

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA ORGÁNICA

COMPENDIO DE PRÁCTICAS
LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA II
CLAVE 1412

**Elaborado y revisado por Profesores del Departamento de
Química Orgánica**

Última revisión:

Q. Katia Solórzano Maldonado
Dra. Nancy Alejandra Aguilar Valdez

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

Reglamento de Higiene y Seguridad para Laboratorios de la Facultad de Química

En el siguiente hipervínculo se encuentra el Reglamento de Higiene y Seguridad, que es aplicable en todos aquellos espacios de la Facultad de Química donde se realice trabajo experimental, sea de docencia o de investigación. El alumno debe tener presente cada uno de los puntos que se mencionan en dicho Reglamento durante todas las sesiones experimentales del curso.

<https://quimica.unam.mx/proteccion-civil-facultad-quimica/reglamento-higiene-seguridad-laboratorios-la-facultad-quimica/>

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRÁCTICA 1. PURIFICACIÓN DE UNA SUSTANCIA PROBLEMA POR CRISTALIZACIÓN

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Purificar una sustancia sólida mediante una técnica de cristalización, aplicando los conocimientos adquiridos en el curso experimental de Química Orgánica I.
- Determinar la pureza relativa de la sustancia purificada por medio de su punto de fusión.

➤ PROBLEMA

El alumno determinará cuál técnica es la más eficiente para purificar la sustancia problema y determinará la pureza relativa de la misma.

➤ REACTIVOS

Hexano	30 mL	Agua destilada	30 mL
Acetato de etilo	30 mL	Carbón activado	0.5 g
Etanol técnico	30 mL	Celita	1.0 g
Metanol	30 mL	Sustancias sólidas impuras	0.4 g

➤ EQUIPO

Aparato de Fisher-Johns o Stuart	Balanza analítica
----------------------------------	-------------------

➤ MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Matraz Kitasato con manguera	1
Baño maría eléctrico	1	Parrilla c/agitación magnética	1
Barra de agitación magnética	1	Pinzas de 3 dedos con nuez	3
Embudo de vidrio	1	Pinza para tubo de ensayo	2
Embudo Büchner con alargadera	1	Probeta graduada de 25 mL	1
Espátula	1	Recipiente de peltre	1
Gradilla metálica grande	1	Tubo de ensayo	5
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 125 mL	2	Vidrio de reloj	1

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Se le proporcionarán aproximadamente 0.4 g de una sustancia problema impura. Realice pruebas de solubilidad con los disolventes indicados en el cuadro no.1.

Cuadro no. 1. **Pruebas de Solubilidad**

Disolventes	Hexano	Acetato de etilo	Metanol	Etanol técnico	Agua
Solubilidad en frío					
Solubilidad en caliente					

Con base en los resultados de las pruebas, determine la técnica de cristalización a utilizar para purificar la sustancia, así como el disolvente ideal o par de disolventes según sea el caso. Aparte una pequeña cantidad de la sustancia problema para determinar posteriormente su punto de fusión, pese el resto y lleve a cabo la cristalización.

Determine la masa de la sustancia purificada y calcule el rendimiento de la cristalización; mida al mismo tiempo el punto de fusión de la sustancia purificada y el de la sustancia impura para determinar el grado de pureza relativa.

➤ CUESTIONARIO

1. ¿Cuál es la utilidad de la técnica de cristalización en un laboratorio de Química Orgánica?
2. ¿Qué características debe cumplir el disolvente ideal para efectuar una cristalización simple?
3. ¿Qué características deben cumplir los dos disolventes para efectuar una cristalización por par de disolventes?
4. ¿Qué función realiza el carbón activado en una cristalización?
5. ¿En qué casos debe efectuarse una filtración por gravedad en caliente?
6. ¿De qué manera puede saber el grado de pureza de un sólido recristalizado?
7. Enumerar y describir brevemente, los pasos fundamentales de la técnica de cristalización simple y los de la técnica de cristalización por par de disolventes.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Mayo D., Dike R., Forbes D., *Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Syntheses*, 5 ed., USA, Wiley, 2011.

Williamson K., Masters K., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, 6 ed., USA, Brooks and Cole, 2010.

Fessenden R. J., Fessenden J. S., *Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2001.

Gilbert J. C., Martin S. F., *Experimental Organic Chemistry A Miniscale and Microscale*, 5 ed., Brooks and Cole, USA, 2010.

Vogel A. I., *Practical Organic Chemistry*, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.

Pavia D. L., Lampam G. M., Kriz G. S. Engel R., *A Small Scale Approach to Organic Laboratory Techniques*, 3 ed., Brooks and Cole, USA, 2011.

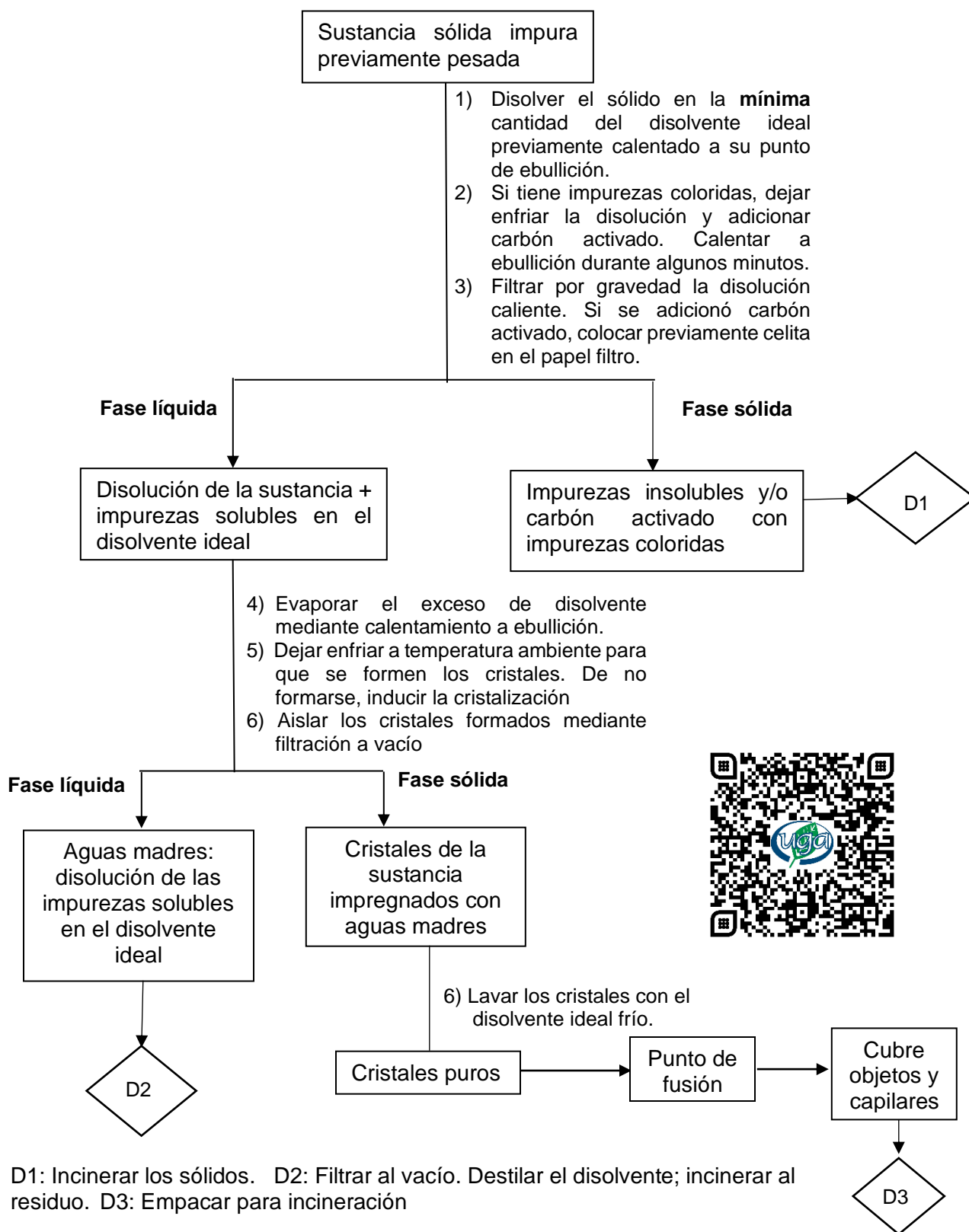
Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.

Apéndice I.- Conocimientos previos

- a) Pruebas de solubilidad con disolventes orgánicos. Aplicaciones y forma de realizarlas.
- b) Cristalización simple. Características del disolvente ideal, secuencia de la técnica de cristalización simple con y sin uso de carbón activado.
- c) Cristalización por par de disolventes. Características del par de disolventes, secuencia de la técnica de cristalización por par de disolventes con y sin uso de carbón activado.
- d) Punto de fusión como criterio de pureza de sustancias orgánicas sólidas.

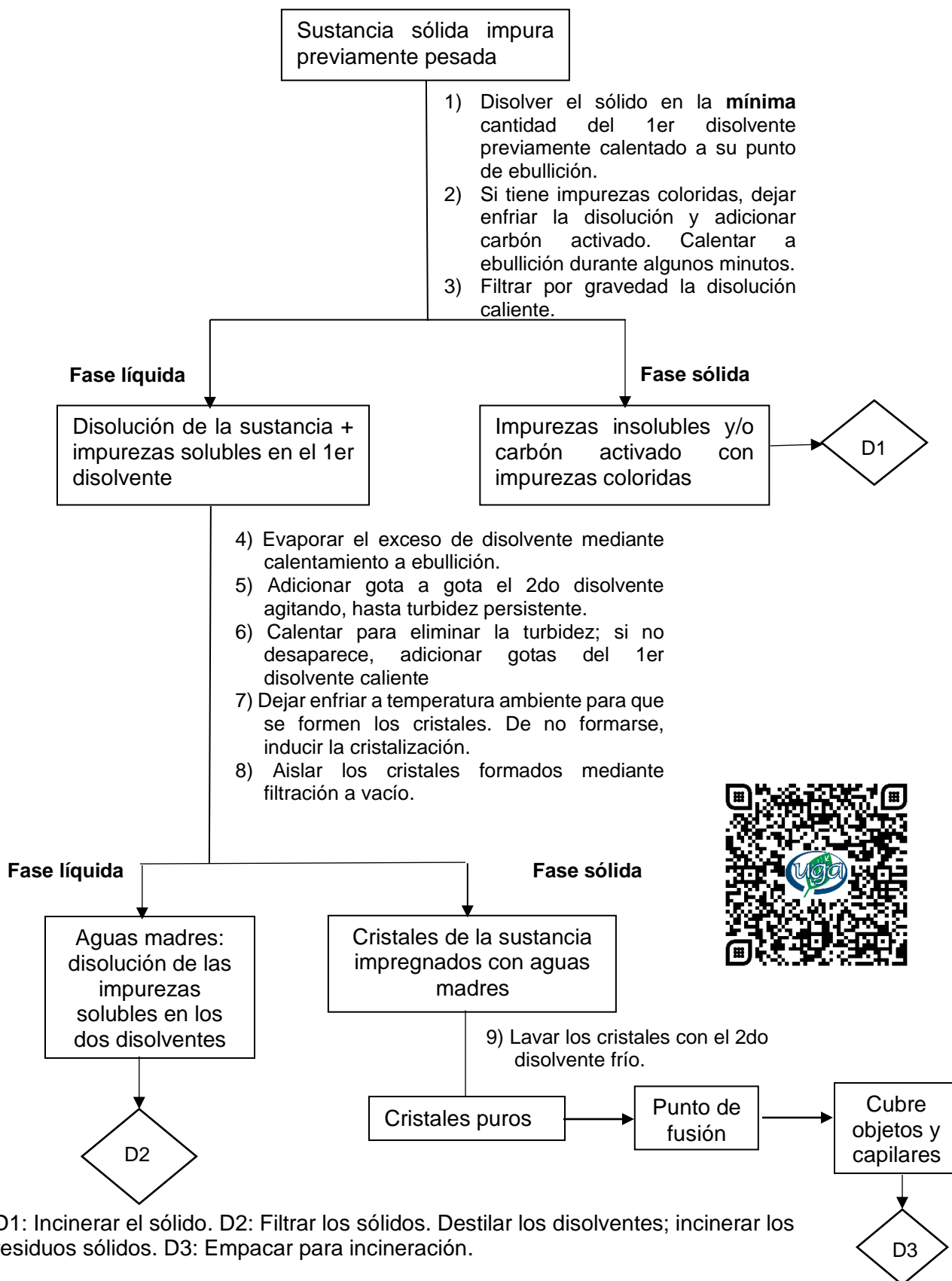
Apéndice II: Disposición de residuos

Cristalización simple con y sin carbón activado



COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

Cristalización por par de disolventes con y sin carbón activado



COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRÁCTICA 2A. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN ELECTROFÍLICA AROMÁTICA

ALQUILACIÓN DE FRIEDEL-CRAFTS. OBTENCIÓN DE *p*-*terc*-BUTILFENOL

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Ejemplificar la reacción de alquilación de Friedel-Crafts.
- Sintetizar al *p*-*terc*-butilfenol a partir de fenol y cloruro de *terc*-butilo con tricloruro de aluminio como catalizador.

➤ PROBLEMA

El alumno analizará el procedimiento experimental de una reacción de alquilación de Friedel-Crafts, y las condiciones de reacción involucradas en esta, para determinar los puntos críticos que llevan a obtener al producto deseado con la mayor eficiencia posible.

➤ REACTIVOS

Cloruro de <i>terc</i> -butilo	0.4 mL	Hidróxido de sodio (lentejas)	1.0 g
Fenol	0.25 g	Sulfato de sodio anhidro	0.5 g
Tricloruro de aluminio anhidro	0.1 g	Hexano	20 mL

➤ EQUIPO

Balanza analítica	Aparato de Fisher-Johns
-------------------	-------------------------

➤ MATERIAL

Matraz redondo fondo plano de 25 mL	1	Barra de agitación magnética	1
Vidrio de reloj	1	Matraz Kitazato con manguera	1
Pinzas de tres dedos con nuez	3	Embudo Büchner con alargadera	1
Vaso de precipitados de 50 mL	1	Trampa de humedad	1
Agitador de vidrio	1	Embudo de vidrio	1
Espátula	1	Matraz Erlenmeyer de 25 mL	2
Embudo de separación con tapón	1	Recipiente de peltre	1
Probeta graduada de 10 mL	1	Parrilla con agitación magnética	1
Recipiente de plástico	1		

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

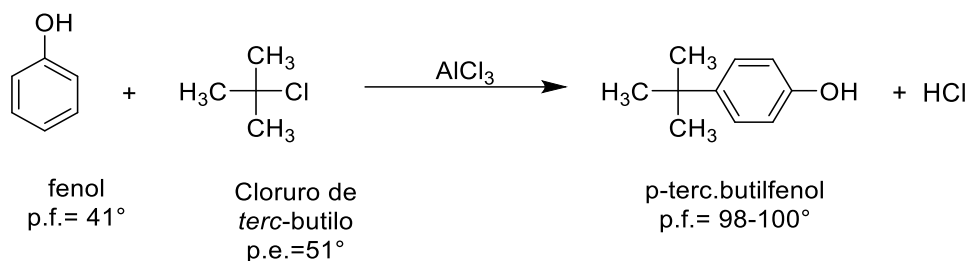


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>Fenol</i>	<i>Cloruro de tert-butilo</i>	<i>Tricloruro de aluminio</i>	<i>p-tert-Butilfenol</i>
Masa molar (g/mol)				
Punto de fusión o de ebullición (°C)				
Cantidad inicial (mL o g)				
Moles iniciales				
Reactivo limitante				
Moles que reaccionan				
Moles teóricas finales				

Procedimiento:

a) Destilación del cloruro de *tert*-butilo

Coloque aproximadamente 10 mL de cloruro de *tert*-butilo en un matraz redondo de fondo plano y adapte un sistema de destilación simple; caliente moderadamente, colecte la fracción que destile entre 40-43°C (cuerpo de la destilación) en un matraz Erlenmeyer limpio y seco sumergido en un baño de hielo; cuide de dejar un residuo de aproximadamente 1 mL en el matraz de destilación. Tape con un tapón de corcho el matraz que contiene el cuerpo del cloruro de *tert*-butilo, y manténgalo de esta forma hasta el momento en el que usará la sustancia.

b) Obtención del *p-tert*-butilfenol

Seque perfectamente un matraz redondo fondo plano y una trampa de humedad. Introduzca un pedazo pequeño de algodón en la trampa de humedad, llénela de lentejas de NaOH y coloque otro pedazo de algodón.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

En el matraz redondo coloque 0.25 g de fenol y 0.4 mL de cloruro de *terc*-butilo recién destilado, tape con la trampa de NaOH; agite manualmente hasta la disolución total del fenol. Adicione rápidamente a la disolución aproximadamente 0.1 g de tricloruro de aluminio anhidro (1 espátula) **en la campana**, tape inmediatamente, agite, se observará un burbujeo que se debe al desprendimiento de HCl, si tal burbujeo es violento, sumerja el matraz de reacción en un baño de hielo. Conforme avance la reacción se observará la solidificación de la mezcla; una vez que esta haya solidificado por completo y ya no se observe ningún burbujeo (*nota 1*), destape el matraz de reacción **en la campana**, introdúzcalo en un baño de hielo, adicione 3.0 mL de agua destilada y agite con una varilla de vidrio o espátula; se observará el producto como un sólido blanco o rosado (*nota 2*), pulverice éste con la varilla o con la espátula.

Separe el producto por filtración al vacío, lávelo con agua fría y déjelo secar durante 5 minutos aproximadamente. Transfiera el sólido a un matraz Erlenmeyer y recristalícelo de hexano. Determine el punto de fusión del producto purificado y el rendimiento de reacción.

Notas:

- 1) La solidificación completa tarda entre 15 a 25 minutos aproximadamente.
- 2) Si en lugar de un sólido se observa un líquido oleoso o una pasta, adicione de 15 a 20 mL de hexano, agite fuertemente y transfiera la mezcla a un embudo de separación; elimine la fase acuosa (fase inferior), vierta la fase orgánica a un matraz Erlenmeyer y séquela con sulfato de sodio anhidro. Decante o filtre a otro matraz Erlenmeyer y enfríe en baño de hielo para que cristalice el producto.

➤ CUESTIONARIO

1. Calcule la relación molar entre el tricloruro de aluminio y el fenol; basándose en el mecanismo de la reacción de alquilación de Friedel-Crafts, explique dicha relación.
2. Calcule la relación molar entre el cloruro de *terc*-butilo y el fenol, y explíquela.
3. ¿Por qué el material debía estar completamente seco? Explique utilizando ecuaciones de reacción.
4. Explique el origen del HCl que se desprendió durante la reacción efectuada.
5. Además del *p-terc*-butilfenol, ¿podría obtener otros productos orgánicos? ¿Por qué?
6. Si utilizara ácido benzoico en lugar de fenol ¿qué producto(s) orgánico(s) obtendría? ¿Por qué?
7. En los espectros de infrarrojo del fenol y del *p-terc*-butilfenol, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
8. En los espectros de RMN¹H del fenol y del *p-terc*-butilfenol, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

J.A. Moore y L.D. Dalrymple, *Experimental Methods in Organic Chemistry*. W. B. Saunders, 2da. edición, Estados Unidos, 1976.

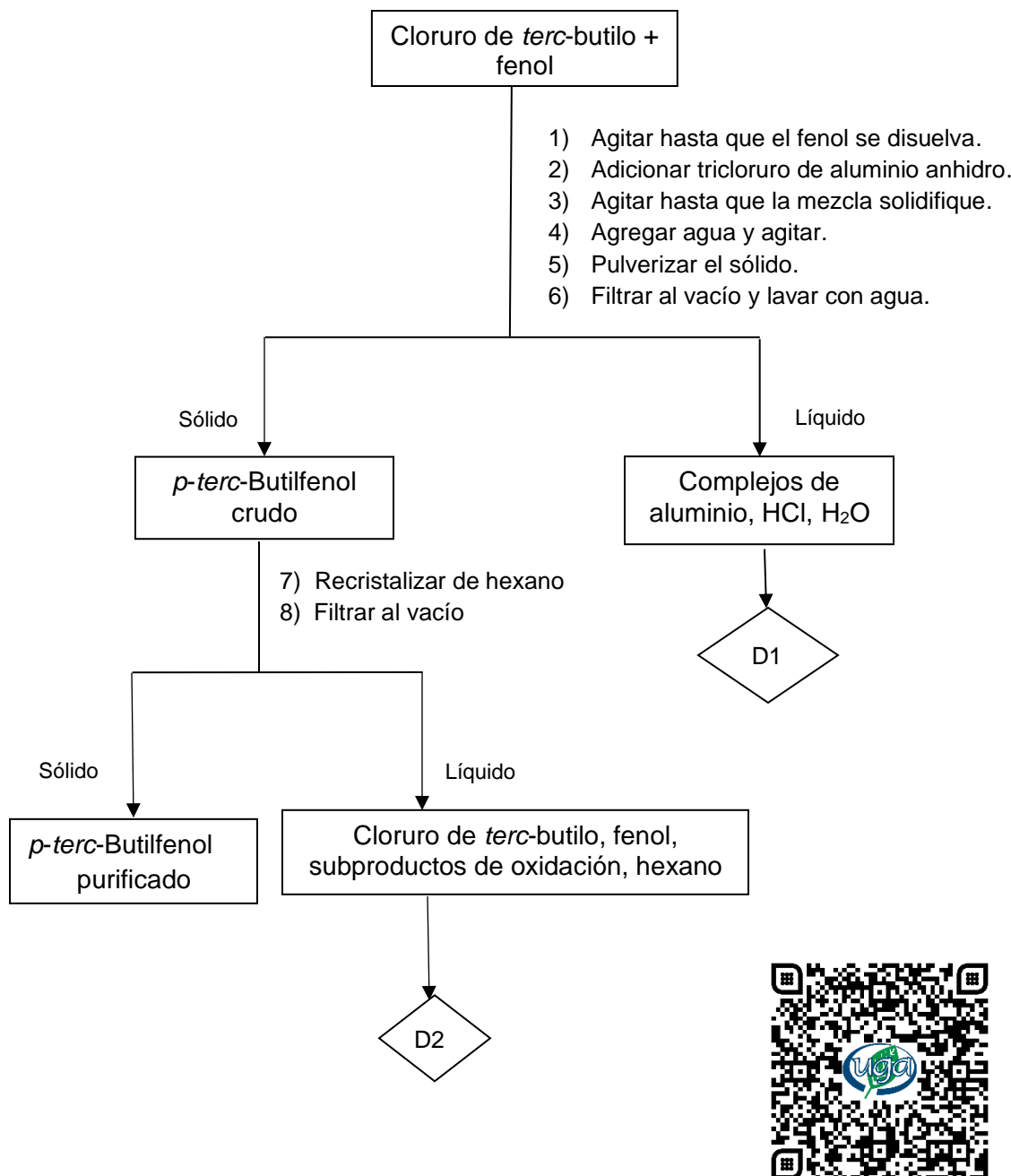
T.L. Jacobs, W.E. Trucer y G.R. Robertson, *Laboratory Practice of Organic Chemistry*, McMillan Publishing Company, 5ta. edición, Estados Unidos, 1974.

Apéndice I.- Conocimientos previos

- a) Reacción de alquilación de Friedel y Crafts, características, condiciones experimentales de reacción y aplicaciones.
- b) Limitaciones de la reacción de alquilación de Friedel y Crafts.
- c) Mecanismo de la reacción de alquilación de Friedel y Crafts con los reactantes que se utilizarán en el experimento.

Apéndice III: Disposición de residuos

OBTENCIÓN DE *p*-*terc*-BUTILFENOL



D1: Neutralizar y desechar al drenaje con abundante agua

D2: Recuperar el disolvente y el cloruro de *terc*-butilo por destilación. Incinerar el residuo.

D3: Algodón y lentejas de NaOH contaminadas. Disolver en agua, filtrar para eliminar el algodón, neutralizar el filtrado y desechar al drenaje.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRÁCTICA 2B. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN ELECTROFÍLICA AROMÁTICA

OBTENCIÓN DE AMARILLO MARTIUS

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Efectuar la sulfonación del 1-naftol para obtener un compuesto disulfonado, como un ejemplo de reacción de sustitución electrofílica aromática.
- Llevar a cabo el reemplazo de los grupos sulfónicos del compuesto disulfonado por grupos nitro, para obtener al 2,4-dinitro-1-naftol, y posteriormente hacer reaccionar a éste con hidróxido de amonio para dar lugar al colorante comercial Amarillo Martius.

➤ PROBLEMA

Analizar las características de las reacciones de sustitución electrofílica aromática involucradas en la síntesis del colorante Amarillo Martius.

➤ REACTIVOS

1-Naftol	0.25 g	Hidróxido de amonio concentrado	2.0 mL
Ácido sulfúrico concentrado	0.5 mL	Cloruro de amonio	0.5 g
Ácido nítrico concentrado	0.25 mL	Disolución al 2% de NH ₄ Cl	2.0 mL

➤ EQUIPO

Parrilla de calentamiento	Aparato Fisher-Johns o Stuart
---------------------------	-------------------------------

➤ MATERIAL

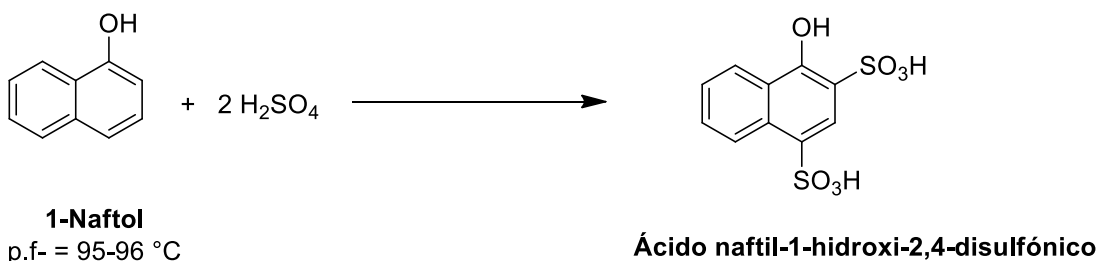
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	1	Parrilla con agitación magnética	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Recipiente de peltre	1
Probeta graduada de 10 mL	1	Baño maría eléctrico	1
Termómetro	1	Embudo de vidrio	1
Agitador de vidrio	1	Embudo Büchner con alargadera	1
Espátula	1	Matraz Kitasato con manguera	1
Barra de agitación magnética	1	Pinzas de 3 dedos con nuez	3
Vidrio de reloj	1		

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

a) Obtención del ácido naftil-1-hidróxi-2,4-disulfónico

Reacción:

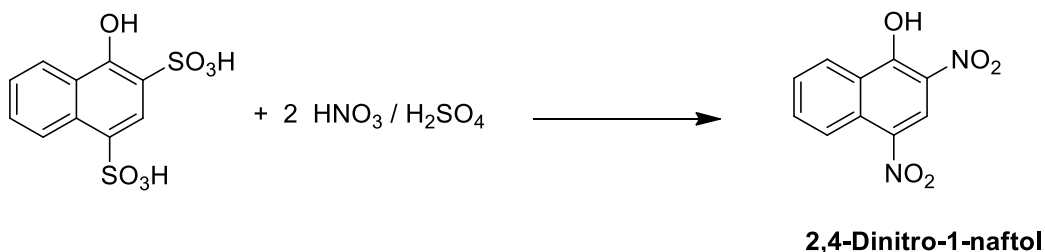


Procedimiento:

Coloque 0.25 g de 1-naftol en un matraz Erlenmeyer de 25 mL, adicione 0.5 mL de ácido sulfúrico concentrado, introduzca una barra magnética y agite la mezcla hasta obtener una disolución de color rojo. Caliente la mezcla de reacción a 90° C aproximadamente, con agitación constante durante 5 minutos, deje enfriar a temperatura ambiente. Agregue 1.5 mL de agua destilada y agite (*nota 1*).

b) Obtención del 2,4-dinitro-1-naftol

Reacción:



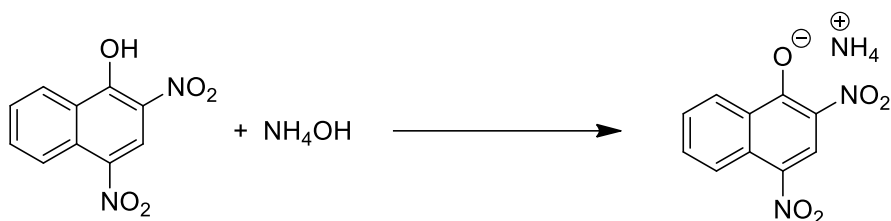
Procedimiento:

Enfríe la disolución anterior en baño de hielo a una temperatura de 0 a 5 °C. En la **campana**, adicione gota a gota y con agitación, 0.25 mL de ácido nítrico concentrado (*nota 2*), cuidando que la temperatura no sobrepase los 15 °C (reacción extremadamente exotérmica). Concluida la adición del ácido nítrico, retire la mezcla de reacción del baño de hielo; a continuación, caliente la mezcla a baño maría sin dejar de agitar hasta que alcance una temperatura de alrededor de 50 °C, y manténgala a esta temperatura durante algunos minutos. Deje enfriar la mezcla a temperatura ambiente y añada 1 mL de agua, agite con una varilla de vidrio o espátula hasta obtener una pasta homogénea (*nota 3*). Filtre al vacío y lave con agua fría el sólido obtenido.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

c) Obtención de la sal de amonio del 2,4-dinitro-1-naftol

Reacción:



Amarillo Martius
p.f. = 144-145 °C

Procedimiento:

Transfiera el sólido a un matraz Erlenmeyer de 50 mL y añada 10 mL de agua destilada tibia, agite y adicione 2.0 mL de hidróxido de amonio concentrado. Caliente la mezcla a ebullición en una parrilla con agitación magnética vigorosa durante unos minutos. Filtre la mezcla caliente por gravedad para eliminar subproductos sólidos; adicione al filtrado 0.5 g de cloruro de amonio, agite y enfríe en baño de hielo. Separe el precipitado obtenido (Amarillo Martius) por filtración al vacío, lávelo con una disolución de cloruro de amonio al 2% (aproximadamente con 2 mL). Determine el punto de fusión y el rendimiento del producto.

Notas:

- 1) La disolución contiene al compuesto disulfonado, no es necesario aislarlo para realizar la siguiente reacción.
- 2) El color de esta pasta puede ser amarillo o café amarillento.

Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	1-Naftol	Ácido sulfúrico conc.	Ácido nítrico conc.	Hidróxido de amonio conc.	Amarillo Martius
Masa molar (g/mol)					
Densidad (g/mL)					
Punto de fusión o de ebullición (°C)					
Cantidad inicial (mL o g)					
Moles iniciales					
Reactivo limitante					
Moles que reaccionan					
Moles teóricas finales					

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ CUESTIONARIO

1. ¿Por qué no se realizó la nitración directa del 1-naftol?
2. ¿Por qué es necesario calentar la mezcla de 1-naftol y ácido sulfúrico concentrado?
3. De haber utilizado óleum en lugar de ácido sulfúrico para realizar la sulfonación, ¿sería indispensable calentar la mezcla de reacción? Explique.
4. ¿Para qué adicionó el cloruro de amonio sólido a la disolución acuosa de la sal de amonio del 2,4-dinitro-1-naftol?
5. ¿Qué tipo de colorante se obtuvo y para qué se usa?
6. En los espectros de infrarrojo del 1-naftol y del 2,4-dinitro-1-naftol, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
7. En los espectros de RMN¹H del 1-naftol y del 2,4-dinitro-1-naftol, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

K.L. Williamson, *Macroescale and Microescale Organic Experiments*, D.C. Heath and Company, 2da. edición, Estados Unidos, 1994.

S.H. Pine, *Química Orgánica*, McGraw-Hill, 2da. edición, México, 1988.

L.G. Wade, *Química Orgánica*, Pearson Educación S.A., 5a edición, Madrid, 2004.

Colour Index Internacional: <http://www.colour-index.org/>

Apéndice I.- Conocimientos previos

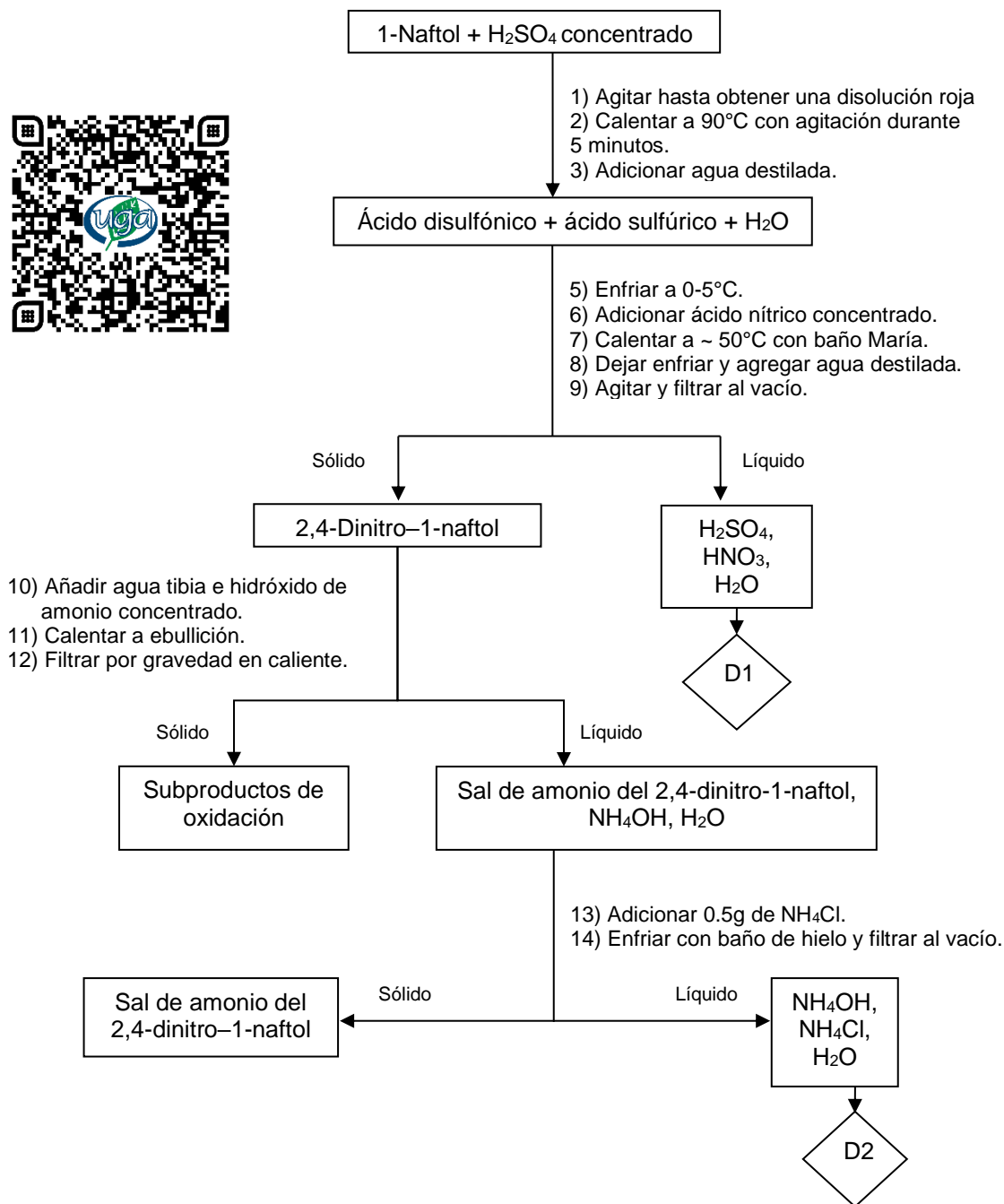
- a) Reacciones de sustitución electrofílica aromática (S_EA), características y mecanismo de reacción general.
- b) Efecto de los sustituyentes del anillo aromático en las reacciones de sustitución electrofílica aromática (reactividad y orientación). Listado de sustituyentes activantes y desactivantes.
- c) Mecanismo de reacción de la obtención del ácido naftil-1-hidroxi-2,4-disulfónico.

Apéndice II. Preparación de reactivos

Solución de NH₄Cl al 2%: Colocar 2g de cloruro de amonio en un matraz aforado de 100 mL, introducir una barra magnética, aforar con agua destilada y agitar magnéticamente hasta la completa disolución del cloruro de amonio.

Apéndice III: Disposición de residuos

OBTENCIÓN DE AMARILLO MARTIUS



D1 y D2 se mezclan para neutralizarse entre sí. Determinar el pH antes de desechar.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRÁCTICA 3. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA UNIMOLECULAR

SÍNTESIS DE HALUROS DE ALQUILO. OBTENCIÓN DEL CLORURO DE *terc*-BUTILO

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Realizar la reacción de un alcohol con un haluro de hidrógeno para obtener un haluro de alquilo.
- Llevar a cabo pruebas cualitativas al producto obtenido, para verificar la identidad de este y la posible intervención de una reacción de competencia.

➤ PROBLEMA

Comprender, mediante el análisis de la técnica y el análisis de resultados, los factores estructurales y experimentales que influyen en las reacciones S_N1 .

➤ REACTIVOS

Alcohol <i>terc</i> -butílico	2.5 mL	Disolución acuosa de nitrato de plata al 5%	0.5 mL
HCl concentrado	8.0 mL	Disolución de bromo en CH_2Cl_2	0.3 mL
Cloruro de calcio anhidro	1.0 g	Sulfato de sodio anhidro	1.0 g
Disolución de bicarbonato de sodio al 10%	5.0 mL	Etanol técnico	1.0 mL

➤ EQUIPO

Balanza analítica	
-------------------	--

➤ MATERIAL

Embudo de separación con tapón	1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1
Barra de agitación magnética	1	Tubo de ensayo de 12 x 75 mm	2
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	1	Recipiente de plástico	1
Probeta graduada de 10 mL	1	Vidrio de reloj	1
Embudo de vidrio	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Espátula	1	Parrilla con agitación magnética	1
Pinzas de tres dedos con nuez	3		

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

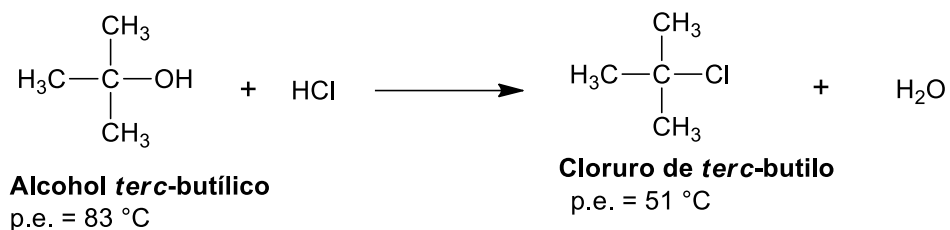


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>Alcohol terc-butílico</i>	<i>Ácido clorhídrico concentrado</i>	<i>Cloruro de terc-butilo</i>
Masa molar (g/mol)			
Densidad (g/mL)			
Punto de fusión o de ebullición (°C)			
Cantidad inicial (mL o g)			
Moles iniciales			
Reactivo limitante			
Moles que reaccionan			
Moles teóricas finales			

Procedimiento:

Coloque en un matraz Erlenmeyer de 50 mL, 2.5 mL de alcohol *terc*-butílico, 8 mL de HCl concentrado y 1.0 g de cloruro de calcio; tape el matraz con un tapón de corcho y mezcle con agitación magnética vigorosa durante 20 minutos. Transfiera la mezcla a un embudo de separación y déjela reposar hasta la completa separación de las fases; elimine la fase inferior (fase acuosa). Lave dos veces la fase orgánica utilizando 2.5 mL de bicarbonato de sodio al 10% en cada lavado; transfírela a un matraz Erlenmeyer y séquela con sulfato de sodio anhidro. Vierta el producto a una probeta graduada limpia y seca para medir su volumen y determinar el rendimiento. Realice las pruebas cualitativas de identificación.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

Pruebas de identificación

- 1. Identificación de halógenos:** En un tubo de ensayo, coloque 5 gotas del producto obtenido, adicione 0.5 mL de etanol y agite, agregue 5 gotas de disolución de AgNO_3 al 5% y agite. Observe e interprete el resultado de la prueba.
- 2. Identificación de insaturaciones:** En un tubo de ensayo, coloque 5 gotas del producto obtenido, adicione tres gotas de una disolución de Br_2 en CH_2Cl_2 y agite. Observe e interprete el resultado de la prueba.

➤ CUESTIONARIO

- 1.- Desarrolle el mecanismo de la reacción entre el alcohol *terc*-butílico y el HCl.
- 2.- ¿Por qué la reacción entre el alcohol *terc*-butílico y el HCl para obtener cloruro de *terc*-butilo se lleva a cabo eficientemente a temperatura ambiente?
- 3.- ¿Qué podría ocurrir si se calentara la mezcla de reacción?
- 5.- Si el producto esperado es un haluro de alquilo ¿Cuál es el propósito de realizar una prueba de identificación de alquenos (prueba de insaturaciones)?
- 6.- En los espectros de infrarrojo del alcohol *terc*-butílico y del cloruro de *terc*-butilo, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 7.- En los espectros de RMN^1H del alcohol *terc*-butílico y del cloruro de *terc*-butilo, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

K.J. Laidler, *Cinética de Reacciones*, Vol. 1, Alhambra, 2da. edición, España, 1972.

R.T. Morrison y R.N. Boyd, *Organic Chemistry*, Prentice Hall, 6ta. edición, Estados Unidos, 1992.

L.G. Wade, *Química Orgánica*, 9a edición, Pearson, México, 2017.

J. E. McMurry, *Química Orgánica*, 9a edición, Cengage Learning, México, 2018.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

Apéndice I.- Conocimientos previos

- a) Reacciones de alcoholes con haluros de hidrógeno (ácido clorhídrico y ácido bromhídrico) para obtener haluros de alquilo. Ecuaciones generales de reacción, características y condiciones experimentales de reacción.
- b) Reacciones de sustitución nucleofílica unimolecular (S_N1), características, mecanismo, cinética (ecuación de velocidad y orden total de reacción), reactividad relativa de los sustratos, estereoquímica, efecto del disolvente.
- c) Tabla de nucleófilos en la que se les clasifique como fuertes, moderados y débiles.

Apéndice II. Preparación de reactivos

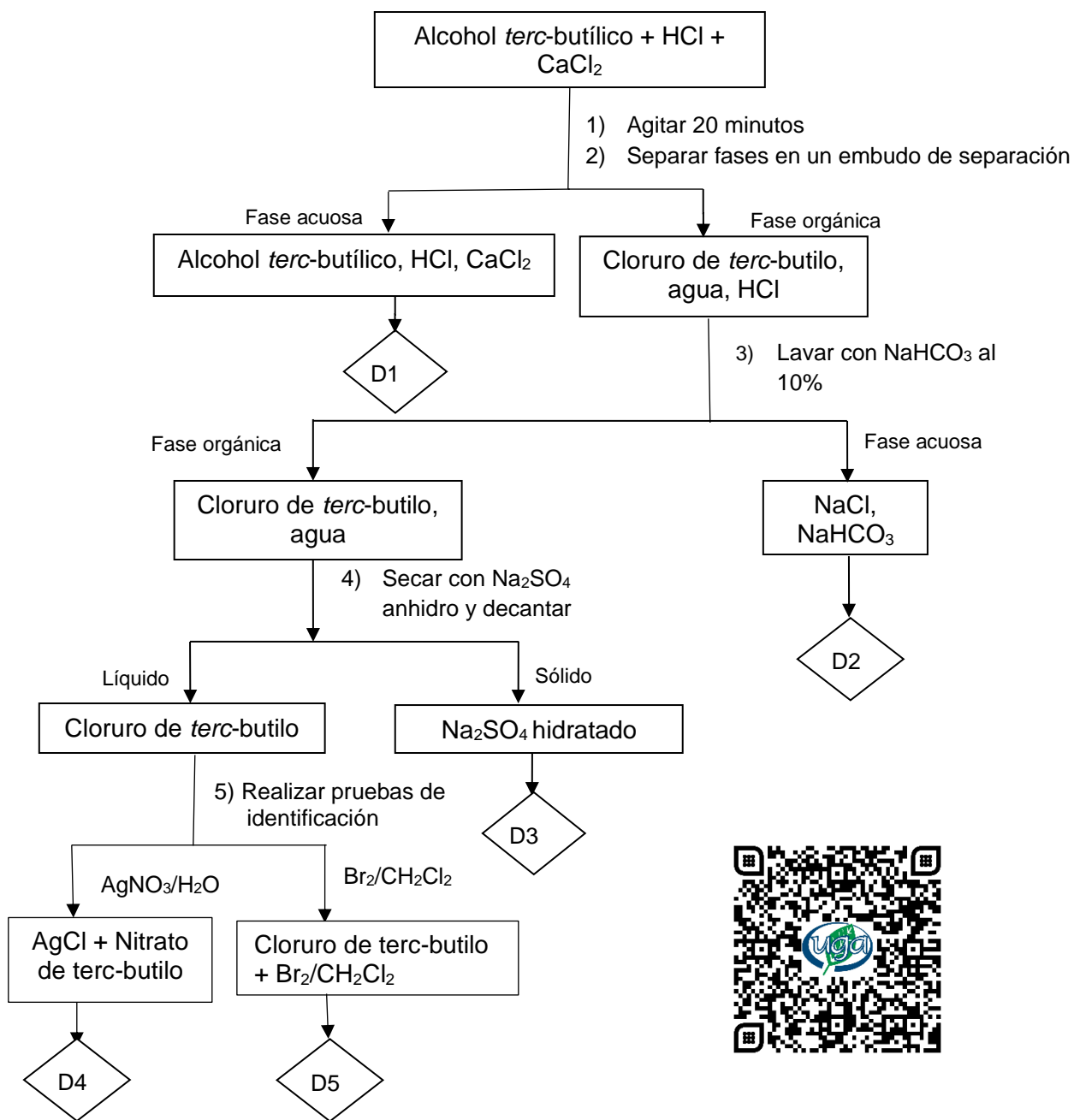
Disolución de bicarbonato de sodio al 10%. Colocar 100 g de bicarbonato de sodio en un matraz aforado de 1.0 litro, aforar con agua destilada y agitar hasta la completa disolución del bicarbonato de sodio.

Disolución de bromo en diclorometano. Disolver 3.0 mL de bromo en 50 mL de diclorometano frío.

Disolución de nitrato de plata al 5%. Colocar 5 g de nitrato de plata en matraz aforado de 100 mL, disolver con 20 mL de agua destilada y finalmente aforar a 100 mL.

Apéndice III: Disposición de residuos

OBTENCIÓN DE CLORURO DE *terc*-BUTILO



D1: Neutralizar, destilar el alcohol *terc*-butílico y desechar el residuo por el drenaje

D2: Neutralizar y desechar por el drenaje.

D3: Secar.

D4, D5: Filtrar, neutralizar el filtrado, confinar el precipitado.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRÁCTICA 4. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA BIMOLECULAR

SÍNTESIS DE WILLIAMSON. OBTENCIÓN DE ÁCIDO FENOXIACÉTICO

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Preparar un éter mediante una reacción de sustitución nucleofílica bimolecular (Síntesis de Williamson).
- Distinguir las propiedades ácido-base de fenoles y ácidos carboxílicos.

➤ PROBLEMA

Analizar las condiciones necesarias para obtener un éter mediante la Síntesis de Williamson y aplicar las propiedades ácido-base de fenoles y ácidos carboxílicos para aislar al producto obtenido.

➤ REACTIVOS

Fenol	0.5 g	HCl concentrado	3 mL
Ácido monocloroacético	0.5 g	Acetato de etilo	10 mL
Disolución de hidróxido de sodio al 33 % m/v	1.5 mL	Disolución de carbonato de sodio al 15%	8 mL

➤ EQUIPO

Balanza analítica	Aparato de Fisher-Johns
-------------------	-------------------------

➤ MATERIAL

Recipiente de peltre	1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL	3
Matraz redondo fondo plano de 25 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Agitador de vidrio	1	Embudo Büchner con alargadera	1
Probeta graduada de 10 mL	1	Matraz Kitasato con manguera	1
Pinzas de 3 dedos c/nuez	3	Embudo de separación con tapón	1
Vidrio de reloj	1	Espátula	1
Embudo de vidrio	1	Refrigerante con mangueras	1
Barra de agitación magnética	1	Bomba de agua sumergible	1
Parrilla con agitación	1		

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

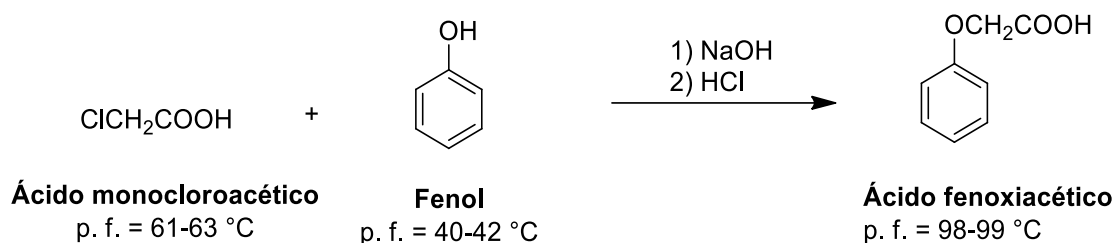


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	Ácido monocloroacético	Fenol	Hidróxido de sodio (33% m/v)	Ácido fenoxiacético
Masa molar (g/mol)				
Punto de fusión o de ebullición (°C)				
Cantidad inicial (mL o g)				
Moles iniciales				
Reactivo limitante				
Moles que reaccionan				
Moles teóricas finales				

Procedimiento:

En un matraz redondo de fondo plano, coloque 0.5 g de fenol (*nota 1*) y adicione 1.5 mL de disolución de NaOH al 33% m/v; introduzca una barra magnética, tape el matraz con un tapón de vidrio (*nota 2*) y agite vigorosamente con agitación magnética durante 30 segundos. Remueva el tapón de vidrio, agregue 0.5 g de ácido monocloroacético, adapte un refrigerante en posición de reflujo (*nota 3*), y caliente a reflujo con agitación magnética durante 15 minutos (*nota 4*). Deje enfriar la mezcla de reacción, adicione 5 mL de agua destilada y agite; acidule con HCl concentrado hasta pH = 1 (*nota 5*). Vierta la mezcla en un embudo de separación y lleve a cabo el aislamiento del producto mediante el siguiente proceso:

- Realice una extracción múltiple con acetato de etilo, usando dos porciones de 5 mL cada una; junte los extractos orgánicos en el embudo de separación.
- Lave la fase orgánica con 5 mL de agua destilada.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

- c. Realice una extracción ácido-base de la fracción orgánica con una disolución de Na_2CO_3 al 15%, utilizando dos porciones de 4.0 mL cada una; colecte los extractos acuosos en un matraz Erlenmeyer limpio.
- d. Enfríe la disolución acuosa con un baño de hielo, acidúlela con HCl concentrado hasta un pH de 1 (*nota 4*); manténgala en el baño de hielo durante unos minutos para promover la precipitación completa del producto. Separe el sólido por filtración al vacío, lávelo con agua destilada y déjelo secar.

Determine el punto de fusión y el rendimiento del producto seco.

Notas:

- 1) PRECAUCIÓN, el fenol es muy irritante.
- 2) Unte un poco de grasa en la parte esmerilada del tapón de vidrio.
- 3) No olvide untar un poco de grasa en la parte esmerilada del refrigerante.
- 4) Si durante el calentamiento la mezcla de reacción se hace pastosa, adicione de 1 a 2 mL de agua destilada.
- 5) La adición del HCl debe ser gota a gota y realizarse en la campana.

CUESTIONARIO

1. En la reacción de sustitución nucleofílica bimolecular realizada, ¿cuál es la especie que actúa como nucleófilo? ¿Cómo se formó? Escriba la ecuación de la reacción de obtención del nucleófilo.
2. Desarrolle el cálculo para determinar la cantidad mínima teórica de hidróxido de sodio al 33% m/v, que se requiere para que la reacción de obtención de ácido fenoxiacético se lleve a cabo cuantitativamente.
3. ¿Qué sucede si se utiliza una cantidad de hidróxido de sodio menor que la cantidad anteriormente calculada?
4. Si se utiliza una cantidad de hidróxido de sodio considerablemente mayor que la cantidad anteriormente calculada, se promueve una reacción indeseada cuyo producto es la sal del ácido hidroxiacético; explique en que consiste esta reacción y escriba la ecuación correspondiente.
5. Realice un diagrama de flujo del proceso de aislamiento del ácido fenoxiacético a partir de la mezcla de reacción.
6. En los espectros de infrarrojo del ácido monocloroacético y del ácido fenoxiacético, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
7. En los espectros de RMN¹H del ácido monocloroacético y del ácido fenoxiacético, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

L.G. Wade, *Química Orgánica*, 9a edición, Pearson, México, 2017.

J. E. McMurry, *Química Orgánica*, 9a edición, Cengage Learning, México, 2018.

Apéndice I.- Conocimientos previos

- Reacción de sustitución nucleofílica bimolecular (S_N2), características, mecanismo, cinética, reactividad relativa de los sustratos y estereoquímica.
- Métodos de obtención de éteres.
- Síntesis de Williamson, características y condiciones experimentales de la reacción.
- Acidez relativa de alcoholes, fenoles y ácidos carboxílicos.

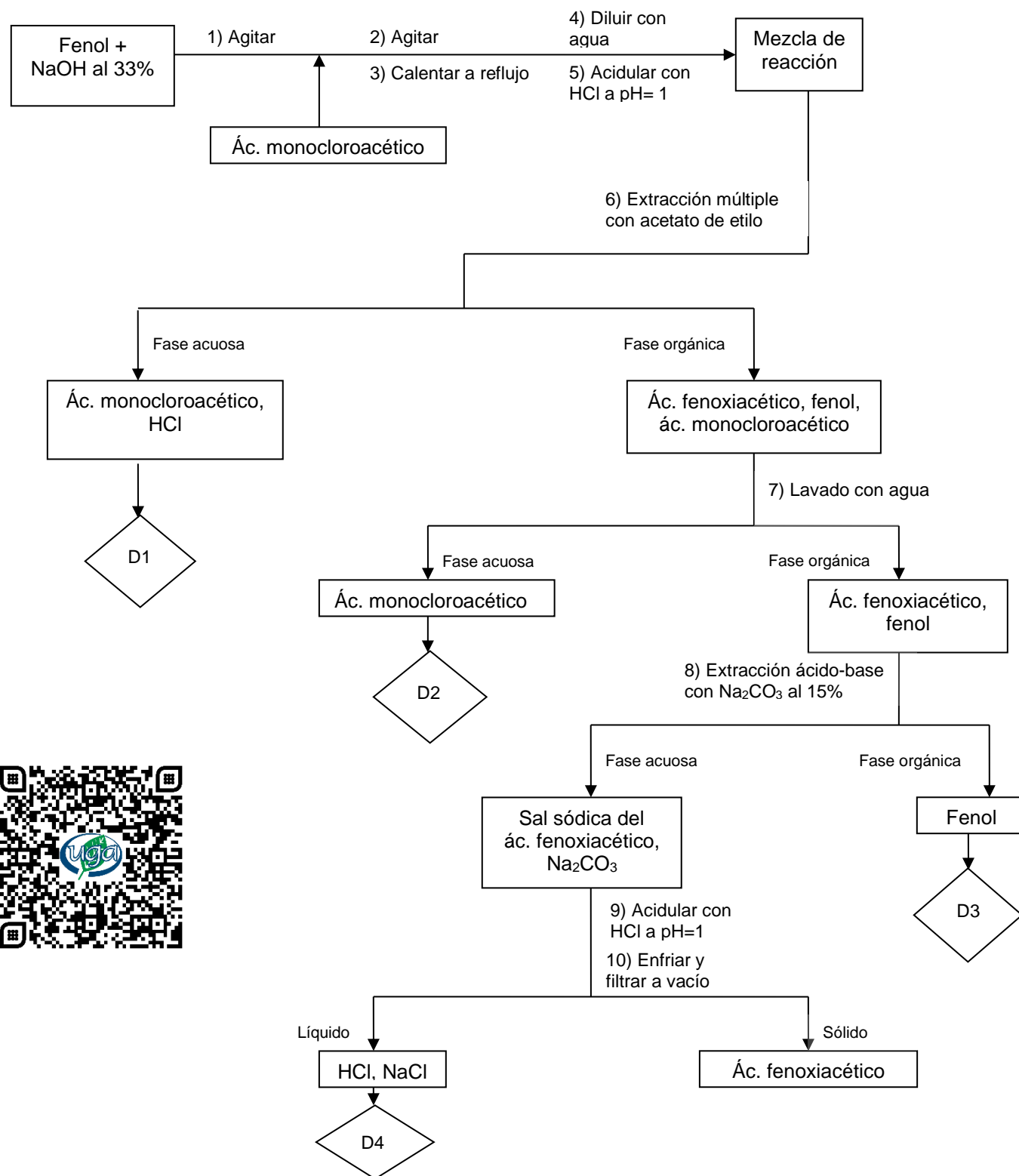
Apéndice II. Preparación de reactivos

Disolución de hidróxido de sodio al 33 % m/v. En un matraz aforado de 1 litro, colocar 750 mL de agua destilada y una barra magnética, adicionar en porciones y con agitación magnética moderada, 330 g de hidróxido de sodio en lentejas (PRECAUCIÓN, la disolución es exotérmica). Aforar con agua destilada y agitar hasta la completa disolución del hidróxido de sodio.

Disolución de carbonato de sodio al 15%. Colocar 150 g de carbonato de sodio y una barra magnética en un matraz aforado de 1 litro, aforar con agua destilada y agitar hasta la completa disolución del carbonato de sodio.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

Apéndice III: Disposición de residuos



D1, D2, D4: Neutralizar y desechar por el drenaje con abundante agua. D3: Separar los sólidos por filtración, recuperar el disolvente por destilación. El residuo de la destilación se envía a incineración.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRÁCTICA 5. REACCIONES DE ELIMINACIÓN UNIMOLECULAR

REACCIONES DE DESHIDRATACIÓN CATALÍTICA DE ALCOHOLES. OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Sintetizar un alqueno mediante la deshidratación catalítica de un alcohol, a través de dos métodos.
- Identificar al producto obtenido mediante pruebas de identificación de dobles enlaces carbono-carbono.

➤ PROBLEMA

Determinar el método más eficiente para obtener un alqueno, a partir de la reacción reversible de deshidratación de alcoholes.

➤ REACTIVOS

Ciclohexanol	3.0 mL	Disolución de bromo en diclorometano	0.2 mL
Ácido sulfúrico concentrado	0.25 mL	Disolución de KMnO_4 al 0.2 %	0.5 mL
Sulfato de sodio anhidro	1.0 g	Bicarbonato de sodio sólido	1.0 g
Disolución de NaHCO_3 al 10%	5 mL		

➤ EQUIPO

Balanza analítica

➤ MATERIAL

Matraz redondo fondo plano de 25 mL	1	Matraz Erlenmeyer de 10 mL	1
Matraz redondo fondo redondo de 25 mL	1	Probeta graduada de 10 mL	1
"T" de destilación	1	Recipiente de plástico	1
Refrigerante con mangueras	1	Parrilla con agitación magnética	1
Embudo de separación con tapón	1	Colector con oliva	1
Embudo de vidrio	1	Termómetro	1
Vaso de precipitados de 50 mL	1	Portatermómetro	1
Espátula	1	Agitador de vidrio	1
Bomba de agua sumergible	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Barra de agitación magnética	1	Tubo de ensayo de 12 x 75 mm	2
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	1	Recipiente de peltre	1

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Obtenga ciclohexeno a partir de ciclohexanol mediante uno de los dos métodos. Realice dos pruebas de insaturación para verificar la obtención del producto.

Reacción:

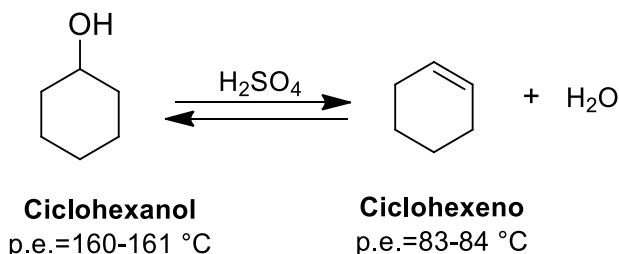


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>Ciclohexanol</i>	<i>Ácido sulfúrico Concentrado</i>	<i>Ciclohexeno</i>
Masa molar (g/mol)			
Densidad (g/mL)			
Punto de fusión o de ebullición (°C)			
Cantidad inicial (mL o g)			
Moles iniciales			
Reactivo limitante			
Moles que reaccionan			
Moles teóricas finales			

Procedimiento:

Método A. Por destilación.

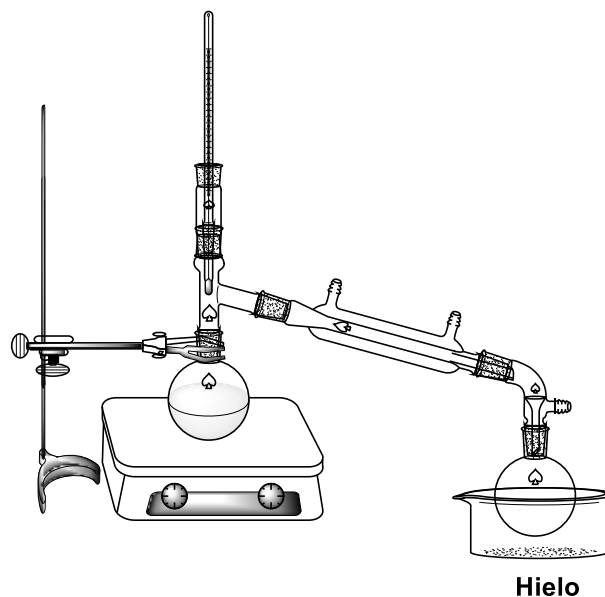
Coloque en un matraz redondo de fondo plano, 3 mL de ciclohexanol, adicione gota a gota y agitando 0.25 mL de ácido sulfúrico concentrado, introduzca una barra de agitación magnética y monte un equipo de destilación simple como el que se muestra en el esquema 1.

Caliente moderadamente la mezcla de reacción con agitación magnética. Colecte todo lo que destile antes de los 90°C; suspenda el calentamiento al alcanzar esta temperatura o cuando sólo quede una pequeña cantidad de residuo en el matraz. Deje enfriar por completo el equipo de destilación antes de desmontar; retire primero el matraz redondo con el destilado.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

Vierta el destilado a un embudo de separación; lávelo 2 veces con una disolución de bicarbonato de sodio al 10%, empleando 2.5 mL en cada lavado. Coloque la fase orgánica en un matraz Erlenmeyer y séquela con sulfato de sodio anhidro.

Decante el ciclohexeno a una probeta limpia y seca, mida el volumen y calcule el rendimiento de la reacción. Realice las pruebas de insaturación.



Esquema 1

Método B. Por reflujo directo.

En un matraz redondo de fondo plano, coloque 3.0 mL de ciclohexanol, agregue gota a gota y agitando 0.25 mL de ácido sulfúrico concentrado, introduzca un magneto, coloque el matraz sobre una parrilla y adapte un sistema de reflujo. Caliente la mezcla de reacción a reflujo con agitación magnética, durante 30 minutos.

Deje enfriar por completo la mezcla de reacción, vacíela cuidadosamente a un vaso de precipitados que contenga una suspensión de 1.0 g de bicarbonato de sodio en 5.0 mL de agua destilada, agite suavemente. Transfiera la mezcla a un embudo de separación y elimine la fase acuosa. Lave la fase orgánica con disolución de bicarbonato de sodio al 10%, empleando dos porciones de 2.5 mL cada una. Transfiera la fase orgánica a un matraz Erlenmeyer y séquela con sulfato de sodio anhidro.

Decante el producto a una probeta limpia y seca, mida el volumen y calcule el rendimiento de la reacción. Realice las pruebas de insaturación.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

Pruebas de insaturación

1) Reacción con disolución de Br_2 en CH_2Cl_2

En un tubo de ensayo coloque 0.2 mL de disolución de bromo en diclorometano, agregue aproximadamente 0.2 mL de producto y agite. Observe y registre los resultados. Escriba la reacción que se lleva a cabo.

2) Reacción con disolución de $KMnO_4$ en H_2O

En un tubo de ensayo coloque 0.5 mL de disolución acuosa de permanganato de potasio, adicione aproximadamente 0.2 mL de producto y agite. Observe y registre los resultados. Escriba la reacción que se lleva a cabo.

Con los resultados obtenidos, complete el siguiente cuadro.

Tabla 2. Resultados de la Síntesis de Ciclohexeno

Método	Apariencia del producto	Volumen obtenido (mL)	Rendimiento obtenido (%)
A			
B			

➤ CUESTIONARIO

- 1) ¿Qué es una reacción reversible? ¿Cómo se puede desplazar hacia los productos?
- 2) ¿Por qué entre más sustituido sea un alcohol, se efectúa más fácilmente la reacción de deshidratación catalítica?
- 3) Si a partir de la reacción de deshidratación de un alcohol es posible obtener dos o más alquenos ¿Cuál se formará en mayor proporción? ¿Por qué?
- 4) Desarrolle el mecanismo de reacción de la obtención de ciclohexeno a partir de ciclohexanol utilizando ácido sulfúrico como catalizador.
- 5) Escriba las ecuaciones de reacción completas de las dos pruebas de insaturación efectuadas, con los nombres de reactantes y productos. Indique la apariencia de los productos obtenidos en ambas pruebas.
- 6) ¿Con cuál de los dos métodos realizados se alcanzó un mayor rendimiento de ciclohexeno? ¿Con que método se obtuvo un producto de mejor calidad? Explique la razón de tales resultados.
- 7) En los espectros de infrarrojo del ciclohexanol y del ciclohexeno, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 8) En los espectros de RMN^1H del ciclohexanol y del ciclohexeno, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

R.Q. Brewster, C.A Vander Werf y W.E. Mc. Ewen, *Curso Práctico de Química Orgánica*, 2a. edición, Alhambra, Madrid, 1979.

A.I.Vogel, *A textbook of Practical Organic Chemistry*, 5a. edición, Longmans Scientific and Technical, New York, 1989.

D.L.Pavia, G.M. Lampman y G.S.Kriz, *Introduction to Organic Laboratory Techniques*, W.B. Saunders Co., Philadelphia, 1976.

J.W. Lehman, *Operational Organic Chemistry*, 3er. ed., Prentice Hall, New Jersey, 1999.

J.R. Mohring, C.N. Hammond, T.C. Morrily D.C. Neckers, *Experimental Organic Chemistry*, W.H. Freeman and Company, New York, 1997.

F.A. Carey, *Química Orgánica*, 6a. edición, Mc Graw Hill, Madrid, 2014.

Apéndice I. Conocimientos Previos

- a) Reacción de deshidratación catalítica de alcoholes secundarios y terciarios para obtener alquenos, características, condiciones experimentales de reacción, mecanismo, reactividad relativa respecto al alcohol.
- b) Condiciones experimentales necesarias para desplazar la reacción reversible de deshidratación de alcoholes hacia la formación del alqueno.
- c) Reacciones utilizadas para la identificación de dobles enlaces carbono-carbono (pruebas de insaturación), ecuaciones de reacción completas y cambios físicos observados cuando las pruebas son positivas.

Apéndice II. Preparación de Reactivos

Disolución de bromo en diclorometano. Disolver 3.0 mL de bromo en 50 mL de diclorometano frío.

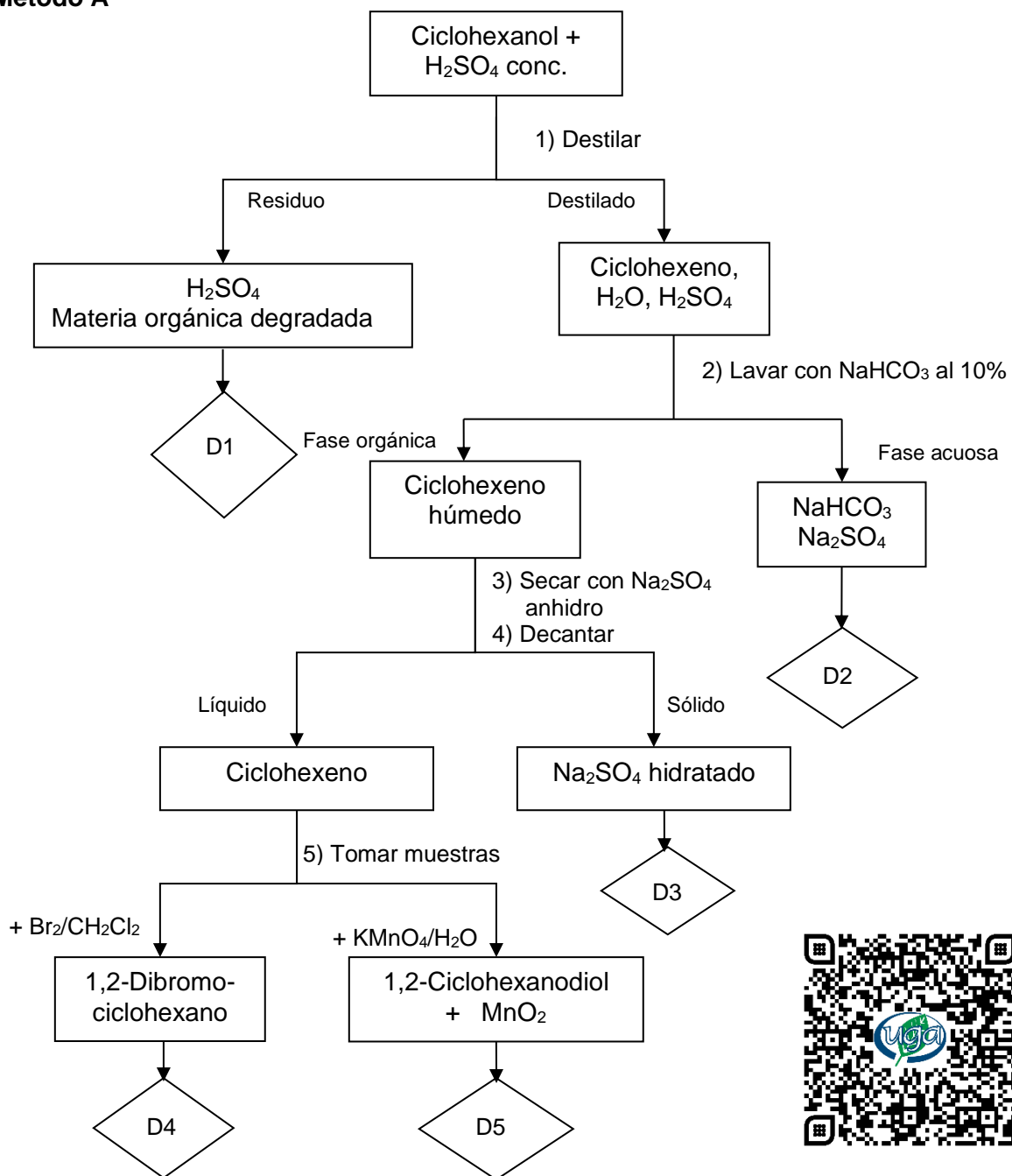
Disolución acuosa de permanganato de potasio al 0.2%. Colocar 2.0 g de permanganato de potasio y una barra magnética en un matraz aforado de 1.0 litro, aforar con agua destilada y agitar magnéticamente hasta la completa disolución del permanganato de potasio.

Disolución de bicarbonato de sodio al 10 %. Colocar 100 g de bicarbonato de sodio en un matraz aforado de 1.0 litro y una barra magnética, aforar con agua destilada y agitar magnéticamente hasta disolución total.

Apéndice III. Disposición de Residuos

OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO

Método A



D1: Separar fases, mandar a incineración la fase orgánica, utilizar la fase acuosa para neutralizar D2.

D2: Neutralizar con fase acuosa de D1, medir pH antes de desechar por el drenaje.

D3: Secar.

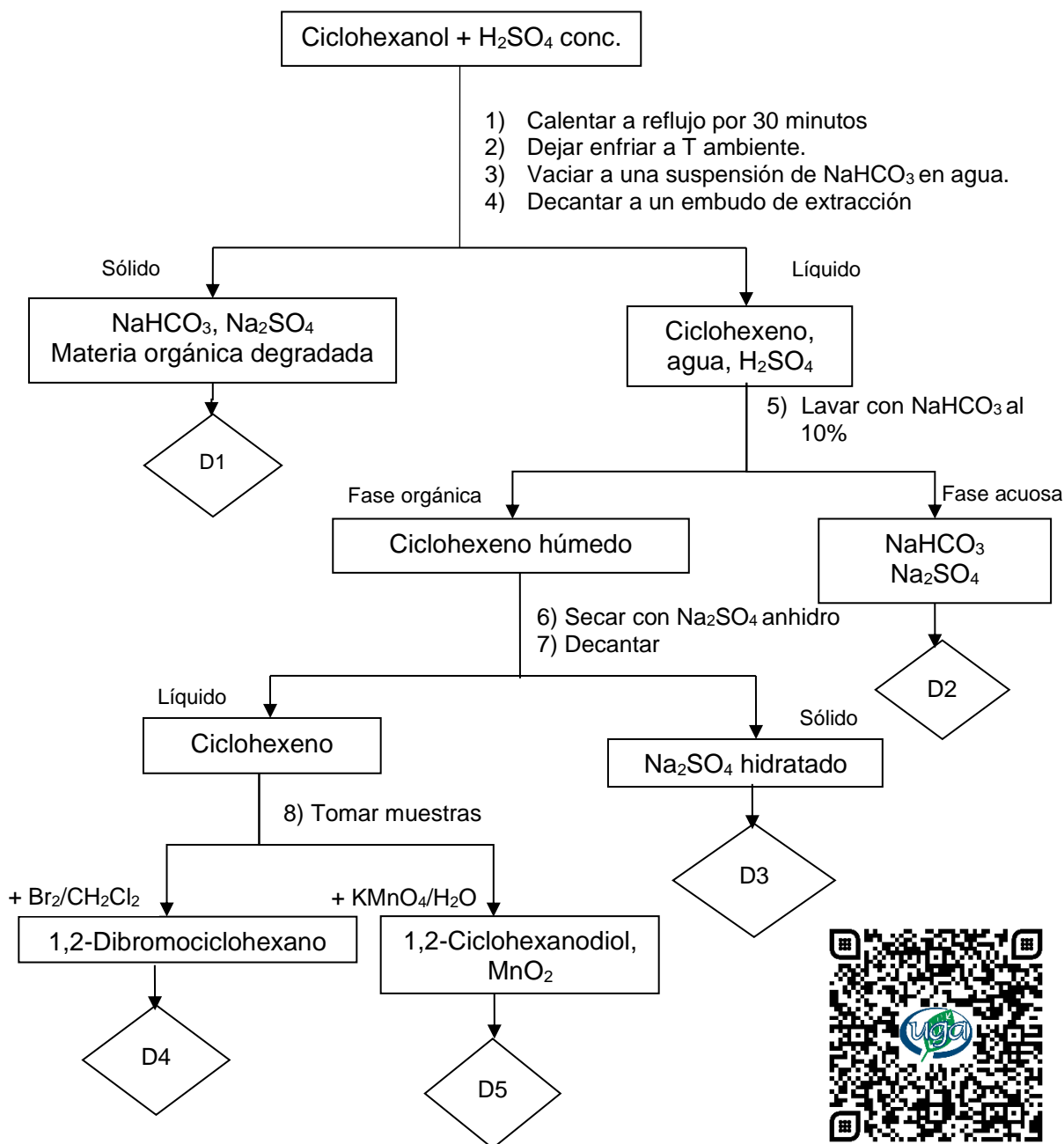
D4: Destilar el disolvente, mandar a incineración el residuo.

D5: Filtrar, confinar el sólido (MnO₂), neutralizar el filtrado y desechar por el drenaje.



OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO

Método B



- D1: Filtrar, mandar a incineración el sólido. Neutralizar el filtrado y desechar por el drenaje.
 D2: Neutralizar y desechar por el drenaje.
 D3: Secar.
 D4: Destilar para recuperar el disolvente, mandar a incineración el residuo.
 D5: Filtrar, confinar el MnO_2 , neutralizar el filtrado y desecharlo por el drenaje.



COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRÁCTICA 6. REACCIONES DE OXIDACIÓN DE ALCOHOLES

OBTENCIÓN DE *n*-BUTIRALDEHÍDO

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Ejemplificar la síntesis de aldehídos alifáticos mediante la oxidación de alcoholes primarios usando un oxidante fuerte.
- Realizar una prueba de identificación cualitativa al aldehído obtenido.

➤ PROBLEMA

Determinar las condiciones de reacción necesarias para obtener un aldehído a partir de un alcohol primario, utilizando un agente oxidante fuerte, y verificar la obtención del aldehído mediante una prueba de identificación cualitativa.

➤ REACTIVOS

<i>n</i> -Butanol	1.0 mL	Ácido sulfúrico concentrado	1.2 mL
Agua destilada	10 mL	Disolución etanólica ácida de 2,4-dinitrofenilhidrazina	0.5 mL
Dicromato de potasio	1.1 g		

➤ EQUIPO

Balanza analítica

➤ MATERIAL

Matraz redondo fondo plano de 25 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz redondo fondo redondo de 25 mL	1	Recipiente de peltre	1
"T" de destilación	1	Termómetro	1
Portatermómetro	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Espátula	1	Refrigerante con mangueras	1
Pinzas de tres dedos con nuez	3	Colector con oliva	1
Barra magnética	1	Bomba de agua sumergible	1
Recipiente de plástico	1	Embudo de separación con tapón	1
Agitador de vidrio	1	Parrilla con agitación	1
Matraz Erlenmeyer de 10 mL	1	Vidrio de reloj	1
Tubo de ensayo de 12 x 75 mm	1		

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

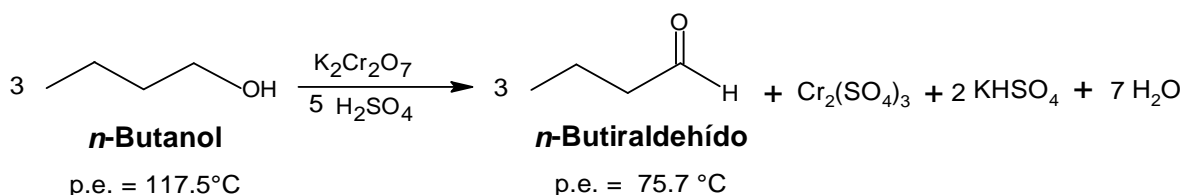


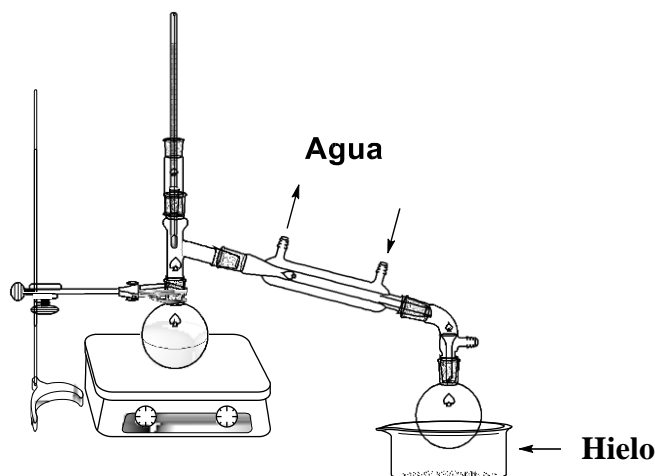
Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>n</i> -Butanol	Dicromato de potasio	Ácido sulfúrico concentrado	<i>n</i> -Butiraldehído
Masa molar (g/mol)				
Densidad (g/mL)				
Punto de fusión o de ebullición (°C)				
Cantidad inicial (mL o g)				
Moles iniciales				
Reactivo limitante				
Moles que reaccionan				
Moles teóricas finales				

Procedimiento:

En un vaso de precipitados de 50 mL, disuelva 1.1 g de dicromato de potasio en 11 mL de agua; añada lentamente, 1.2 mL de ácido sulfúrico concentrado en la campana (reacción exotérmica), agite cuidadosamente.

En un matraz redondo de fondo plano de 25 mL, coloque 1.0 mL de *n*-butanol y una barra de agitación magnética, coloque el matraz en un baño de hielo, espere unos minutos a que se enfríe el *n*-butanol, y adicione lentamente la disolución ácida de dicromato de potasio. Una vez terminada la adición, saque el matraz de reacción del baño de hielo, colóquelo en una parrilla, y ensamble lo más rápido posible, un sistema de destilación simple (esquema 1).



Esquema 1

Caliente la mezcla de reacción con agitación magnética; colecte la fracción que destile por debajo de los 92°C en un matraz bola de fondo redondo, inmerso en un baño de hielo. Vacíe el destilado obtenido a un embudo de separación, separe la fase acuosa de la orgánica, y seque ésta última con sulfato de sodio anhidro. Decante el *n*-butiraldehído obtenido en una probeta graduada para calcular el rendimiento de la reacción y realice la prueba de identificación.

Prueba de identificación

En un tubo de ensayo coloque tres gotas del producto obtenido, adicione 2 o 3 gotas de una disolución de 2,4-dinitrofenilhidrazina y agite vigorosamente. Introduzca el tubo de ensayo en un baño de hielo y déjelo en reposo durante unos minutos. Anote sus observaciones.

➤ CUESTIONARIO

- 1) ¿En qué hechos experimentales se basa para asegurar que el alcohol se oxidó?
- 2) ¿El método empleado en este experimento se puede utilizar para sintetizar aldehídos a partir de cualquier alcohol 1ario? Explique.
- 3) ¿Qué podría ocurrir si no se hubiera destilado el producto al mismo tiempo que se llevaba a cabo la oxidación de *n*-butanol?
- 4) Escriba la ecuación de reacción completa de la prueba de identificación realizada al aldehído. Indique el nombre y apariencia del producto orgánico obtenido en esta reacción.
- 5) En los espectros de infrarrojo del *n*-butanol y del *n*-butiraldehído, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 6) En los espectros de RMN¹H del *n*-butanol y del *n*-butiraldehído, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

A.I. Vogel, *A Textbook of Practical Organic Chemistry*, Longman, 4ta. Edición, Londres, 1978.

G. Brieger, *Química Orgánica Moderna. Curso Práctico de Laboratorio*, Ediciones del Castillo S. A., España, 1970.

R.T. Morrison y R.N. Boyd, *Química Orgánica*, Prentice Hall, 6ta. Edición, Estados Unidos, 1992.

A.S. Wingrove y R.L. Caret, *Química Orgánica*, 1era. Edición, Harla, 1984.

Apéndice I. Conocimientos Previos

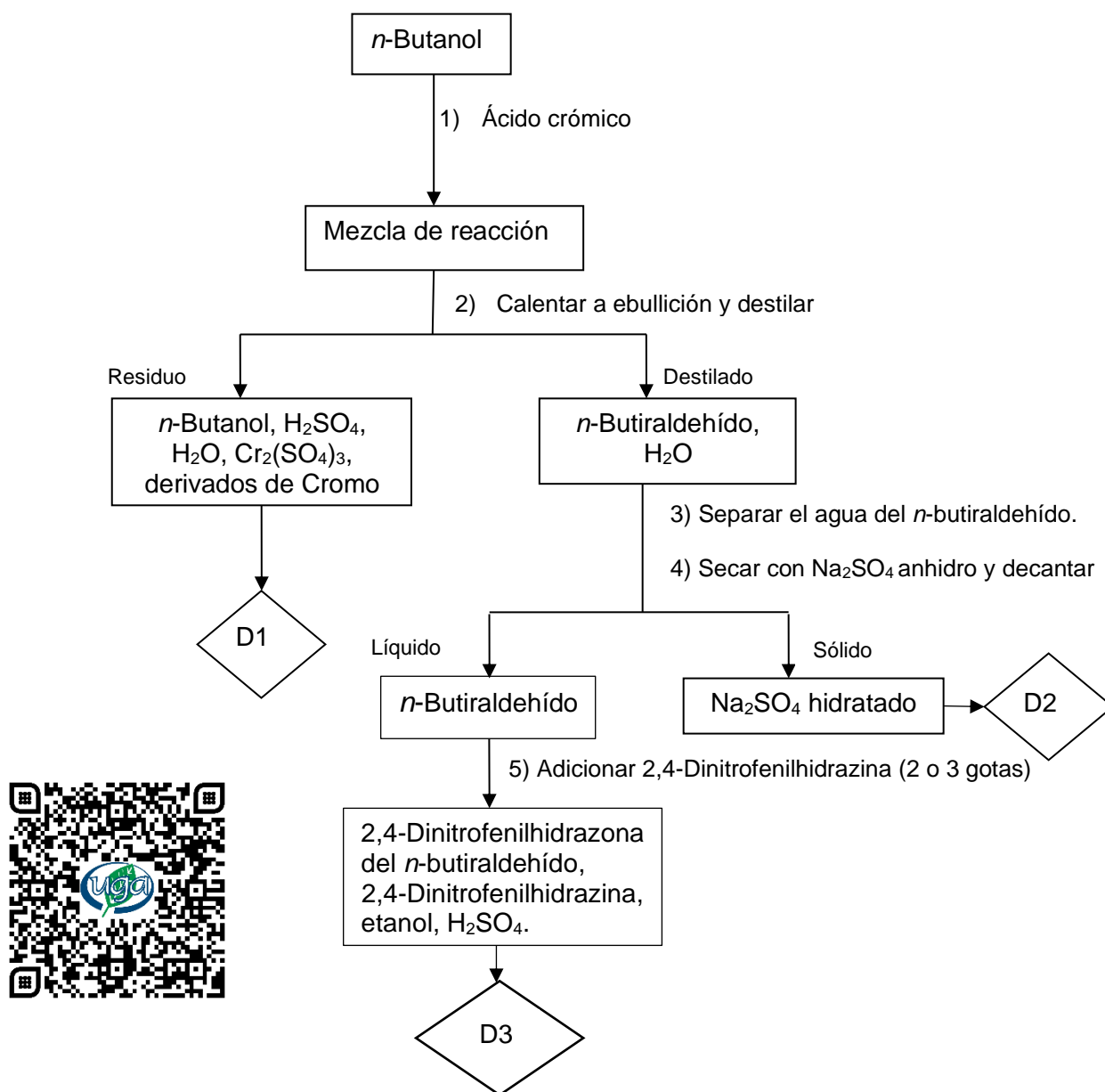
- Reacciones de oxidación de alcoholes a compuestos carbonílicos, ecuaciones de reacción generales, características y agentes oxidantes más utilizados para cada tipo de reacción.
- Condiciones estructurales y experimentales para oxidar alcoholes primarios a aldehídos utilizando oxidantes fuertes.
- Reacción de obtención de ácido crómico a partir de dicromato de potasio y ácido sulfúrico en disolución acuosa, ecuación de reacción, condiciones experimentales.
- Reacción entre 2,4-dinitrofenilhidrazina y aldehídos y cetonas, como un método de identificación de estas últimas.

Apéndice II. Preparación de reactivos

Disolución de 2,4-dinitrofenilhidrazina. En un matraz Erlenmeyer de 100 mL, se colocan 0.4 g de 2,4-dinitrofenilhidrazina, 3.0 mL de agua destilada y una barra magnética; se adicionan 12 mL de etanol y se agita magnéticamente hasta la completa disolución de la 2,4-dinitrofenilhidrazina; se adicionan 2.0 mL de ácido sulfúrico concentrado gota a gota, se agita hasta homogeneización de la disolución.

Apéndice III. Disposición de Residuos

OBTENCIÓN DE *n*-BUTIRALDEHÍDO



D1: Agregar bisulfito de sodio para pasar el Cr (VI) a Cr (III). Precipitar con disolución de NaOH, filtrar para separar el hidróxido de cromo, repetir la operación hasta que ya no se obtenga precipitado. El filtrado se neutraliza y se desecha por el drenaje. El $\text{Cr}(\text{OH})_3$ se manda a confinamiento controlado.

D2: Lavar con etanol, secar en la estufa y reutilizar.

D3: Filtrar, mandar los sólidos a incineración, neutralizar el filtrado con bicarbonato de sodio, tratarlo con carbón activado hasta la eliminación del color naranja, recuperar el etanol por destilación y mandar el residuo a incineración.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRÁCTICA 7. REACCIONES DE REDUCCIÓN DE CETONAS A ALCOHOLES

OBTENCIÓN DE BENCIDROL

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Obtener un alcohol secundario a través de la reducción del grupo carbonilo de una cetona.
- Monitorear el curso de la reacción mediante cromatografía en capa fina.

➤ PROBLEMA

Determinar, a través de la cromatografía en capa fina de la mezcla de reacción, si toda la benzofenona se ha reducido.

➤ REACTIVOS

Benzofenona	0.16 g	Ácido clorhídrico al 10% v/v	3.0 mL
Borohidruro de sodio	0.1 g	Acetato de etilo	5.0 mL
Metanol	5 mL	Hexano	5.0 mL

➤ EQUIPOS

Balanza analítica	Aparato Fisher-Johns o Stuart
-------------------	-------------------------------

➤ MATERIAL

Barra de agitación magnética	1	Pinza de tres dedos con nuez	3
Tubo de ensayo de 12 x 75 mm	1	Matraz Kitasato con manguera	1
Espátula	1	Embudo Büchner con alargadera	1
Vidrio de reloj	1	Bomba de agua sumergible	1
Parilla con agitación magnética	1	Cámara de elución	1
Probeta graduada 10 mL	1	Pinzas para cromatografía en capa fina	1
Agitador de vidrio	1	Frasco vial	2
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Recipiente de peltre	1
Refrigerante con mangueras	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz bola fondo plano de 25 mL	1	Recipiente de plástico	1

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

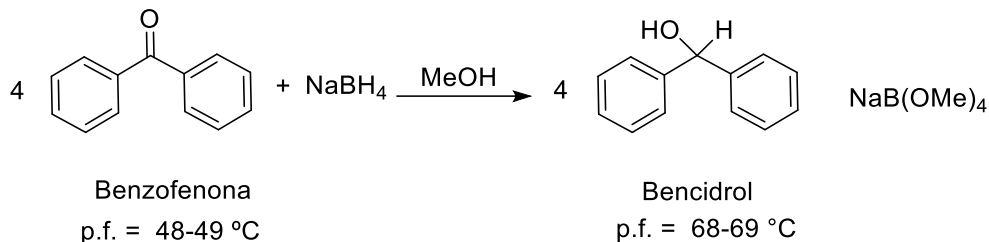


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>Benzofenona</i>	<i>Borohidruro de sodio</i>	<i>Bencidrol</i>
Masa molar (g/mol)			
Punto de fusión o de ebullición (°C)			
Cantidad inicial (mL o g)			
Moles iniciales			
Reactivo limitante			
Moles que reaccionan			
Moles teóricas finales			

Procedimiento:

Coloque 0.16 g de benzofenona en un matraz redondo de fondo plano de 25 mL, agregue 5 mL de metanol, introduzca una barra de agitación magnética y agite hasta la disolución completa de la benzofenona. Agregue poco a poco y bajo agitación magnética, 0.1 g de borohidruro de sodio; a continuación, caliente a reflujo durante 20 minutos.

Una vez concluido el tiempo de calentamiento indicado, permita que se enfríe un poco la mezcla de reacción, y realice una cromatografía en capa fina, comparando la mezcla de reacción con una disolución de benzofenona (usar acetato de etilo o acetona como disolvente). Utilice como eluyente una mezcla hexano:acetato de etilo 90:10, revele con luz UV. Anote sus observaciones.

Si en la placa de CCF aún se observa benzofenona sin reaccionar en la mezcla de reacción, caliente a reflujo durante 5 minutos más. Deje enfriar un poco la mezcla y transfírela a un matraz Erlenmeyer, adicione 5 mL de agua destilada y agite; acidule con ácido clorhídrico al 10% hasta pH ácido (1-4). Enfríe en baño de hielo, separe el sólido formado por filtración al vacío y lávelo con agua destilada. Deje el producto en el embudo Büchner con el vacío completamente abierto durante unos minutos, para que se seque lo más posible. Determine el punto de fusión y la masa del bencidrol obtenido para calcular el rendimiento.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

CUESTIONARIO

1. Además del borohidruro de sodio ¿qué otros agentes reductores podrían haberse utilizado para reducir la benzofenona a bencidrol? Escriba las ecuaciones de reacción con los agentes reductores propuestos y las condiciones experimentales requeridas.
2. Realice un dibujo de la cromatografía en capa fina de la mezcla de reacción, obtenida cuando ya se ha formado el producto y aún está presente el sustrato. Indique a que compuesto corresponde cada mancha y explique la diferencia del desplazamiento de cada una en la cromatoplaqueta (r_f relativo).
3. En los espectros de infrarrojo de la benzofenona y del bencidrol, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
4. En los espectros de RMN¹H de la benzofenona y del bencidrol, asigne a las señales principales, los protones correspondientes

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

T.W.G. Solomons, *Organic Chemistry*, John Wiley & Sons, 5ta. edición, Estados Unidos, 1992.

A. Streitwieser y C. Heathcock, *Química Orgánica*, Editorial Interamericana, México, 1979.

F.A. Carey y R.J. Sundberg, *Advanced Organic Chemistry. Part B: Reactions and Synthesis*, Plenum Press, 3ra. edición, Estados Unidos, 1990.

A.I. Vogel, *A Textbook of Practical Organic Chemistry*, Longman, 4ta. edición, Londres, 1978.

J. E. McMurry, *Química Orgánica*, 9a edición, Cengage Learning, México, 2018.

Apéndice I. Conocimientos Previos

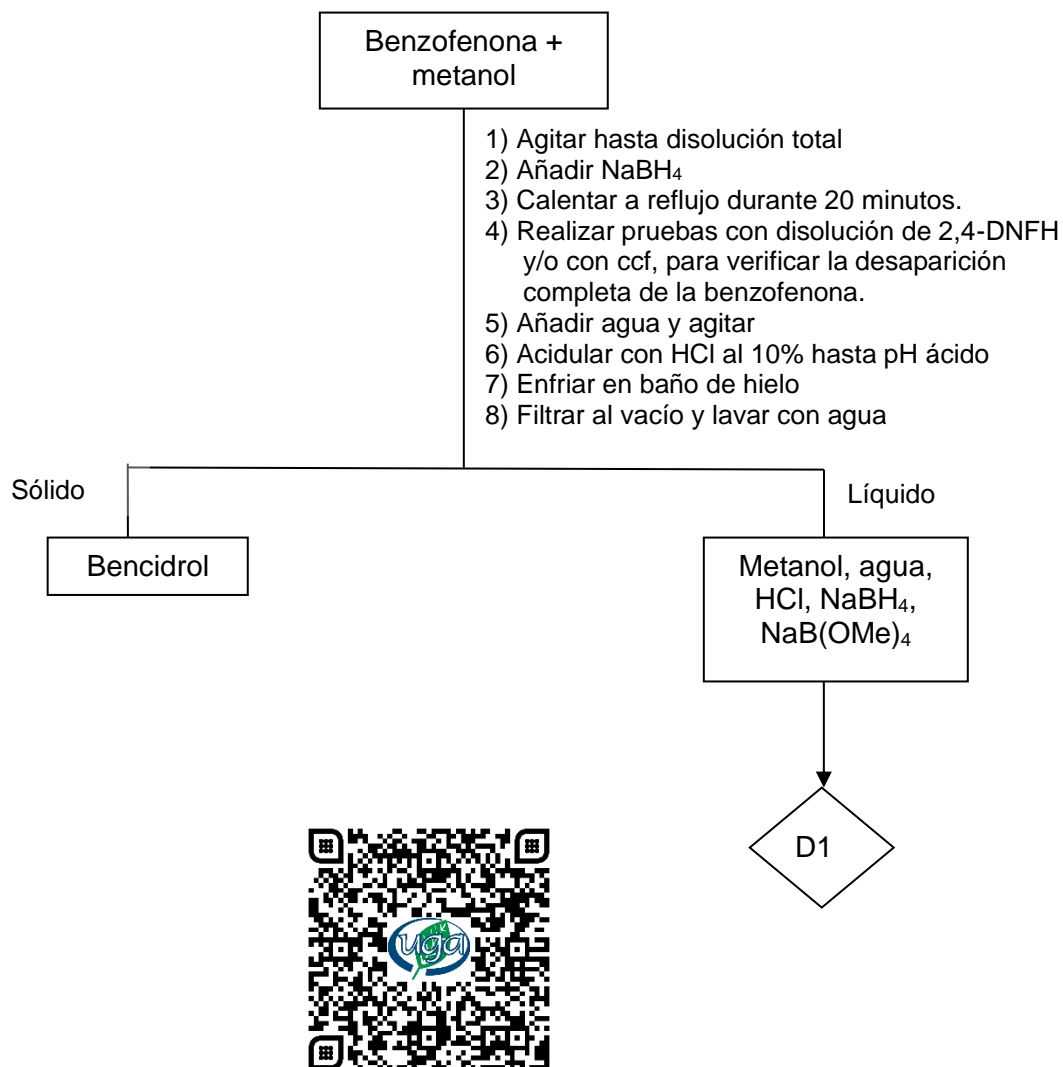
- a) Métodos de obtención de alcoholes por reducción de grupos carbonilo de aldehídos, cetonas, ácidos carboxílicos y ésteres; ecuaciones de reacción generales, características de cada reacción.
- b) Diferentes tipos de agentes reductores de compuestos carbonílicos a alcoholes, características y uso específico.
- c) Ejemplos de reacciones de reducción de aldehídos y cetonas, con los agentes reductores más utilizados.

Apéndice II. Preparación de reactivos

Disolución de ácido clorhídrico al 10 %. En un matraz aforado de 1.0 litro, colocar 200 mL de agua destilada y una barra magnética; adicionar lentamente y con cuidado, 100 mL de ácido clorhídrico concentrado, agitar magnéticamente con moderación, aforar con agua destilada, tapar el matraz y agitar magnéticamente hasta homogenizar.

Apéndice III. Disposición de Residuos

OBTENCIÓN DE BENCIDROL



D1: Filtrar, mandar los sólidos a incineración, neutralizar el filtrado, recuperar el disolvente orgánico por destilación y mandar el residuo a incineración.

D2: Capilares y cromatoplacas usados en la cromatografía en capa fina.

D3: Mezcla acetato de etilo/hexano utilizado como eluyente de la cromatografía en capa fina. Destilar mediante destilación fraccionada.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRÁCTICA 8. REACCIONES DE CONDENSACIÓN ALDÓLICA

OBTENCIÓN DE DIBENZALACETONA y *p*-DIANISALACETONA

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- b) Ejemplificar una reacción de condensación aldólica cruzada
- b) Obtener dibenzalacetona o *p*-dianisalacetona, mediante una reacción de condensación aldólica cruzada.

➤ PROBLEMA

Analizar el orden y la manera en que los reactantes deben adicionarse, para obtener el mayor rendimiento posible del producto de la condensación aldólica cruzada.

➤ REACTIVOS

Benzaldehído	0.3 mL	Hidróxido de sodio	0.25 g
<i>p</i> -Anisalaldehído	0.35 mL	Etanol técnico	20 mL
Acetona R.A.	0.1 mL	Ácido clorhídrico 1:1	1.0 mL

➤ EQUIPOS

Balanza analítica	Aparato Fisher-Johns o Stuart
-------------------	-------------------------------

➤ MATERIAL

Barra de agitación	1	Embudo de vidrio	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Vidrio de reloj	1
Termómetro	1	Espátula	1
Probeta graduada de 10 mL	1	Agitador de vidrio	1
Recipiente de peltre	1	Recipiente de plástico	1
Matraz Kitasato con manguera	1	Embudo Büchner c/alargadera	1
Parilla con agitación magnética	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Vaso de precipitados de 50 mL	1	Pipeta Pasteur con jeringa	1

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacciones:

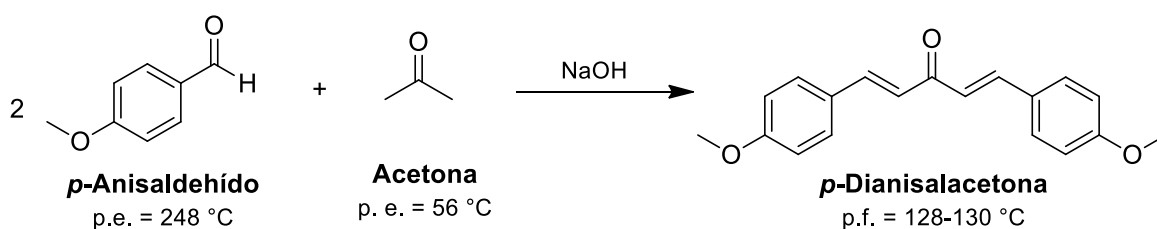
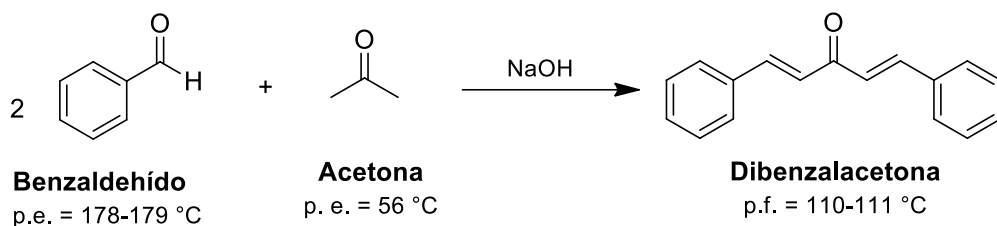


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>Benzaldehído o p-anisaldehído</i>	<i>Acetona</i>	<i>Hidróxido de sodio</i>	<i>Dibenzalacetona o p-dianisalacetona</i>
Masa molar (g/mol)				
Densidad (g/mL)				
Punto de fusión o de ebullición (°C)				
Cantidad inicial (mL o g)				
Moles iniciales				
Reactivo limitante				
Moles que reaccionan				
Moles teóricas finales				

Procedimiento:

En un matraz Erlenmeyer de 50 mL, coloque aproximadamente 0.25 g de NaOH, introduzca una barra magnética y adicione 3 mL de agua destilada, agite magnéticamente hasta la completa disolución del NaOH; adicione 2 mL de etanol y agite. Agregue a la disolución, 0.3 mL de benzaldehído o 0.35 mL de *p*-anisaldehído y agite magnéticamente. Coloque el matraz en un baño de agua fría, introduzca un termómetro en la mezcla y deje que se enfríe a 20°C aproximadamente. A continuación, adicione gota a gota y lentamente con una suave agitación magnética, 0.1 mL de acetona. Retire el baño de agua; si el sustrato es

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

benzaldehído, agite vigorosamente la mezcla de reacción a temperatura ambiente durante 20 a 25 minutos; si usó *p*-anisaldehído, agite a una temperatura de alrededor de 45 °C, durante 20 a 25 minutos.

Concluido el tiempo de reacción, enfríe en un baño de hielo. Filtre al vacío el precipitado formado, lávelo con agua fría, déjelo secar y recristalícelo de etanol (*nota*). Pese el producto purificado para calcular el rendimiento de la reacción y determine su punto de fusión.

Nota: Si al llevar a cabo la recristalización, el color de la disolución se torna naranja, puede que se encuentre demasiado alcalina, por lo que será necesario agregar ácido clorhídrico diluido 1:1 hasta alcanzar un pH de 7. El color de la disolución debe ser amarillo claro.

➤ CUESTIONARIO

1. En las reacciones de condensación aldólica catalizadas por base, ¿mediante qué tipo de mecanismo se obtiene el compuesto β -hidroxi-carbonílico (aldol)? ¿qué especie actúa como nucleófilo y cómo se forma?
2. ¿Por qué los hidrógenos de los metilos de la acetona son relativamente ácidos?
3. Desarrolle el mecanismo de reacción completo de la síntesis de la dibenzalacetona o de la *p*-dianisalacetona.
4. Para obtener el rendimiento más alto posible de dibenzalacetona o de *p*-dianisalacetona ¿Cuál es el orden de adición de los reactantes y la forma de adicionarlos que se debe seguir? ¿Por qué este orden y forma de adición promueve la obtención del producto deseado?
5. En los espectros de infrarrojo del benzaldehído o del *p*-anisaldehído, y de la dibenzalacetona o de la *p*-dianisalacetona, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
6. En los espectros de RMN¹H del benzaldehído o del *p*-anisaldehído, y de la dibenzalacetona o de la *p*-dianisalacetona, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

A.I. Vogel, *A textbook of Practical Organic Chemistry*, 5a. Edición, Longmans Scientific and Technical, New York, 1989.

R.J.W. CremLyn y R.H. Still, *Named and Miscellaneous Reactions in Organic Chemistry*, Heinman Educational Books Ltd, Londres, 1967.

J.W. Lehman, *Operational Organic Chemistry*, 3era edición, Prentice Hall, New Jersey, 1999.

J.R. Mohring y C.N. Hammond, *Experimental Organic Chemistry*, W.H. Freeman and Company, New York, 1997.

F.A. Carey, *Química Orgánica*, 6a. edición, Mc Graw Hill, Madrid, 2014.

L.G. Wade, *Química Orgánica*, 9a edición, Pearson, México, 2017.

Apéndice I: Conocimientos Previos

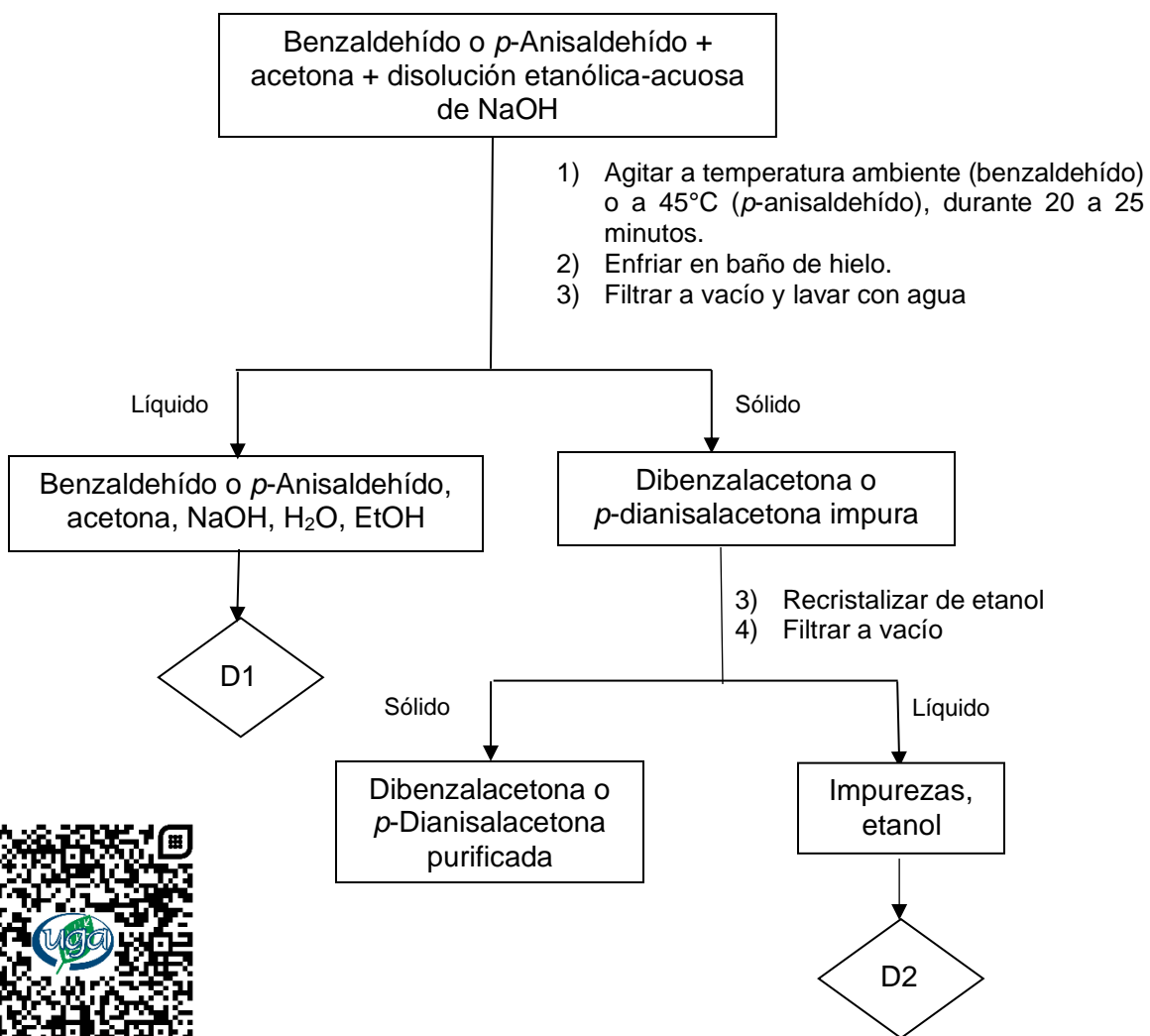
- a) Reacciones de condensación aldólica simple, características, mecanismo de reacción en medio básico.
- b) Reacciones de condensación aldólica cruzada, características generales, condiciones experimentales para que las reacciones de este tipo tengan utilidad sintética.
- c) Reacciones de deshidratación de aldoles para obtener compuestos carbonílicos α,β -insaturados, características, mecanismo en medio básico, aplicaciones sintéticas.

Apéndice II: Preparación de Reactivos:

Disolución de ácido clorhídrico 1:1. Colocar 500 mL de ácido clorhídrico concentrado en un matraz aforado de 1.0 litro y una barra magnética, aforar con agua destilada. Agitar hasta homogeneizar.

Apéndice III: Disposición de Residuos

OBTENCIÓN DE DIBENZALACETONA O DE *p*-DIANISALACETONA



COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRÁCTICA 9. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA DE ACILO

TRANSESTERIFICACIÓN. GLICÓLISIS DEL POLIETILÉNTEREFTALATO

➤ OBJETIVOS

- Llevar a cabo una reacción de transesterificación sobre un poliéster, para ilustrar las reacciones de sustitución nucleofílica en el acilo.
- Obtener tereftalato de bis-2-hidroxietilo (TBHE) a partir de polietiléntereftalato de envases (PET).
- Conocer un método de reciclaje químico del PET.

➤ PROBLEMA

Determinar el rendimiento aproximado del proceso de reciclaje químico realizado.

➤ REACTIVOS

PET de envases incoloro	1.0 g	Acetato de zinc	50 mg
Etilénglicol	10.0 mL		

➤ EQUIPOS

Balanza analítica	Aparato Fisher-Johns o Stuart
-------------------	-------------------------------

➤ MATERIAL

Matraz redondo fondo plano de 50 mL	1	Espátula	1
Refrigerante con mangueras	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Barra magnética de 1 pulgada	1	Recipiente de peltre	1
Bomba de agua sumergible	1	Recipiente de plástico	1
Vaso de precipitados de 50 mL	1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1
Probeta graduada de 10 mL	1	Matraz Kitasato con manguera	1
Parilla con agitación magnética	1	Embudo Büchner con alargadera	1
Vidrio de reloj	1	Embudo de vidrio	1

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

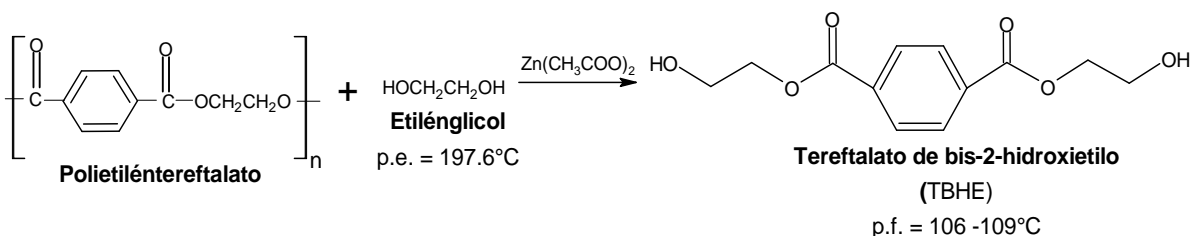


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>Polietiléntereftalato</i>	<i>Etilénglicol</i>	<i>Tereftalato de bis-2-hidroxietilo</i>
Masa molar (g/mol)			
Densidad (g/mL)			
Punto de fusión o de ebullición (°C)			
Cantidad inicial (mL o g)			
Moles iniciales			
Reactivo limitante			
Moles que reaccionan			
Moles teóricas finales			

Procedimiento:

Coloque aproximadamente 1.0 g. de PET de envases incoloro finamente cortado (*nota 1*) en un matraz redondo fondo plano, adicione 7.0 mL de etilenglicol y 50 mg de acetato de zinc, introduzca una barra magnética. Caliente a reflujo la mezcla de reacción con agitación magnética durante 50 a 55 minutos. Al término de este tiempo, filtre por gravedad la mezcla de reacción caliente y lave los residuos sólidos con un poco de etilenglicol caliente (*nota 2*); deje enfriar el filtrado a temperatura ambiente. Enfríe en baño de hielo y aisle el sólido formado por filtración al vacío, lávelo con agua destilada. Deje el producto en el embudo Büchner con el vacío completamente abierto durante unos minutos, para que se seque lo más posible; péselo y determine su punto de fusión.

Dado que no es posible calcular el número de moles del polietiléntereftalato utilizado ya que se desconoce su MM promedio, se llevará a cabo una aproximación con el número total de unidades repetitivas del polímero, el cual se determinará utilizando la masa de la unidad repetitiva que es de 192 g.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

$$\text{No. de unidades repetitivas del PET utilizado} = \frac{\text{masa del PET utilizado (g)}}{192 \text{ g}}$$

Considerando que, en teoría, por cada unidad repetitiva del polietiléntereftalato se debe obtener un mol de tereftalato de bis-2-hidroxietilo (TBHE), calcule el rendimiento de la reacción con la siguiente ecuación:

$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{moles obtenidas de TBHE}}{\text{no. de unidades repetitivas del PET utilizado}} \times 100$$

Notas:

- 1) Cortar el PET en cuadros de aproximadamente 5 mm² o menos.
- 2) Unos 10 minutos antes de que concluya el tiempo de reacción, coloque sobre la parrilla un vaso de precipitados con etilenglicol, para que este se encuentre a temperatura de punto de ebullición, al momento de utilizarlo para lavar los residuos sólidos obtenidos de la filtración por gravedad.

➤ CUESTIONARIO

- 1) ¿Cuál es la relación molar experimental entre el etilenglicol y el polietiléntereftalato en la reacción de glicólisis efectuada?
- 2) ¿Cuál es la función específica del acetato de zinc en la reacción realizada?
- 3) ¿Con qué propósito se filtró la mezcla de reacción por gravedad una vez terminado el tiempo de reflujo? ¿Qué sustancias se encontraban en el filtrado?
- 4) Una vez concluido el procedimiento experimental ¿En dónde quedó el etilenglicol y como lo recuperaría?
- 5) Proponga un mecanismo de reacción para la glicólisis del polietiléntereftalato con etilenglicol y acetato de zinc como catalizador.
- 6) En los espectros de infrarrojo del polietiléntereftalato y del TBHE, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 7) En los espectros de RMN¹H del polietiléntereftalato y del TBHE, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

F. Rodríguez, *Principles of Polymer Systems*, Mc Graw-Hill, Estados Unidos, 1970.

R.J. Fessenden y J.S. Fessenden, *Organic Chemistry*, Brooks/Cole Publishing Company, 5ta. edición, Estados Unidos, 1994.

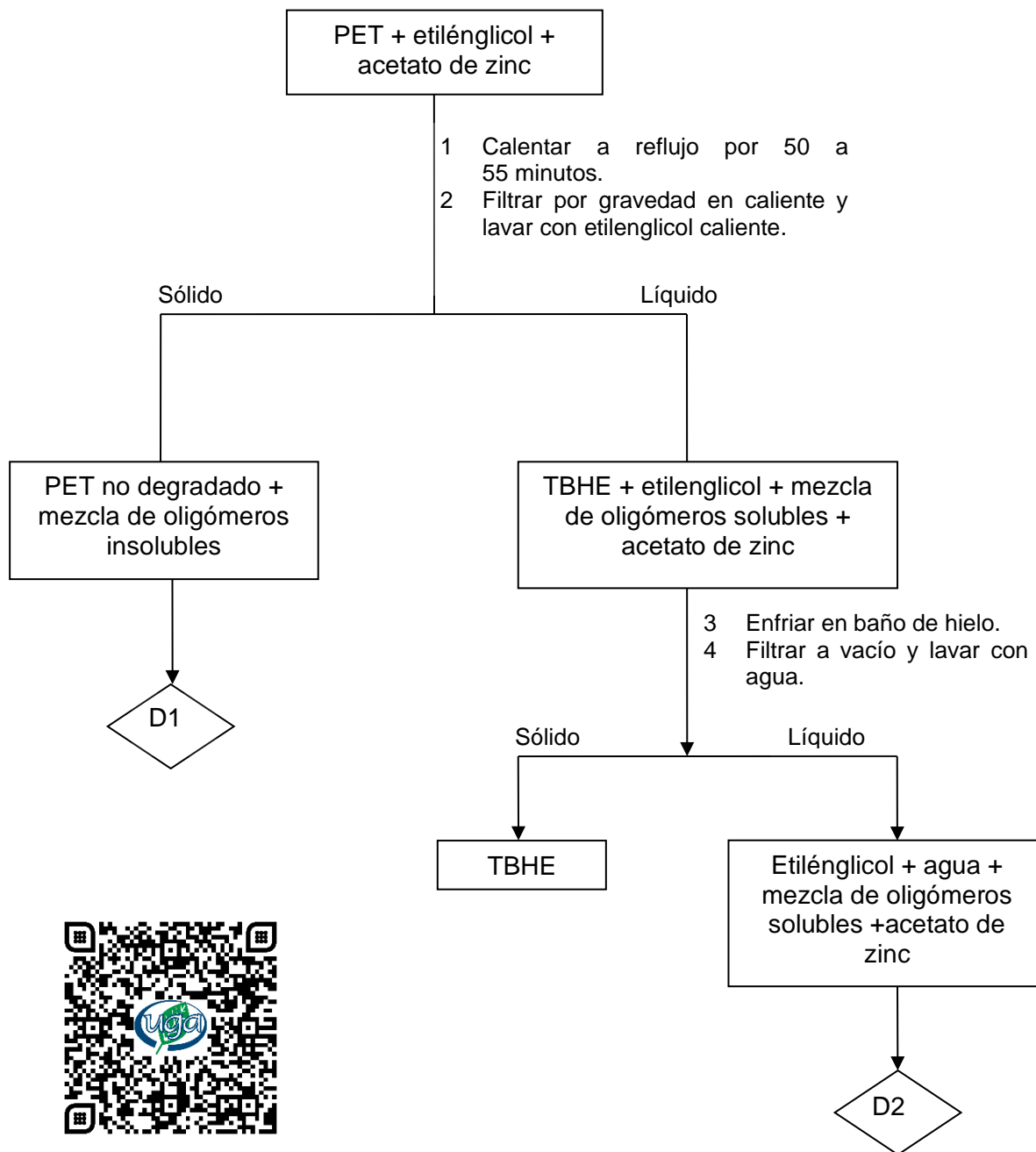
R.B. Seymour, *Polymers are Everywhere*, Journal of Chemical Education, 65, 1988, 327-334.

Apéndice I: Conocimientos previos

- a) Reacción de transesterificación; características, condiciones de reacción experimentales y mecanismos en medio básico y con catálisis ácida.
- b) Características estructurales, propiedades físicas, y usos del polietiléntereftalato.
- c) Diferentes métodos de reciclaje químico del PET; características y condiciones experimentales de cada método.

Apéndice III. Disposición de Residuos

GLICÓLISIS DEL POLIETILÉNTEREFALATO



D1: Reutilizar en otro ciclo de glicólisis.

D2: Destilar el agua y el etilenglicol a presión reducida, almacenar el residuo

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRACTICA 10. SÍNTESIS DE AMINAS

REACCIÓN DE AMINACIÓN REDUCTIVA DE ALDEHÍDOS

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Ejemplificar una reacción de aminación reductiva de aldehídos y cetonas.
- Sintetizar una amina secundaria mediante la aminación reductiva de un aldehído, utilizando una técnica basada en algunos de los principios de la química verde.

➤ PROBLEMA

Identificar las características y operaciones del procedimiento experimental, que cumplen con algunos de los principios de la química verde y reconocer sus ventajas.

➤ REACTIVOS

Benzaldehído	0.4 mL	Borohidruro de sodio	0.2 g
p-Anisaldehído	0.5 mL	Etanol técnico	35 mL
m-Nitroanilina	0.28 g		

➤ EQUIPOS

Balanza analítica	Aparato Fisher-Johns o Stuart
-------------------	-------------------------------

➤ MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Espátula	1
Barra magnética	1	Recipiente de peltre	1
Embudo Büchner con alargadera	1	Recipiente de plástico	1
Vaso de precipitados de 50 mL	1	Matraz Kitasato con manguera	1
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	2	Probeta graduada de 10 mL	1
Vidrio de reloj	1	Parilla con agitación magnética	1
Embudo de vidrio	1	Pinza de tres dedos con nuez	3

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacciones:

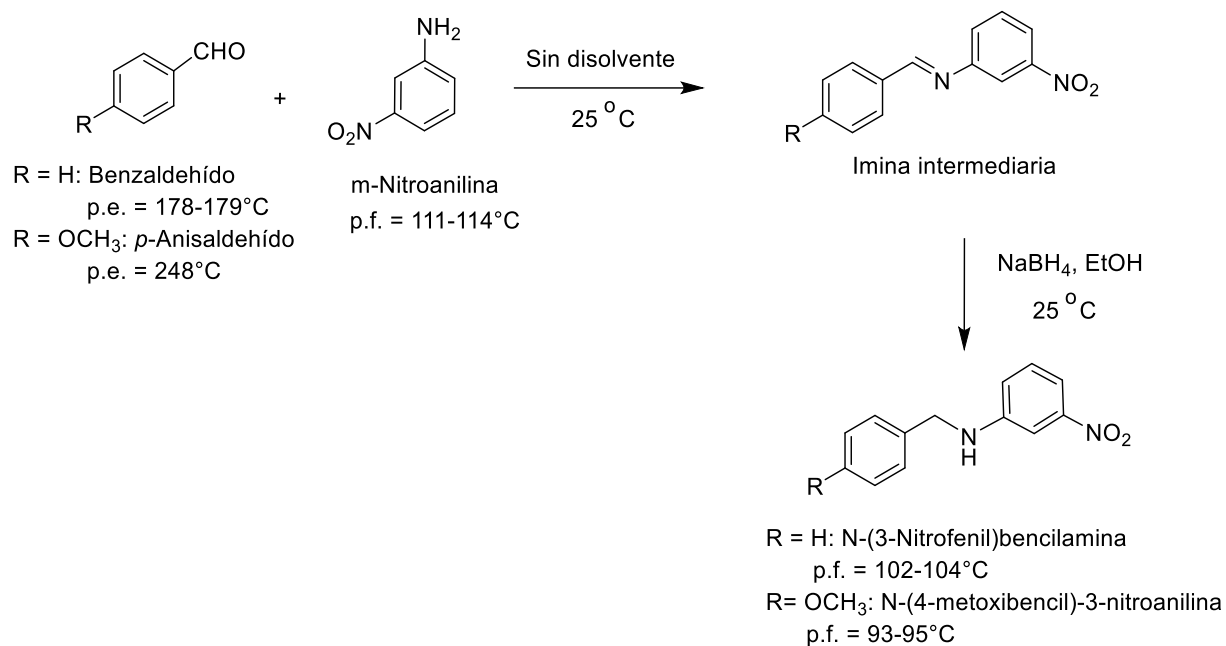


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	Benzaldehído o <i>p</i> -anisaldehído	<i>m</i> -Nitroanilina	Borohidruro de sodio	<i>N</i> -(3-Nitrofenil)bencilamina o <i>N</i> -(4-metoxibencil)-3- nitroanilina
Masa molar (g/mol)				
Densidad (g/mL)				
Punto de fusión o de ebullición (°C)				
Cantidad inicial (mL o g)				
Moles iniciales				
Reactivo limitante				
Moles que reaccionan				
Moles teóricas finales				

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

Procedimiento:

Coloque en un vaso de precipitados 0.28 g de 3-nitroanilina, adicione 0.4 mL de benzaldehído o 0.5 mL de *p*-anisaldehído, y mezcle con un agitador de vidrio. Agite a temperatura ambiente durante aproximadamente 5 minutos (*nota*). Se formará un sólido amarillo que es la imina intermedia.

A continuación, la imina obtenida se reduce a la amina correspondiente. Se adicionan 3 mL de etanol y se agita con la varilla de vidrio, en seguida se agregan en pequeñas porciones, 0.2 g de borohidruro de sodio; se agita la mezcla de reacción por un espacio de 10 a 15 minutos; se observará un cambio de coloración paulatino de amarillo a naranja. Adicione aproximadamente 7.0 mL de una mezcla hielo-agua o de agua helada y agite. Introduzca el vaso de precipitados en un baño de hielo para promover la completa precipitación de la amina, la cual se aísla por medio de filtración al vacío y se lava con agua helada. El producto crudo se puede purificar por medio de una recristalización con etanol como disolvente ideal. Se determina punto de fusión y rendimiento del producto crudo o del producto purificado.

Nota: Si utiliza *p*-anisaldehído, posiblemente se requiera más tiempo de agitación.

➤ CUESTIONARIO

- 1) ¿Qué tipo de reacción se lleva a cabo cuando se mezclan el aldehído y la amina?
- 2) Desarrolle el mecanismo de reacción para obtener la imina intermedia a partir del aldehído utilizado y la 3-nitroanilina.
- 3) En lugar de borohidruro de sodio, ¿qué otros agentes reductores se pudieron haber utilizado para reducir a la imina?
- 4) Mencione por lo menos tres operaciones y/o condiciones de reacción del procedimiento realizado, que cumplen con alguno de los principios de la química verde y anote a que principio corresponde cada una.
- 5) En los espectros de infrarrojo del aldehído utilizado y de la amina secundaria obtenida, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 6) En los espectros de RMN¹H del aldehído utilizado y de la amina secundaria obtenida, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

Touchette, K. M.; Reductive Amination: A Remarkable Experiment, for the Organic Laboratory, *Journal of Chemical Education*, **2006**, 83, [6], 929-930.

Merle, W. C.; Ciszewski, J. T.; Bhatti, M. M.; Swanson, W. F.; Wilson, A. M.; A Simple Secondary Amine Synthesis: Reductive Amination Using Sodium Triacetoxyborohydride, *Journal of Chemical Education*, **2000**, 77, [2], 270-271.

León-Cedeño, F.; Experiencias en la Implementación de las Técnicas de Química Verde (ó Química Sustentable), *Anuario Latinoamericano de Educación Química*, **XXIV**, **2008-2009**, 133-143.

Abdel-Magid, F.; Carson, K. G.; Harris, B. D.; Maryanoff, C. A.; and Shah, R. D.; Reductive Amination of Aldehydes and Ketones with Sodium Triacetoxyborohydride. Studies on Direct and Indirect Reductive Amination Procedures, *Journal of Organic Chemistry*, **1996**, 61, 3849-3862.

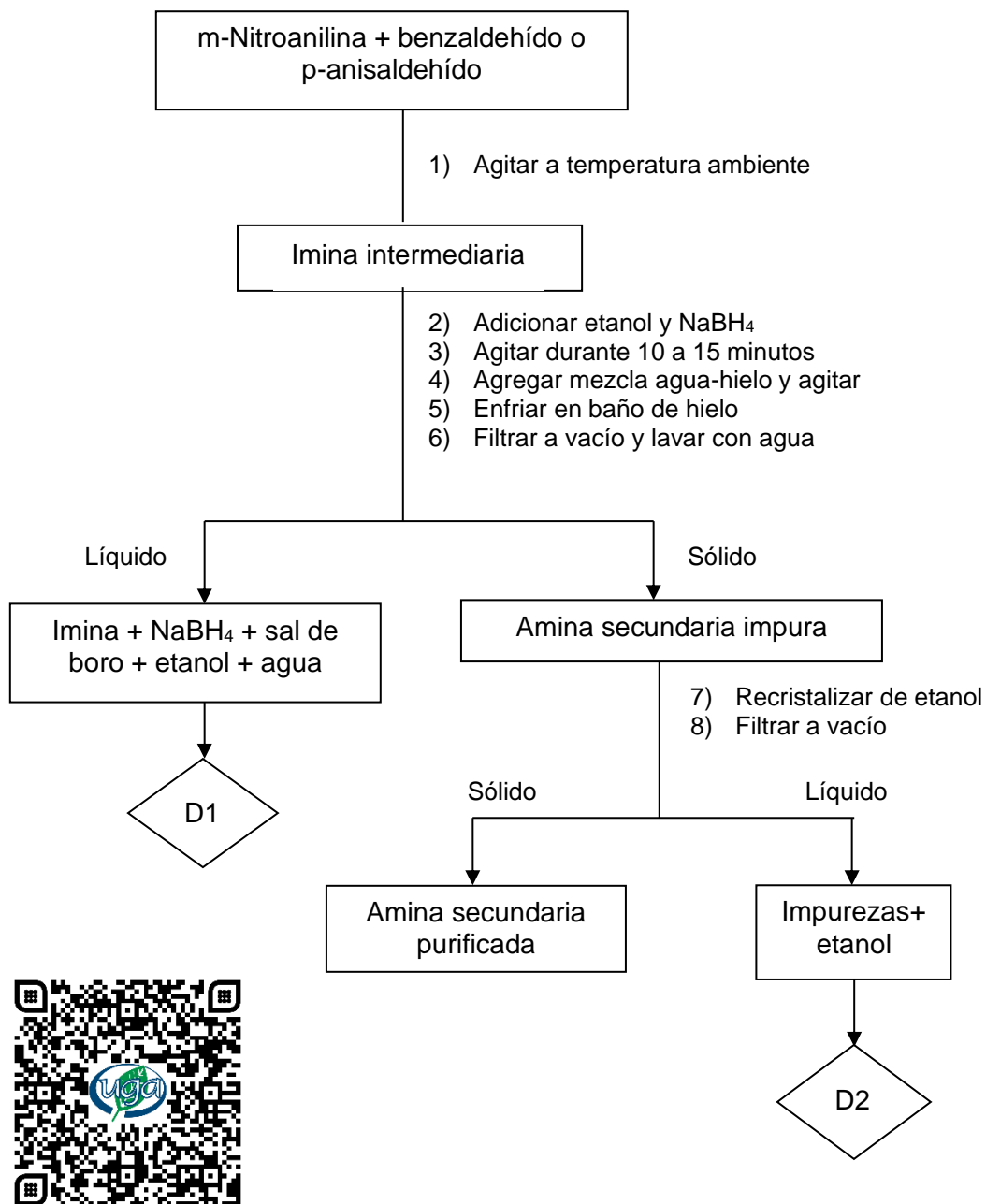
Cho, T.; and Kang, S. K.; Direct and Indirect Reductive Amination of Aldehydes and Ketones with Solid Acid-Activated Sodium Borohydride under Solvent-Free Conditions, *Tetrahedron*, **2005**, 61, 5725-5734.

Apéndice I. Conocimientos previos

- a) Síntesis de aminas mediante aminación reductiva de aldehídos y cetonas, características, condiciones de reacción, mecanismo general.
- b) Diferentes agentes reductores para reducir a la imina, oxima o sal de iminio intermediaria de la reacción de aminación reductiva; características y uso específico de cada agente reductor.
- c) Química verde, filosofía y sus doce principios.

Apéndice III. Disposición de Residuos

AMINACIÓN REDUCTIVA DE UN ALDEHÍDO



D1: Filtrar, mandar los sólidos a incineración. Destilar el filtrado para recuperar el etanol, reservar el residuo.

D2: Filtrar, mandar los sólidos a incineración. Destilar el filtrado para recuperar el etanol.