

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

COMPENDIO DE PRÁCTICAS
LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA II
CLAVE 1412
Semestre 2026-2

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

Última revisión:

Profesores que imparten la asignatura 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 para los Laboratorios de la Facultad de Química, el cual es aplicable en todos aquellos espacios de la Facultad de Química donde se realice trabajo experimental, sea de docencia o de investigación. Los alumnos deben 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

Reafirmar los conceptos fundamentales de la técnica de cristalización, a través de la purificación de una sustancia problema y la determinación de 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	Sustancia sólida impura	0.4 g

➤ EQUIPO

Balanza analítica	Aparato de Fisher-Johns o Stuart para determinar puntos de fusión
-------------------	-------------------------------------------------------------------

➤ MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Matraz Kitasato de 125 mL con manguera	1
Barra de agitación magnética	1	Parrilla con agitación magnética	1
Espátula	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Embudo Büchner con alargadera	1	Recipiente de peltre	1
Embudo de filtración por gravedad (vidrio)	1	Probeta graduada de 25 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 125 mL	2	Vidrio de reloj	1

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

PRECAUCIÓN. Disolventes orgánicos: Algunos de los disolventes usados deben trabajarse en áreas bien ventiladas, ya que pueden provocar somnolencia y/o mareo.

Se le proporcionarán aproximadamente 0.4 g de una sustancia problema impura. Determine junto con su profesor 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, con el uso de carbón activado en cada técnica.

➤ 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*, 5a 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.

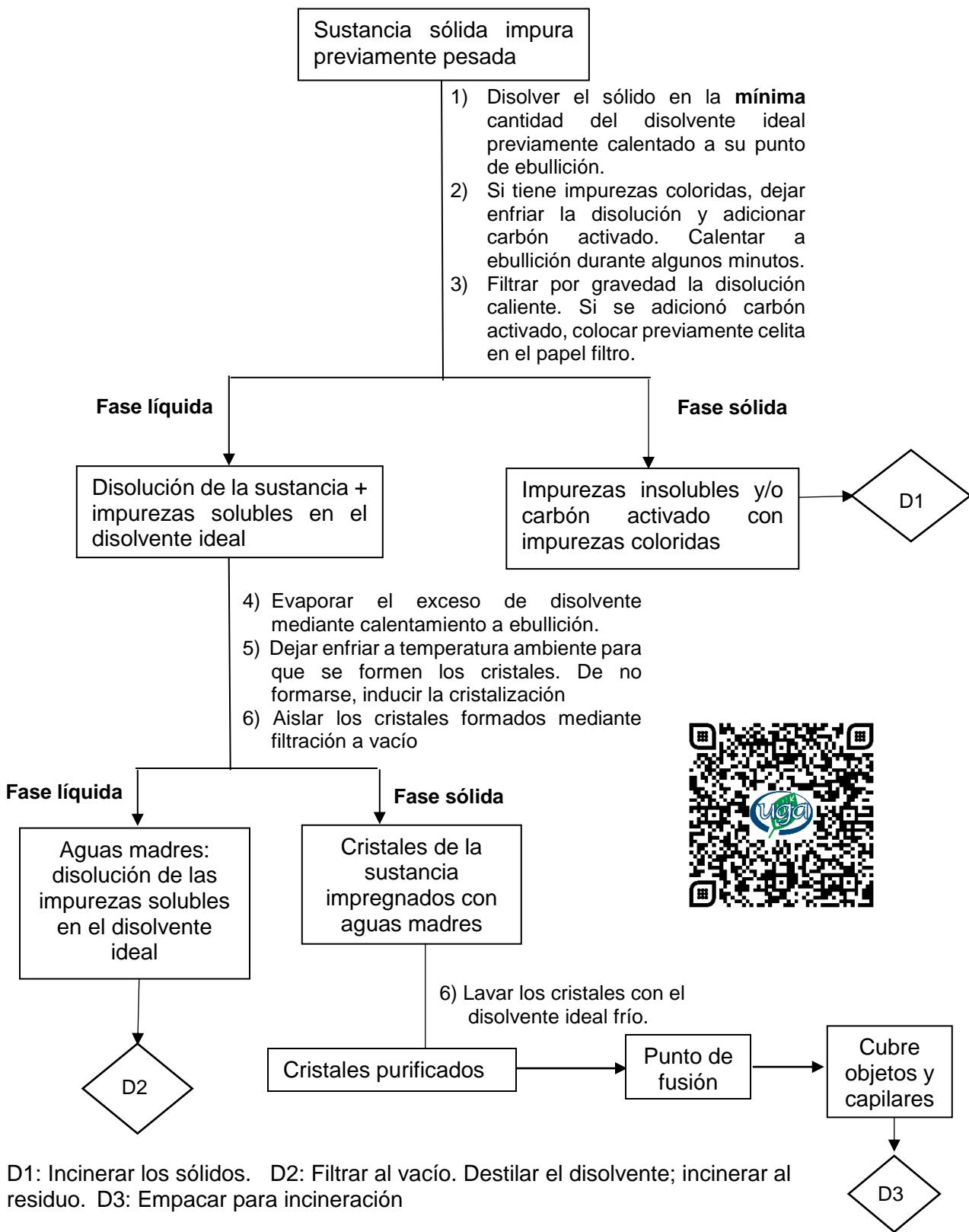
Pedersen S. F., Myers A. M., *Understanding the Principles of Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Brooks and Cole, USA, 2011.

Apéndice I.- Conocimientos previos

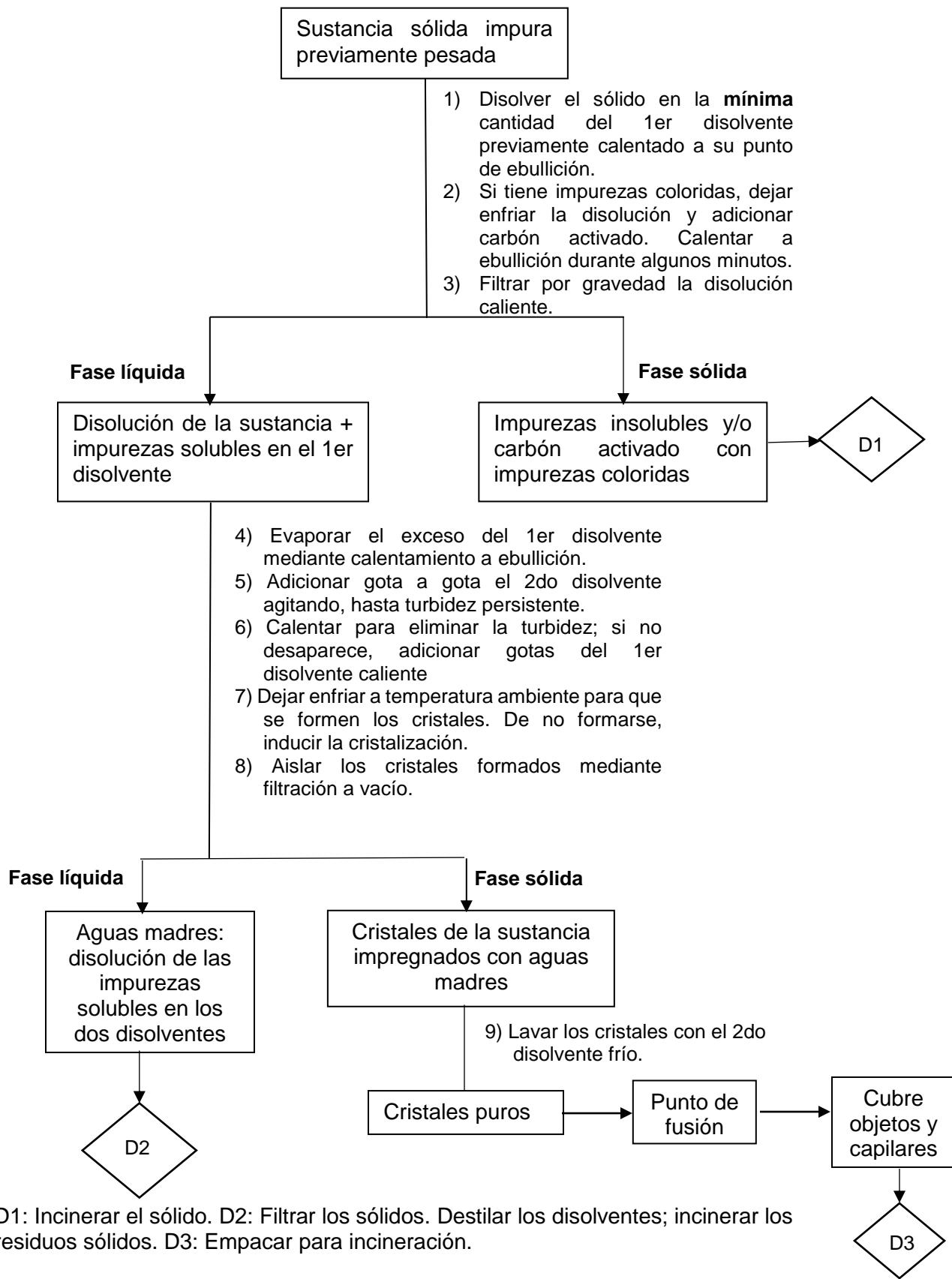
- a) Pruebas de solubilidad con disolventes orgánicos para determinar al disolvente ideal de una cristalización simple o al par de disolventes de una cristalización por par de disolventes.
- b) Cristalización simple. Características del disolvente ideal, secuencia de la técnica de cristalización simple 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



Cristalización por par de disolventes con y sin carbón activado



COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

PRÁCTICA 2. 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, para determinar los puntos críticos que llevan a obtener al producto deseado con la mayor eficiencia posible.

➤ REACTIVOS

Cloruro de terc-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 o Stuart
-------------------	----------------------------------

➤ MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Matraz Kitazato con manguera	1
Barra para agitación magnética de ½ pulgada	1	Parilla con agitación magnética	1
Charola o nave de pesado	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Embudo Büchner con alargadera	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Embudo de filtración por gravedad (vidrio)	1	Recipiente de peltre	1
Embudo de separación con tapón	1	Recipiente de plástico	1
Espátula flexible	1	Trampa de humedad chica	1
Matraz redondo fondo plano de 25 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	2	Vidrio de reloj	1

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

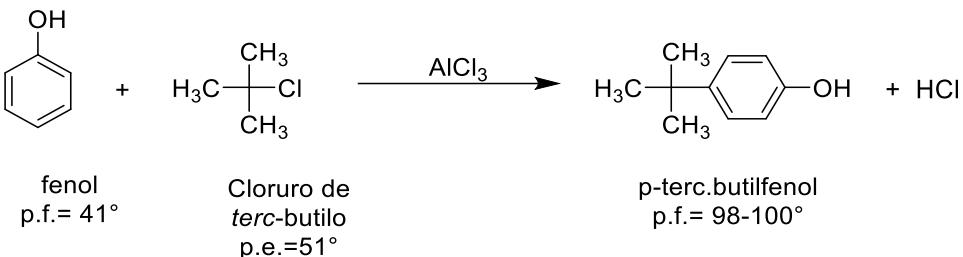


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	Fenol	Cloruro de terc-butilo	Tricloruro de aluminio	<i>p</i> -terc-Butilfenol
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				

PRECAUCIÓN

Tricloruro de aluminio anhídrico: **Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves, también es irritante para las vías respiratorias. Produce lesiones irreversibles en la piel, necrosis visible.**

Fenol: **Es altamente corrosivo por contacto cutáneo. Elevadamente tóxico por inhalación, ingestión y por absorción de la piel. Mutágeno. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares severas.**

Procedimiento:

Elabore una trampa de hidróxido de sodio, introduciendo en la trampa de humedad **completamente seca**, un pedazo pequeño de algodón, coloque 4 lentejas de NaOH y finalmente otro pedazo pequeño de algodón, como se muestra a continuación.



En el matraz redondo fondo plano **perfectamente seco**, coloque 0.25 g de fenol y 0.4 mL de cloruro de *terc*-butilo recién destilado, tape con un tapón de vidrio o con la trampa de NaOH y 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 con la trampa de NaOH y agite; se observará un burbujeo que se debe al desprendimiento de HCl, si tal burbujeo es muy intenso, sumerja el matraz de reacción en un baño de hielo hasta que se modere. Continué agitando manualmente; 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**, introduzcalo 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. Pese el producto purificado para determinar el rendimiento de la reacción y mida el punto de fusión.

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.

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

➤ 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. Si el sustituyente OH es un activante de la S_EAr ¿Por qué se obtiene únicamente el isómero para del *terc*-butilfenol?
5. Si utilizara ácido benzoico en lugar de fenol ¿Qué producto(s) orgánico(s) obtendría? ¿Por qué?
6. En los espectros de infrarrojo del fenol y del *p*-*terc*-butilfenol, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
7. En los espectros de RMN¹H del fenol y del *p*-*terc*-butilfenol, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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

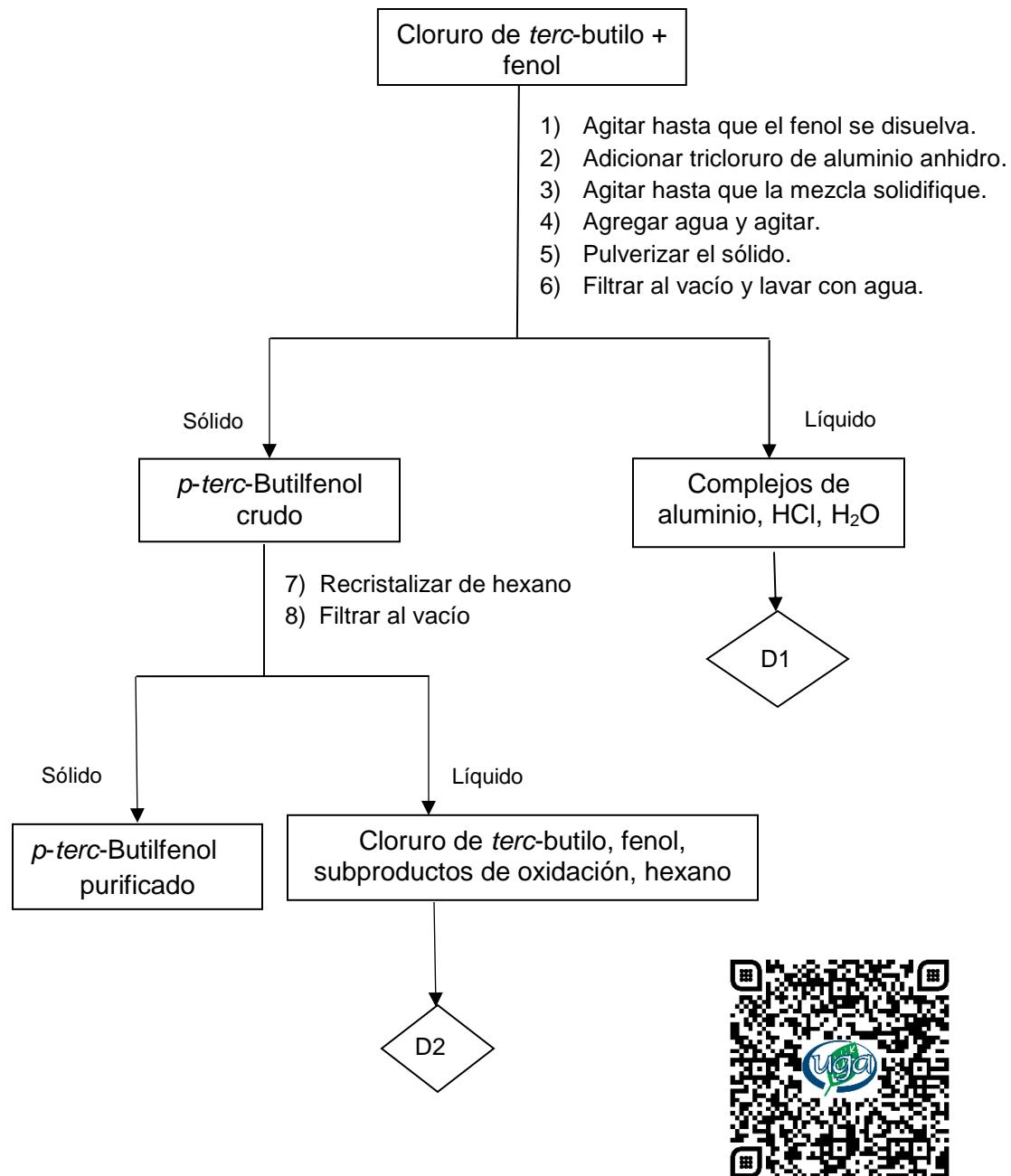
T.L. Jacobs, W.E. Trucer y G.R. Robertson, *Laboratory Practice of Organic Chemistry*, McMillan Publishing Company, 5ta. edición, Estados Unidos, 1974.

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.

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 terciario 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 anhídrico	1.0 g	Sulfato de sodio anhídrico	1.0 g
Disolución de bicarbonato de sodio al 10%	5.0 mL	Etanol técnico	1.0 mL

➤ EQUIPO

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

➤ MATERIAL

Barra magnética de $\frac{1}{2}$ pulgada	1	Parrilla con agitación magnética	1
Charola de plástico o nave de pesado	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Embudo de filtración por gravedad (vidrio)	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Embudo de separación con tapón	1	Recipiente de plástico	1
Espátula	1	Tubo de ensayo de 12 x 75 mm	2
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	1	Vidrio de reloj	1

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

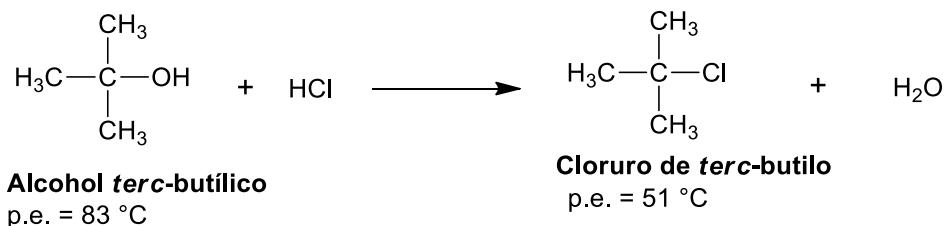


Tabla 1. Datos Estequiométricos

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

PRECAUCIÓN. Ácido clorhídrico concentrado: Es altamente corrosivo a la piel y membranas mucosas. Irritante severo por contacto ocular y cutáneo, pudiendo causar quemaduras serias. Si se calienta una disolución concentrada de ácido clorhídrico, se desprende cloruro de hidrógeno, el cual es extremadamente corrosivo e irritante.

Procedimiento:

Coloque en un matraz Erlenmeyer de 50 mL, 2.5 mL de alcohol *terc*-butílico, 8 mL de ácido clorhídrico 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

COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

bicarbonato de sodio al 10% en cada lavado; transfírala a un matraz Erlenmeyer y séquela con sulfato de sodio anhídrico. Decante el producto a una probeta graduada limpia y seca para medir su volumen y determinar el rendimiento. Realice las pruebas cualitativas de identificación.

Pruebas de identificación

- 1. Identificación de halógenos:** En un tubo de ensayo coloque 5 gotas de disolución acuosa de nitrato de plata al 5%, adicione 0.5 mL de etanol y agite; agregue 3 gotas del producto obtenido y agite. Observe e interprete el resultado de la prueba.
- 2. Identificación de insaturaciones:** En un tubo de ensayo coloque 2 gotas de una disolución de bromo en diclorometano, adicione 2 gotas del producto obtenido 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?
- 4.- En el embudo de separación ¿Por qué el producto se encontraba en la fase superior?
- 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 RMN¹H 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.

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 cada reacción.
- b) Reacciones de sustitución nucleofílica unimolecular (S_N1). Características, mecanismo, cinética (ecuación de velocidad y orden total de la velocidad de reacción), reactividad relativa de los sustratos, estereoquímica, influencia del disolvente.
- c) Tabla de nucleófilos en la que se les clasifique como fuertes, moderados y débiles.

Apéndice II. Preparación de reactivos

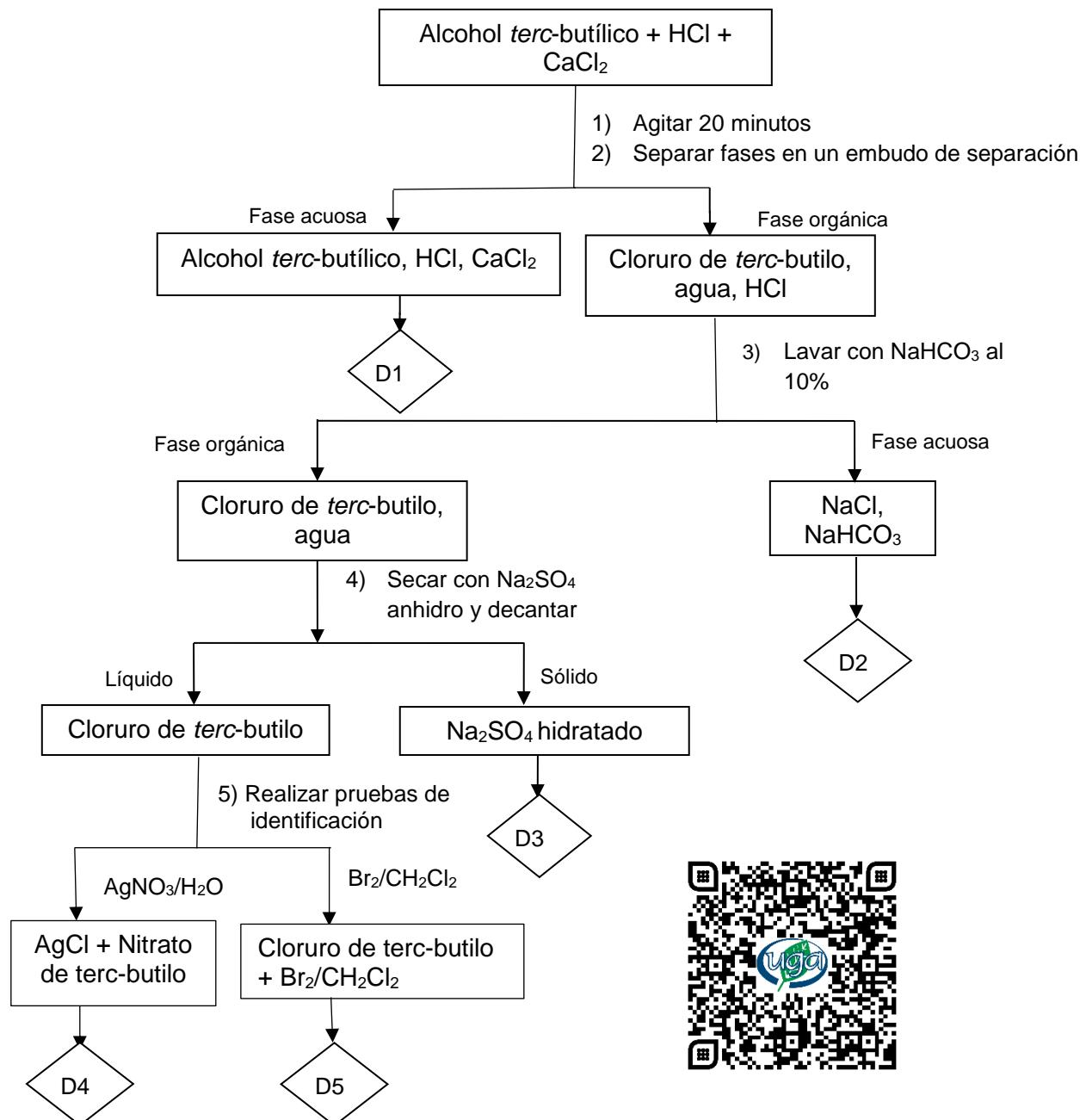
Disolución de bicarbonato de sodio al 10%. Colocar 100 g de bicarbonato de sodio en un matraz aforado de 1.0 litro, aforar con agua destilada y agitar hasta la completa disolución del bicarbonato de sodio.

Disolución de bromo en diclorometano. Disolver con agitación moderada, 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 un matraz aforado de 100 mL, adicionar 20 mL de agua destilada, agitar hasta disolver por completo el $AgNO_3$, aforar con agua destilada.

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.

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 distintas 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 %	1.5 mL	Disolución de carbonato de sodio al 15%	8 mL

➤ EQUIPO

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

➤ MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL	3
Barra para agitación magnética de $\frac{1}{2}$ pulgada	1	Matraz Kitazato con manguera	1
Charola de plástico para pesar	1	Parrilla con agitación magnética	1
Bomba de agua sumergible	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Embudo Büchner con alargadera	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Embudo de filtración por gravedad (vidrio)	1	Recipiente de peltre	1
Embudo de separación con tapón	1	Refrigerante con mangueras	1
Espátula	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz redondo de fondo plano de 25 mL	1	Vidrio de reloj	1

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

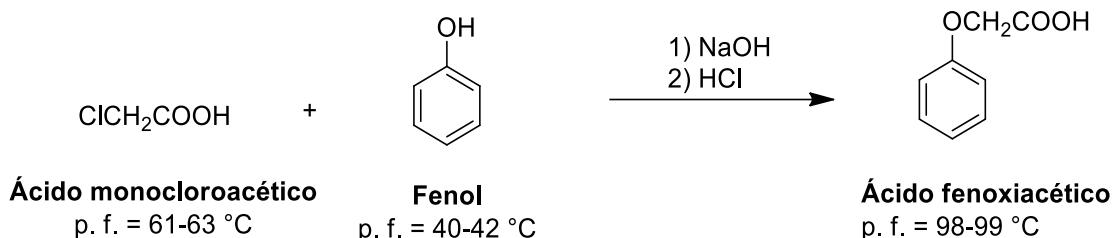


Tabla 1. Datos Estequiométricos

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				

PRECAUCIÓN

Ácido clorhídrico concentrado: Es altamente corrosivo hacia la piel y membranas mucosas. Irritante severo por contacto ocular y cutáneo, pudiendo causar quemaduras serias.

Hidróxido de sodio: Es extremadamente corrosivo e irritante hacia la piel y membranas mucosas, manejar con cuidado. Provoca quemaduras graves en la piel y ojos.

Fenol: Es altamente corrosivo por contacto cutáneo, puede producir lesiones graves en la piel y ojos.

Procedimiento:

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

- a. Realice una extracción múltiple con acetato de etilo, usando dos porciones de 5 mL cada una (2 x 5 mL); junte los extractos orgánicos en el embudo de separación.
- b. Lave la fase orgánica con 5 mL de agua destilada.
- c. Realice una extracción ácido-base de la fracción orgánica utilizando 4.0 mL de disolución de Na₂CO₃ al 15%; colecte el extracto acuoso 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 3*); manténgala en el baño de hielo unos minutos para promover la precipitación completa del producto. Separe el sólido por filtración al vacío, lávelo con agua destilada y déjelo secar.

Determine la masa del producto seco para calcular el rendimiento y mida su punto de fusión.

Notas:

- 1) No olvide untar un poco de grasa en la parte esmerilada del tapón de vidrio y del refrigerante.
- 2) Si durante el calentamiento la mezcla de reacción se hace pastosa, adicione de 1 a 2 mL de agua destilada.
- 3) 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. ¿Qué puede suceder si se utiliza una cantidad de hidróxido de sodio considerablemente mayor que la cantidad anteriormente calculada?

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, del fenol 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, del fenol y del ácido fenoxiacético, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

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

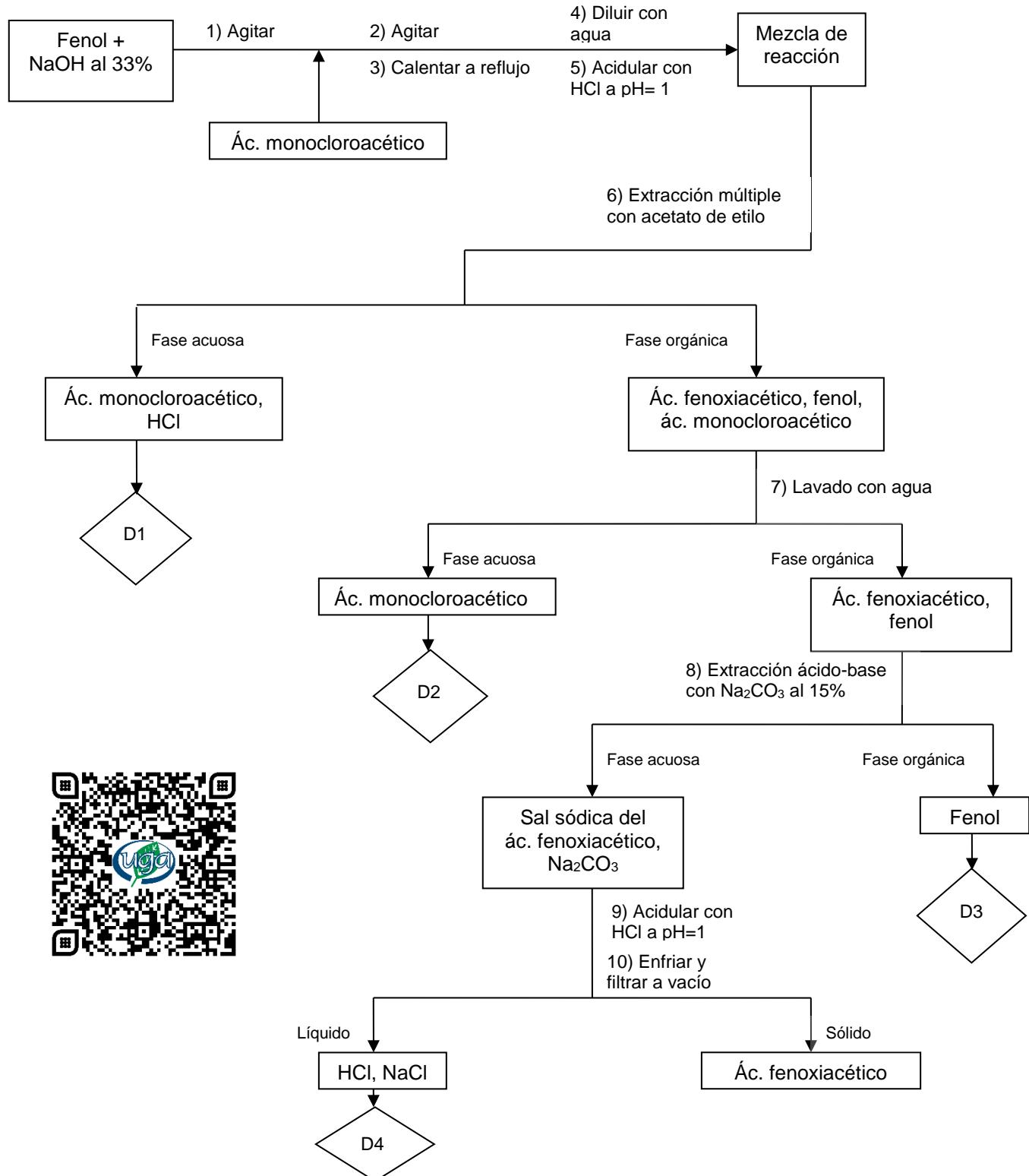
- a) Reacción de sustitución nucleofílica bimolecular (S_N2). Características, mecanismo, cinética (ecuación de velocidad y orden total de la velocidad de reacción), reactividad relativa de los sustratos y estereoquímica.
- b) Métodos de obtención de éteres.
- c) Síntesis de Williamson. Características y condiciones experimentales de reacción.
- d) 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.

Apéndice III: Disposición de residuos. Obtención de Ácido Fenoxiacético



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.

PRÁCTICA 5. REACCIONES DE ELIMINACIÓN UNIMOLECULAR

REACCIONES DE DESHIDRATACIÓN CATALÍTICA DE ALCOHOLES. OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Sintetizar un alqueno mediante la reacción de 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 cuál es el método más eficiente para obtener un alqueno, a partir de la reacción reversible de deshidratación de alcoholes.

➤ REACTIVOS

Ciclohexanol	3.0 mL	Bicarbonato de sodio	1.0 g
Ácido sulfúrico concentrado	0.25 mL	Disolución de bromo en diclorometano	0.2 mL
Sulfato de sodio anhídrico	1.0 g	Disolución acuosa de permanganato de potasio al 0.2%	0.5 mL
Disolución de bicarbonato de sodio al 10%	5 mL		

➤ EQUIPO

Balanza analítica

➤ MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Parrilla con agitación magnética	1
Barra para agitación magnética de ½ pulgada	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Bomba de agua sumergible	1	Portatermómetro	1
Colector con oliva	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Embudo de filtración por gravedad (vidrio)	1	Recipiente de peltre	1
Embudo de separación con tapón	1	Recipiente de plástico	1
Espátula	1	Refrigerante con mangueras	1
Matraz redondo fondo plano de 25 mL	1	“T” de destilación	1
Matraz redondo fondo redondo de 25 mL	1	Termómetro	1
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	1	Tubo de ensayo de 12 X 75 mm	2
Matraz Erlenmeyer de 10 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1

➤ **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:

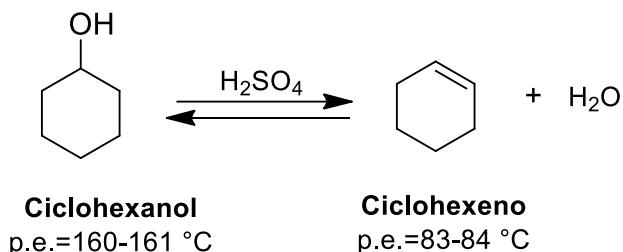


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	Ciclohexanol	Ácido sulfúrico Concentrado	Ciclohexeno
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			

PRECAUCIÓN. Ácido sulfúrico concentrado: Es altamente corrosivo por contacto cutáneo y ocular. Provoca quemaduras graves en la piel y ojos.

Procedimiento:

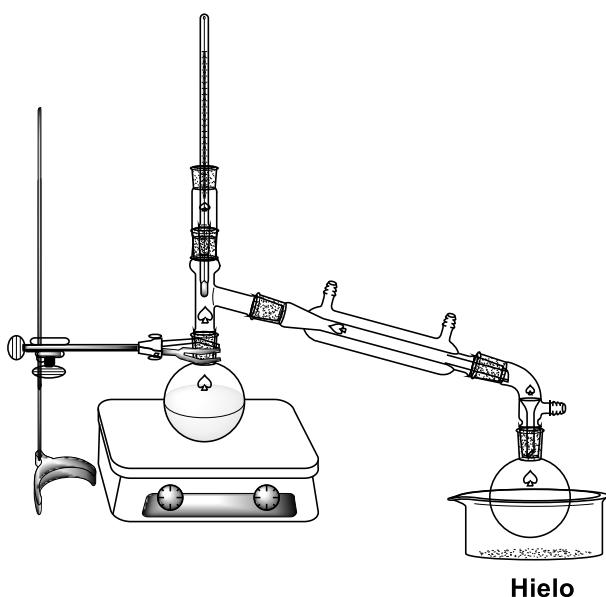
Método A. Por destilación.

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. Colete 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 desmontarlo, retire primero el matraz redondo con el destilado.

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 de 10 mL 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.



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 con una varilla de vidrio. Decante la mezcla a un embudo de separación y elimine la fase acuosa. Lave 2 veces la fase orgánica con una disolución de bicarbonato de sodio al 10%, empleando dos porciones de 2.5 mL cada una. Transfiera la fase orgánica a un matraz Erlenmeyer de 10 mL 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.

Pruebas de insaturación

1) Reacción con disolución de Br_2 en CH_2Cl_2

En un tubo de ensayo coloque aproximadamente 0.2 mL de disolución de bromo en diclorometano, agregue aproximadamente 0.2 mL de producto y agite. Registre sus observaciones. Escriba la reacción que se lleva a cabo.

2) Reacción con disolución de $KMnO_4$ en H_2O

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

Con los resultados obtenidos, complete la siguiente tabla.

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) Desarrolle el mecanismo de reacción de la obtención de ciclohexeno a partir de ciclohexanol con H_2SO_4 como catalizador.
- 4) 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.
- 5) ¿Con cuál de los dos métodos realizados se alcanzó un mayor rendimiento de ciclohexeno? ¿Con qué método se obtuvo un producto de mejor calidad? Explique la razón de estos resultados.
- 6) En los espectros de infrarrojo del ciclohexanol y del ciclohexeno, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 7) En los espectros de RMN¹H del ciclohexanol y del ciclohexeno, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

➤ 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.

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) Estrategias experimentales 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.

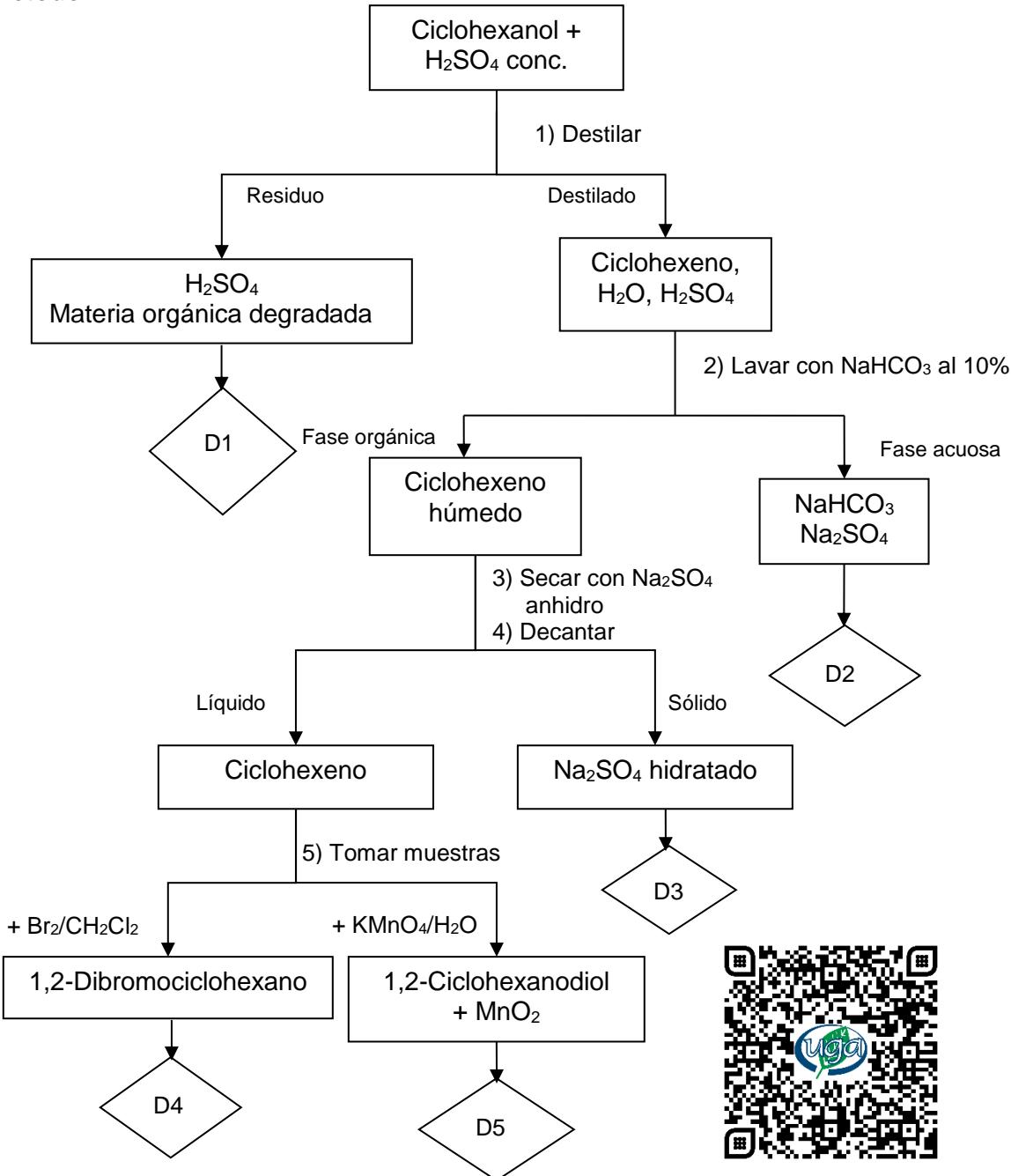
Disolución acuosa de permanganato de potasio al 0.2%. Colocar 2.0 g de permanganato de potasio y una barra magnética en un matraz aforado de 1.0 litro, aforar con agua destilada y agitar magnéticamente hasta la completa disolución del permanganato de potasio.

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.

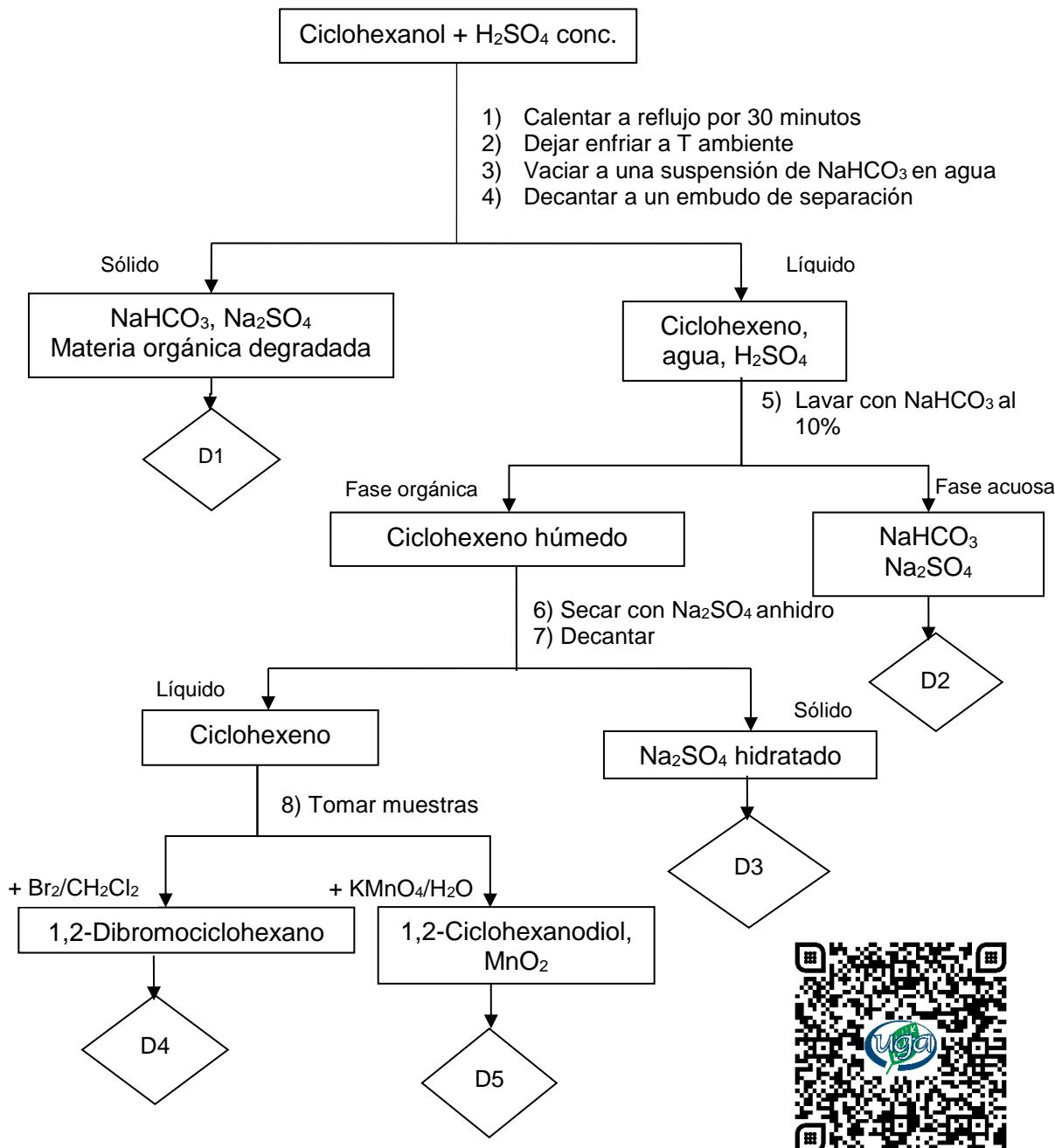
D3: Secar.

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

D5: Filtrar, confinar el sólido (MnO_2), neutralizar el filtrado y desechar por el drenaje.

OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO

Método B



PRÁCTICA 6. REACCIONES DE OXIDACIÓN DE ALCOHOLES**OBTENCIÓN DE BENZOFENONA****➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS**

- a) Ejemplificar la síntesis de cetonas mediante la oxidación de alcoholes secundarios, utilizando un oxidante amigable con el medio ambiente.
- b) Realizar una prueba de identificación cualitativa a la cetona obtenida.

➤ PROBLEMA

Determinar las condiciones de reacción necesarias para obtener una cetona en un medio oxidante fuerte; verificar la obtención del producto mediante una prueba de identificación cualitativa y cromatografía en capa fina.

➤ REACTIVOS

Bencidrol	0.3 g	Disolución de hidróxido de sodio al 10%	
Hipoclorito de sodio al 12-13%	6 mL	Acetato de etilo	3 mL
Ácido acético glacial	4 mL	Hexano	9 mL
Hidróxido de sodio (lentejas)	4	Disolución etanólica ácida de 2,4-dinitrofenilhidrazina	0.5 mL

➤ EQUIPO

Balanza analítica	Aparato Fisher-Jhons o Stuart
Lámpara de luz UV	

➤ MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Barra de agitación magnética	1	Pinzas para cromatografía	1
Bomba de agua sumergible	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Cámara de elución con tapa	1	Recipiente de peltre	1
Charola de plástico para pesar	1	Recipiente de plástico	1
Embudo Buchner con alargadera	1	Refrigerante con mangueras	1
Espátula	1	Tapón de vidrio	1
Frasco vial	2	Trampa de humedad	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Tubo de ensayo de 12 X 75 mm	1
Matraz Kitasato con manguera		Vaso de precipitados de 50 mL	2
Matraz redondo fondo plano de 25 mL	1	Vidrio de reloj	1
Parilla con agitación magnética	1		

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

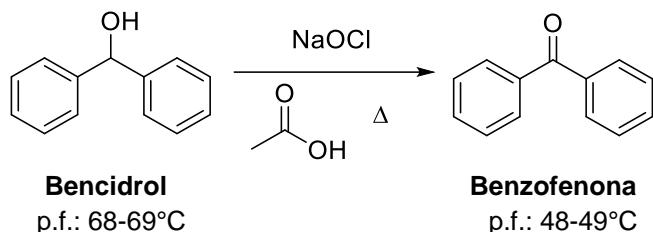


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	Bencidrol	Hipoclorito de sodio	Ácido acético glacial	Benzofenona
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				

PRECAUCIÓN. Hidróxido de sodio: Es altamente corrosivo e irritante, provoca quemaduras graves en la piel y ojos.

Procedimiento:

Elabore una trampa de hidróxido de sodio, introduciendo en la trampa de humedad **completamente seca**, un pedazo pequeño de algodón, coloque 4 lentejas de NaOH y finalmente otro pedazo pequeño de algodón, como se muestra a continuación.



En un matraz redondo de fondo plano de 25 mL, coloque 0.3 g de bencidrol y la barra de agitación magnética. Introduzca el matraz en un baño de hielo y adicione 6 mL de una

disolución de hipoclorito de sodio al 13%. Posteriormente, adicione lentamente **en la campana**, 0.4 mL de ácido acético glacial (*nota*), tape el matraz con el tapón de vidrio y regrese a la mesa de trabajo; retire el tapón y coloque rápidamente el refrigerante en posición de reflujo y la trampa de NaOH. Calentar la mezcla de reacción a reflujo durante 40 minutos con agitación vigorosa.

Concluido el tiempo de calentamiento, deje enfriar el sistema y transfiera la mezcla de reacción a un matraz Erlenmeyer de 50 mL. Mida el pH y si es necesario, ajústelo a 7, agregando gota a gota una disolución de NaOH al 10%.

Coloque la mezcla en un baño de hielo y déjela en reposo para promover la precipitación completa del producto. Filtre al vacío el sólido y lávolo con agua fría. Determine la masa y el punto de fusión del producto obtenido. Realice una cromatografía en capa fina comparativa del producto (disuelto en acetona o acetato de etilo) y del bencidrol (disuelto en metanol o acetato de etilo), usando como eluyente una mezcla de hexano:acetato de etilo, 90:10.

Nota: Antes de adicionar el ácido acético, prepare el sistema de reflujo para adaptarlo al matraz lo más rápidamente posible.

Prueba de identificación

En un tubo de ensayo coloque tres gotas del producto obtenido, adicione 5 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) ¿Por qué es necesario adicionar ácido acético al medio de reacción?
- 2) ¿Por qué el uso de NaOCl se considera un método de oxidación qué se apega a algunos principios de la química verde?
- 3) ¿Qué otros agentes oxidantes amigables con el medio ambiente podrían haberse utilizado para oxidar el bencidrol a benzofenona? Escriba las ecuaciones de reacción con los agentes oxidantes propuestos y las condiciones experimentales necesarias.
- 4) Escriba la ecuación de reacción completa de la prueba de identificación realizada al producto de la reacción efectuada. Indique el nombre y apariencia del producto orgánico obtenido en esta reacción.
- 5) En los espectros de infrarrojo del bencidrol y de la benzofenona, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 6) En los espectros de RMN¹H del bencidrol y de la benzofenona, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

McMurry, J., Química Orgánica, 8a edición, Cengage Learning, México, 2014, p. 623-626, 698-701.

Gevorg, S. (2023, 31 marzo). Alcohol Oxidation Mechanisms and Practice Problems. Chemistry Steps. www.chemistrysteps.com/oxidation-of-alcohols/

Wade, L. G. Jr., Química Orgánica, 5a edición, Prentice Hall, España, 2004.

Khuong, K. S.; Greener Oxidation of Benzhydrol: Evaluating Three Oxidation Procedures in the Organic Laboratory, J. Chem. Educ. 2017, 94 (4), p. 534-537.

Carreño, L. Á., Rueda, A. M., Reyes, S., Muñoz, F., Cancino, J., Fernández, M. (2022). Química verde: Conceptos básicos y aplicaciones. Colombia: Ediciones UIS.

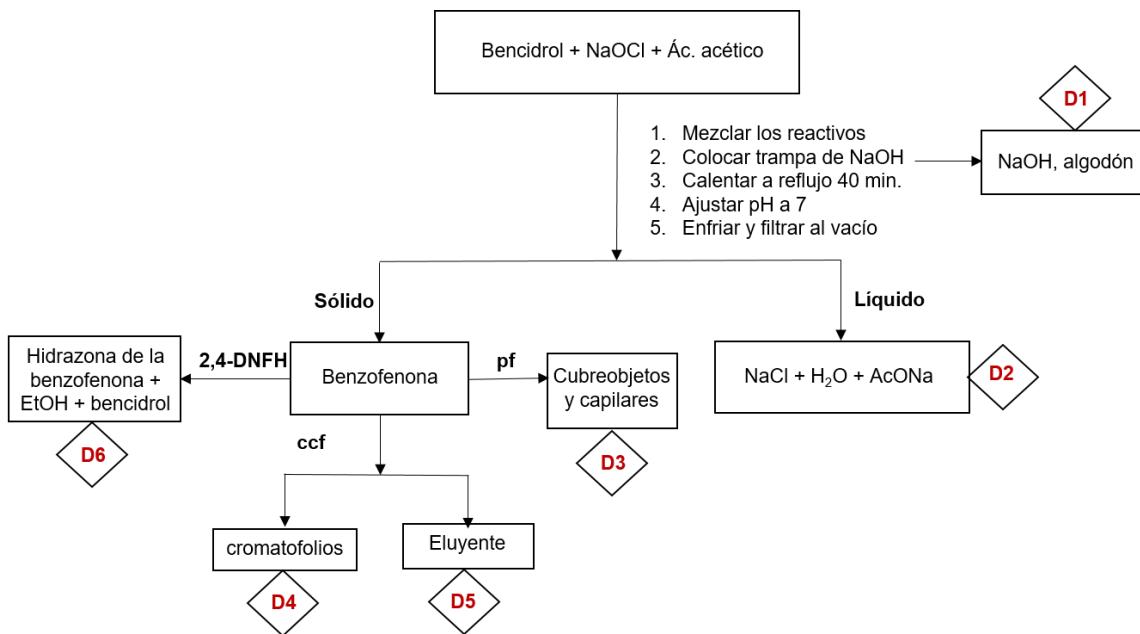
Apéndice I. Conocimientos Previos

- a) Reacciones de oxidación de alcoholes a compuestos carbonílicos. Ecuaciones de reacción generales, características y agentes oxidantes más utilizados en cada tipo de reacción de oxidación.
- b) Condiciones experimentales para oxidar alcoholes secundarios a cetonas, utilizando hipoclorito de sodio.
- c) Prueba de identificación de aldehídos y cetonas con 2,4-dinitrofenilhidrazina (prueba de Brady). Ecuación general de la reacción, condiciones experimentales, apariencia de los productos.
- d) Química verde, filosofía y sus 12 principios.

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



D1: El algodón colocarlo en la charola de residuos para enviar a incineración.

D2: Si presenta producto, filtrar y medir pH, si es neutro desechar.

D3 y D4: Empacar y enviar a incineración.

D5: Enviar a incineración.

D6: Adsorber la disolución con carbón activado, filtrar y enviar el carbón activado a incineración.

PRÁCTICA 7. REACCIONES DE REDUCCIÓN DE CETONAS A ALCOHOLES

OBTENCIÓN DE BENCIDROL

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

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

➤ PROBLEMA

Comprobar que la reacción de reducción de una cetona con borohidruro de sodio se lleva a cabo eficientemente, utilizando el método tradicional de calentamiento a reflujo y también con ultrasonido como fuente de energía. Verificar que la cetona sea reducida en su totalidad al alcohol correspondiente, a través del análisis de la mezcla de reacción mediante cromatografía en capa fina.

➤ REACTIVOS

Benzofenona	0.16 g	Ácido clorhídrico al 10% v/v	3 mL
Borohidruro de sodio	0.1 g	Acetato de etilo	2 mL
Metanol	5 mL	Hexano	9 mL
Etanol	4 mL		

➤ EQUIPOS

Balanza analítica	Aparato Fisher-Johns o Stuart
Lámpara de luz UV	Equipo de ultrasonido

➤ MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Barra magnética	1	Pinzas para cromatografía	1
Bomba de agua sumergible	1	Recipiente de peltre	1
Cámara de elución con tapa	1	Recipiente de plástico	1
Charola de plástico para pesar	1	Parrilla con agitación magnética	1
Embudo Büchner con alargadera	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Espátula	1	Refrigerante con mangueras	1
Frasco vial	2	Tubo de ensayo de 13 x 100 mm	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz Kitazato con manguera	1	Vidrio de reloj	1
Matraz redondo fondo plano de 25 mL	1		

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

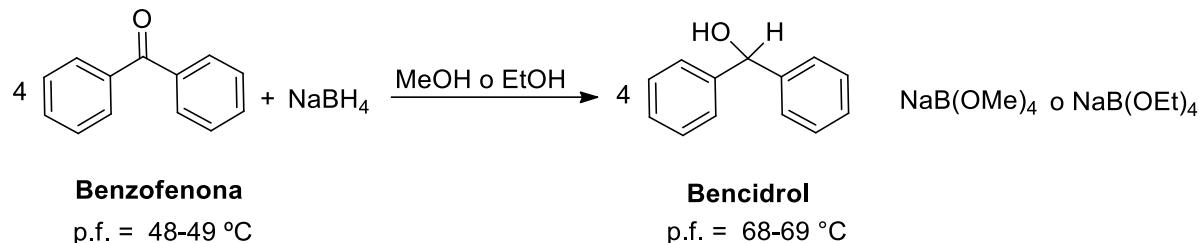


Tabla 1. Datos Estequiométricos

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			
Reactivos limitante			
Moles que reaccionan			
Moles teóricas finales			

Procedimiento:

a) Método tradicional

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 15 a 20 minutos.

Una vez concluido el tiempo de calentamiento, permita que se enfríe un poco la mezcla de reacción y realice una cromatografía en capa fina (ccf) de ésta, comparándola con la ccf de una disolución de benzofenona (usar acetato de etilo o metanol como disolvente); utilice como eluyente una mezcla hexano:acetato de etilo 90:10, revele con luz UV, anote sus observaciones.

Si en la ccf de la mezcla de reacción, se observa benzofenona sin reaccionar, caliente a reflujo durante 5 minutos más. Deje enfriar a temperatura ambiente 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.

b) Método alternativo con ultrasonido como fuente de energía

Coloque 0.16 g de benzofenona en un matraz Erlenmeyer de 50 mL, adicione 4 mL de etanol, agite hasta la disolución completa de la benzofenona. Agregue 0.1 g de borohidruro de sodio y agite. Tape el matraz con un tapón de corcho y sumérjalo en el baño de agua del equipo de ultrasonido, sosteniéndolo a un soporte mediante una pinza de tres dedos. Someta la mezcla de reacción a las ondas ultrasónicas a una temperatura de 50°C aproximadamente, durante 5 minutos.

Una vez concluido el tiempo de reacción, retire el matraz del baño, permita que la mezcla de reacción se enfríe un poco y realice una cromatografía en capa fina comparativa, utilizando como testigo una disolución de benzofenona (con metanol o acetato de etilo como disolvente); utilice como eluyente una mezcla hexano:acetato de etilo 90:10, revele con luz UV. Si en la ccf de la mezcla de reacción se observa benzofenona sin reaccionar, vuelva a colocarla en el equipo de ultrasonido y sonique durante 5 minutos más.

Adicione 4 mL de agua destilada y agite; acidule con ácido clorhídrico al 10% hasta pH de 1 o 2. Enfríe en baño de hielo, aíslle el sólido formado mediante filtración al vacío y lávelo con agua destilada. Deje el producto en el embudo Buchner 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.

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 razón de la diferencia entre los desplazamientos de ambas manchas en la cromatoplaca (diferencia de r_f 's).
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 BIBLIOGRAFICAS

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

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

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

G. Chatel, How Sonochemistry Contributes to Green Chemistry? *Ultrasonics Sonochemistry*, 40, 117-122 (2018).

Apéndice I. Conocimientos Previos

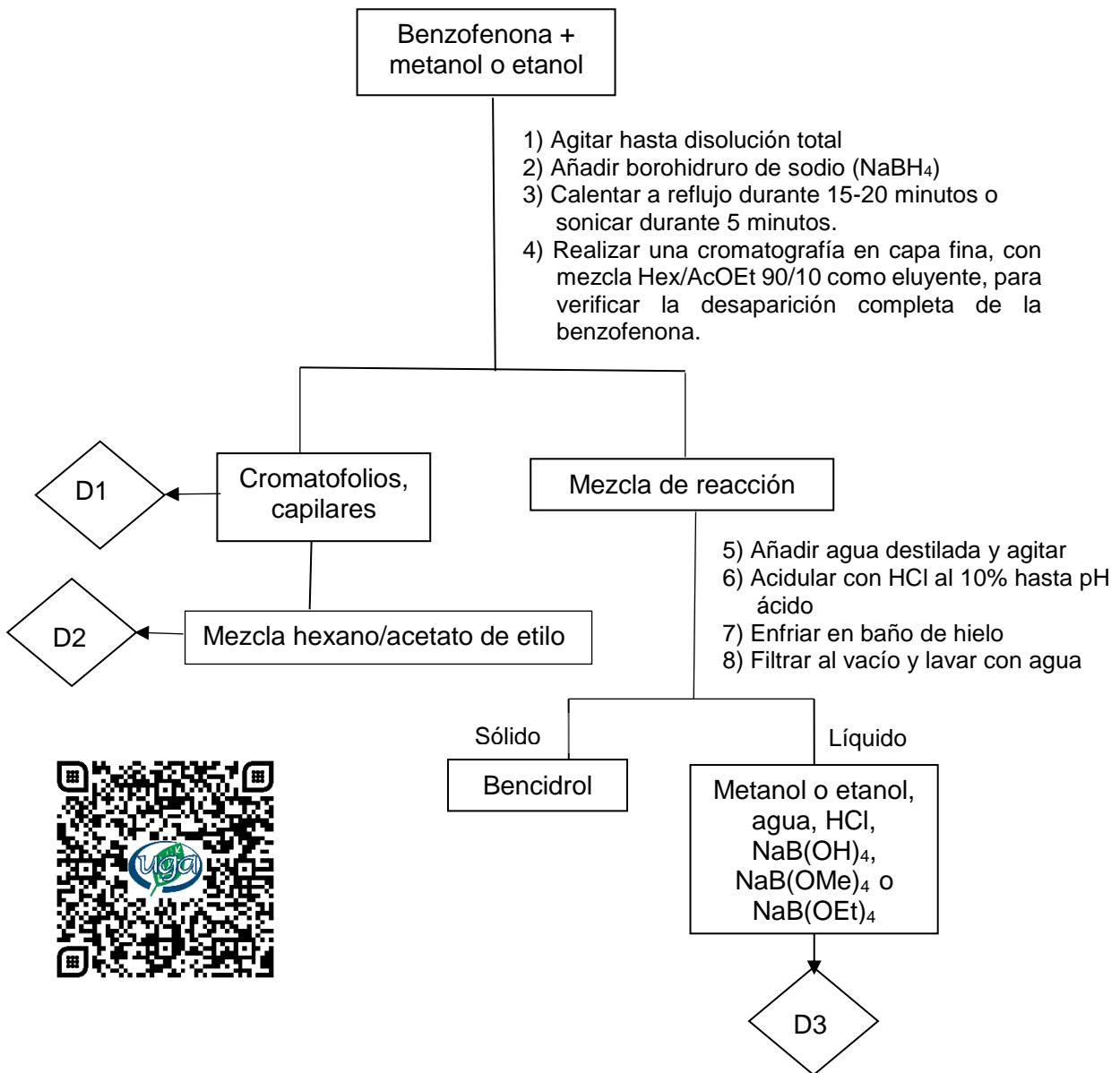
- a) Métodos de obtención de alcoholes por reducción de grupos carbonilo de aldehídos, cetonas, ácidos carboxílicos y ésteres; ecuaciones de reacción generales, características de cada reacción.
- b) Diferentes tipos de agentes reductores de compuestos carbonílicos a alcoholes; características y uso específico de cada agente reductor.
- 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: Empacar para incineración.

D2: Separar y purificar mediante destilación fraccionada.

D3: Filtrar, mandar los sólidos a incineración, neutralizar el filtrado, recuperar el disolvente orgánico por destilación y mandar el residuo a incineración.

PRÁCTICA 8. REACCIONES DE CONDENSACIÓN ALDÓLICA

OBTENCIÓN DE *p*-DIANISALACETONA

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Ejemplificar una reacción de condensación aldólica cruzada
- Obtener *p*-dianisalacetona, mediante la estrategia de condensación aldólica cruzada dirigida.

➤ PROBLEMA

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

➤ REACTIVOS

<i>p</i> -Anisaldehído	0.35 mL	Ácido clorhídrico 1:1	1.0 mL
Acetona R.A.	0.1 mL	Acetato de etilo	5.0 mL
Hidróxido de sodio	0.25 g	Hexano	7.0 mL
Etanol técnico	20 mL		

➤ EQUIPOS

Balanza analítica	Aparato Fisher-Johns o Stuart
Lámpara de luz UV	

➤ MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Barra para agitación magnética	1	Pinzas para cromatografía	1
Cámara de elución con tapa	1	Pipeta Pasteur con jeringa	1
Embudo Büchner con alargadera	1	Recipiente de peltre	1
Embudo de vidrio	1	Recipiente de plástico	1
Espátula	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Frasco vial	2	Termómetro	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz Kitazato con manguera	1	Vidrio de reloj	1
Parrilla con agitación magnética	1		

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

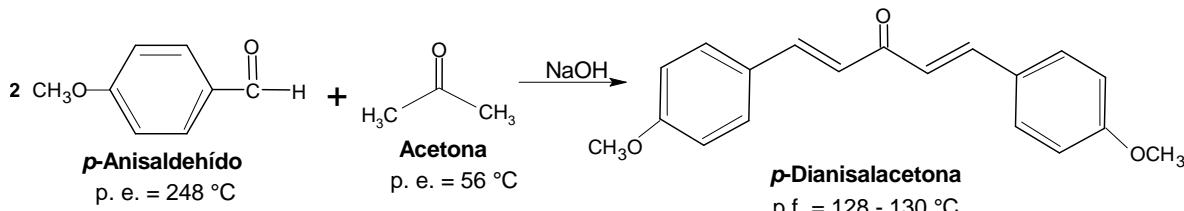


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>p</i> -Anisaldehído	Acetona	Hidróxido de sodio	<i>p</i> -Dianisalacetona
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				

PRECAUCIÓN. Hidróxido de sodio: Es altamente corrosivo e irritante, provoca quemaduras graves en la piel y ojos.

Procedimiento:

En un matraz Erlenmeyer de 50 mL, pese aproximadamente 0.3 g de hidróxido de sodio (3 lentejas), introduzca una barra magnética y adicione 3 mL de agua destilada, agite magnéticamente hasta la completa disolución del NaOH; adicione 3 mL de etanol y agite. Agregue a la disolución, 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, utilizando la pipeta Pasteur con jeringa y con una suave agitación magnética, 0.1 mL de acetona anhidra. Retire el baño de agua, agite con una temperatura de alrededor de 40-45 °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. Realice la ccf del producto junto con la del *p*-anisaldehído; utilice como eluyente una mezcla hexano: acetato de etilo 70:30, revele con luz UV y anote sus observaciones.

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 reacción se obtiene el compuesto β -hidroxi-carbonílico (aldol)? ¿qué especie actúa como nucleófilo y cómo se forma? Represente la formación del nucleófilo con una ecuación de reacción.
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 *p*-dianisalacetona.
4. Para obtener el rendimiento más alto posible de *p*-dianisalacetona ¿Cuál debe ser el orden de adición de los reactantes y cómo debe ser la forma de adicionarlos? ¿Por qué este orden y forma de adición promueven la obtención del producto deseado?
5. En los espectros de infrarrojo del *p*-anisaldehído y de la *p*-dianisalacetona, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
6. En los espectros de RMN¹H del *p*-anisaldehído y de la *p*-dianisalacetona, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

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

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

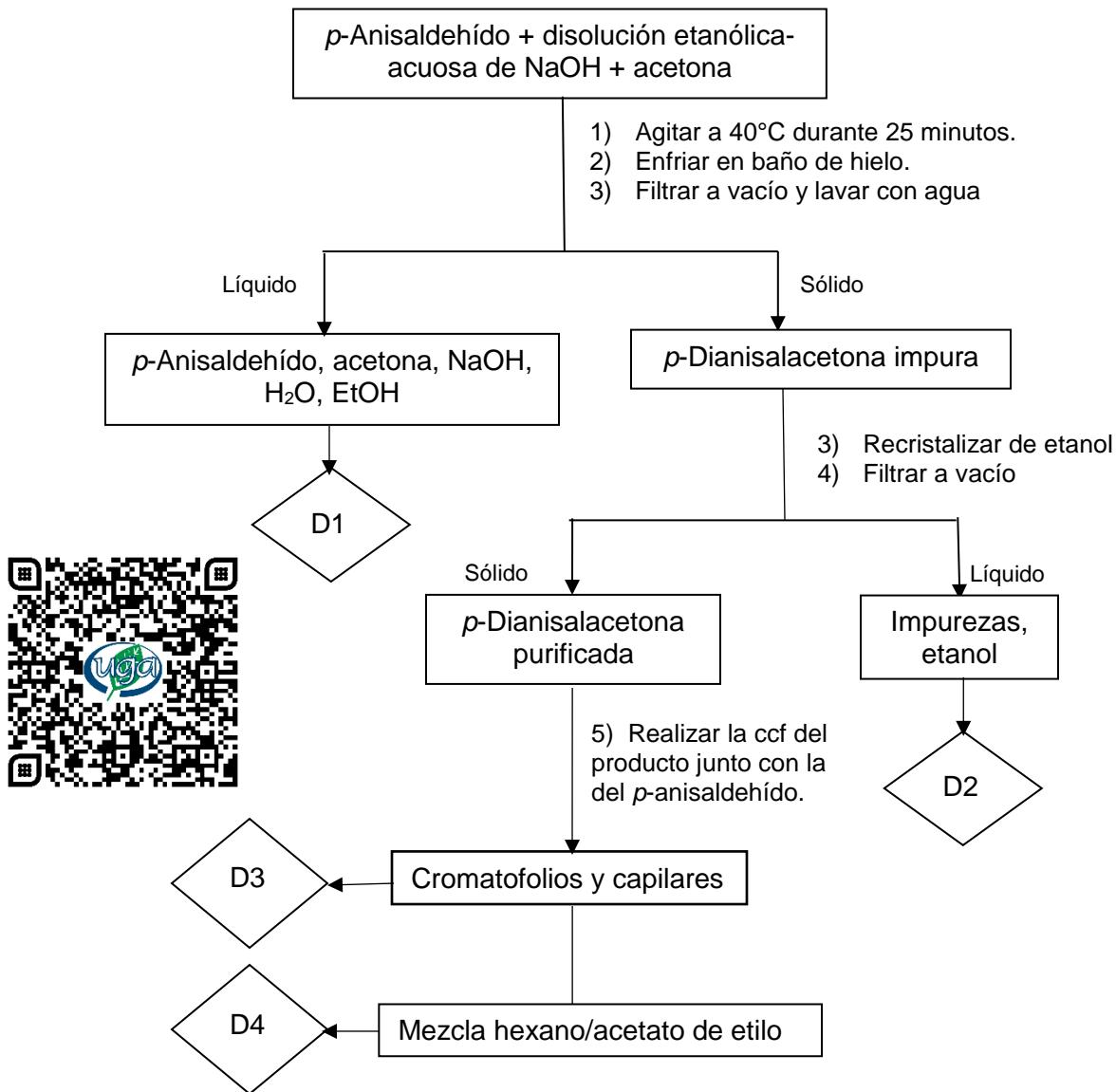
- a) Reacciones de condensación aldólica simple. Características, mecanismo de reacción en medio básico, aplicaciones en síntesis orgánica.
- b) Reacciones de deshidratación de aldoles para obtener compuestos carbonílicos α,β -insaturados. Características, mecanismo en medio básico, aplicaciones sintéticas.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

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 *p*-DIANISALACETONA



PRÁCTICA 9A. 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
Etilénglico	12 mL		

➤ EQUIPOS

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

➤ MATERIAL

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

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

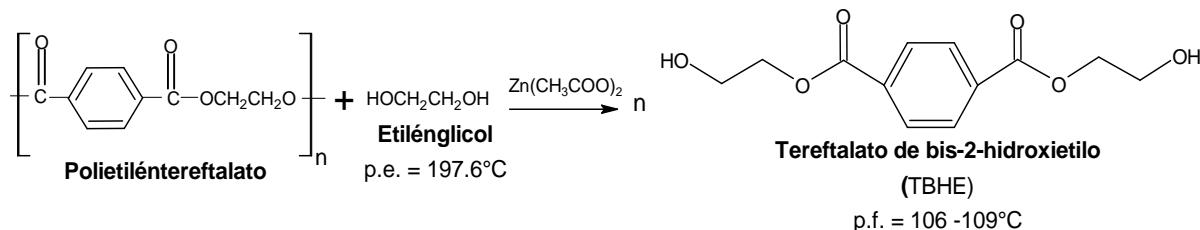


Tabla 1. Datos Estequiométricos

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			
Reactivos 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 para promover la precipitación del producto, en caso necesario, raspe las paredes del matraz con una varilla de vidrio y/o agregue un poco de hielo. Aísle el sólido 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. Determine su masa y 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.

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

Considerando que, en teoría, por cada unidad repetitiva del polietiléntereftalato se espera obtener una 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 (5 ml aproximadamente), 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. Cuide de no usar demasiado etilenglicol para evitar que la precipitación del TBHE se dificulte.

➤ 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) En los espectros de infrarrojo del polietiléntereftalato, del etilenglicol y del TBHE, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 6) En los espectros de RMN¹H del polietiléntereftalato, del etilenglicol y del TBHE, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

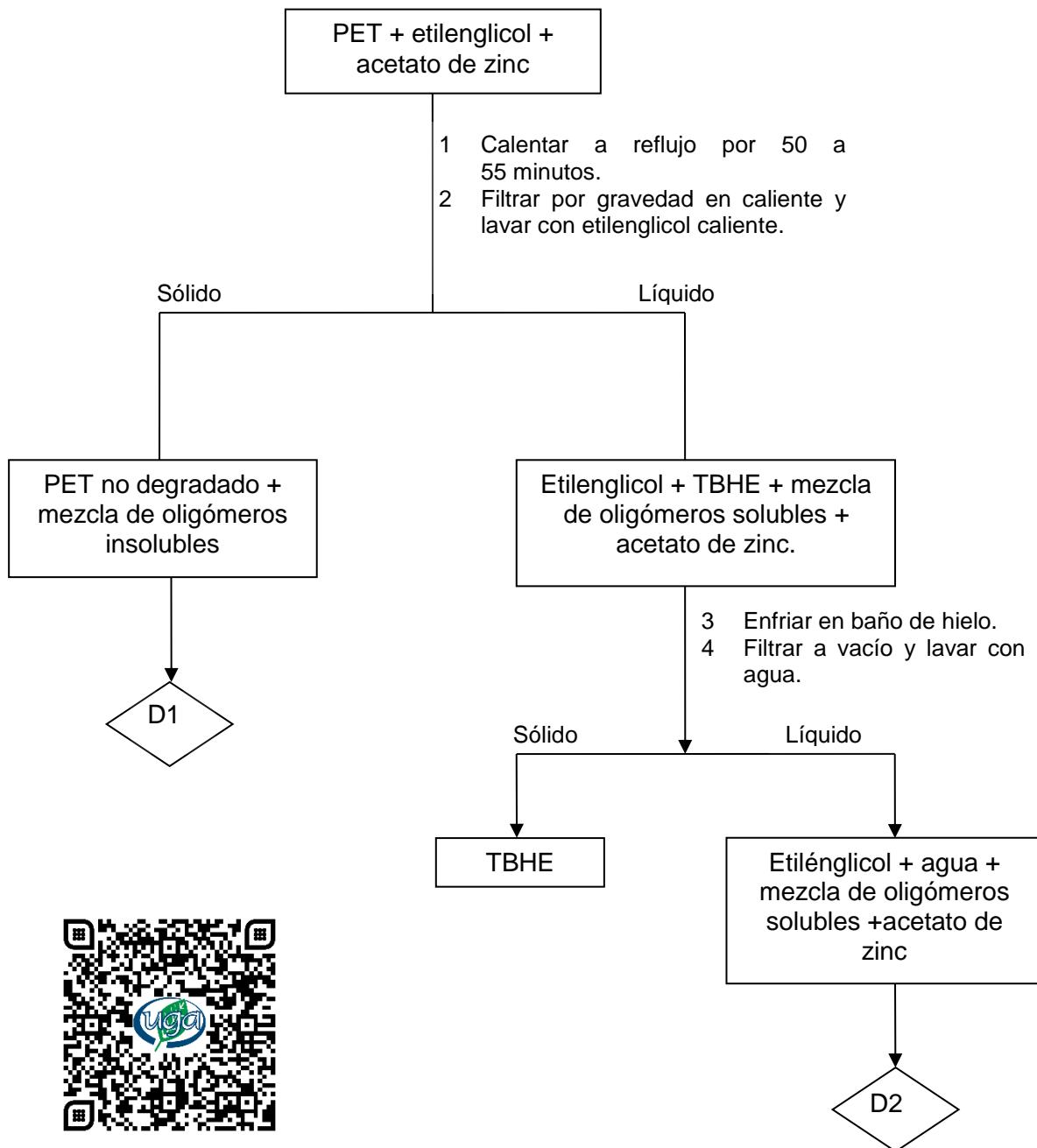
- F. Rodríguez, *Principles of Polymer Systems*, Mc Graw-Hill, Estados Unidos, 1970.
- R.J. Fessenden y J.S. Fessenden, *Organic Chemistry*, Brooks/Cole Publishing Company, 5ta. edición, Estados Unidos, 1994.
- R.B. Seymour, *Polymers are Everywhere*, Journal of Chemical Education, 65, 1988, 327-334.

Apéndice I: Conocimientos previos

- a) Reacción de transesterificación. Características, condiciones de reacción experimentales, 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 POLIETILÉNTEREFTALATO



D1: Reutilizar en otro ciclo de glicólisis.

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

PRÁCTICA 9B. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA DE ACILO

OBTENCIÓN DE GLIPTAL Y POLIAMIDA

➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Ilustrar las reacciones de sustitución nucleofílica de acilo (S_NAc), mediante la obtención de dos polímeros que se forman mediante polimerización por condensación.
- Efectuar pruebas de calentamiento para clasificar a los polímeros obtenidos como termofijos o termoplásticos.

➤ PROBLEMA

Sintetizar al polímero gliptal y a una poliamida, clasificarlos de acuerdo a su comportamiento frente al calor y determinar la relación de este comportamiento con la forma del polímero y sus aplicaciones.

➤ REACTIVOS

Anhídrido ftálico	0.5 g	Hexametilendiamina	0.125 g
Glicerina	0.2 g	Cloruro de isoftaloílo	0.4 g
Acetato de sodio	0.1 g	Hidróxido de sodio al 20 %	0.5 mL
Ácido sulfúrico concentrado	0.1 mL	Cloroformo o diclorometano	5.0 mL
Octametiléndiamina	0.125 g		

➤ EQUIPO

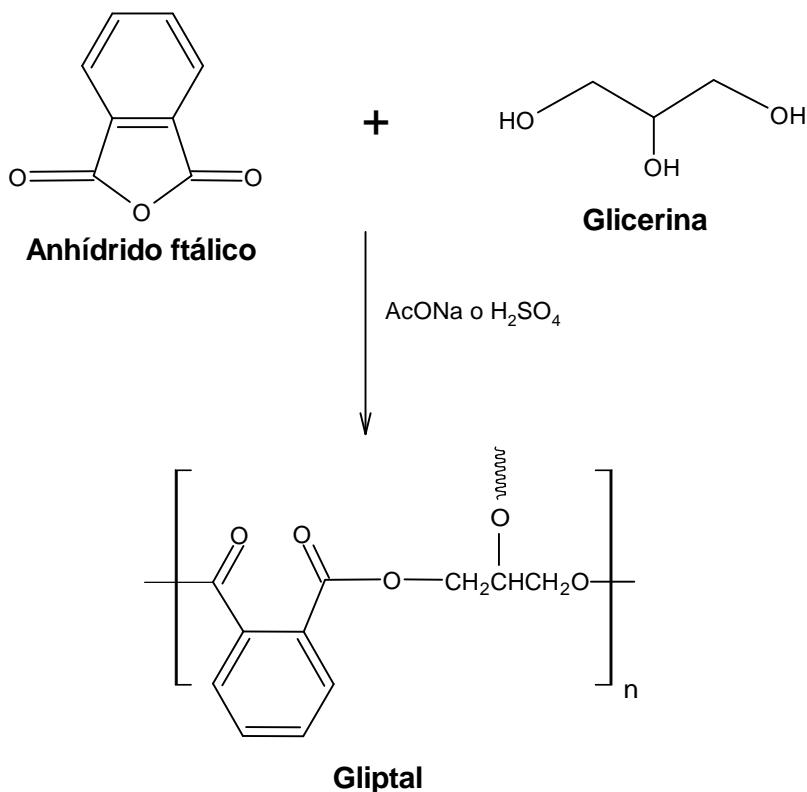
Balanza analítica

➤ MATERIAL

Espátula	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Pinza para tubo de ensayo	1	Tubo de ensayo de 12 x 75 mm	2
Pipeta beral	1	Vaso de precipitados de 50 mL	3

➤ **DESARROLLO EXPERIMENTAL**

Reacción 1. Síntesis de Giptal:

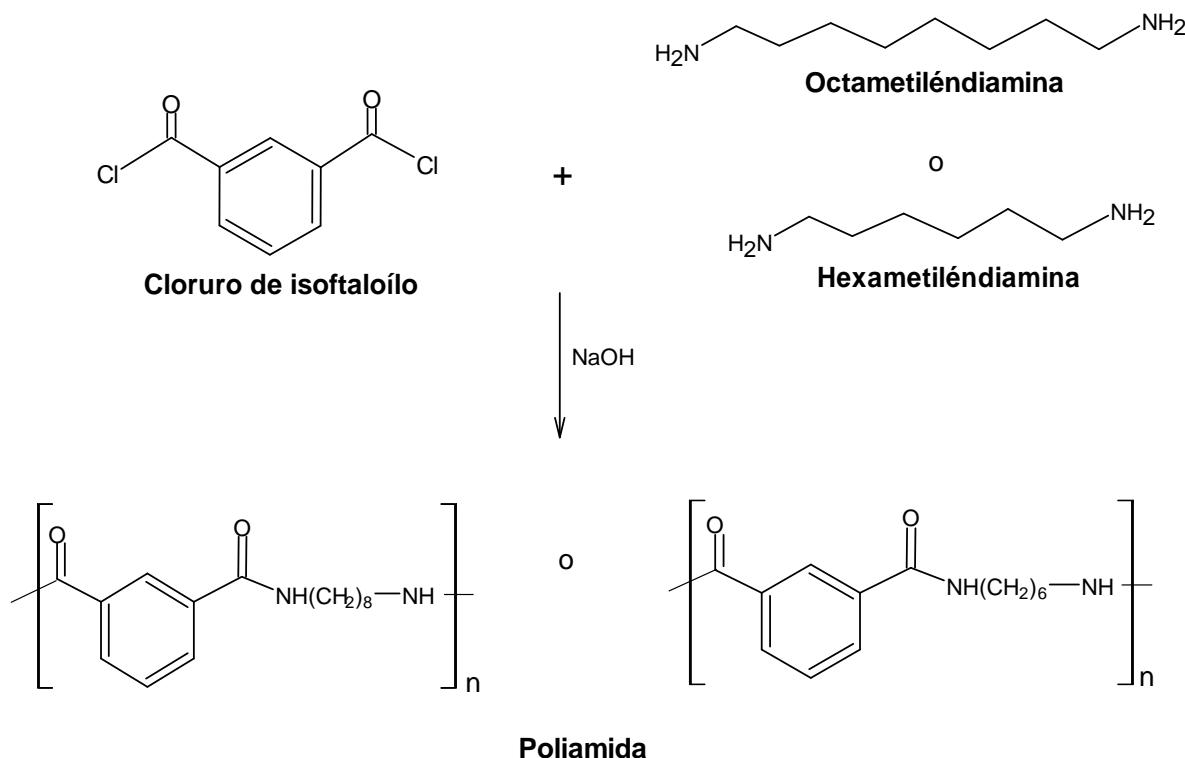


PRECAUCIÓN. Ácido sulfúrico concentrado: Es altamente corrosivo, provoca quemaduras graves en la piel y ojos.

Procedimiento:

En un tubo de ensayo, pese aproximadamente 0.2 g de glicerina con una pipeta general, adicione 0.5 g de anhídrido ftálico pulverizado y 0.1 g de acetato de sodio también pulverizado, agite y agregue piedras de ebullición. Introduzca el tubo de ensayo dentro de un vaso de precipitados y coloque este sobre una parrilla de calentamiento (baño de aire). Caliente moderadamente; el anhídrido ftálico se fundirá y la mezcla comenzará a burbujear (se elimina agua durante la reacción). Caliente hasta obtener un sólido color ámbar. Repita la reacción utilizando como catalizador ácido sulfúrico concentrado (1 gota) en lugar de acetato de sodio. Compare los productos obtenidos en ambas reacciones.

Reacción 2. Síntesis de una poliamida (polimerización interfacial):



Procedimiento:

En un vaso de precipitados de 50 mL, prepare 2.5 mL de una disolución acuosa de octametilendiamina al 5% m/v (*nota*); adicione 5 gotas de una disolución de hidróxido de sodio al 20% y agite. En otro vaso de precipitados de 50 mL, prepare 5 mL de una disolución de cloruro de isoftaloílo al 8% m/v en cloroformo o diclorometano. Coloque sobre la superficie de la disolución de octametilendiamina una espátula delgada. Vierta lentamente la disolución de cloruro de isoftaloílo en forma de chorro fino sobre la disolución de octametilendiamina, se formará una película de polímero en la interfase líquido-líquido, inmediatamente a su formación, inserte la espátula en él polímero y jale suavemente de manera que se forme una cuerda de poliamida, al mismo tiempo, continúe con la adición de la disolución de cloruro de isoftaloílo hasta que se agote; alargue la cuerda de poliamida lo más posible. Enjuague la cuerda con agua de la llave y póngala a secar en una toalla de papel. Con la espátula, agite vigorosamente el resto del sistema bifásico para formar más poliamida; decante el líquido y lave el polímero con agua, permita que se seque.

Nota: En lugar de octametiléndiamina, se puede usar hexametiléndiamina.

Prueba para determinar el comportamiento al calor:

Elabore dos pequeñas charolas de papel aluminio y deposite en ellas una muestra de cada polímero. Coloque las charolas sobre una parrilla y caliente moderadamente. Una vez que el polímero se funda o se endurezca sin fundir según sea el caso, retírelo de la parrilla. Anote sus observaciones y clasifique a los polímeros de acuerdo con su comportamiento frente al calor.

Apéndice I. Conocimientos Previos

- a) Métodos de síntesis de ésteres a partir de derivados de ácidos carboxílicos; ecuación general de reacción, características y condiciones experimentales de cada método.
- b) Métodos de síntesis de amidas a partir de derivados de ácidos carboxílicos; ecuación general de reacción, características y condiciones experimentales de cada método.
- c) Clasificación de los polímeros de acuerdo con su forma y ejemplos representativos.
- d) Clasificación de los polímeros de acuerdo con su comportamiento al calor y ejemplos representativos.
- e) Propiedades físicas y aplicaciones de los polímeros que serán sintetizados.

Apéndice II. Preparación de reactivos

Disolución de hidróxido de sodio al 20 % 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, 200 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.

➤ CUESTIONARIO

- 1) Escriba la ecuación de reacción general de la obtención de ésteres a partir de anhídridos de ácido y alcoholes, mencione las características y condiciones experimentales de esta reacción. Desarrolle el mecanismo general correspondiente.
- 2) Escriba la ecuación de reacción general de la obtención de amidas a partir de haluros de acilo y aminas, mencione las características y condiciones experimentales de esta reacción. Desarrolle el mecanismo general correspondiente.
- 3) ¿Cuáles son las diferencias entre el gliptal y el polietilenterftalato respecto a su forma y comportamiento frente al calor?
- 4) Explique la diferencia entre los polímeros termoplásticos y los termofijos y mencione ejemplos de cada tipo.
- 5) ¿Cuál es la relación entre la forma de los polímeros obtenidos y su comportamiento frente al calor? Explique.
- 6) En los espectros de infrarrojo del anhídrido ftálico, glicerina, cloruro de isoftaloílo y octametiléndiamina (o hexametiléndiamina), asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 7) En los espectros de RMN¹H del anhídrido ftálico, glicerina, cloruro de isoftaloílo y octametiléndiamina (o hexametiléndiamina), asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

M.P. Stevens, *Polymer Chemistry: an Introduction*, 3era. edición, Oxford University Press, New York, 1999.

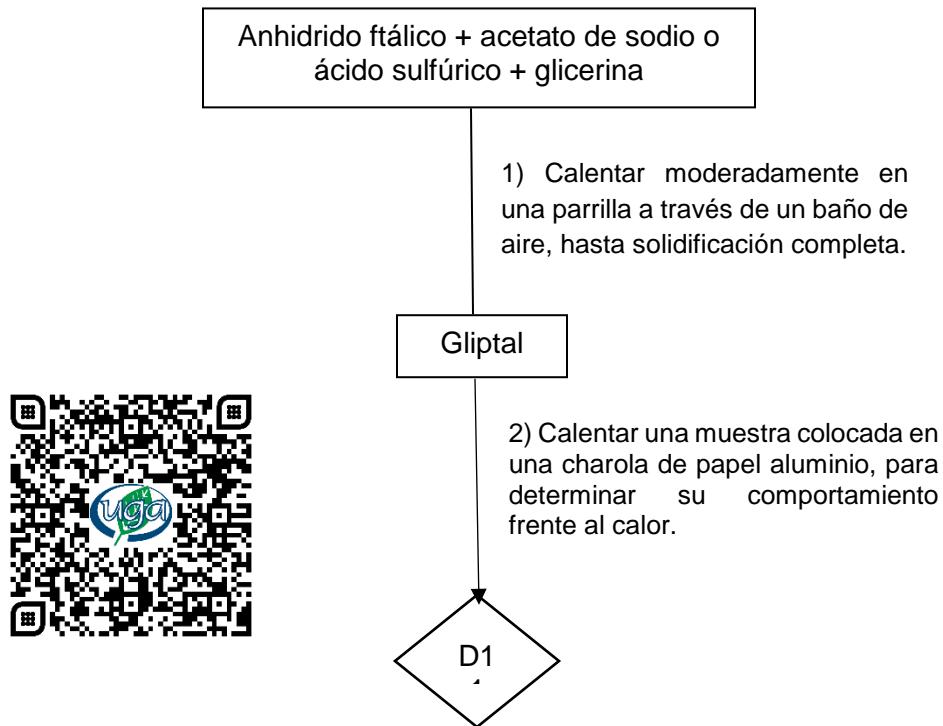
W.J. Roff y J.R. Scott, *Handbook of Common Polymers*, Ed. CRC, Florida, 1978.

D.L. Pavia, G.M. Lampman, G.S. Kritz y R.G. Engel, *Introducción to Organic Laboratory Techniques*, 1era edición, Saunders College Publishing, Estados Unidos, 1998.

J. McMurry, *Química Orgánica*, International Thompson Editores, 5a edición, México, 2001.

Apéndice III. Disposición de Residuos

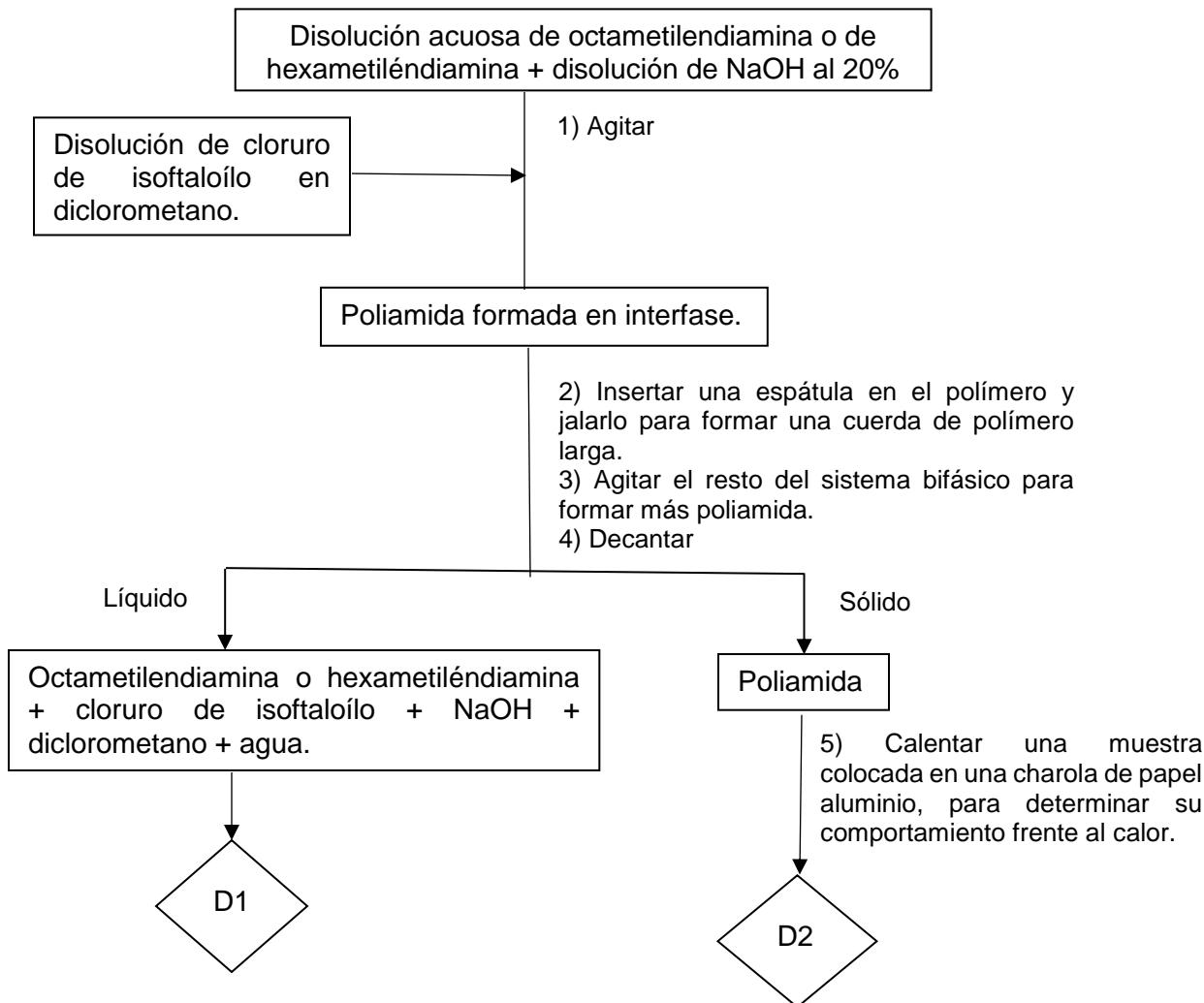
SÍNTESIS DE GLIPTAL



D1: Confinar.

Apéndice III. Disposición de Residuos

Síntesis de poliamida



D1: Separar fases. Neutralizar la fase acuosa y desecharla por el drenaje; destilar la fase orgánica para recuperar el diclorometano y mandar el residuo a incineración.

D2: Confinar.



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

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacciones:

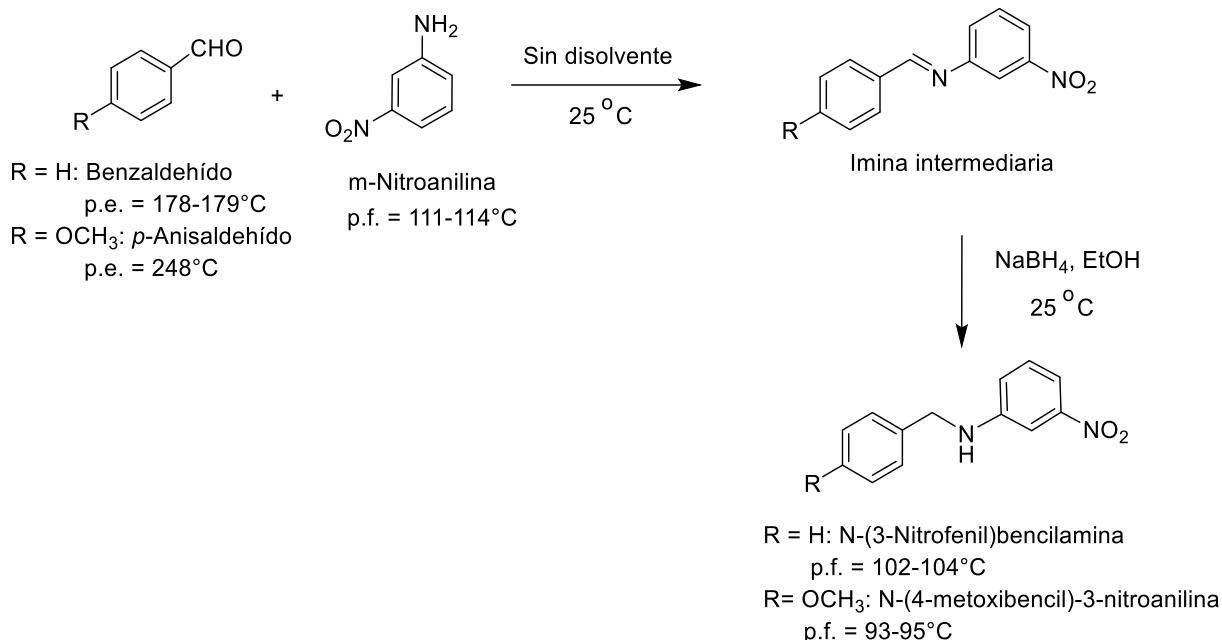


Tabla 1. Datos Estequiométricos

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				

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 intermediaria.

A continuación, la imina obtenida se reduce a la amina correspondiente. Se le 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 purifica por medio de una recristalización con etanol, como disolvente ideal. Se determina punto de fusión y rendimiento 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 intermediaria 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 experimentales del procedimiento realizado, que cumplen con alguno de los principios de la química verde y anote a qué principio corresponde cada una.
- 5) En los espectros de infrarrojo del aldehído utilizado, de la 3-nitroanilina 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, de la 3-nitroanilina y de la amina secundaria obtenida, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

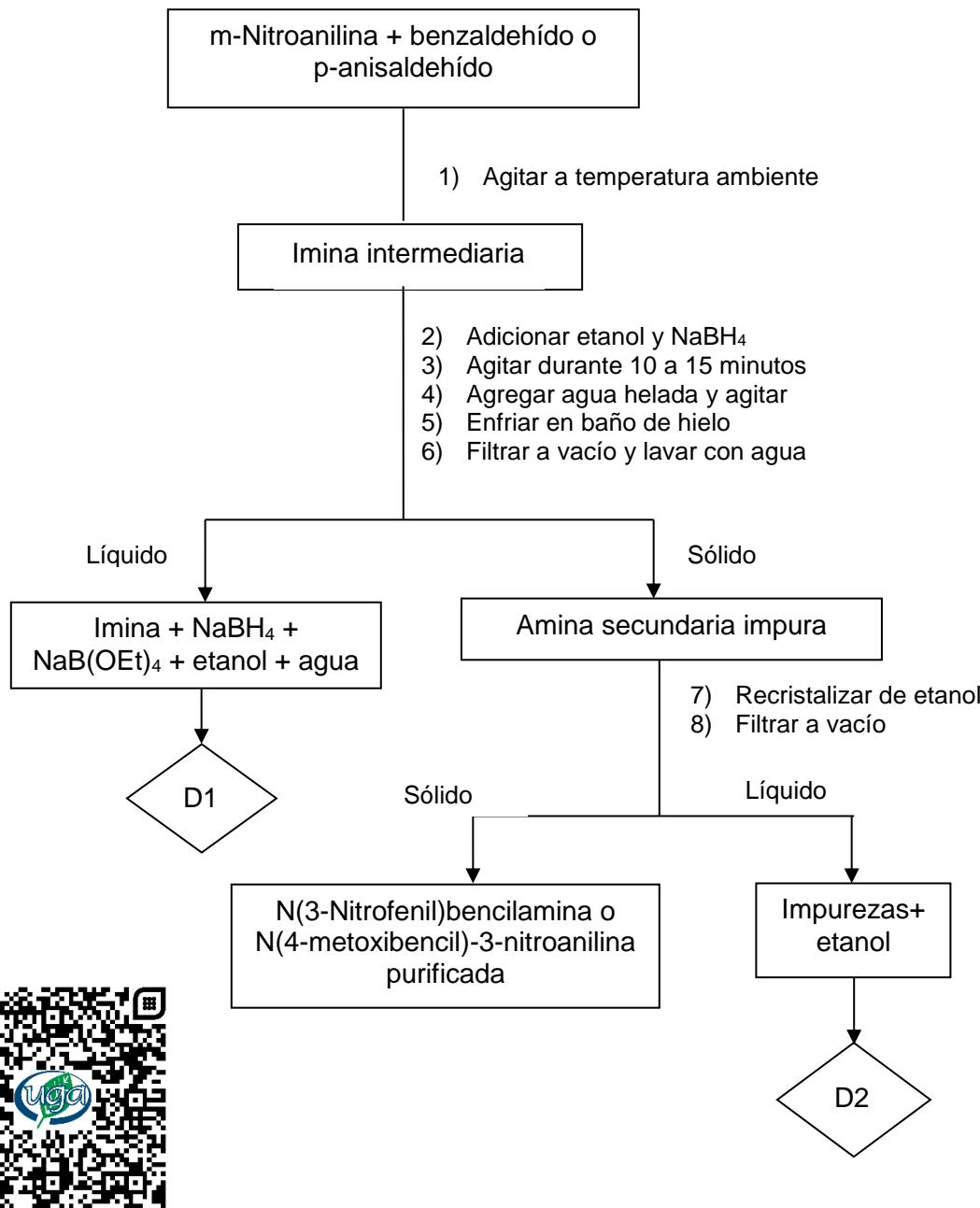
- Touchette, K. M.; Reductive Amination: A Remarkable Experiment, for the Organic Laboratory, *Journal of Chemical Education*, 2006, 83, [6], 929-930.
- Merle, W. C.; Ciszewski, J. T.; Bhatti, M. M.; Swanson, W. F.; Wilson, A. M.; A Simple Secondary Amine Synthesis: Reductive Amination Using Sodium Triacetoxyborohydride, *Journal of Chemical Education*, 2000, 77, [2], 270-271.
- León-Cedeño, F.; Experiencias en la Implementación de las Técnicas de Química Verde (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 experimentales de la reacción, mecanismo general.
- b) Diferentes agentes reductores para reducir a la imina, oxima o sal de iminio intermedia de la reacción de aminación reductiva; características de cada agente reductor.
- c) Química verde; filosofía y sus doce principios.
- d) Cálculos para determinar la eficiencia de un proceso químico: eficiencia atómica teórica, eficiencia atómica experimental, coeficiente de factor ambiental (CEf).

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.