



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

**COMPENDIO DE PRÁCTICAS
LABORATORIO DE QUÍMICA DE MATERIALES
CLAVE 1312
Semestre 2027-1.**

Elaborado y revisado por Profesores del Departamento de Química Orgánica:

Cristina del Carmen Jiménez Curiel
Jesús Rodríguez Romero
Balú Cruz Domínguez

PROGRAMA EXPERIMENTAL DE QUÍMICA DE MATERIALES 1. SEMESTRE 2027-1

	ACTIVIDAD.	
17.08.2026	INICIO DE SEMESTRE.	
21.08.2026	Sesión 1.	Medidas de seguridad. Reglamentos de laboratorio. Criterios de evaluación. Indicaciones generales.
28.08.2026	Sesión 2.	Taller: Técnicas empleadas en QO y química sostenible.
04.09.2026	Sesión 3.	PRÁCTICA No. 1. Recristalización simple y por par de disolventes.
11.09.2026	Sesión 4.	PRÁCTICA No. 2. Destilación simple y fraccionada.
18.09.2026	Sesión 5.	Seminario de RMN.
25.09.2026	Sesión 6.	PRÁCTICA No. 3. Reducción del bencilo.
02.10.2026	Sesión 7.	PRÁCTICA No. 4. Bromación de (E)-estilbeno.
09.10.2026	Sesión 8.	PRÁCTICA No. 5. Hidrólisis de cloruro de t-butilo.
16.10.2026	Sesión 9.	PRÁCTICA No. 6. Síntesis de alquinos por doble eliminación. Obtención de difenilacetileno.
23.10.2026	Sesión 10.	PRÁCTICA No. 7. Reacciones de carbaniones. Síntesis de la dibenzalacetona.
30.10.2026	Sesión 11.	Seminario de RMN.
06.11.2026	Sesión 12.	PRÁCTICA No. 8. Recubrimiento de metales/síntesis de perovskitas.
13.11.2026	Sesión 13.	PRÁCTICA No. 9. Síntesis de compuestos con dobles enlaces conjugados
20.11.2026	Sesión 14.	Examen experimental. Extracción ácido/base.
27.11.2026	Sesión 15	Entrega de calificaciones.
28.11.2026	FIN DE CURSO	

Inicio del ciclo escolar: **lunes 10 de agosto 2026.**

Fin del curso escolar: **sábado 28 de noviembre 2026.**

Días inhábiles: martes 15 de septiembre 2026 y miércoles 16 de septiembre 2026.

Lunes 2 de noviembre 2026 y lunes 16 de noviembre 2026.

Días para el personal administrativo: lunes 12 de octubre 2026 y aún por confirmar el congreso del STUNAM.

Vacaciones administrativas del 14 de diciembre del 2026 al 01 de enero 2027.

PRÁCTICA No. 1. TÉCNICAS DE PURIFICACIÓN DE SÓLIDOS. CRISTALIZACIÓN SIMPLE Y POR PAR DE DISOLVENTES.

➤ OBJETIVOS

- Purificar un sólido por medio de una cristalización simple o por cristalización por par de disolventes.
- Conocer la secuencia utilizada tanto en una cristalización simple como en una cristalización por par de disolventes.
- Conocer las características de un disolvente ideal para utilizarse en una cristalización simple
- Conocer las características que deben tener los disolventes pares para llevar a cabo una cristalización.

➤ PROBLEMA

¿Cuáles son las secuencias de pasos para efectuar una cristalización simple y una cristalización por par de disolventes? ¿Cuándo se utiliza cada una de ellas para purificar un sólido? ¿Cuántos tipos de impurezas se pueden tener al purificar un sólido mediante cristalización simple y mediante cristalización por par de disolventes? ¿Cómo se eliminan esas impurezas al realizar una cristalización?

➤ REACTIVOS

Ácido benzoico	2,3-difenilquinoxalina
Etanol	Agua destilada

➤ EQUIPO

Parrilla de calentamiento con agitación magnética.	Aparato de Fisher Johns o Stuart.
Balanza analítica.	

➤ MATERIAL POR EQUIPO Y POR PERSONA.

Agitador de vidrio	1	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 rápida	1
Recipiente de peltre	1	Espátula	1
Recipiente de plástico para baño de hielo	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 50mL	2	Vidrio de reloj	1
Matraz Kitasato de 125 con manguera	1	Barra de agitación magnética	1

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL.

El etanol es volátil e inflamable deberá de tener cuidado al calentarlo en la parrilla.

Procedimiento

Purificación de una muestra problema sólida.

Se le proporcionarán 0.3 g de muestra problema (ácido benzoico o 2,3-difenilquinoxalina). Colocar su muestra problema en un matraz Erlenmeyer de 50 mL. En el segundo matraz de 50 mL coloque una barra de agitación magnética y 15 mL de etanol, caliente a ebullición el etanol y adicione poco a poco al matraz que contiene su muestra problema. Una vez que haya adicionado el etanol hirviendo deberá de calentar la mezcla muestra problema-etanol a ebullición, agitando, ya sea manualmente o con agitación magnética, si al llegar a

ebullición del disolvente no se ha disuelto la muestra completamente podrá usted adicionar un poco más de alcohol hirviendo. Máximo 15 mL de etanol caliente.

Si su muestra problema tiene impurezas insolubles deberá filtrar en caliente utilizando el embudo de vidrio por gravedad (embudo de vidrio, previamente calentado en la parrilla o la estufa, o con el vapor del Baño María, o haciendo pasar disolvente caliente en el embudo esto para evitar la cristalización temprana en el embudo de vidrio).

Si su muestra problema tiene impurezas resinosas o coloridas, deberá de filtrar en caliente con su embudo de vidrio por gravedad después de haber adicionado carbón activado habiendo retirado de la parrilla de calentamiento la solución, con su embudo de vidrio por gravedad y utilizando celita (sólido color blanco) para que quede ahí retenido el carbón activado. Pregunte a su profesora si su muestra se cristaliza por cristalización simple o por cristalización por par de disolventes.

Si su muestra se cristaliza por cristalización simple una vez efectuada la filtración dejar enfriar a temperatura ambiente y posteriormente en un baño de hielo.

Si su muestra se cristaliza por cristalización por par de disolventes una vez efectuada la filtración adicionar gota a gota el disolvente par (aquel no afín a su compuesto), agite y si al agitar la turbidez desaparece vuelva a adicionar agua hasta que la turbidez permanezca. A continuación, caliente la solución nuevamente a ebullición y si la turbidez no desaparece adicione un poco de etanol a ebullición para eliminar la turbidez. Retire la mezcla de la parrilla, déjela enfriar a temperatura ambiente y posteriormente en baño de hielo.

Para ambas cristalizaciones una vez formados los cristales filtre al vacío, utilizando el matraz Kitasato y el embudo Büchner y lave sus cristales con el disolvente ideal helado o con el disolvente más volátil helado en la cristalización por par de disolventes, la mínima cantidad, cerrando la llave de vacío, adicionando un poco del disolvente ideal helado o del más volátil si la cristalización es por par de disolventes a los cristales y abriendo poco a poco la llave de vacío para lavar bien los cristales. Para ambas cristalizaciones retire el filtrado (para evitar que se evapore el disolvente del filtrado, se vaya hacia la bomba de bomba de vacío y tape con un vidrio de reloj los cristales que se encuentran en el embudo Büchner para evitar que les caiga polvo y permitir un secado más eficiente. Deje secar sus cristales. Finalmente determine el punto de fusión tanto del sólido de partida (impuro) como del ya purificado (sólido recristalizado).

Pese su sólido puro y determine el porcentaje de recuperación. Registre el punto de fusión obtenido y compárelo con el determinado experimentalmente y reportado en la literatura para su producto. Si esta será la práctica de donde tomará la muestra para la ^1H -RMN coloque 40 mg en un vial que usted deberá de ya haber traído al laboratorio antes de entrar el laboratorio.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Avila-Zárraga, J. G. *et al* . Química Orgánica: Experimentos con un enfoque ecológico. 2ª ed., **2009**. México D.F.: Universidad Nacional Autónoma de México. Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial p. 45 – 55.
2. Mayo D., Dike R. Forbes D. Microscale Organic Laboratory: with Multistep and Multiscale Synthesis. 5 ed. USA. Wiley, **2011**, p.p. 681.
3. Brewster R. Q. van der Wert C. A. McEwen W. E. Curso Práctico de Química Orgánica, 2ed., Madrid, Alhambra, **1979**.
4. Vogel A. I., Practical Organic Chemistry, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, **1989**.
5. 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**.

I.- Conocimientos previos

- ## II.- Cuestionario

- ### III.- Preparación de reactivos*

No aplica.

IV.- Disposición de residuos.



5

PRÁCTICA No. 2. TÉCNICAS DE PURIFICACIÓN DE LÍQUIDOS. DESTILACIÓN SIMPLE Y FRACCIONADA.

➤ OBJETIVOS

- Utilizar la técnica de destilación simple y la técnica de destilación fraccionada como método de purificación de un líquido aplicando el concepto de punto de ebullición como constante física.
- Mediante la técnica de destilación fraccionada, conocer un proceso de purificación de una mezcla de líquidos volátiles.
- Saber elegir la técnica más adecuada.

➤ PROBLEMA

¿Cómo se puede purificar un líquido mediante destilación? ¿Cuántos tipos de destilación existen? ¿Qué constante física es indispensable conocer para destilar un líquido? ¿Qué criterios se pueden tomar en cuenta para seleccionar el tipo de destilación a utilizar?

➤ REACTIVOS

Bebida alcohólica aportada por el profesor
--

➤ EQUIPO

Parrilla de calentamiento con agitación magnética	Bomba de agua sumergible.
---	---------------------------

➤ MATERIAL POR EQUIPO O POR PERSONA.

Colector	1	Refrigerante para agua con mangueras	1
Columna Vigreux	1	T de destilación	1
Embudo de vidrio	1	Termómetro	1
Matraz Erlenmeyer de 50mL	1	Barra de agitación magnética	1
Matraz de fondo plano de 25mL	1	Pinzas de tres dedos	1
Porta termómetro	1	Probeta de 25mL	2
Espátula	1		

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL.

El alcohol etílico es inflamable, exponerlo a la flama.

Se decidirá con los alumnos si todos llevan a cabo solamente la destilación simple o algunos del grupo realizan la destilación simple y algunos la destilación fraccionada y conjuntan los resultados para hacer el informe y la comparación de ambas destilaciones.

Procedimiento 1. Destilación simple

Se realizará el montaje del material de acuerdo con la figura 1.

Se adicionan **10 mL de la muestra problema** en el matraz de destilación redondo de fondo plano de 25 mL y la barra de agitación magnética para controlar la ebullición. Se conecta la T de destilación arriba del matraz y arriba de la T se coloca el porta termómetro que tiene el termómetro.

Se conecta el refrigerante en posición inclinada como se muestra en la **figura 1**, recordando que el **agua entra por la parte inferior** y **sale por la parte superior**, que será la más cercana a los vapores que condensarán de las diferentes fracciones, después del refrigerante el colector y al terminar el colector la probeta receptora.

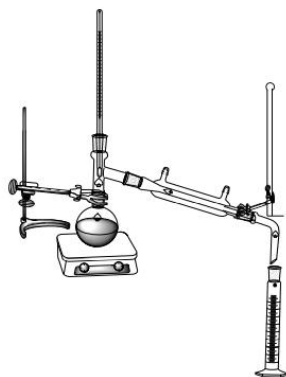


Figura 1. Montaje de equipo para purificar un líquido mediante destilación simple.

Nota: Todas las juntas esmeriladas se deben engrasar con un poco de vaselina.

Se calentará la muestra problema empleando la parrilla de calentamiento con agitación. De acuerdo con las variaciones de temperatura, se colectarán las fracciones conforme se indica en la **tabla 1**, y con los resultados obtenidos se deberán de separar las tres fracciones de la destilación (cabeza (es lo que destila antes del punto de ebullición de mi líquido a destilar para purificar), cuerpo (es lo que destila en el punto de ebullición del líquido que estoy purificando) y cola (es el residuo que queda de mi destilación) ojo **NUNCA** se debe destilar a sequedad.

Se detiene la destilación cuando queda un residuo de **1 o 2 mL de cola de destilación**.

Procedimiento 2. Destilación fraccionada.

En el matraz de bola de fondo plano de 25 mL se coloca la barra de agitación magnética y se adicionan 10 mL de la muestra problema, se sujeta la junta del matraz con una de las pinzas de tres dedos. Se verifica que el matraz toque la parrilla de calentamiento, se coloca arriba del matraz que contiene la mezcla problema la columna Vigreux y se cubre con un poco de aluminio o de fibra de vidrio para evitar diferencia de temperaturas interna y externa. Enseguida se coloca la T de destilación como se observa en la **figura 2**, y arriba de ésta se coloca el porta termómetro con el termómetro. Con la otra pinza se sujeta el refrigerante y el colector, las fracciones del destilado se deberán de colectar conforme se indica en la **tabla 2**. Se termina el montaje del equipo colocando el colector y el matraz receptor. Una vez conectado todo el equipo se enciende la agitación de la parrilla y el calentamiento. Se dejan en el matraz de 1 a 2 mL que serán la cola de destilación.

En el curso de esta destilación fraccionada, se mide cada fracción que destile a la misma temperatura, anotándola. Terminada la destilación se entregará el líquido que separó a la profesora/profesor.

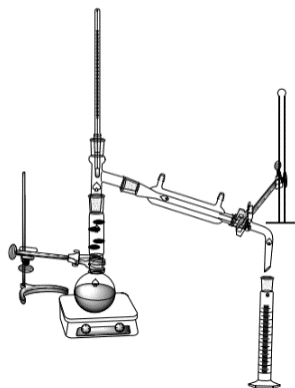


Figura 2. Montaje de equipo para purificar un líquido mediante destilación fraccionada.

➤ **REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. León, F. y cols. Química Orgánica. Experimento con un enfoque ecológico., DGPFE UNAM.
2. 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.
3. Vogel A. I., Practical Organic Chemistry, 5 ed., Longman Scientific & Technical, London, 1989.

ANEXO

I.- Conocimientos previos

- Diagramas de composición líquido-vapor.
- Características y diferencias de la destilación simple y fraccionada.
- Como funciona una columna de destilación fraccionada.
- Mezclas azeotrópicas.
- Ley de Raoult.

II.- Cuestionario

- a) Llenar la siguiente tabla a partir de los datos obtenidos a partir de la destilación simple

Volumen del destilado (mL)	Temperatura de destilación (°C)	Volumen del destilado (mL)	Temperatura de destilación (°C)
0.5		5.5	
1		6.0	
1.5		6.5	
2.0		7.0	
2.5		7.5	

3.0		8.0	
3.5		8.5	
4.0		9.0	
4.5		9.5	
5.0		10	

Tabla 1. Destilación simple.

b) Llenar la tabla 2 con los datos de Destilación Fraccionada

Volumen del destilado (mL)	Temperatura de destilación (°C)	Volumen del destilado (mL)	Temperatura de destilación (°C)
0.5		5.5	
1		6.0	
1.5		6.5	
2.0		7.0	
2.5		7.5	
3.0		8.0	
3.5		8.5	
4.0		9.0	
4.5		9.5	
5.0		10	

Tabla 2. Destilación fraccionada.

Con los resultados obtenidos se trazan dos gráficas con Excel o papel milimétrico, una para la destilación simple y otra para la destilación fraccionada, colocando en las abscisas los volúmenes del destilado y en las ordenadas las temperaturas de destilación. Observando estas gráficas se puede determinar la mejor para la separación de la mezcla usada.

c) ¿Cuál de las destilaciones es más eficiente?

III.- Preparación de reactivos*

NA

IV.- Disposición de residuos

D1. Cabeza y cola de destilación. **D2.** Etanol

Tratamiento.

D1. Hacer prueba de compatibilidad para enviar a incineración. **D2.** Etanol.

PRÁCTICA No. 3. REACCIÓN DE ÓXIDO-REDUCCIÓN OBTENCIÓN DE BENCIDROL A PARTIR DE BENZOFENONA Y REDUCCIÓN DE BENCILO. OBTENCIÓN DE BENZOFENONA A PARTIR DE BENCIDROL.

➤ OBJETIVOS

- Diferenciar los mecanismos de reacción de oxidación-reducción y sus propiedades
- Conocer los procedimientos para la oxidación de bencidrol a benzofenona
- Obtener bencidrol a partir de la reducción de la benzofenona mediante una reacción REDOX.
- Reducir el bencilo usando borohidruro de sodio.

➤ PROBLEMA

¿Qué reacción de oxidación-reducción elegir?

¿Qué factores se deben considerar para elegir una reacción de oxido-reducción determinada?

➤ REACTIVOS

Bromuro de tetrabutilamonio	Borohidruro de sodio
Acetato de etilo	Metanol (MeOH)
Bencidrol	Hipoclorito de sodio
Benzofenona	2,4-dinitrofenilhidracina
Ácido clorhídrico (HCl) al 10%	Sulfato de sodio anhidro

➤ EQUIPO

Parrilla de calentamiento con agitación magnética	Aparato de Fisher Johns
---	-------------------------

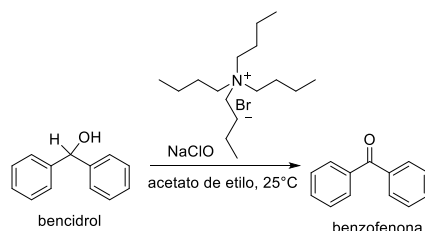
➤ MATERIAL POR EQUIPO POR PERSONA.

Agitador de vidrio	1	Recipiente eléctrico para baño María	1
Embudo Büchner con alargadera	1	Tubo de ensayo de 16 x150mm	1
Embudo de vidrio	1	Vasos de precipitados 50 mL	2
Matraz de bola con fondo plano de 10mL	2	Vidrio de reloj	1
Matraz Erlenmeyer de 25mL	2	Espátula	1
Matraz de KITASATO de 50mL	1	Pinzas de tres dedos con nuez	2
Pipeta de 1 mL	2	Pinza para tubo de ensayo	1
Probeta de 10 mL	1	Recipiente de peltre	1
Embudo de separación	1	Barra de agitación magnética	1

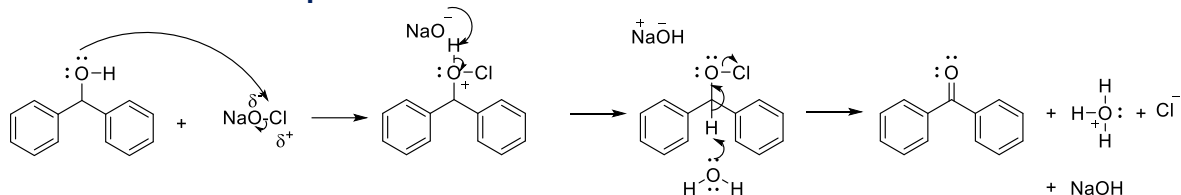
➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Oxidación del bencidrol a benzofenona.

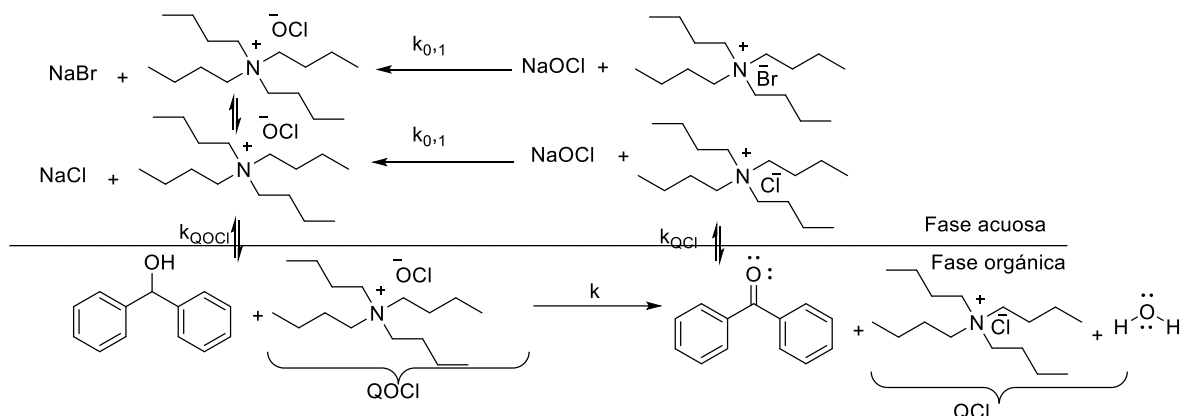
Reacción:



Esquema 1. Oxidación del bencidrol a benzofenona



Esquema 2. Actuación del TBAB.



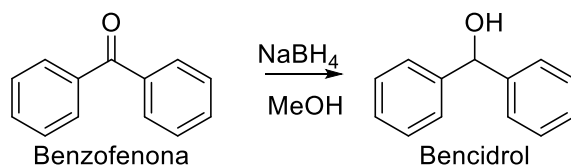
Procedimiento 1. Oxidación con hipoclorito de sodio.

Se colocan en un matraz que contiene una **barra de agitación magnética**, **0.192 g (0.001 mol) de bencidrol**, **3 mL de acetato de etilo** se agita la reacción a **temperatura ambiente**. Se adicionan **3 mL de hipoclorito de sodio** y **0.0565 g (0.0001 mol) de bromuro de tetrabutilamonio**, se agita durante 1 hora. Se separa la fase orgánica de la acuosa y la fase acuosa **se extrae con 3 mL más de acetato de etilo**, **se lavan las fases orgánicas con 4 mL de agua**. Se seca la fase orgánica, se tapa el matraz de fondo, se transfiere la fase orgánica a este matraz mediante decantación, se evapora el disolvente, se pesa el producto y se determina el punto de fusión. Se obtiene 75% de rendimiento. **Esquema 3.**

Reducción de la benzofenona al bencidrol.

El borohidruro de sodio reacciona violentamente con el agua, manéjalo con cuidado.

El ácido clorhídrico concentrado es corrosivo, manéjalo con cuidado.



Esquema 3. Reducción de benzofenona a bencidrol.

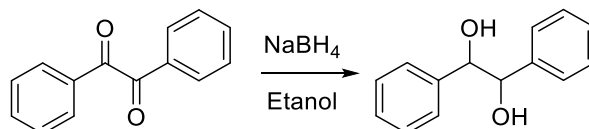
Procedimiento 2. Reducción de la benzofenona.

Se colocan **0.16 g de benzofenona** en un tubo de ensayo, se adicionan **4 mL de metanol** y se agita hasta la disolución completa de la benzofenona. Se adiciona poco a poco y agitando **0.1 g de borohidruro de sodio**, se adicionan perlas de ebullición y se calienta a Baño María cuidando que el volumen de metanol permanezca constante. Cada 5 minutos, se realiza una prueba a la gota sobre un vidrio de reloj de la mezcla de reacción y de la disolución de 2,4-dinitrofenilhidracina, hasta que no se forme precipitado color naranja, lo que indica que toda la benzofenona ha reaccionado. Se adicionan **4 mL de agua destilada**

poco a poco y se agita y acidula con HCl al 10% hasta pH ácido (2-4), en baño de hielo y en la campana, se separa el sólido formado por filtración al vacío y se lava con agua destilada. Se determina el punto de fusión.

Procedimiento 3. Reducción del bencilo.

Reducción del bencilo.



Esquema 4. Reducción de bencilo.

En un matraz Erlenmeyer de 10 mL **se disuelven 50 mg de bencilo en 0.5 mL de etanol con agitación**, la disolución se enfría en un baño de hielo, se continúa agitando y se adiciona **10 mg de borohidruro de sodio**, el color amarillo desaparece en 2 o 3 minutos, se continúa agitando hasta que se cumplan **10 minutos** se adiciona **1.0 mL de agua**, la mezcla se calienta a ebullición utilizando un sistema de reflujo por 2 minutos y posteriormente se lleva a temperatura ambiente la mezcla de reacción y se forman cristales en forma de placas delgadas brillantes, se filtran, se secan y se les determina el punto de fusión (p.f. 136-137 °C).

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Sheldon, R. A.; Metrics of Green Chemistry and Sustainability: Past, Present and Future. *ACS Sustainable Chem. Eng.* 2018, 6, 32-48.
2. Williamson K. L., Masters K. M., *Macroscale and Microscale Organic Experiments*, Ed. Brooks/Cole CENGAGE Learning, 6ª ed., **2011**, p. 668-670.
3. Doria, S. M. Del C. Química verde: un nuevo enfoque para el cuidado del medio ambiente *Educ. quim.* **2009**, 4 México.
4. Anastas, P. T.; Zimmerman J. B. "Design through the 12 principles of green engineering. Sustainability requires objectives at the molecular, product, process, and system levels". *Environ Sci. Technol.* 37(5):94A-101A.
5. Mohammadpoor-Baltork, I.; Sadeghi, M.M.; Adibi, A.-H. Efficient, Solvent-Free Oxidation of Organic Compounds with Potassium Dichromate in the Presence of Lewis Acids. *Molecules* **2001**, 6, 900-908.
6. Khuong, K. S. Greener Oxidation of Benzhydrol: Evaluation Three Oxidation Procedures in the Organic Laboratory. *J. Chem. Edu.* **2017**, 94, 534-537.
7. Lou, J. D.; Xu, Z. N. Selective solvent-free oxidation of alcohols with potassium dichromate. *Tetrahedron Lett.* **2002**, 94, 8843-8844.

ANEXO

I.- Conocimientos previos

- Reacciones de óxido-reducción.
- Determinación de puntos de fusión.
- Agente oxidante.
- Agente reductor.
- Catalizador de transferencia de fase.

II.- Cuestionario

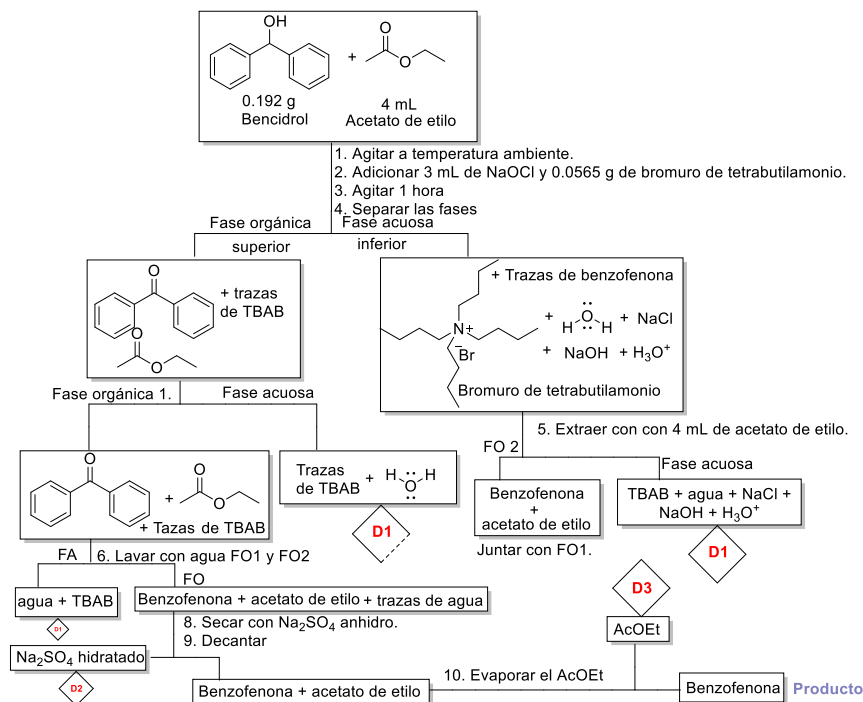
- a) ¿Cuál es el mecanismo de reacción en cada procedimiento?
- b) En cada procedimiento señale ¿Cuál fue el oxidante y cuál el reductor?
- c) Realice una tabla comparativa de los puntos de fusión de los productos obtenidos y de las materias primas y redacte sus observaciones

III.- Preparación de reactivos*

NA.

IV.- Disposición de residuos

Diagrama de residuos 1. Oxidación de bencidrol a benzofenona.

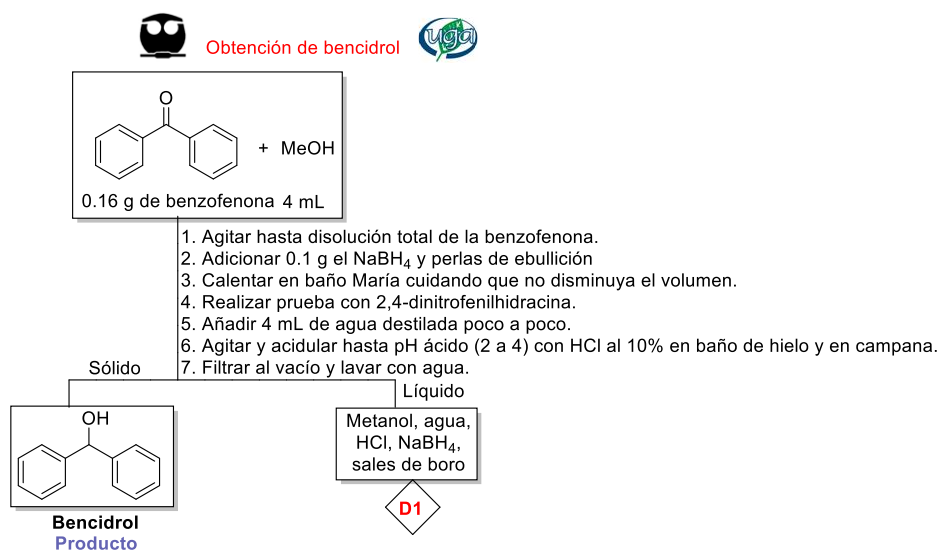


D1: Eliminar conforme a disposiciones oficiales.

D2: Mandar a incineración.

D3: Destilar cuando sea una cantidad considerable.

Diagrama de residuos 2. 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.

Diagrama de residuos 3. Reducción de bencilo



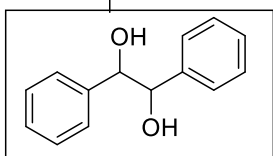
Reducción del bencilo



Bencilo + 0.5 mL de etanol
50 mg

1. Agitar hasta disolución total.
2. Enfriar en baño de hielo y continuar agitando.
3. Adicionar 10 mg de NaBH_4 el color amarillo desaparece en 2 o 3 minutos.
4. Agitar hasta que se cumplan 10 min.
5. Adicionar 1.0 mL de agua.
6. Calentar a ebullición por 2 minutos.
7. Llevar a temperatura ambiente la mezcla de reacción.
8. Filtrar los cristales formados.

Sólido



Producto

Punto de fusión $136 - 137^\circ\text{C}$

Líquido

Etanol, agua,
 HCl , NaBH_4 ,
sales de boro



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

PRÁCTICA No. 4. MÉTODO PARA BROMAR CON SUSTENTABILIDAD.

➤ OBJETIVOS.

- Llevar a cabo una reacción de bromación de un doble enlace empleando un método sustentable.

➤ PROBLEMA

Ha logrado presentar los resultados de los 2 primeros retos que le dieron en la Compañía donde está realizando sus prácticas profesionales de Química e Ingeniería de Materiales. Ahora, como tercer reto le asignan mediante adición de bromo a un alqueno, bromar el (*E*)-Estilbeno. Le proporcionan las condiciones que se relatan a continuación. Dichas condiciones las deberá de presentar en una junta con los Directivos de la empresa y conforme a los resultados que obtenga, tendrá que seleccionar cuál método considera es el más sustentable para bromar el (*E*)-Estilbeno y justificar cómo fue que procediera para hacer la selección de la ruta a bromar.

REACTIVOS

Ácido acético glacial	(<i>E</i>)-etilbeno
Diclorometano	Etanol (EtOH)
Bromo	Bicarbonato de sodio NaHCO ₃
Peróxido de hidrógeno al 30%	HBr al 48%
Metanol (MeOH)	Hidróxido de sodio.

➤ EQUIPO

Parrilla de calentamiento con agitación magnética	Aparato de Fisher Johns
---	-------------------------

➤ MATERIAL POR EQUIPO O POR PERSONA

Vial cónico de 5 mL	1	Refrigerante para agua con mangueras	1
Trampa para humedad con lentejas de NaOH	1	Embudo Büchner con alargadera	1
Matraz Kitasato de 50 mL	1	Manguera para filtrar al vacío	1
Recipiente de peltre	1	Barra de agitación en forma triangular o agitador para microescala en forma de arroz	1
Termómetro de 0-250°C	1	Espátula	1
Bomba sumergible	1		

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

El bromo es corrosivo en esta reacción se genera en el seno de la reacción.

El agua oxigenada es oxidante fuerte, además debe tenerse precaución al calentarse y controlar la temperatura de calentamiento.

Método de química sustentable:

En un matraz de 10 mL con un agitador magnético, colocar 0.182 g de estilbeno y adicionar 6 mL de etanol. Agitar y calentar la reacción para que el sólido se disuelva. Una vez disuelto, añadir 0.42 mL de HBr al 48%. Se forma un precipitado que puede solubilizarse. Medir 0.28 mL de peróxido de hidrógeno al 30% y añadir gota a gota a la reacción. El color cambiará de incoloro y transparente (o turbio si el precipitado causado por el ácido no se redisuelve) a un color dorado oscuro. Calentar la reacción a reflujo y con agitación hasta que el medio

de reacción esté turbio e incoloro, lo que puede tardar 30 minutos. Retirar la reacción del calor y dejar enfriar. Una vez que esté a temperatura ambiente, llevar a pH de 7 con NaHCO_3 saturado. Verificar el pH con papel tornasol. Posteriormente, colocar la reacción en un baño de hielo. Colectar los cristales por filtración al vacío, lavar con agua helada y con etanol helado. Dejar secar. Posteriormente, purificar el producto mediante recristalización con xileno. Dejar secar el producto para poder determinar el punto de fusión y el rendimiento.

Método con baño de ultrasonido:

En tubo de ensayo de 10 mL con tapa de rosca colocar 0.182 g de estilbeno y adicionar 6 mL de etanol. Agitar y añadir 0.42 mL de HBr al 48%. Se forma un precipitado que puede solubilizarse. Medir 0.28 mL de peróxido de hidrógeno al 30% y añadir gota a gota a la mezcla de reacción que se encuentra en el tubo. El color cambiará de incoloro y transparente (o turbio si el precipitado causado por el ácido no se redisuelve) a un color naranja. Calentar la reacción a 55°C con sonicación durante 30 minutos o hasta que se pierda la coloración naranja. Retirar la reacción del calor y dejar enfriar. Una vez que esté a temperatura ambiente, llevar a pH de 7 con NaHCO_3 saturado. Verificar el pH con papel tornasol. Posteriormente, colocar la reacción en un baño de hielo. Colectar los cristales por filtración al vacío, lavar con agua helada y con etanol helado. Dejar secar. Posteriormente, purificar el producto mediante recristalización con xileno. Dejar secar el producto para poder determinar el punto de fusión y el rendimiento. Este producto se utilizará para la práctica de la doble eliminación.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Mayo, D. W.; Pike, R. M., Trumper, P. K. *Microscale Organic Laboratory with Multistep and Multiscale Syntheses*. 3rd ed. **1994**. USA. 485 - 489.
2. Gilbert and Martin. Bromination of (E)-Stilbene, *Experimental Organic Chemistry*, 5th Edition, **2011**, p. 377-378.
3. McKenzie, L. C.; Huffman, L. M. Hutchison, J. E. The Evolution of Green Chemistry Laboratory Experiment: Greener Brominations of Stilbene. *J. Chem. Edu.* **2005**, 82, p. 306-310.
4. Dr. Ken Doxsee. University of Oregon. Green Organic Chemistry Workshop. 3er. Simposio Internacional de Química en Microescala. 2005.

ANEXO

I.- Conocimientos previos

- Conocer en qué consiste la Química verde.
- Conocer qué es una bromación y cómo puede llevarse a cabo mediante diferentes métodos.
- Conocer el fundamento de la irradiación con baño de ultrasonido.

II.- Cuestionario

- a) Deberá escribir cada reacción balanceada, comparar los reactivos que se utilizan en cada método indicando también los subproductos, ¿cuál consideraría que sería el método más sustentable? ¿Por qué? Deberá realizar un análisis de costos para la preparación del dibromoestilbeno de cada ruta de síntesis. Investigar el costo de los reactivos necesarios para llevar a cabo cada reacción, puedes buscar en el catálogo de Merck, incluyendo todas las sustancias que utilices, es decir, los reactivos, los catalizadores, los disolventes. Deberá anotar la cantidad que utiliza de cada sustancia y el desecho generado. El costo de las materias primas. El gasto para tratamiento de desechos. Así mismo, calculará la Economía atómica de cada reacción y la eficiencia de masa.

b) III.- Preparación de reactivos*

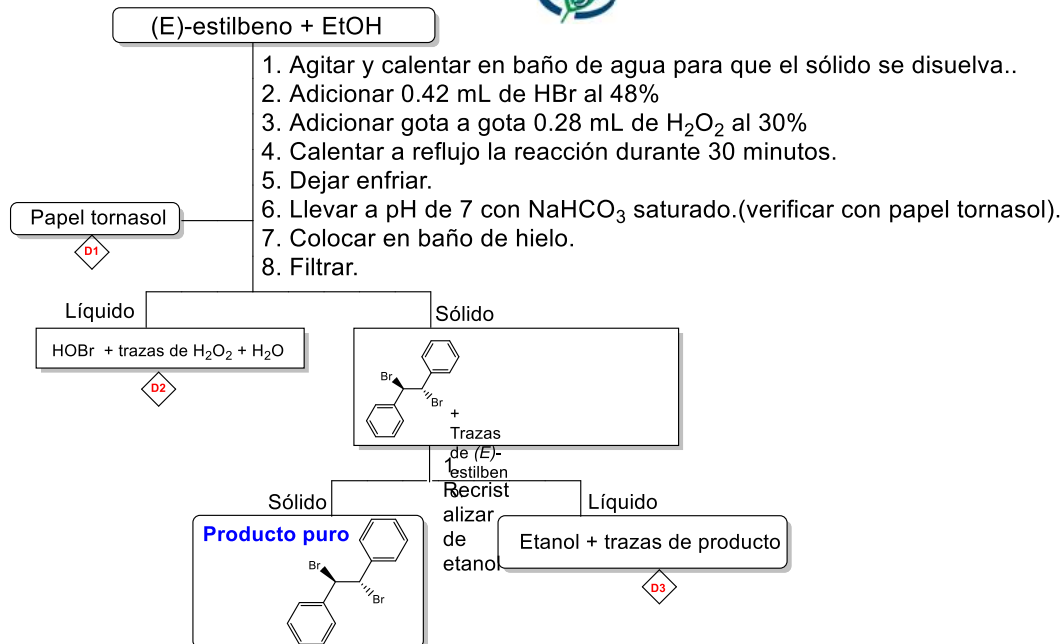
NA

IV.- Disposición de residuos

Diagrama de residuos 6. Bromación de estilbeno.



Bromación de estilbeno con H_2O_2 y HBr .



D1: Enviar a incineración.

D2: Hacer la prueba de peróxidos y en caso de que de positiva. Eliminar los peróxidos y posteriormente neutralizar.

Prueba del Ioduro

Agregar 0.5-1.0 ml del producto a ser evaluado a un volumen igual de ácido acético glacial al que se

le ha agregado 0.1 g de ioduro de sodio o cristales de ioduro de potasio. El color amarillo indica una

concentración baja de peróxido en la muestra; el color castaño indica una concentración alta. Se debe

hacer una determinación "blanco".

Preparar la mezcla ácida ioduro / acético en el momento de hacer la prueba, porque la oxidación

aérea, lentamente, torna al "blanco" en un color marrón.

D3: Filtrar las trazas de sólido. Enviar el sólido incineración y destilar el etanol si es una cantidad considerable.

PRÁCTICA No. 5. HIDRÓLISIS DEL CLORURO DE *t*-BUTILO.

➤ OBJETIVOS

- Llevar a cabo una S_N1 .
- Estudiar el efecto del disolvente en la rapidez de las reacciones S_N1 .
- Analizar de la reacción de sustitución nucleofílica unimolecular para la obtención del cloruro de *t*-butilo y la cinética de hidrólisis del cloruro de *t*-butilo.

➤ PROBLEMA

En esta ocasión en la Compañía donde está realizando sus prácticas profesionales. Le solicitan que analice la reacción de sustitución nucleofílica unimolecular para obtener el cloruro de *t*-butilo y la cinética de hidrólisis del cloruro de *t*-butilo. Tendrá que explicar la función de cada una de las operaciones unitarias para la obtención de cloruro de *t*-butilo, deberá realizar un diagrama de flujo donde indique los desechos generados tanto en la obtención como en la cinética de hidrólisis del cloruro de *t*-butilo y las operaciones unitarias que se realizan tanto para la obtención del cloruro de *t*-butilo. Así mismo deberá explicar los resultados de las pruebas de identificación de la obtención del cloruro de *t*-butilo, todos estos resultados los deberá explicar en una junta de equipo con su Jefe y los demás jóvenes que también están llevando a cabo prácticas profesionales en la misma empresa.

➤ REACTIVOS

Disolución de Br_2 en CCl_4	Cloruro de calcio
<i>t</i> -butanol	$NaHCO_3$ al 10%
Ácido clorhídrico concentrado	Na_2SO_4 anhidro
$AgNO_3$ al 5%	$NaOH$ 0.05 N
Gotero de fenolftaleína	

➤ EQUIPO

Parrilla de calentamiento con agitación magnética	Bomba de agua sumergible
---	--------------------------

➤ MATERIAL POR EQUIPO O POR PERSONA.

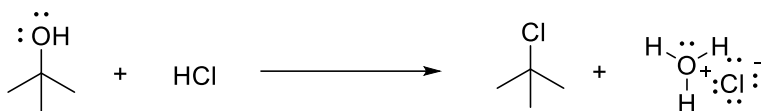
Colector	1	Refrigerante para agua con mangueras	1
Columna Vigreux	1	T de destilación	1
Embudo de filtración por gravedad	1	Termómetro	1
Matraz Erlenmeyer de 50mL	1	Barra de agitación magnética	1
Matraz de fondo plano de 25mL	1	Pinzas de tres dedos	3
Porta termómetro	1	Vaso de precipitados de 150 mL	1
Matraz redondo de fondo plano de 25mL	1	Embudo de separación de 50 mL	1
Barra de agitación magnética	1	Matraz Erlenmeyer 250 mL	5
Bureta graduada de 50 mL	1	Matraz aforado de 100 mL con tapón	1
Espátula	1	Pipeta volumétrica de 1 mL	1
Pipeta volumétrica de 10 mL	1	Probeta graduada de 25 mL	1

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Procedimiento para la obtención del cloruro de *t*-butilo:

En un matraz Erlenmeyer de 50 mL se coloca una barra de agitación magnética, se adicionan 3 mL de *t*-butanol, 9 mL de ácido clorhídrico concentrado y 1 g de cloruro de calcio y se mezcla con agitación vigorosa en la parrilla durante 15 minutos. La mezcla de reacción se transfiere a un embudo de separación, permitiendo reposar hasta observar la separación de las dos fases. Se elimina la fase inferior (fase acuosa) y se realizan 2 lavados a la fase orgánica con 5 mL de una solución de NaHCO₃ al 10% cada uno.

Las fases se separan cuidadosamente y la fase orgánica se seca con Na₂SO₄ anhidro. Para purificar el producto se realiza una destilación simple. Se colecta la fracción que destila entre 40 -43°C



Esquema 7. Obtención de cloruro de *t*-butilo.

Pruebas de identificación:

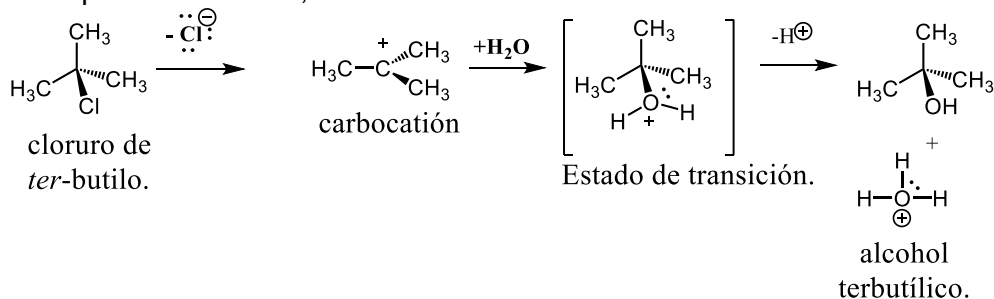
Identificación de halógenos: En un tubo de ensaye limpio y seco, se colocan tres gotas del haluro obtenido, se adicionan 0.5 mL de etanol y 5 gotas de solución de AgNO₃ al 5% y se agita.

Presencia de insaturaciones:

En un tubo de ensaye limpio y seco se colocan 5 gotas del haluro obtenido, se adicionan una o dos gotas de una disolución de Br₂ en CCl₄ y se agita.

Procedimiento de hidrólisis del cloruro de *t*-butilo:

Se coloca **1 mL de cloruro de *t*-butilo** recién destilado y seco con pipeta volumétrica en un matraz aforado de 100 mL, se afora con la mezcla agua-etanol a probar, se tapa, se agita y se comienza a contar el tiempo de reacción. Se toman alícuotas de 10 mL con pipeta volumétrica y cada 2 minutos se titulan con NaOH 0.05 N, usando fenolftaleína como indicador. Cuando la disolución vire a rosa la solución y se mantiene el vire durante 30 segundos aproximadamente, la titulación habrá terminado.



Esquema 8. Hidrólisis de cloruro de *t*-butilo.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Laider K. J., Cinética de reacciones. Vol. 1, Editorial Alambra, Madrid, España, 1971, pp 1-10, 19-29.
2. Brewster, R. Q. y Vanderwerf C. A., Curso práctico de química orgánica, 2ª. Edición, Alambra, España, 1970.
3. Morrison, R. T. y Boyd, R. N., Química Orgánica, Fondo Educativo Interamericano, México, 1976.
4. Moore, J. A. y Dalrymple, D. L., Experimental Methods in Organic Chemistry, 2a. ed., W. B. Saunders, EU, 1976, pp. 271-275.
5. Castillo-Rangel, N. *et al* "Manual de prácticas de Química Orgánica II. (1411) QFB.2021-1. 2020, Ciudad de México. p. 05 -09.

6. Solorzano, K. *et al* "Manual de prácticas de Química Orgánica II. (1412) IQ. 2021-1. 2020, Ciudad de México. p. 35 - 43.

ANEXO

I.- Conocimientos previos

1. Reacciones de sustitución Nucleofílica Unimolecular.
2. Condiciones que favorecen la S_N1.

II.- Cuestionario

En la obtención del cloruro de *t*-butilo:

- a) ¿Qué tan alejado está el rendimiento teórico del práctico en la obtención del cloruro de *t*-butilo?
- b) ¿Qué tipo de sustratos favorecen las reacciones de S_N1?
- c) Escriba las reacciones de identificación y el mecanismo de éstas.

En la hidrólisis del cloruro de *t*-butilo indique cómo afecta el disolvente empleado la rapidez de la reacción ayudándose de los resultados obtenidos en la tabla 1 por cada integrante del equipo de trabajo.

- d) Realizar de 6 a 8 titulaciones y anotar los resultados en el cuadro.

Tiempo de reacción t (segundos)	Volumen de NaOH (mL)	X = concentración de los productos de la hidrólisis	a-x	[a/(a-x)]	log [a/(a-x)]
120					
240					
360					
480					
600					
720					
840					
960					
1080					
1200					

Tabla 1. Tabla para la cinética de hidrólisis.

Para los cálculos se utilizarán las siguientes fórmulas:

$$k = 2.3 \cdot \left(\log \frac{a}{(a-x)} \right) \cdot \left(\frac{1}{t} \right)$$

a = concentración inicial de cloruro de *t*-butilo (sustrato) en moles/litro.

$$\frac{1 \text{ mL (volumen de sustrato)} \times 0.85 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \text{ (densidad del sustrato)}}{92 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \text{ (peso molecular del sustrato)} \times 0.1 \text{ L}} = 0.092 \text{ mol/L}$$

x = concentración en mol/L de los productos de la hidrólisis en el tiempo t, que se calcula con la siguiente ecuación:

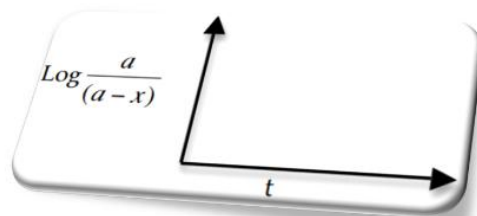
$$x = \frac{\text{mL disolución de NaOH} \times 0.05 \text{ N (concentración de disolución de NaOH)}}{10 \text{ mL (volumen de la alícuota)}}$$

Se debe calcular el valor de la constante de rapidez k por método gráfico, utilizando la ecuación integrada de la ecuación de rapidez de una reacción de primer orden.

$$\log \frac{a}{a-x} = \frac{k}{2.3} t$$

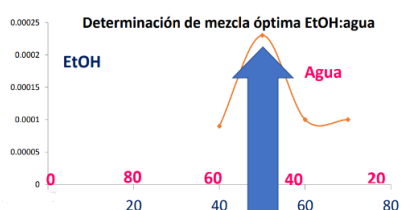
La ecuación integrada:

Deberá construir la gráfica de log a/a-x vs t (en segundos). Calcular el valor de la pendiente m de la línea recta obtenida, y determinar el valor de k. k = 2.3 x m.



- e) Con los datos experimentales de las diferentes mezclas etanol/agua, deberá graficar k vs la composición de las mezclas agua-etanol. Formular una conclusión con base en el comportamiento de dicha gráfica, y a la información que hayas investigado respecto al efecto del disolvente en las reacciones S_N1 y respecto a la solubilidad de los haluros de alquilo.

Ejemplo:



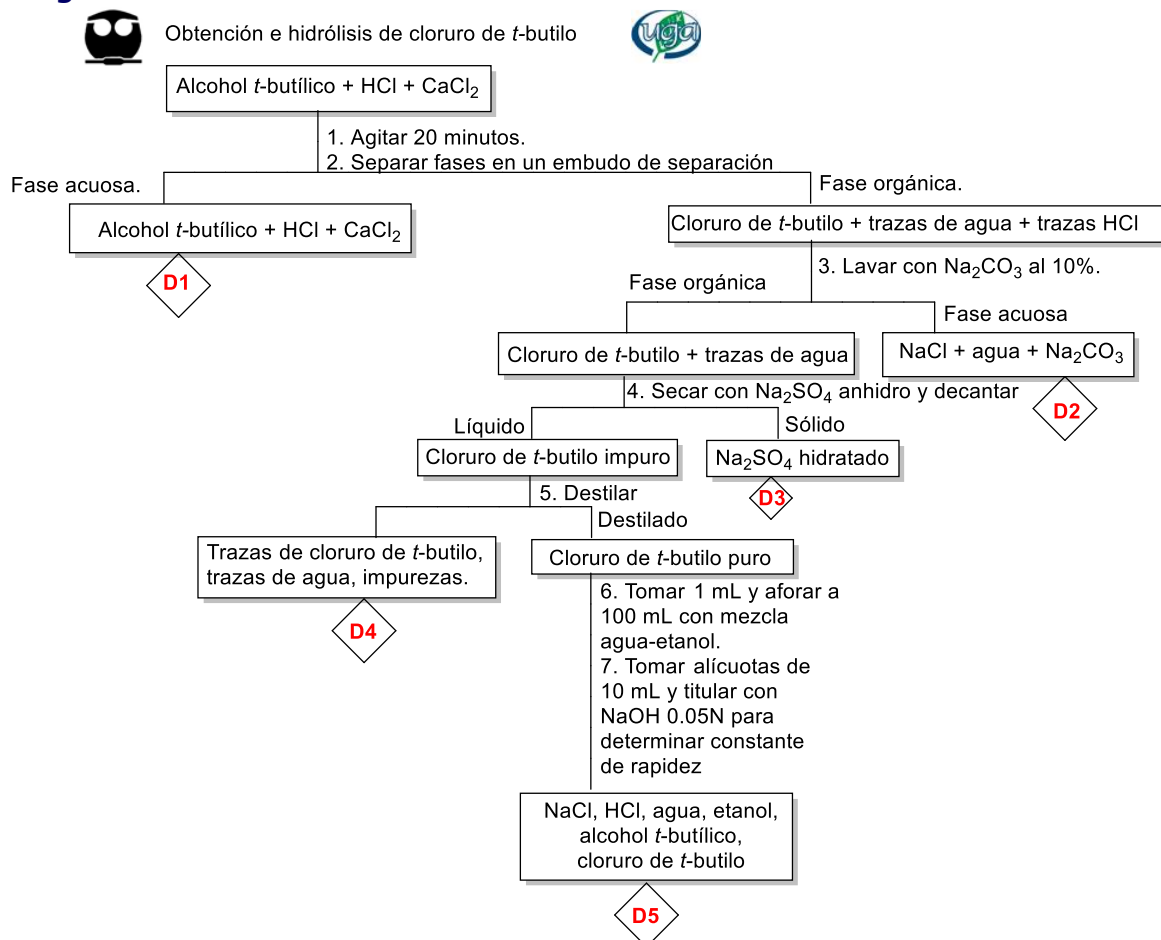
k	Mezcla	Cantidad de Agua	k s ⁻¹
0.00006	30:70 Agua:EtOH		
0.00009	40:60 Agua:EtOH		
0.00023	50:50 Agua:EtOH		
0.0023	50:50 Agua:EtOH		
0.0001	60:40 Agua:EtOH		
0.0004	70:30 Agua:EtOH		
		300.00006	
		400.00009	
		500.00023	
		600.0001	
		700.0001	

III.- Preparación de reactivos*

NA

IV.- Disposición de residuos

Diagrama de residuos 8. Obtención e hidrólisis de cloruro de *t*-butilo.



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

D2: Neutralizar y desechar por el drenaje.

D3: Secar y mandar a incineración.

D4: Destilar el cloruro de *t*-butilo y mandar a incineración el residuo.

D5: Neutralizar; recuperar el cloruro de *t*-butilo, el etanol y el alcohol terc-butílico por destilación, desechar el residuo por el drenaje.

**PRACTICA No. 6. REACCIONES DE ELIMINACIÓN. SÍNTESIS DE ALQUINOS.
OBTENCIÓN DE DIFENILACETILENO.**

➤ **OBJETIVO**

- Preparar un alquino mediante una reacción de doble eliminación.

➤ **PROBLEMA**

¿Cómo podrían sintetizarse los alquinos mediante una reacción de doble eliminación? ¿Qué usos tienen este tipo de alquinos?

➤ **REACTIVOS POR PERSONA O EQUIPO.**

Agua	4 mL	Hidróxido de potasio al 85%	2 mL
1,2-dibromo-1,2-difeniletano sintetizado por los alumnos	-	Trietilenglicol	6 mL
Etanol	8 mL		

➤ **EQUIPO**

Parrilla de calentamiento con agitador magnético	Aparato de Fisher Johns
Bomba de agua sumergible	

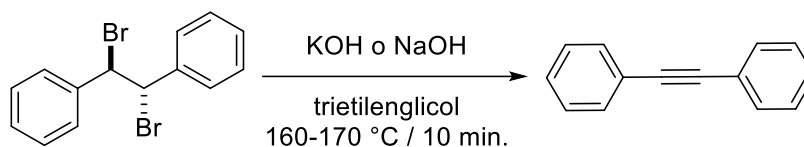
➤ **MATERIAL POR EQUIPO O POR PERSONA.**

Tubo de ensayo de (13 x 100 mm)	1	Espátula	1
Pipeta en campana para adicionar el trietilenglicol en campana	2	Termómetro de 0 a 250°C	1
Barra de agitación magnética forma de arroz.	1	Vaso de precipitados de 100 mL	2
Pipeta graduada 5 mL en la campana para el etanol	1	Matraz Kitasato con manguera de 125 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Embudo Büchner con alargadera	1
Recipiente de peltre o de plástico para baño de hielo	1	Probeta de 10 o de 25 mL	1
Vidrio de reloj	1	Pinzas para tubo de ensayo	1
Pipeta de 2 mL o de 5 mL en la campana para el hidróxido de potasio	1	Pipeta de 5 mL para el trietilenglicol en campana	1
Embudo de vidrio para filtración rápida	1		

➤ **DESARROLLO EXPERIMENTAL.**

El hidróxido de sodio y el hidróxido de potasio son corrosivos. En el experimento se usan muy concentrados. Tener cuidado al calentar y por ningún motivo quitarse los lentes de seguridad.

Reacción:



El 1,2-dibromo-1,2-difeniletano obtenido en la práctica de bromación del (*E*)-estilbeno se coloca en un tubo de ensayo (13x100 mm) previamente pesado, se adiciona la cantidad necesaria de trietilenglicol para obtener una disolución 0.58 M, se agregan 3 equivalentes de hidróxido de potasio al 85%. La mezcla se calienta de 6 a 10 minutos en una parrilla que se ajustó previamente a 160-170 °C, si es posible utilizar un baño de arena sino preguntar a la profesora como se va a trabajar. La mezcla de reacción se enfría y se le adiciona agua destilada (2 mL por cada mL de trietilenglicol utilizado). El producto precipita, se filtra al vacío, los cristales se lavan con etanol frío al 70 % (2 x 1 mL) y se secan. De ser necesario recrystalizar el producto de etanol, a los cristales formados se les determina su punto de fusión (teórico 58-62 °C). Guardar 40 mg para caracterizar por ¹H-RMN.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Orita, A., & Otera, J. (2006). Elimination strategy for aromatic acetylenes. *Chemical reviews*, 106(12), 5387-5412.
2. Otera, J. (2006). Double elimination protocol for aryleneethynylenes. *Pure and applied chemistry*, 78(4), 731-748.
3. Pentsak, E. O., Murga, M. S., & Ananikov, V. P. (2024). Role of Acetylene in the Chemical Evolution of Carbon Complexity. *ACS Earth and Space Chemistry*, 8(5), 798-856.

ANEXO

I.- Conocimientos previos

- Propiedades de reactivos, materias primas y productos.
- Reacciones de doble eliminación para sintetizar alquinos.
- Usos del difenilacetileno.

II.- Cuestionario

- a) Mecanismo de reacción de doble eliminación.
- b) Investigar 3 métodos de síntesis diferentes al utilizado para la síntesis de difenilacetilenos.

III.- Preparación de reactivos*

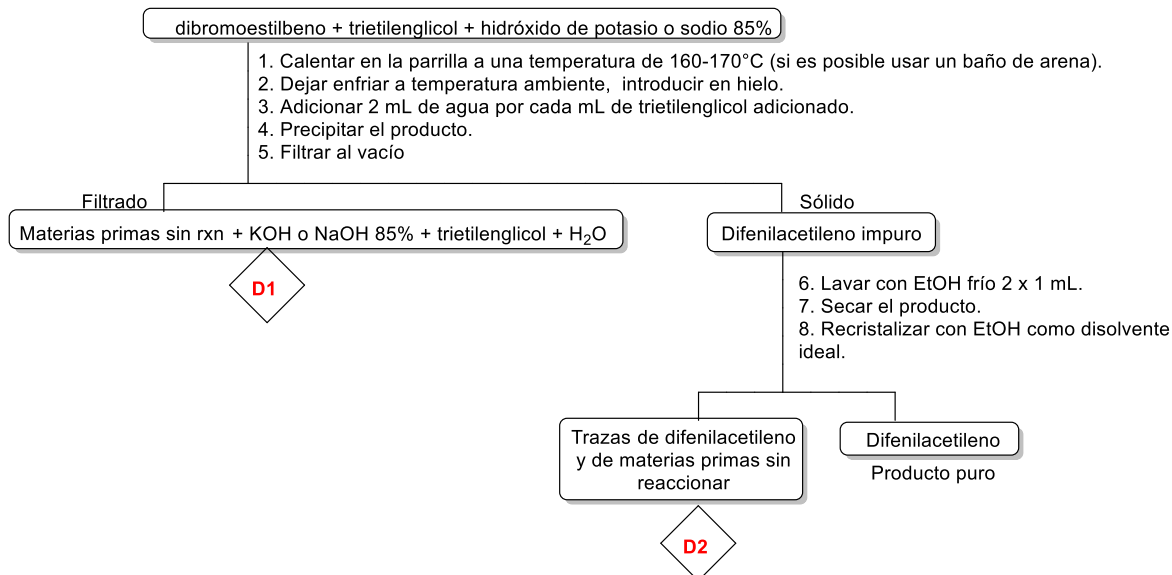
KOH 85% 85 g de hidróxido de potasio en 100 mL de agua o NaOH al 85% 85 g de hidróxido de sodio en 100 mL de agua.

IV.- Disposición de residuos

Diagrama de residuos 9. Obtención del difenilacetileno.



Obtención del difenilacetileno.



D1: Filtrar para separar los sólidos. Neutralizar con precaución porque la solución alcalina está muy concentrada y es reacción exotérmica. Enviar a incineración.

D2: Separar los sólidos por filtración. El residuo de la filtración se envía a incineración.

PRÁCTICA No. 7. REACCIONES DE CARBANIONES. SÍNTESIS DE LA DIBENZALACETONA.

➤ OBJETIVOS

- Obtener dibenzalacetona mediante 3 métodos diferentes.
- Determinar cómo favorece el orden de adición de los reactivos en una condensación aldólica cruzada dirigida.

➤ PROBLEMA

Para este nuevo reto el líder de su equipo de trabajo le comenta que deberá proponer una síntesis para la obtención del producto que muestra en la figura 1, en medio básico. Le comenta que él ha leído que puede realizarse mediante mecanosíntesis o mediante un método convencional pero no te proporciona más información al respecto.

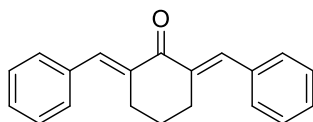


Figura 1. Síntesis de dibenzalciclohexanona.

➤ REACTIVOS

Benzaldehído	Hidróxido de sodio (NaOH)
Acetona	Etanol (EtOH)

➤ EQUIPO

Parrilla de calentamiento con agitación magnética	Aparato de Fisher-Johns
---	-------------------------

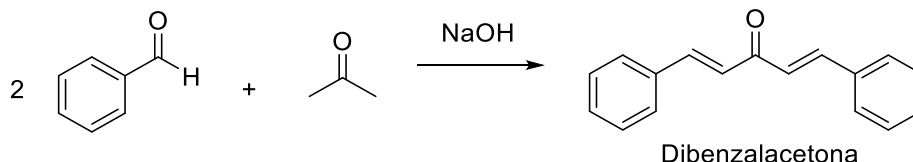
➤ MATERIAL POR EQUIPO O POR PERSONA

Agitador de vidrio	1	Termómetro	1
Embudo de filtración por gravedad	1	Barra de agitación magnética	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Pinzas de tres dedos	1
Matraz de fondo plano de 25 mL	1	Vaso de precipitados de 100 mL	1
Matraz redondo de fondo plano de 25mL	1	Embudo Büchner de 5 cm con alargadera	1
Barra de agitación magnética	1	Matraz Erlenmeyer 50 mL	2
Pipeta graduada de 1 mL	2	Espátula	1

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

El hidróxido de sodio es corrosivo. Tener cuidado al preparar el catalizador la reacción es exotérmica.

Reacción:



Esquema 9. Reacción de obtención de la dibenzalacetona

Método A: En un matraz Erlenmeyer de 50 mL, se disuelven **0.6 g de NaOH** en **6 mL de agua**, se adicionan **5 mL de etanol** y se agita. Se agregan a la disolución, **0.7 mL de benzaldehído** y se agita. Se colocan el matraz en un baño de agua fría, se introduce un

termómetro en la mezcla y se deja que se enfríe a 20°C aproximadamente. A continuación, se adicionan gota a gota y con una suave agitación magnética, **0.25 mL de acetona**. Posteriormente, se agita vigorosamente la mezcla de reacción durante **25 minutos** cuidando que la temperatura permanezca entre 20-25°C con la ayuda del baño de agua. Concluido el tiempo de reacción, se enfría en un baño de hielo. Se filtra al vacío el precipitado formado, se lava con agua fría, se deja secar y se recrystaliza de etanol (nota).

Método B: En un matraz Erlenmeyer de 50 mL, se disuelven **0.6 g de NaOH en 6 mL** de agua, se adicionan **5 mL de etanol** y se agita. Se coloca el matraz en un baño de agua fría, se introduce un termómetro en la mezcla y se deja que se enfríe a 20°C aproximadamente. Se agrega a la disolución, gota a gota y con una suave agitación magnética, **0.25 mL de acetona**. A continuación, se adicionan gota a gota, **0.7 mL de benzaldehído**. Posteriormente, **se agita** vigorosamente la mezcla de reacción durante **25 minutos**, cuidando que la temperatura permanezca entre 20-25°C con la ayuda del baño de agua. Concluido el tiempo de reacción, se enfría en un baño de hielo. Se filtra al vacío el precipitado formado, se lava con agua fría, se deja secar y se recrystaliza de etanol (nota).

Método C: En un matraz Erlenmeyer de 50 mL, se mezclan **0.7 mL de benzaldehído** con **0.25 mL de acetona** y se agita. Se coloca el matraz en un baño de agua fría, se introduce un termómetro en la mezcla y se deja que se enfríe a 20°C aproximadamente. Se agrega a la mezcla lentamente y con una suave agitación magnética, una disolución de **0.6 g de NaOH en 6 mL de agua**, se **adicionan 5 mL de etanol**. Posteriormente, se agita vigorosamente la mezcla de reacción durante **25 minutos**, cuidando que la temperatura permanezca entre 20-25°C con la ayuda del baño de agua. Concluido el tiempo de reacción, se enfría en un baño de hielo. Se filtra al vacío el precipitado formado, se lava con agua fría, se deja secar y se recrystaliza de etanol (nota).

Nota: Si al llevar a cabo la recrystalización, la disolución se torna de un color naranja, se agrega ácido clorhídrico diluido 1:1 porque la solución se encuentra alcalina, hasta alcanzar un pH entre 7 y 8. El color de la disolución debe ser amarillo claro.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Ávila A. J. G. *et al*, Química Orgánica: Experimentos con un enfoque ecológico 2ª edición, UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, **2009**, pág. 343-350.
2. Bruice, P. Y., Química Orgánica 5ª edición, Pearson Educación, México **2008**, pág. 352-353.
3. Carey, F. A., Química Orgánica 6ª edición, McGraw-Hill Interamericana, México, **2006**, pág. 787-793.
4. McMurry, J., Química Orgánica 8ª edición, Cengage Learning, México, **2012**, pág. 877-890.
5. Morrison, R. T. y Boyd, R. N., Química Orgánica 5ª edición, Addison-Wesley Iberoamericana, Boston Massachusetts, **1988**, pág. 864-871.
6. Solomons, T. W. G., Química Orgánica 2ª edición, Limusa-Wiley, México, **1999**, pág. 487-900.
7. Vogel, A. I., A Textbook of Practical Organic Chemistry 5th edition, Longmans Scientific and Technical, New York, **1989**.
8. Wade, L. G. Jr., Química Orgánica 5ª edición, Prentice Hall, España, **2004**, pág. 447-449, 787-797, 821-824.

ANEXO

I.- Conocimientos previos

1. Condensación aldólica cruzada dirigida.

2. Importancia del orden de adición de los reactivos en una condensación aldólica cruzada dirigida.

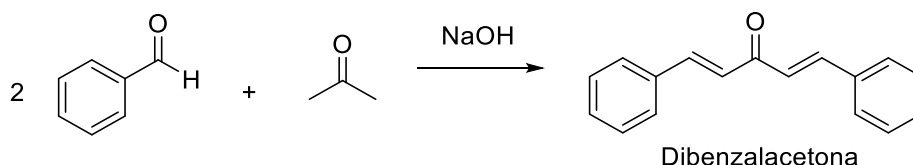
II.- Cuestionario

- a) Colectar los resultados obtenidos en la **tabla 2** donde se indica el orden de adición de los reactivos, el punto de fusión y el rendimiento de la dibenzalacetona obtenida

Método	Orden de adición de los reactivos y de la disolución de NaOH.	Punto de fusión del producto °C	Rendimiento (g)/(%)
A			
B			
C			

Tabla 2. Método de adición empleado rendimiento y punto de fusión de la dibenzalacetona.

- b) Analizar también los resultados obtenidos mediante los 3 métodos, para obtener dibenzalacetona. **Esquema 1.**



Esquema 1. Reacción de obtención de la dibenzalacetona.

- c) Proponer un diagrama de flujo de los procedimientos e indicar para qué sirvió cada operación unitaria que llevaste a cabo.

- d) Y por último deberá proponer una síntesis para la obtención de los compuestos **A** y **B** que se muestran en la **figura 2**.

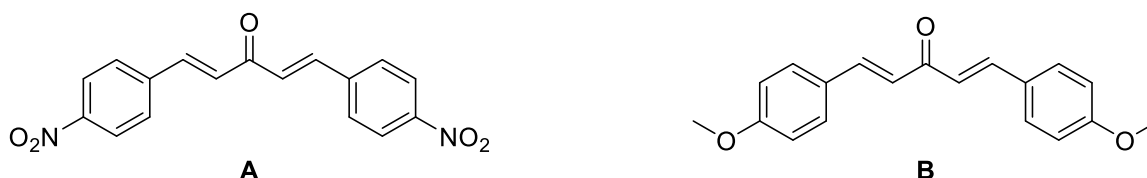


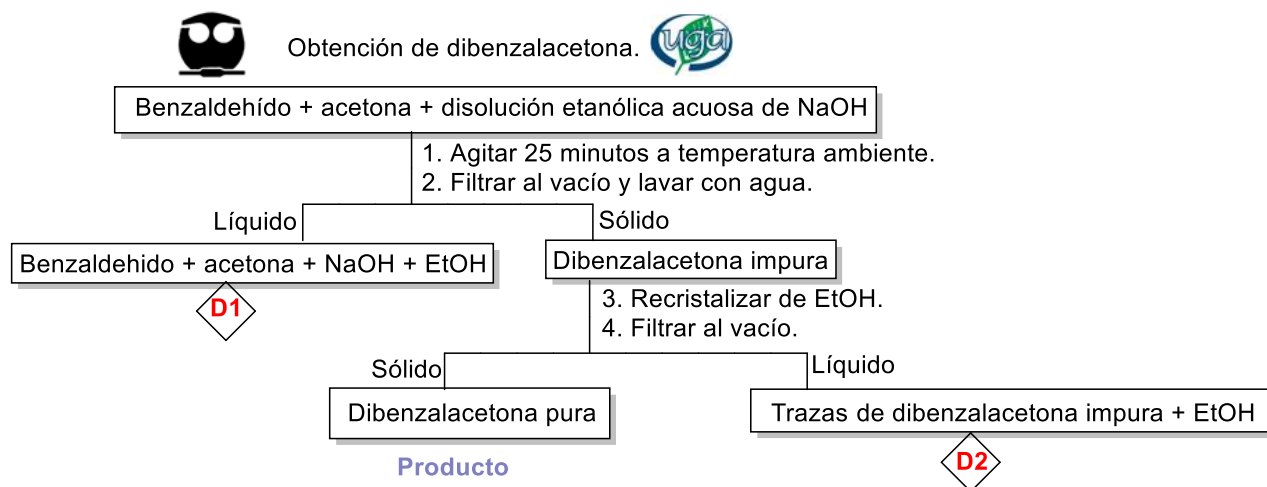
Figura 2. Ejemplos de compuestos sintetizados mediante condensación aldólica cruzada dirigida.

III.- Preparación de reactivos*

NA

IV.- Disposición de residuos

Diagrama de residuos 10. Obtención de dibenzalacetona.



D1: Filtrar, mandar los sólidos a incineración. Tratar el filtrado con carbón activado hasta que la solución quede incolora; neutralizar y desechar por el drenaje.

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

PRACTICA No. 7. REACCIONES DE ELIMINACIÓN. SÍNTESIS DE ALQUINOS. OBTENCIÓN DE DIFENILACETILENO.

➤ OBJETIVO

- Preparar un alquino mediante una reacción de doble eliminación.

➤ PROBLEMA

¿Cómo podrían sintetizarse los alquinos mediante una reacción de doble eliminación? ¿Qué usos tienen este tipo de alquinos?

➤ REACTIVOS POR PERSONA O EQUIPO.

Agua	4 mL	Hidróxido de potasio al 85%	2 mL
1,2-dibromo-1,2-difeniletano sintetizado por los alumnos	-	Trietilenglicol	6 mL
Etanol	8 mL		

➤ EQUIPO

Parrilla de calentamiento con agitador magnético	Aparato de Fisher Johns
Bomba de agua sumergible	

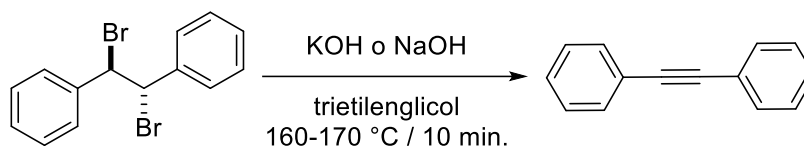
➤ MATERIAL POR EQUIPO O POR PERSONA.

Tubo de ensayo de (13 x 100 mm)	1	Espátula	1
Pipeta en la campana de extracción para adicionar el trietilenglicol en campana	2	Termómetro de 0 a 250°C	1
Barra de agitación magnética forma de arroz.	1	Vaso de precipitados de 100 mL	2
Pipeta graduada 5 mL en la campana para el etanol	1	Matraz Kitasato con manguera de 125 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Embudo Büchner con alargadera	1
Recipiente de peltre o de plástico para baño de hielo	1	Probeta de 10 o de 25 mL	1
Vidrio de reloj	1	Pinzas para tubo de ensayo	1
Pipeta de 2 mL o de 5 mL en la campana para el hidróxido de potasio	1	Pipeta de 5 mL para el trietilenglicol en campana	1
Embudo de vidrio para filtración rápida	1		

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL.

El hidróxido de sodio y el hidróxido de potasio son corrosivos. En el experimento se usan muy concentrados. Tener cuidado al calentar y por ningún motivo quitarse los lentes de seguridad.

Reacción:



El 1,2-dibromo-1,2-difeniletano obtenido en la práctica de bromación del (*E*)-estilbeno se coloca en un tubo de ensayo (13x100 mm) previamente pesado, se adiciona la cantidad necesaria de trietilenglicol para obtener una disolución 0.58 M, se agregan 3 equivalentes de hidróxido de potasio al 85%. La mezcla se calienta de 6 a 10 minutos en una parrilla que se ajustó previamente a 160-170 °C, si es posible utilizar un baño de arena sino preguntar a la profesora como se va a trabajar. La mezcla de reacción se enfría y se le adiciona agua destilada (2 mL por cada mL de trietilenglicol utilizado). El producto precipita, se filtra al vacío, los cristales se lavan con etanol frío al 70 % (2 x 1 mL) y se secan. De ser necesario recrystallizar el producto de etanol, a los cristales formados se les determina su punto de fusión (teórico 58-62 °C). Guardar 40 mg para caracterizar por ¹H-RMN.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Orita, A., & Otera, J. (2006). Elimination strategy for aromatic acetylenes. *Chemical reviews*, 106(12), 5387-5412.
2. Otera, J. (2006). Double elimination protocol for aryleneethynylenes. *Pure and applied chemistry*, 78(4), 731-748.
3. Pentsak, E. O., Murga, M. S., & Ananikov, V. P. (2024). Role of Acetylene in the Chemical Evolution of Carbon Complexity. *ACS Earth and Space Chemistry*, 8(5), 798-856.

ANEXO

I.- Conocimientos previos

- Propiedades de reactivos, materias primas y productos.
- Reacciones de doble eliminación para sintetizar alquinos.
- Usos del difenilacetileno.

II.- Cuestionario

- c) Mecanismo de reacción de doble eliminación.
- d) Investigar 3 métodos de síntesis diferentes al utilizado para la síntesis de difenilacetilenos.

III.- Preparación de reactivos*

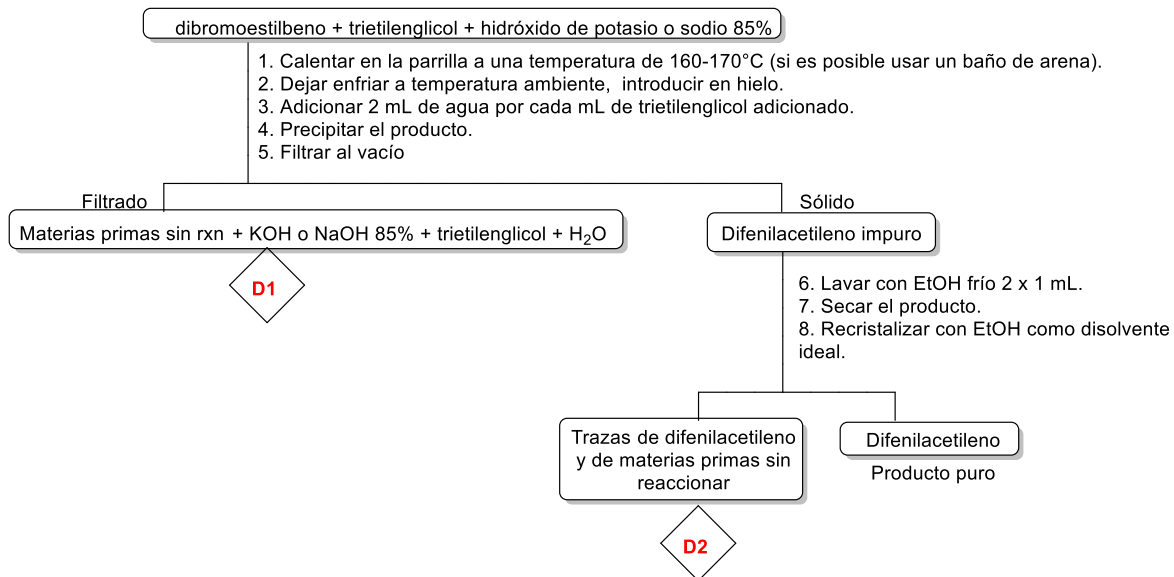
KOH 85% 85 g de hidróxido de potasio en 100 mL de agua o NaOH al 85% 85 g de hidróxido de sodio en 100 mL de agua.

IV.- Disposición de residuos

Diagrama de residuos 9. Obtención del difenilacetileno.



Obtención del difenilacetileno.



D1: Filtrar para separar los sólidos. Neutralizar con precaución porque la solución alcalina está muy concentrada y es reacción exotérmica. Enviar a incineración.

D2: Separar los sólidos por filtración. El residuo de la filtración se envía a incineración.

Práctica No. 8. RECUBRIMIENTO CON METALES.

➤ OBJETIVO

Llevar a cabo el recubrimiento con metales.

➤ PROBLEMA

Recubrir varios metales mediante reacciones REDOX.

➤ REACTIVOS

Ácido clorhídrico (HCl)	Agua destilada
-------------------------	----------------

➤ EQUIPO

- No se requiere

➤ MATERIAL POR EQUIPO O POR PERSONA

Vaso de precipitados de 250mL	1	Caimanes	2
Pila de 9V	1	Masking tape o Cinta adhesiva	1

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Procedimiento:

Se conecta el **caimán rojo al lado positivo de la pila**. En el **polo negativo se pone el otro caimán**.

Se colocan en el vaso de precipitados **75 mL de agua y 25 mL de HCl** **OJO se coloca primero el agua y después el ácido clorhídrico**, se puede utilizar cloruro de sodio para el baño electrolítico porque se emplea para mejorar la conducción de la electricidad.

Se conecta la pieza de cobre (por ejemplo) en el lado positivo. El caimán negativo se conecta a la pieza que queremos bañar. Se introducen las dos piezas en el vaso de precipitados y se sujetan con la cinta adhesiva y la dejamos 20 minutos (se puede usar en vez de cobre estaño o zinc.).

Al final los **20 minutos de recubrimiento** se retira la pieza del baño electrolítico y se introduce la pieza bañada en agua para retirar el ácido clorhídrico si se utilizó HCl en el baño, se seca la pieza con una sanita o una Servitoalla y se pule con una lija de agua.

➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Frontana-Urbe, B. A., Little, R. D., Ibanez, J. G., Palma, A., & Vasquez-Medrano, R. (2010). Organic electrosynthesis: a promising green methodology in organic chemistry. *Green Chemistry*, 12(12), 2099-2119.
2. Ibañez Cornejo, J. G. (2006). Electrochemistry for environmental remediation: laboratory experiments.

ANEXO

I.- Conocimientos previos

Reacciones REDOX

II.- Cuestionario

3. ¿Qué importancia tiene el recubrimiento con metales?
4. ¿Qué papel desempeña el cobre en el procedimiento?
5. Investigue y determine bajo qué condiciones los objetos o metálicos se exponen a la abrasión, los rayos UV, el calor seco y la corrosión en general

III.- Preparación de reactivos*

NA

IV.- Disposición de residuos

Residuos

D1: HCl diluido 1:3 con $ZnCl_2$.

D2: HCl diluido 1:3 con $CuCl_2$.

D3: HCl diluido 1:3 con $SnCl_2$.

PRÁCTICA 8. SÍNTESIS DE PEROVSKITAS. PREPARACIÓN DE MATERIALES HÍBRIDOS ORGÁNICOS-INORGÁNICOS CON ESTRUCTURA CRISTALINA TIPO PEROVSKITA AMX_3 .

OBJETIVO

- Obtener un compuesto híbrido orgánico-inorgánico con estructura tipo perovskita AMX_3 . Establecer una relación entre morfología y propiedades ópticas.

➤ PROBLEMA

La perovskita es la estructura cristalina observada para el $CaTiO_3$. El descubrimiento de las células eficientes de materiales híbridos orgánico-inorgánico con estructura perovskita ABX_3 , siendo A un grupo orgánico como metilamonio, B plomo o estaño y X un halógeno, promete alcanzar altas eficiencias con rutas de preparación de baja temperatura. Conceptualmente, la estructura tipo perovskita ABX_3 consiste en un arreglo infinito tridimensional de octaedros de PbX_3 con las esquinas compartidas y con el catión orgánico en los huecos generados por la estructura.

➤ REACTIVOS

PbO	HBr
H_3PO_2	HI
Acetonitrilo	CH_3NH_3Cl

➤ EQUIPO

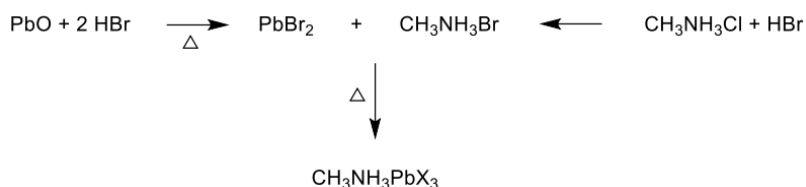
Parrilla de calentamiento	
---------------------------	--

➤ MATERIAL POR EQUIPO O POR PERSONA

Vaso de precipitados de 10 mL	1	Frasco vial de 4 mL (lo trae el alumno)	1
Propipeta	1	Embudo Hirsch	1
Pipeta de 3 mL	1	Agitador magnético en forma de arroz	1
Espátula	1	Matraz Kitasato de 30 mL o de 125 mL con manguera.	1
Pipetas Pasteur (las trae el alumno)	2		

➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacciones:



Procedimiento:

PRECURSOR 1 ($PbBr_2$). En un vaso de precipitados de 10 mL agregue 0.1 g de PbO y añada posteriormente 1 mL de HBr. Coloque la mezcla en una parrilla de calentamiento y ponga a ebullición hasta que se disuelva completamente (aproximadamente 10 min).

PRECURSOR 2 ($\text{CH}_3\text{NH}_4\text{Br}$). De forma paralela, en un frasco vial, coloque 0.030 g de $\text{CH}_3\text{NH}_4\text{Cl}$ y añada cuidadosamente 1 mL de HBr. Caliente ligeramente la mezcla hasta disolver completamente. Una vez que ambas soluciones estén disueltas, agregue al precursor 1 la solución que contiene al precursor 2 y mantenga el calentamiento durante 20 min. Transcurrido ese tiempo y una vez que la solución tenga una coloración ligeramente más oscura (hacia el color anaranjado), permita enfriar ligeramente el sistema y entonces agregue lentamente 1 mL de acetonitrilo. Filtre el sólido formado y calcule el rendimiento de acuerdo con la reacción balanceada. Tome como reactivo limitante al PbO.

Práctica propuesta por el Doctor Jesús Rodríguez Romero.

➤ **REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. Chirvony, V. S.*, Suárez, I., Sanchez-Diaz, J., Sánchez, R. S., Rodríguez-Romero, J., Mora-Seró, I.*, & Martínez-Pastor, J. P.* (2023). Unusual Spectrally Reproducible and High Q-Factor Random Lasing in Polycrystalline Tin Perovskite Films. *Advanced Materials*, 35(9), 2208293. DOI:10.1002/adma.202208293
2. Canet-Albiach, R., Krečmarová, M., Bailach, J. B., Gualdrón-Reyes, A. F., Rodríguez-Romero, J., Gorji, S., Pashaei-Adl, H., Mora-Seró, I., Martínez Pastor, J. P., Sánchez-Royo, J. F. & Muñoz-Matutano, G.* (2022). Revealing Giant Exciton Fine-Structure Splitting in Two-Dimensional Perovskites Using van der Waals Passivation. *Nano Letters*. DOI:10.1021/acs.nanolett.2c02729
3. Rodríguez-Romero, J.*, Sanchez-Diaz, J., Echeverría-Arrondo, C., Masi, S., Esparza, D., Barea, E. M., & Mora-Seró, I*. (2020). Widening the 2D/3D Perovskite Family for Efficient and Thermal-Resistant Solar Cells by the Use of Secondary Ammonium Cations. *ACS Energy Letters*, 5(3), 1013-1021. DOI:10.1021/acsenerylett.9b02755
4. MUÑOZ, F. M. (2020). *Maestro en Ciencias* (Doctoral dissertation, INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES).

ANEXO

I.- Conocimientos previos.

- a. ¿Qué son las perovskitas?
- b. ¿Qué es un material híbrido?

II.- Cuestionario

1. ¿Cuáles son las estructuras híbridas orgánicas-inorgánicas tipo perovskita de haluro?
2. ¿Cuál es la relación entre formulaciones y band-gap?
3. ¿Qué aplicaciones en tecnología fotovoltaica existen?
4. ¿Cuál es el récord de eficiencia según NREL?
5. Escriba cada una de las reacciones por separado y balancee adecuadamente.
6. Asigne las cargas formales a cada uno de los átomos involucrados en los productos finales.
7. Dibuje una estructura representativa del material tipo perovskita preparado en esta sesión. Use la forma de poliedros.
8. Defina desde el punto de vista de propiedades eléctricas a un metal, un semiconductor y un aislante.
9. Investigar el band gap del material preparados en esta sesión.

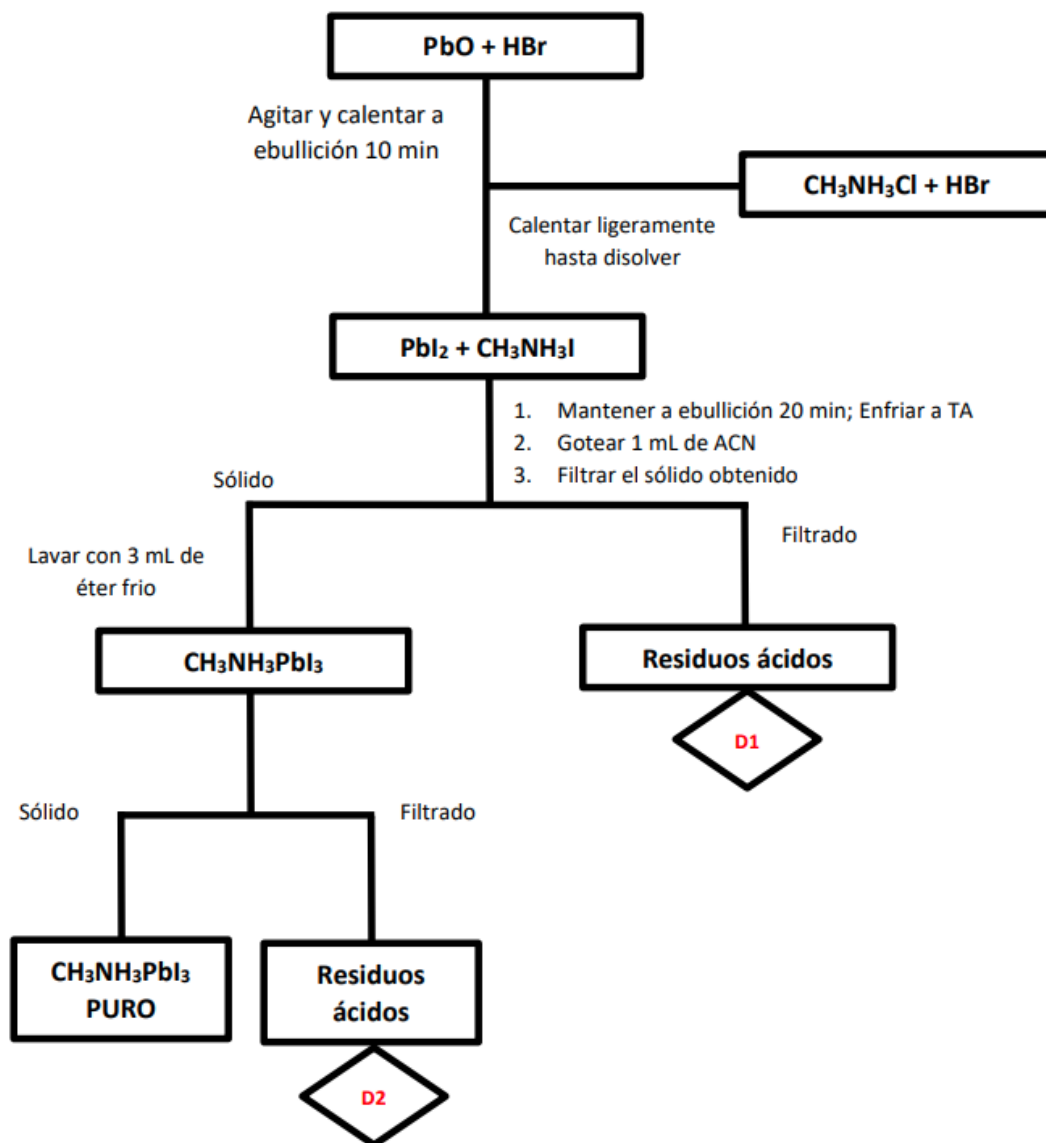
III.- Preparación de reactivos*

NA

IV.- Disposición de residuos



Síntesis de Perovskitas.



D1: Neutralizar con NaHCO_3 y desechar.

D2: Enviar a incineración.

Práctica No. 9. SÍNTESIS DE COMPUESTOS CONJUGADOS.

➤ OBJETIVO

Llevar a cabo la obtención de un compuesto con dobles enlaces conjugados.

➤ PROBLEMA

Los hidrógenos ácidos del benzonitrilo pueden ser abstraídos con una base como el *t*-butóxido de potasio y reaccionar con el carbono de carbonilo de un aldehído y dar lugar a compuestos con dobles enlaces conjugados.

➤ REACTIVOS

Ácido acético	0.5 mL	Metanol	2.5 mL
2-(4-hidroxifenil)acetonitrilo	0.346 g	Tereftaldehído	168 mg
<i>t</i> -Butóxido de potasio	0.5 g		

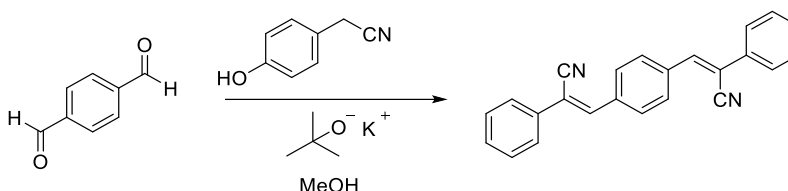
➤ EQUIPO

Parrilla de calentamiento con agitación magnética	1	Balanza analítica	1
---	---	-------------------	---

➤ MATERIAL POR EQUIPO O POR PERSONA

Matraz de bola de fondo plano de 25 mL	1	Embudo Büchner	1
Barra de agitación magnética de media pulgada	1	Matraz Kitasato de 125 mL	1
Pinzas de 3 dedos	3	Espátula de cromo níquel	1
Trampa de humedad Quickfit	1	Probeta de 25 mL	1
Nave de pesado	1		

➤ REACCIÓN



➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Procedimiento:

En un matraz de bola de fondo plano de 25 mL se introducen 1.25 mmol, 0.168g de tereftaldehído, 2.6 mmol, 0.346 g del 2-(4-hidroxifenil)acetonitrilo y 2.5 mL de MeOH absoluto. La mezcla de reacción se agita magnéticamente y se le añade una punta de espátula de *t*-butóxido de potasio. La reacción comienza casi instantáneamente, formándose un precipitado colorido. Pasados 10 minutos se adicionan 5 mL de metanol frío al que se le ha añadido una gota de ácido acético. El precipitado obtenido se filtra y se lava con metanol frío (2 X 2 mL), se seca y se pesa para calcular el rendimiento y punto de fusión. Una muestra del producto se guarda en un vial ámbar para protegerlo de la luz y se guarda en un vial para caracterizar por RMN.

DISPOSICIÓN DE RESIDUOS

D1: Trazas de tereftaldehído, 2-(4-hidroxifenil)acetonitrilo, metanol, *t*-butóxido de potasio. Filtrar el sólido y enviar a incineración.

D2: Metanol, ácido acético. Enviar a incineración. **D3:** Papel filtro, enviar a incineración.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Zhao, R., Liu, G., Koko, P., Wang, M., & Feng, X. (2025). Advances in synthetic strategies for two-dimensional conjugated polymers. *Organic Chemistry Frontiers*. 12, 2457