

# Síntesis de ácido benzoico mediante reacción de haloformo

Pepín Puercoespin, Pez Fuera del Agua

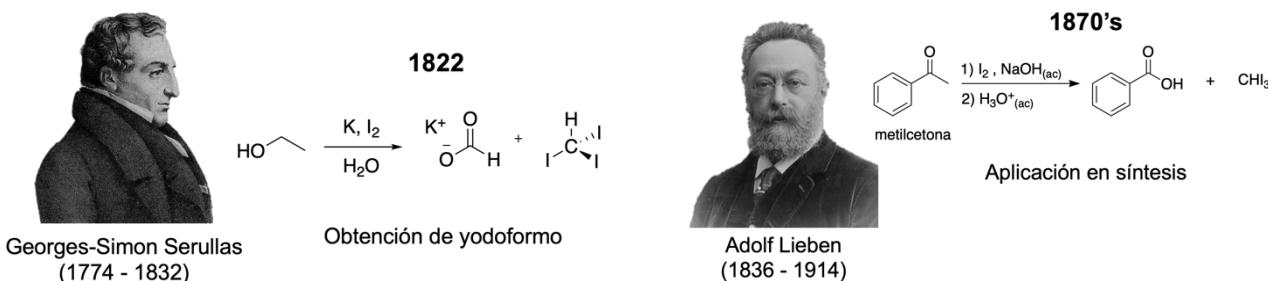
Laboratorio de Química Orgánica IV (1606) – Grupo 1 – Facultad de Química UNAM

## RESUMEN

Se sintetizó ácido benzoico a partir de acetofenona mediante la reacción de haloformo, empleando hipoclorito de sodio al 13 % v/v en medio alcalino como fuente de halógeno. El hipoclorito de sodio remanente se neutralizó con bisulfito de sodio y se realizó una extracción líquido-líquido utilizando diclorometano. Posteriormente, la fase acuosa se acidificó para precipitar el ácido benzoico, el cual se purificó por recristalización en agua. El producto obtenido se caracterizó mediante la determinación de su punto de fusión (121 – 122) °C y una prueba cualitativa con disolución de bicarbonato de sodio, la cual produjo efervescencia. El rendimiento final fue del 77 %.

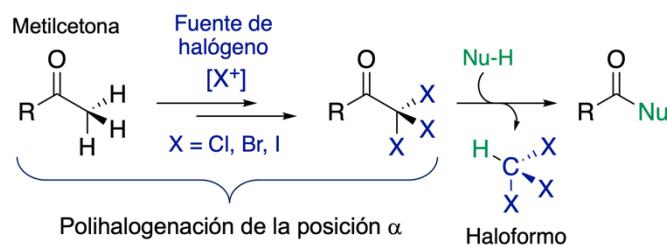
## INTRODUCCIÓN

El origen de la reacción de haloformo se remonta a 1822, cuando Georges-Simon Serullas añadió potasio metálico a una disolución de yodo en etanol y agua para formar formiato de potasio y yodoformo, denominado en el lenguaje de aquella época hidroyoduro de carbono.<sup>1</sup> La reacción fue redescubierta por Adolf Lieben en 1870 al tratar metilcetonas para formar ácidos carboxílicos (ver Figura 1).<sup>2</sup>



**Figura 1.** Obtención de yodoformo según el procedimiento de Serullas (izquierda) y síntesis de ácido benzoico atribuida a Lieben (derecha), ambas llevadas a cabo mediante la reacción de haloformo.

En este contexto histórico, la reacción de haloformo se define como una reacción química en la que se genera un haloformo ( $\text{CHX}_3$ , donde X es un halógeno) mediante la halogenación exhaustiva de un grupo acetilo, en presencia de una base como se muestra en la figura 2.<sup>3</sup> Esta reacción posee una importancia sintética, ya que permite la transformación de grupos acetilo de las metilcetonas en grupos carboxilo.<sup>4</sup>



**Figura 2.** Proceso general de una reacción de haloformo.

En el experimento realizado en esta práctica, se llevó a cabo la síntesis de ácido benzoico a partir de acetofenona aplicando esta misma reacción como se muestra en la figura 3.



**Figura 3.** Síntesis de ácido benzoico partiendo de acetofenona.

### PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En un matraz Erlenmeyer de 50 mL provisto de agitador magnético se adicionaron 0.5 mL de acetofenona (4.28 mmol) y 18 mL de una disolución de NaClO al 13 % v/v. La mezcla de reacción se agitó de manera vigorosa a temperatura ambiente durante 40 minutos. Transcurrido el tiempo de reacción y bajo agitación magnética, se adicionaron 1.01 g de NaHSO<sub>3</sub> para destruir el exceso de hipoclorito de sodio. La destrucción del NaClO se verificó mediante una prueba cualitativa con disolución de KI al 10 %: la adición de una gota de NaClO a la disolución de KI produjo una coloración café por la formación in situ de I<sub>2</sub> (control positivo), mientras que la adición de una gota de la mezcla de reacción a una disolución de KI permaneció incolora o ligeramente amarilla cuando el hipoclorito había sido completamente consumido.

Una vez destruido el exceso de NaClO, la mezcla de reacción se transfirió a un embudo de separación de 50 mL. Se realizó una extracción con CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (3 × 2 mL) y las fases orgánicas fueron combinadas y reservadas.

La fase acuosa se transfirió a un matraz Erlenmeyer de 50 mL y se colocó en un baño de hielo. Posteriormente, la disolución fue acidificada con una disolución de HCl al 50 % v/v hasta alcanzar un pH de 2–3, observándose la precipitación de un sólido blanquecino. El sólido fue filtrado al vacío y los cristales se lavaron con agua helada. Una porción del sólido crudo fue reservada para la determinación posterior de su punto de fusión.

El ácido benzoico obtenido fue purificado por recristalización utilizando agua como disolvente. Los cristales se lavaron con agua helada, se filtraron al vacío, se secaron y se determinó la masa obtenida. A partir de estos datos se calculó el rendimiento experimental y se determinó el punto de fusión del producto crudo y del producto recristalizado.

Una pequeña cantidad de ácido benzoico recristalizado se colocó sobre un vidrio de reloj y se adicionaron unas gotas de disolución de NaHCO<sub>3</sub> al 10 %, observándose efervescencia.

A la fase orgánica reservada se le adicionó Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhídrico con el fin de eliminar el exceso de agua sin modificar la polaridad del disolvente.

Finalmente, se realizó una cromatografía en capa fina (CCF) comparando la acetofenona (materia prima, preparada diluyendo una gota en 2 mL de CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> o AcOEt) con la fase orgánica, con el objetivo

de evaluar la conversión de la reacción y verificar la presencia de acetofenona sin reaccionar. Se empleó como eluyente una mezcla de hexano:AcOEt (9:1).

## RESULTADOS Y CÁLCULOS

La masa teórica de ácido benzoico se determinó a partir de la cantidad inicial de acetofenona, considerando una estequiometría 1:1 entre reactivo y producto en la reacción de haloformo. Para ello, se empleó la Ecuación 1, que relaciona la masa pesada de acetofenona con su masa molar y la masa molar del ácido benzoico.

$$\text{Masa teórica de ácido benzoico} = (\text{volumen de acetofenona}) \left( \frac{1.03 \text{ g acetofenona}}{1 \text{ mL acetofenona}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol acetofenona}}{120.15 \text{ g acetofenona}} \right) \left( \frac{1 \text{ mol ácido benzoico}}{1 \text{ mol acetofenona}} \right) \left( \frac{122.12 \text{ g ácido benzoico}}{1 \text{ mol ácido benzoico}} \right) \quad (\text{Ec. 1})$$

Una vez obtenida la masa experimental de ácido benzoico, el porcentaje de rendimiento de la reacción se calculó utilizando la Ecuación 2, definida como la relación entre la masa experimental y la masa teórica del producto, multiplicada por cien.

$$\% \text{ Rendimiento} = \left( \frac{\text{masa experimental de ácido benzoico}}{\text{masa teórica de ácido benzoico}} \right) \times 100 \quad (\text{Ec. 2})$$

Dichos resultados se muestran a continuación en la tabla 1.

Tabla 1. Resultados de la síntesis y purificación de ácido benzoico mediante la reacción de haloformo.

Compuesto	Rendimiento (g)	Rendimiento (%)	Color/Apariencia	Punto de fusión (°C)
Ácido benzoico crudo	0.405	80	Polvo blanco	120 - 125
Ácido benzoico recristalizado	0.390	77	Agujas blancas	121 - 122

Además, la cromatografía en capa fina de la fase orgánica reveló la presencia de acetofenona.

## DISCUSIÓN

La síntesis de ácido benzoico a partir de acetofenona mediante la reacción de haloformo se llevó a cabo de manera satisfactoria, como lo evidencian los rendimientos obtenidos, las características físicas del producto y los valores de punto de fusión determinados. La destrucción del exceso de hipoclorito de sodio mediante bisulfito de sodio resultó fundamental para evitar reacciones secundarias durante las etapas posteriores de extracción y acidificación, lo que se corroboró mediante la prueba cualitativa con yoduro de potasio, que confirmó la ausencia de agente oxidante residual.

Tras la acidificación de la fase acuosa, se observó la formación de un sólido blanquecino, consistente con la precipitación del ácido benzoico en medio ácido. El producto crudo presentó una masa de 0.405 g (3.32 mmol), correspondiente a un rendimiento del 80 %. Sin embargo, el intervalo de punto de fusión determinado (120–125 °C) fue relativamente amplio, lo que sugiere la presencia de impurezas.

La purificación del producto mediante recristalización en agua permitió mejorar la pureza del ácido benzoico, como se refleja en la disminución del intervalo de fusión a 121–122 °C, valor que se encuentra en buen acuerdo con el reportado en la literatura.<sup>5</sup> Aunque la recristalización implicó una ligera

disminución en la masa recuperada (0.390 g, 3.19 mmol, 77 % de rendimiento), este resultado es consistente con la pérdida esperada de material durante los procesos de disolución y cristalización, y se ve compensado por el incremento en la pureza del sólido obtenido, evidenciado también por el cambio en la apariencia del producto, de polvo blanco a cristales en forma de agujas blancas.

El análisis por cromatografía en capa fina de la fase orgánica reveló la presencia de acetofenona sin reaccionar, lo que indica que la conversión de la reacción no fue completa bajo las condiciones experimentales empleadas. Este resultado es consistente con la disminución observada en el rendimiento tras la purificación y sugiere que factores como el tiempo de reacción, la concentración efectiva del agente oxidante o la eficiencia del contacto entre fases pudieron influir en el grado de conversión del reactivo inicial.

La naturaleza ácida del compuesto sintetizado fue confirmada cualitativamente mediante la reacción con bicarbonato de sodio, observándose efervescencia atribuible a la liberación de dióxido de carbono.

## CONCLUSIÓN

La reacción de haloformo permitió la obtención de ácido benzoico a partir de acetofenona con rendimientos satisfactorios tanto para el producto crudo como para el producto recristalizado. La comparación de los puntos de fusión antes y después de la recristalización evidenció la efectividad de esta técnica para incrementar la pureza del sólido, aun cuando ello conlleve una pérdida moderada de producto.

La presencia de acetofenona residual, detectada mediante cromatografía en capa fina de la fase orgánica, indica que la reacción no alcanzó una conversión completa, lo que pone de manifiesto la importancia del control de las condiciones experimentales para optimizar el rendimiento y la eficiencia del proceso.

## REFERENCIAS

1. Serullas, G.-S. *Notes sur l'Hydriodate de potasse et l'Acide hydriodique—Hydriodure de carbone; moyen d'obtenir, à l'instant, ce composé triple*; Antoine: Metz, France, **1822**.
2. Lieben, A. Ueber Entstehung von Jodoform und Anwendung dieser Reaction in der chemischen Analyse [On the Formation of Iodoform and the Application of This Reaction to Chemical Analysis]. *Ann. Chem.*, Suppl. **1870**, 7, 218–236.
3. March, J.; Smith, M. B. *March's Advanced Organic Chemistry: Reactions, Mechanisms, and Structure*, 6th ed.; Knipe, A. C., Ed.; John Wiley & Sons: Hoboken, NJ, **2007**; p 484.
4. Rowett, A. C.; Heard, D. M.; Koria, P.; Dean, A. C.; Sweeting, S. G.; Lennox, A. J. J. 200 Years of The Haloform Reaction: Methods and Applications. *Chem. – A Eur. J.* **2024**, 30 (71), e202403045.
5. Sigma-Aldrich. *Safety Data Sheet: Benzoic Acid*; Product No. PHR1050; Sigma-Aldrich Química S. de R.L. de C.V.: Toluca, México, 2025. Revision Date: October 16, **2025**.