el producto por recristalización de etanol. Si al recristalizar, la solución adquiere un color rojo-naranja, es debido a que el pH es ligeramente alcalino, por lo que debe agregar ácido clorhídrico (1:1) hasta pH = 7 y continuar con el proceso de purificación. Pese el producto obtenido, calcule el rendimiento, determine el punto de fusión y realice una cromatografía en capa fina.

CUESTIONARIO

- Explique ¿porqué para efectuar la reacción, se debe adicionar a la disolución del benzaldehído la de acetona?
- Explique por qué en este experimento se obtiene preferentemente un producto y no una mezcla de productos.
- Indique ¿por qué se pierde fácilmente agua (reacción de eliminación) en medio alcalino en el producto de adición?
- Diga por qué para recristalizar el producto obtenido, la solución no debe ser alcalina.
- ¿Qué característica tienen los hidrógenos unidos en posición α al grupo carbonilo?

- f) ¿Cuál sería la temperatura máxima a la que se puede hacer esta reacción? ¿Porqué?
g) Indique la toxicidad de reactivos y productos.

BIBLIOGRAFÍA

- 1) Vogel, A. I., Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry, 5a. Ed. Prentice Hall, USA, 1996.
- 2) Williamson Kenneth, Macro and Microscale Organic Experiments, 6a Ed., Cengage Learning, USA, 2010.
- 3) Pavia Donald L., Introduction to Organic Laboratory Techniques: A Microscale Approach, 4a. Ed., Cengage Learning, Brooks/Cole Laboratory Series, USA, 2006.
- 4) Carey Francis A. Química Orgánica, 9a. Ed., McGraw-Hill, México, 2014.
- 5) Bruice, Paula Yurkanis. Química Orgánica, 5a. Ed. Prentice Hall, México, 2008.
- 6) Wade, L. G., JR., Química Orgánica, 7a. Ed., Pearson- Prentice Hall, México, 2014.

PRÁCTICA

8

REACCIONES DE DERIVADOS DE ACIDOS CARBOXÍLICOS

OBTENCIÓN DE ACETATO DE ISOAMILO

OBJETIVOS

- 🔗 Preparar un éster a partir de un alcohol y un ácido carboxílico.
- 🔗 Revisar algunas técnicas de laboratorio ya conocidas como son calentamiento a reflujo, extracción y destilación simple.
- 🔗 Revisar el video de la práctica

INFORMACIÓN

La reacción de un ácido carboxílico con un alcohol en presencia de un catalizador ácido es uno de los métodos habituales para la preparación de ésteres.

Tanto la esterificación como la reacción inversa, la hidrólisis de ésteres, han sido muy estudiadas con el fin de elucidar el mecanismo de este proceso reversible.

ANTECEDENTES.

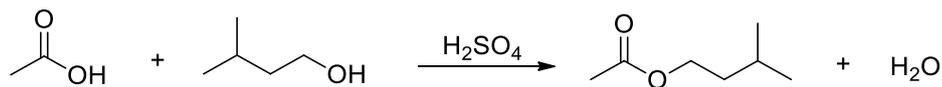
- a) Métodos de obtención de ésteres.
- b) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.

MATERIAL

Barra de agitación magnética	1	Portatermómetro	1
Bomba de recirculación	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Colector de destilación	1	Recipiente de plástico para hielo	1
Embudo de separación con tapón	1	Refrigerante con mangueras	1
Espátula	1	T" de destilación	1
Matraz bola de fondo plano de 25 mL	1	Termómetro de -10 a 400°C	1
Parrilla de agitación con calentamiento	1	Vaso de precipitados de 50 mL	2
Pinzas de tres dedos	2		

REACTIVOS

Alcohol isoamílico	4.0 mL	Sol. de NaHCO ₃ (5 %)	15 mL
Ácido acético glacial	6 mL	Sol. saturada de NaCl	1.5 mL
Ácido sulfúrico	1 mL	Na ₂ SO ₄ anhidro	1 g

REACCIÓN:

	Ácido acético	Alcohol isoamílico	Ácetato de isoamilo
Masa molar (g/mol)			
Densidad (g/mL)			
Punto de fusión o ebullición (°C)			
Masa (g)			
Volumen (mL)			
Cantidad de sustancia (mol)			

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En un matraz bola de fondo plano de 50 mL y de una boca con barra de agitación, coloque 4.0 mL de alcohol isoamílico, 6 mL de ácido acético glacial y añada, cuidadosamente y agitando, 1 mL de ácido sulfúrico conc. (*Nota 1*). Conecte el condensador en posición de reflujo.

Caliente la mezcla de reacción usando la parrilla eléctrica y con agitación, manteniendo el reflujo durante 45 minutos. Pasado este tiempo suspenda el calentamiento, retire la parrilla y enfríe la mezcla de reacción a temperatura ambiente.

Pase la mezcla de reacción a un embudo de separación. Lave el matraz de reacción con 14 mL de agua fría y pase el agua 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 una disolución de bicarbonato de sodio al 5% m (*Nota 2*). Lave la capa orgánica con 6 mL de agua mezclados con 1.5 mL de una disolución saturada de cloruro de sodio. Deseche la capa acuosa, vierta la fase orgánica en un vaso de precipitados y seque con sulfato de sodio anhidro (*Nota 3*).

Monte un aparato de destilación simple (*Nota 4*), decante la fase orgánica al matraz bola de fondo plano de 50 mL, agregue la barra de agitación y destile. El recipiente que reciba el destilado deberá estar en un baño de hielo. Colecte la fracción que destila entre 132-134°C y calcule rendimiento.

CUESTIONARIO.

- 1) Escriba un mecanismo razonable para la formación del acetato de isoamilo.
- 2) Un método para favorecer la formación del éster, es añadir un exceso de ácido acético. Sugiera otro método que permita desplazar la reacción hacia la formación del éster.
- 3) Haga un esquema de la separación del acetato de isoamilo de la mezcla de reacción.
- 4) Explique cuáles son los usos de los ésteres.
- 5) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de IR a los grupos funcionales de reactivos y productos

BIBLIOGRAFÍA.

- 1) Pavia, D., Lampman, G. M., Kriz, Jr. G. S., Introduction to Organic Laboratory Techniques: A Microscale Approach, Thomson Brooks, California, 2007.
- 2) Solomons, T. W. G., Fundamentals of Organic Chemistry, John Wiley, New York, 1997.
- 3) Lehman, J. W., Operational Organic Chemistry: A Laboratory Course, Allyn & Bacon, Boston, 1988.
- 4) Mohring, J. R., Neckers, D. C., Laboratory Experiments in Organic Chemistry, D. van Nostrand Company, Inc., New York, 1973.