

PROGRAMA EXPERIMENTAL DE QUÍMICA ORGÁNICA III (1521) SEM.2015-1 QFB

No.	EXPERIMENTO
-	MEDIDAS DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO
1	Carbohidratos. Reacciones Características: Hidrólisis de Carbohidratos
2	Lípidos. Aislamiento de un glicérido: Aislamiento de Aceite de Almendras Dulces
3	Proteínas y péptidos: Obtención de Emulsina
4	Reacciones de Adición a Dobles Ligaduras Determinación del grado de insaturación de un aceite
5	Seminario de Discusión. Introducción a la Química Heterocíclica
6	Síntesis de Pirroles: Reacción de Paal- knorr Obtención del 1-Fenil-2,5-dimetilpirrol
7	Formación de Indoles. Síntesis de Fischer: a) Obtención de 1,2,3,4-Tetrahydrocarbazol b) Obtención de índigo 2-(1,3-Dihidro-3-oxo-2H-indol-2-ilid-eno)-1,2-dihidro-3H-indol-3-ona
8	Formación de Piridinas. Síntesis de Hantzsch Obtención de 3,5-Dicarbetoxi-2,6-dimetil-1,4-dihidropiridina.
9	Formación de Cumarinas. Reacción de Pechmann- Duisberg Obtención de la β -Metilumbeliferona ó 7-Hidroxi-4-metilcumarina
10	Formación de hidantoínas: a) Obtención de alantoína (2,5-dioxo-4-imidazolidinil urea) b) Obtención de 5,5-difenilhidantoina
11	Alcaloides . Aislamiento de cafeína a) De productos farmacéuticos, b) De bebidas energéticas, c) De Café .
12	Seminario de Discusión

Materia:

QUÍMICA ORGÁNICA III (1521)

Licenciatura:

QUÍMICA FARMACÉUTICA BIOLÓGICA

Asignatura:	Obligatoria	Número de horas: Teoría	3 horas
Semestre:	Quinto	Laboratorio	3 horas
Tipo de asignatura:	Teórico-práctica	Créditos:	10

PROGRAMA TEÓRICO DEL CURSO

UNIDAD 1. CARBOHIDRATOS	10 h
UNIDAD 2. AMINOÁCIDOS, PÉPTIDOS Y PROTEÍNAS	7 h
UNIDAD 3. LÍPIDOS	6 h
UNIDAD 4. COMPUESTOS AROMÁTICOS HETEROCÍCLICOS	25 h

UNIDAD 1. CARBOHIDRATOS (10 h)

1.1 OBJETIVOS

Al finalizar esta unidad, los alumnos:

- Definirán los compuestos mono, di y polisacáridos.
- Predecirán sus reacciones y mecanismos de transformación.

1.2 CONTENIDO

1.2.1. Clasificación de los carbohidratos.

1.2.2. Nomenclatura y estereoquímica de los monosacáridos.

1.2.3. Estructuras cíclicas.

1.2.3.1. Formación de hemiacetales.

1.2.3.2. Proyecciones de Fischer y Hawort de las estructuras de piranosa y furanosa.

1.2.3.3. Anómeros.

1.2.4. Mutarotación.

1.2.5. Glicósidos.

1.2.6. Reacciones químicas de monosacáridos.

1.2.6.1. Oxidación.

a) Obtención de ácidos aldónicos y aldáricos.

b) Reactivos de Tollens, Fehling y Benedict. Azúcares reductores.

1.2.6.2. Reducción. Alditoles.

1.2.7. Adición nucleofílica. Obtención de fenilhidrazonas, cianhidrinas.

1.2.8. Monosacáridos de interés biológico. Glucosa, fructosa, galactosa, ribosa.

1.2.9. Disacáridos.

1.2.10.1. Estructuras más importantes. Maltosa, celobiosa, lactosa, sacarosa.

1.2.10.2. Estereoquímica y nomenclatura.

1.2.10.3. Hidrólisis química y enzimática.

1.2.11. Polisacáridos.

1.2.11.1. Estructuras más importantes. Almidón, celulosa, derivados.

1.2.11.2. Estereoquímica y nomenclatura.

UNIDAD 2. AMINOÁCIDOS, PÉPTIDOS Y PROTEÍNAS (7 h)

2.1 OBJETIVOS

Al finalizar esta unidad, los alumnos:

- Conocerán las estructuras de los aminoácidos presentes en los procesos biológicos.
- Desarrollarán el criterio para comprender y predecir sus propiedades físicas y químicas.

2.2. CONTENIDO

2.2.1. Aminoácidos.

2.2.1.1 Estructura de los aminoácidos naturales.

2.2.1.2. Nomenclatura de los aminoácidos.

2.2.1.3. Aminoácidos esenciales.

2.2.1.4. Los aminoácidos como iones dipolares.

2.2.1.5. Síntesis de aminoácidos. Strecker. Aminación reductiva. Amido-malónica.

2.2.1.6. Reacciones químicas de los aminoácidos. Grupos protectores.

2.2.1.7. Identificación por cromatografía en papel. Reacción de la ninhidrina.

2.2.2. Péptidos.

2.2.2.1. Características del enlace peptídico.

2.2.2.2. Determinación de la estructura primaria de los péptidos. Degradación de Edman.

2.2.2.3. Síntesis de péptidos. En fase líquida: protección-desprotección. En fase sólida: Merrifield.

2.2.3. Proteínas.

2.2.3.1. Peso molecular.

2.2.3.2. Clasificación de las proteínas.

2.2.3.3. Estructuras de las proteínas.

2.2.3.4. Desnaturalización.

2.2.3.5. Estructura de algunas proteínas importantes: insulina, glucagón, oxitoxina, vasopresina, A.C.T.H., angiotensina.

UNIDAD 3. LÍPIDOS (6 h)

3.1. OBJETIVOS

Al finalizar esta unidad, los alumnos:

- Desarrollarán el criterio para comprender, analizar y predecir las propiedades físicas y químicas de los lípidos presentes en los procesos biológicos.

3.2. CONTENIDO

3.2.1. Lípidos.

3.2.2. Clasificación.

3.2.3. Lípidos hidrolizables.

3.2.3.1. Ceras.

3.2.3.2. Grasas y aceites. Biosíntesis y mecanismo de formación.

3.2.3.3. Fosfolípidos.

3.2.3.4. Reacciones químicas características. Hidrólisis. Saponificación. Hidrogenación catalítica. Oxidación.

3.2.4. Compuestos no hidrolizables.

3.2.4.1. Prostaglandinas.

3.2.4.2. Terpenos. Biosíntesis y mecanismo de formación Aceites esenciales. Feromonas.

3.2.4.3. Esteroides.

UNIDAD 4. COMPUESTOS AROMÁTICOS HETEROCÍCLICOS (25 h)**4.1 OBJETIVOS**

Al finalizar esta unidad, el alumno deberá ser capaz de:

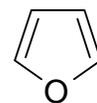
- Utilizar adecuadamente la nomenclatura de los términos más comunes.
- Identificar y clasificar las reacciones de los compuestos aromáticos heterocíclicos.
- Describir las propiedades y uso de los compuestos más importantes.
- Representar gráficamente las especies involucradas, los mecanismos y productos de reacciones en que participan los compuestos aromáticos heterocíclicos.

4.2. CONTENIDO

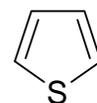
4.2.1. Introducción: importancia de las reacciones de los compuestos aromáticos heterocíclicos. Nomenclatura. Aromaticidad.

4.2.2. Anillos de 5 miembros con un heteroátomo. FURANO, PIRROL Y TIOFENO.

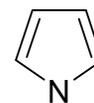
- 4.2.2.1. Método general de síntesis: síntesis de Paal Knorr.
4.2.2.2. Síntesis de pirroles de Knorr.
4.2.2.3. Síntesis de tiofenos de Hinsberg.
4.2.2.4. Reacciones de Sustitución Electrofílica Aromática (S_EA).
4.2.2.5. Ejemplos.



Furano



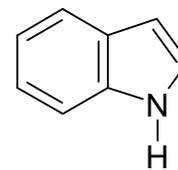
Tiofeno



Pirrol

4.2.3. Anillos condensados de 5 miembros con un heteroátomo.**4.2.3.1. INDOL**

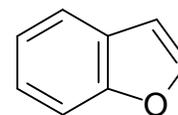
- 4.2.3.1.1. Nomenclatura.
4.2.3.1.2. Métodos de síntesis: Fischer y Bischler.
4.2.3.1.3. Reacciones de Sustitución Electrofílica Aromática (S_EA).
4.2.3.1.4. Ejemplos.



Indol

4.2.3.2. BENZOFURANO

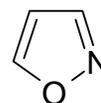
- 4.2.3.2.1. Nomenclatura.
4.2.3.2.2. Métodos de síntesis.
4.2.3.2.3. Ejemplos.



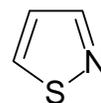
Benzo[b]furan

4.2.4. Anillos de 5 miembros con 2 heteroátomos (Azoles).**4.2.4.1. AZOLES 1,2**

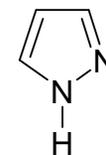
- 4.2.4.1.1. Estructura del isoxazol, del isotiazol y del pirazol.
4.2.4.1.2. Nomenclatura.
4.2.4.1.3. Métodos de síntesis. A partir de compuestos 1,3 dicarbonílicos.
4.2.4.1.4. Ejemplos.



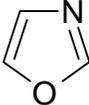
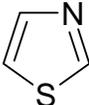
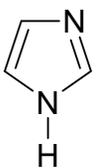
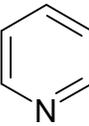
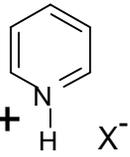
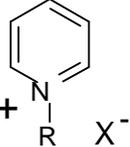
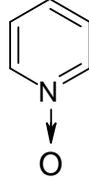
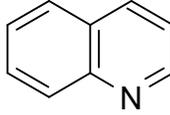
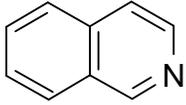
Isoxazol

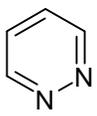
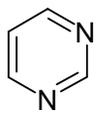
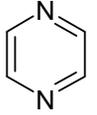


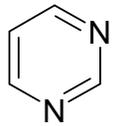
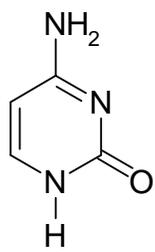
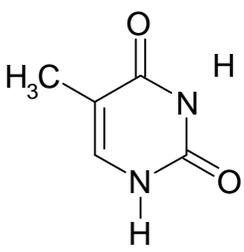
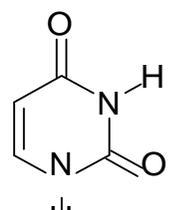
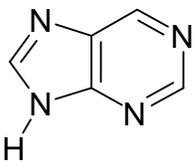
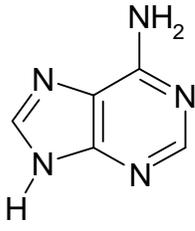
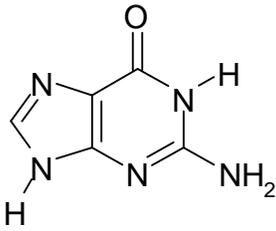
Isotiazol



Pirazol

<p>4.2.4.2. AZOLES 1,3</p> <p>4.2.4.2.1. Estructura del oxazol, del tiazol y del imidazol.</p> <p>4.2.4.2.2. Nomenclatura.</p> <p>4.2.4.2.3. Métodos de síntesis: Síntesis de Robinson-Gabriel.</p> <p>4.2.4.2.4. Importancia biológica del imidazol.</p> <p>4.2.4.2.5. Ejemplos.</p>	 Oxazol  Tiazol	 Imidazol
<p>4.2.5. Anillos de 6 miembros con un heteroátomo</p> <p>4.2.5.1. PIRIDINA</p> <p>4.2.5.1.1. Aromaticidad.</p> <p>4.2.5.1.2. Estructura de la piridina.</p> <p>4.2.5.1.3. Nomenclatura.</p> <p>4.2.5.1.4. Basicidad de la piridina.</p> <p>4.2.5.1.5. Métodos de síntesis: Síntesis de Hantzsch (1,4-dihidro-piridinas).</p> <p>4.2.5.1.6. Reacciones: a) de Sustitución Electrofílica Aromática (S_{EA}). b) de Sustitución Nucleofílica Aromática (S_{NA}).</p> <p>4.2.5.1.7. Ejemplos.</p>	 Piridina	 + H X ⁻ Sales de piridinio  + R X ⁻
<p>4.2.5.2. N-ÓXIDOS DE LA PIRIDINA</p> <p>4.2.5.2.1. Formación.</p> <p>4.2.5.2.2. Reacciones: a) de Sustitución Electrofílica Aromática (S_{EA}). b) de Sustitución Nucleofílica Aromática (S_{NA}).</p> <p>4.2.5.2.3. Ejemplos.</p>	 N-óxido de piridina	
<p>4.2.6. Anillos condensados de 6 miembros con un heteroátomo (Benzopiridinas)</p> <p>4.2.6.1. QUINOLINA</p> <p>4.2.6.1.1. Estructura, analogía con la piridina.</p> <p>4.2.6.1.2. Nomenclatura.</p> <p>4.2.6.1.3. Métodos de síntesis: Síntesis de Skraup.</p> <p>4.2.6.1.4. Ejemplos.</p>	 Quinolina	
<p>4.2.6.2. ISOQUINOLINA</p> <p>4.2.6.2.1. Estructura.</p> <p>4.2.6.2.2. Nomenclatura.</p> <p>4.2.6.2.3. Métodos de síntesis: Síntesis de Bischler-Napieralski.</p> <p>4.2.6.2.4. Ejemplos.</p>	 Isoquinolina	

<p>4.2.7. Anillos de 6 miembros con 2 heteroátomos (Diazinas) PIRIDAZINA, PIRIMIDINA Y PIRAZINA</p> <p>4.2.7.1. Estructura de la piridazina, la pirimidina y la pirazina. 4.2.7.2. Nomenclatura. 4.2.7.3. Métodos de síntesis de la pirimidina: a partir de un compuesto 1,3-dicarbonílico y un compuesto que contenga el fragmento N-C-N (urea, tiourea). 4.2.7.4. Importancia de la pirimidina. 4.2.7.5. Ejemplos.</p>	 Piridazina	 Pirimidina
	 Pirazina	

Compuestos de interés biológico: bases púricas y pirimidínicas			
 Pirimidina	 Citosina	 Timina	 Uracilo
 Purina	 Adenina	 Guanina	

<p>BIBLIOGRAFÍA BÁSICA</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Bruice, P. Y.; Química Orgánica, 5ª Edición, Pearson Educación, México, 2008. 2. Joule, J. A. and Mills, K., Heterocyclic Chemistry, 4th Edición, Blackwell Science, London, 2000. 3. McMurry, J.; Química Orgánica, 6ª Edición, Thomson Learning, Mexico, 2004. 4. Paquette, L. A.; Fundamentos de Química Heterocíclica, Limusa, México, 2002.
<p>BIBLIOGRAFÍA COMPLEMENTARIA</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Albores, V. M. <i>et al.</i>; Grupos Funcionales. Nomenclatura y Reacciones Principales, Facultad de Química, UNAM, México, 2006. 2. Gilchrist, T. L.; Heterocyclic Chemistry, 3rd Edition, Pearson Education Longman, Eastbourne, England, 1997. 3. Horton, H. R. <i>et al.</i>; Bioquímica, Prentice-Hall, México, 1995. 4. Sainsbury, M.; Heterocyclic Chemistry, Wiley-Interscience RSC, Great Britain, 2002. 5. www. acdlabs.com (ACD/labs). 6. www. pdb.org (Protein Data Bank).

SUGERENCIAS DIDÁCTICAS

Repaso constante de grupos funcionales

Resolución de tareas y series de problemas de apoyo que incluyan los conceptos básicos que se tratan en el curso.

Uso del material didáctico incluido en los libros de texto como CD-ROM y acetatos.

Empleo de modelos moleculares en la impartición de las clases.

FORMA DE EVALUAR

65% la parte teórica, evaluada a través de 3 exámenes parciales y resolución de series de problemas.

35% la parte experimental, evaluada a través de los resultados obtenidos en el laboratorio, exámenes semanales e informe semanal.

PERFIL PROFESIOGRÁFICO DE QUIENES PUEDEN IMPARTIR LA ASIGNATURA

El profesorado deberá tener una licenciatura de las que imparte la propia Facultad de Química y preferentemente estudios de Maestría o Doctorado en Ciencias Químicas, con una formación orientada hacia la Química Orgánica.

SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

Es obligatorio que el alumno revise la información que se encuentra en los reglamentos que se citan a continuación.

Debe consultarlos y leerlos cuidadosamente antes de iniciar su curso experimental.

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

<http://www.quimica.unam.mx/IMG/pdf/reglamentogeneral.pdf>

Reglamento Interno de Higiene y Seguridad para los Laboratorios del Departamento de Química Orgánica

<http://www.quimica.unam.mx/IMG/pdf/organica.pdf>

Reglamento Para los Cursos Experimentales de Química Orgánica

TABLA DE PROPIEDADES FISICO-QUIMICAS Y CARACTERÍSTICAS CRETIB

CARBOHIDRATOS

SUSTANCIA	PESO MOLECULAR	P. EB. (°C)	P. FUS. (°C)	MÉTODOS DE DISPOSICIÓN.	CARACTERÍSTICAS CRETIB
Sacarosa					
Acido clorhídrico					
Hidróxido de sodio					
Yodo – Yoduro					
Fenofaleína					
Sulfato de cobre II					
Almidón					

LÍPIDOS

SUSTANCIA	PESO MOLECULAR	P. EB. (°C)	P. FUS. (°C)	MÉTODOS DE DISPOSICIÓN.	CARACTERÍSTICAS CRETIB
Almendras					
Hexano					

PROTEÍNAS

SUSTANCIA	PESO MOLECULAR	P. EB. (°C)	P. FUS. (°C)	MÉTODOS DE DISPOSICIÓN.	CARACTERÍSTICAS CRETIB
Ácido Acético					
Acetona					
P-Nitro-Fenil-D-Glucósidos					

REACCIÓN DE ADICIÓN A DOBLES LIGADURAS

SUSTANCIA	PESO MOLECULAR	P. EB. (°C)	P. FUS. (°C)	MÉTODOS DE DISPOSICIÓN.	CARACTERÍSTICAS CRETIB
Tetracloruro de Carbono					
Yoduro de Potasio					
Solución de tiosulfato de sodio					

SÍNTESIS DE PIRROLES

SUSTANCIA	PESO MOLECULAR	P. EB. (°C)	P. FUS. (°C)	MÉTODOS DE DISPOSICIÓN.	CARACTERÍSTICAS CRETIB
2,5-hexanodiona					
Etanol					
Anilina					

FORMACIÓN DE INDOLES

SUSTANCIA	PESO MOLECULAR	P. EB. (°C)	P. FUS. (°C)	MÉTODOS DE DISPOSICIÓN.	CARACTERÍSTICAS CRETIB
Fenilhidrazina					
Ciclohexanona					

SÍNTEIS DE INDIGO

SUSTANCIA	PESO MOLECULAR	P. EB. (°C)	P. FUS. (°C)	MÉTODOS DE DISPOSICIÓN.	CARACTERÍSTICAS CRETIB
2-Nitrobenzaldehído					
Bisulfito sódico					
Peróxido de hidrógeno					

FORMACIÓN DE PIRIDINAS

SUSTANCIA	PESO MOLECULAR	P. EB. (°C)	P. FUS. (°C)	MÉTODOS DE DISPOSICIÓN.	CARACTERÍSTICAS CRETIB
Formaldehído					
Acetoacetato de etilo					
Disolución de NH ₄ OH					

FORMACIÓN DE CUMARINAS

SUSTANCIA	PESO MOLECULAR	P. EB. (°C)	P. FUS. (°C)	MÉTODOS DE DISPOSICIÓN.	CARACTERÍSTICAS CRETIB
Resorcinol					

SÍNTESIS DE IMIDAZOLES

SUSTANCIA	PESO MOLECULAR	P. EB. (°C)	P. FUS. (°C)	MÉTODOS DE DISPOSICIÓN.	CARACTERÍSTICAS CRETIB
Ácido úrico					
Permanganato de Potasio					

AI SLAMI ENTO DE CAFEÍNA

SUSTANCIA	PESO MOLECULAR	P. EB. (°C)	P. FUS. (°C)	MÉTODOS DE DISPOSICIÓN.	CARACTERÍSTICAS CRETIB
Agua Destilada					
Diclorometano					

EXPERIMENTO No. 1

HIDRÓLISIS DE CARBOHIDRATOS

OBJETIVOS

- a) Realizar la hidrólisis e inversión de la sacarosa y comprobar ésta mediante pruebas químicas y utilizando un polarímetro.
- b) Hidrolizar almidón, que es un polisacárido, y comprobar su hidrólisis mediante pruebas químicas.
- c) Conocer el fundamento del polarímetro y su manejo.

ANTECEDENTES

1. Formación de acetales (adición de alcoholes a carbonilos).
2. ¿Qué grupo funcional está presente en los azúcares reductores y por qué se les da este nombre?
3. Mencione algunos de los reactivos oxidantes más empleados en el análisis de azúcares.
4. Ejemplos y definición de disacáridos y polisacáridos.
5. ¿Qué es un azúcar invertido?
6. Reacción y mecanismo de hidrólisis ácida que experimenta la sacarosa
7. ¿Cuál es la diferencia estructural entre el “almidón soluble” y el “almidón insoluble”?
8. ¿Cuál es la causa del color que se produce entre el almidón y el yodo?
9. Partes fundamentales de un Polarímetro.
10. Revisar la preparación del reactivo de Benedict.

MATERIAL

15	Tubos de ensayo.	1	Espátula.
1	Pipeta de 5 mL.	1	Probeta de 25 mL.
1	Erlenmeyer de 125 mL.	1	Vaso de pp. de 400 mL.
1	Gradilla.	1	Pinzas p/tubo de ensayo.
1	Vidrio de reloj.	1	Mechero c/manguera.
1	Anillo metálico.	1	Tela de alambre c/asbesto.
1	Recipiente eléctrico Baño María.	1	Pinza de 3 dedos c/nuez.
1	Recipiente de peltre.	1	Pipeta de 1 mL.
1	Polarímetro.		

REACTIVOS

10 mL	Solución de sacarosa al 10 %.	1 mL	Fenolftaleína en solución.
1 mL	Solución de HCl al 20% preparada por el profesor.	10 mL	Reactivo de Benedict.
5 mL	Solución de NaOH al 2 %.	0.3 g	Almidón soluble.
2 mL	Reactivo de yodo-yoduro.	2 mL	NAOH al 10 %.
3mL	HCl concentrado.		

PROCEDIMIENTO

1- Hidrólisis de la sacarosa (inversión)

Coloque en un tubo de ensayo 3 mL de una disolución de sacarosa al 10 %, agregue 0.5 mL ácido clorhídrico al 20 % (**Nota 1**) y caliente en baño maría durante 10 minutos.

Enfríe la disolución y neutralice con NaOH al 10%, verifique el pH con papel indicador. Posteriormente realice la prueba de Benedict.

-Prueba de Benedict. Coloque 1 mL de la disolución de Benedict y agregue 1 mL de la disolución de sacarosa invertida, caliente a ebullición y deje enfriar a temperatura ambiente, (**Nota 2**).

Haga la misma prueba para una muestra de la disolución de sacarosa al 10%, observe las pruebas y anote sus resultados.

2- Determinación de la rotación específica de la sacarosa y del azúcar invertido

Prepare una disolución con 1 g de sacarosa en 10 mL de agua destilada, y úsela para llenar el tubo del polarímetro de modo que no queden burbujas. Identifique este tubo con la letra **A** y mida su rotación óptica.

Prepare otra disolución con 1g de sacarosa en 10 mL de agua destilada y 4 mL de HCl al 20 %, caliéntela 10 min y úsela para llenar otro tubo del polarímetro identificado con la letra **B**. Posteriormente determine su rotación óptica.

Prepare una disolución con 1 g de fructosa en 10 mL de agua y otra con 1 g de glucosa en 10 mL de agua. Coloque las disoluciones en dos tubos que marcará como C y D (**Nota 3**).

Cálculo:

Para calcular la rotación específica de sus azúcares tome en cuenta la siguiente información: el ángulo de rotación específica depende del espesor y concentración de la muestra, de la longitud de onda del rayo incidente y también, aunque en menor grado, de la temperatura del disolvente utilizado. De modo que la rotación específica $[\alpha]$ de una sustancia se expresa de la siguiente forma:

$$[\alpha]_{\lambda}^t = \frac{100 \cdot \alpha}{l \cdot c}$$

Donde α representa los grados de rotación medidos en el polarímetro; t es la temperatura; λ es la longitud de onda, generalmente se usa la línea D del sodio; l es el largo del tubo en dm y c la concentración de la sustancia expresada en g/100 mL de disolución.

Con los datos de rotación específica $[\alpha]$ calculados llene la **tabla 1**, compare sus resultados con los reportados en la literatura y saque sus conclusiones:

Tabla 1. Valores de rotación específica

Sustancia	$[\alpha]^{20}$ reportada	$[\alpha]$ experimental
Sacarosa.	+ 66.5°	
Glucosa.	+ 52°	
Fructosa.	-92°	
Azúcar Invertido.	-19.9°	

3- Hidrólisis del almidón

En un matraz Erlenmeyer de 125 mL, coloque 0.3 g de almidón, adicione 25 mL de agua y caliente a ebullición con flama suave, hasta obtener una disolución opalescente.

Separe 2 mL de esta disolución y divídalos equitativamente en dos tubos de ensayo para efectuar la prueba de Benedict y de yodo-yoduro que serán las pruebas de referencia.

Al resto de la disolución de almidón, agregue 3 mL de ácido clorhídrico concentrado y agite, luego distribuya esta disolución en 12 tubos de ensayo, colocando en cada uno 1 mL. Coloque los doce tubos en un vaso de precipitados que contenga salmuera a temperatura ambiente. Inicie el calentamiento, verifique la temperatura del baño y cada 5 minutos saque dos tubos del baño, enfríelos y realice las pruebas de Benedict y del yodo-yoduro (**Nota 4**)

-Prueba de Benedict. Lleve a pH aproximado de 8 empleando una disolución de NaOH, ir verificando el pH con papel indicador, agregue 1 mL de la disolución de Benedict y caliente a ebullición. Observe el color y anote los resultados. Saque conclusiones al terminar las 6 pruebas.

-Prueba de yodo-yoduro. Al otro tubo se le agregan 2 gotas de la disolución de yodo-yoduro (**Nota 5**), observe el color y anote sus resultados. Saque conclusiones al terminar las pruebas.

NOTAS

Nota 1: El alumno preparará la disolución de HCl al 20% a partir de HCl concentrado.

Nota 2: La formación de un precipitado rojo y la decoloración de la disolución, indica prueba positiva para azúcar reductor.

Nota 3: El profesor proporciona las soluciones que van a ser leídas en el polarímetro.

Nota 4: Salmuera: disolución saturada de NaCl.

Nota 5: Para efectuar la prueba del yodo deberá enfriar la muestra ya que el complejo yodo- almidón se disocia en caliente.

CUESTIONARIO

1. Por qué se le llama inversión a la hidrólisis de la sacarosa.
2. ¿Por qué el azúcar invertido es más dulce que la sacarosa?
3. En la hidrólisis del almidón qué resultados espera de la prueba de Benedict, de la prueba yodo-yoduro efectuadas al inicio de la reacción de la hidrólisis y al final de la misma. Justifique su respuesta.
4. Explique que es el jarabe de maíz y como se obtiene.
5. ¿Qué reacción se efectúa al transformar la glucosa en fructosa? Proponga un mecanismo.
6. Que son las dextrinas y que aplicación tienen en la industria farmacéutica

BIBLIOGRAFÍA

Moore J. A. y Dalrympe D. L. “*Experimental Methods in Organic Chemistry*” 2^a, Ed. W. B. Saunders Co. Pág 259-269.

Jacobs T.L., Truce W. E. Y Robertson G. Ross., “*Laboratory Practice of Organic Chemistry*”, 5^a Ed., Mac Millan Pub. Co. Inc., U.S.A. 1974. Pág. 311-316

Belitz H. D. y Grosch W. “*Química de los alimentos*” 2^a, Ed. Acribia, S. A. Zaragoza (España), 1997 Pág. 281-282.

Brewster R. Q. “*Curso práctico de Química organica*” 3^a Ed.,Alhambra,S.A., España 1970. Pág. 164-169.

EXPERIMENTO No. 2

LIPIDOS

OBTENCIÓN DE ACEITE DE ALMENDRAS DULCES

OBJETIVOS

- a) Mediante una técnica extractiva, aislar aceite de almendras de una muestra de almendras dulces.
- b) Preparar las almendras desengrasadas que se emplearán para la extracción de la emulsina.
- c) Aplicar el aceite obtenido en la preparación de un producto de interés

ANTECEDENTES

1. Mencione las cuatro familias de lípidos que considere más importantes.
2. Indique dos fuentes de obtención de grasas y dos fuentes de obtención de aceites.
3. Investigue 2 métodos de extracción de grasas y aceites que empleé la industria.
4. Qué ácidos grasos forman los glicéridos presentes en el aceite de almendras
5. Investigue los valores del índice de yodo e índice de saponificación del aceite de almendras y mencione por qué es importante conocer dichos valores.

MATERIAL

1	Vaso de pp. de 400 mL.	1	Büchner c/ alargadera.
2	Matraz Erlenmeyer de 250mL.	2	Pinza de 3 dedos c/nuez.
1	Tapón horadado.	1	Vidrio de reloj.
1	Refrigerante QF c/manguera.	1	Probeta de 25 mL.

1	Recipiente para baño maría.	1	Agitador de vidrio.
1	Colector QF.	1	T de destilación QF.
1	Porta termómetro c/rosca.	1	Termómetro.
1	Parrilla de calentamiento.	1	Kitasato con manguera.
1	Agitador magnético	1	Barra magnética
1	Frasco Vial		

REACTIVOS

30 g	Almendras peladas y molidas.
100 mL	Hexano.

PROCEDIMIENTO

Coloque 30 g de las almendras peladas y molidas (**Nota 1**) en un matraz Erlenmeyer de 250 mL al que se le adapta un tapón horadado, añadir 40 mL de hexano y adaptar el refrigerante en posición de reflujo para realizar la extracción del aceite a temperatura ambiente, o a reflujo como a continuación se indica:

Extracción a temperatura ambiente

Inicie la agitación manual, no caliente y mantenga estas condiciones por 15 minutos, suspenda la agitación y filtre las almendras con ayuda del vacío. Lave con 10 mL de hexano. Si desea obtener un mayor rendimiento de aceite repita la extracción con hexano, en las mismas condiciones.

Extracción a reflujo

Conecte las mangueras al refrigerante, permita la circulación de agua dentro del mismo, e inicie la agitación manual (ocasional) y un calentamiento suave hasta llegar a la temperatura de reflujo del disolvente, mantenga estas condiciones por 15 minutos. Después de este tiempo suspenda la agitación y el calentamiento, deje enfriar y filtre las almendras con ayuda del vacío y lave con 10 mL de hexano. Si desea obtener un mayor rendimiento de aceite repita la extracción en las mismas condiciones.

Recuperación del aceite de almendras

En un matraz Q.F. de fondo plano de 125 mL (con barra magnética y previamente pesado) trasvase su extracto hexánico y adapte un sistema de destilación para separar el disolvente del aceite de almendras (**Nota 2**).

Pese el aceite de almendras que queda como residuo de la destilación, calcule el rendimiento y guarde su muestra para emplearla posteriormente.

Extienda las almendras desengrasadas sobre una superficie adecuada (vidrio, papel o plástico) y permita que se sequen en la campana, ya secas deberán pesarse y guardarse para aislar posteriormente la emulsina.

NOTAS

Nota 1: Si no trajo las almendras peladas y molidas, siga el procedimiento que se indica a continuación:

Coloque las almendras en un vaso de precipitados de 400 mL, agregue 100 mL de agua caliente y deje remojar durante 15 minutos, después de este tiempo pele y muele finamente las almendras en una picadora o licuadora.

Nota 2: Pese previamente su matraz QF que deberá estar limpio y seco.

CUESTIONARIO

1. Además del hexano, ¿qué otros disolventes podría utilizar para extraer el aceite de almendras?
2. ¿Qué efectos puede tener la temperatura de extracción sobre el rendimiento y la calidad del aceite?
3. Mencione 3 factores que puedan desnaturalizar a las enzimas que obtendrá de la almendra desengrasada
4. ¿Qué otras aplicaciones podrían dar a la técnica de extracción que empleó en este experimento?
5. ¿Qué diferencias estructurales existen entre un aceite volátil (esencial) y un glicérido (aceite fijo)?
6. Que usos se da al aceite de almendras en la industria farmacéutica o de cosméticos.

BIBLIOGRAFÍA

- Giral y Rojahn, *Productos Químicos y Farmacéuticos*, México, 1966
- Index Merck
- Kirk R. S., Sawyer R., Egan H., “Composición y análisis de alimentos de Pearson, 5ª reimpresión, Ed Continental, México 2002.

EXPERIMENTO No. 3

PROTEINAS

OBTENCIÓN DE EMULSINA

OBJETIVOS

- a) Obtener una enzima, la emulsina, a partir de almendras dulces.
- b) Comparar la actividad de la emulsina obtenida, bajo dos diferentes temperaturas por acción sobre el 2-nitrofenil-galactopiranosido o de otro glicósido empleado

ANTECEDENTES

1. ¿Qué es un glicósido?
2. ¿Qué es un glucósido α y un glucósido β y que diferencia estructural hay entre ellos?
3. Mencione las 4 estructuras características de algunas proteínas y diga que características generales presentan cada una de ellas.
4. ¿Qué factores desnaturalizan a las enzimas y cuál de sus estructuras es afectada?
5. ¿De qué productos naturales se puede aislar la emulsina y para qué se usa?
6. Mencione tres enzimas e indique su modo de acción
7. Mencione 3 aplicaciones industriales y clínicas de la enzimas

MATERIAL

1	Matraz Erlenmeyer de 125 mL.	1	Agitador de vidrio.
---	------------------------------	---	---------------------

1	Vidrio de reloj.	1	Probeta de 25 mL.
1	Embudo de vidrio.	1	Recipiente de peltre.
1	Pinzas de 3 dedos c/ nuez.	1	Frasco vial.
1	Agitador magnético.	1	Barra magnética.
1	Espátula		

REACTIVOS

10 g	Almendras desengrasadas.	50 mL	Acetona.
40 mL	Ácido Acético al 1 %.	1 mg	2-nitrofenil-galactopiranosido

PROCEDIMIENTO

Extracción de la emulsina

Pese 10 g de polvo de almendras desengrasadas (**Nota 1**), colóquelas en un matraz Erlenmeyer de 125 mL y agregue 40 ml de ácido acético al 1%; someta la mezcla a una agitación constante durante 15 minutos, cuidando de sujetar el matraz con una pinza, para evitar que el movimiento lo desplace.

Después de ese tiempo suspenda la agitación y filtre por gravedad, la disolución filtrada se enfría en baño de hielo, y se le añaden poco a poco 25 mL de acetona. Mantenga la disolución en el baño de hielo durante 10 minutos (**Nota 2**) filtre por gravedad.

Comprobación de la actividad enzimática

Tome un poco de la emulsina que se encuentra en el papel filtro y colóquela en un frasco vial, agregue 2 mL de agua destilada, agite y agregue 1 mg del el 2-nitrofenil-galactopiranosido (**Nota 3**), agite y observe los cambios y el tiempo en que se producen. Si el cambio de color que se produce es muy tenue agregue una gota de la disolución de NaOH al 10%

Compare los resultados obtenidos con las dos muestras de emulsina: la obtenida de almendras que no fueron calentadas y la obtenida de almendras que fueron sujetas a calentamiento. Saque conclusiones respecto al efecto que pudo haber tenido el calentamiento sobre la actividad enzimática

Ya seca, la emulsina se puede recuperar del papel filtro y guardar, en el refrigerador. Es recomendable hacer una determinación cuantitativa del *p*-nitro fenol formado en la reacción con emulsina.

NOTAS

Nota 1: Use, según el caso, las almendras desengrasadas a temperatura ambiente o las almendras desengrasadas a temperatura de reflujo, que preparó de la práctica anterior.

Nota 2: Observe que la emulsina precipita como un sólido blanco.

Nota 3: El glicósido empleado puede ser diferente al mencionado, lo importante es que sea un β glucósido.

CUESTIONARIO

1. ¿Con qué otros nombres se conoce a la emulsina?
2. Por su modo de acción, ¿cómo se clasifica esta enzima?
3. Escriba las estructuras de los productos que se generan por efecto de la emulsina sobre el glicósido que empleó en su experimento
4. ¿Qué glucósido natural podría emplear para comprobar la actividad de la enzima?
5. ¿Qué usos podría darle al residuo de las almendras?
5. Proponga un método para hacer la determinación cuantitativa del *p*-nitrofenol formado durante la reacción con emulsina
6. ¿Por qué al agregar NaOH al 10% se intensifica el color?
7. El método de extracción que se empleó para la obtención de aceite de almendras, ¿influye en la actividad de la emulsina? Explique de acuerdo a los resultados obtenidos

BIBLIOGRAFÍA

- Giral y Rojahn, *Productos Químicos y Farmacéuticos*, México (1966)
- *Methods in enzymology*, Vol. VIII, pág. 42
- Baker, Pardoe, Hapton, "Nature", 197, 231 (1963)

EXPERIMENTO No. 4

REACCIONES DE ADICIÓN SOBRE DOBLES LIGADURAS *DETERMINACIÓN DEL GRADO DE INSATURACIÓN DE UN ACEITE* (*Técnica de Wijs*)

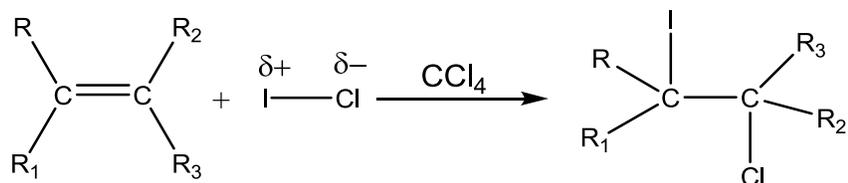
OBJETIVOS

- a) Efectuar una reacción de adición electrofílica al doble enlace de una grasa o aceite.
- b) Usar la técnica de Wijs, para determinar en forma cuantitativa el grado de insaturación de un glicérido.
- c) Comparar los valores del grado de insaturación experimentales de los distintos glicéridos analizados y relacionarlos con las recomendaciones nutricionales.

ANTECEDENTES

1. Indique el mecanismo de adición electrofílica del reactivo de Wijs a una doble ligadura
- 2.- Además del Método de Wijs, que otros métodos se emplean para determinar el grado de insaturación de un glicérido
3. Investigue las fuentes naturales de donde se obtiene las grasas y los aceites.
4. Indique la composición de los aceites de maíz, soya y oliva.
5. Busque el índice de yodo de los aceites mencionados en la pregunta anterior y relaciónelos con el número de dobles ligaduras presentes en los ácidos grasos que forman el glicérido.
6. Describa el proceso para obtener margarina, como una aplicación de una reacción de adición
- 7.- Mencione dos ácidos grasos omega 3 y otros dos omega 6. Indique la importancia que tienen como parte de una alimentación sana

REACCIÓN



MATERIAL

1	Vaso de pp. de 250 mL.	1	Matraz de yodo c/tapón.
1	Probeta de 25 mL.	1	Pipeta volumétrica de 10 mL.
1	Bureta de 50 mL.	1	Pinzas de 3 dedos c/nuez.
1	Agitador magnético.	1	Barra magnética.
1	Agitador de vidrio.		

Equipo QF para una destilación simple

REACTIVOS

3 g	Yodo.	**	Sol. de tiosulfato de sodio 0.1 M.
50 mL	Tetracloruro de carbono.	**	Sol. de almidón al 1 %.
200 mL	Ácido acético glacial.	50 g	Permanganato de potasio.
100 mL	Yoduro de potasio al 10 %.	300 ml	HCl conc.
100 mL	Agua destilada.	**	Aceite de soya, maíz o almendras.

** La cantidad necesaria

PROCEDIMIENTO

Método de Wijs para determinación de índice de yodo

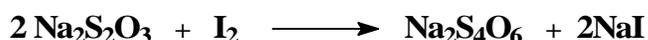
Pese aproximadamente 0.10 g del aceite que va a analizar, dentro de un matraz de yodo, limpio y seco de 250 mL con tapón esmerilado, agregue 10 mL de CCl_4 y 10 mL del reactivo de Wijs que debe medir con una pipeta volumétrica (**Nota 1**), mezcle bien y deje reposar en la oscuridad por 30 minutos, después de ese tiempo, agregue 10 mL de disolución de yoduro de potasio (puede medirlo con probeta), 100 mL de agua destilada y mezcle bien.

Titule el yodo liberado, que estará principalmente en el CCl_4 , con una disolución valorada de tiosulfato de sodio, añada 5 gotas de disolución de almidón como indicador y titule hasta que el color de yodo desaparezca (**Nota 2**).

Titule el reactivo de Wijs con la disolución valorada de tiosulfato de sodio, sin añadir aceite, por lo que no es necesario dejar reposar en la obscuridad; al volumen de tiosulfato empleado en esta titulación se le llama T_2 y se emplea en el cálculo del índice de yodo.

Cálculo del índice de yodo

El tiosulfato de sodio reacciona con el yodo en la siguiente forma:



El índice de insaturación en una grasa se define como el número de gramos de yodo consumidos por 100 gramos de grasa o aceite, y se puede calcular de la siguiente forma:

$$\text{ÍNDICE DE YODO} = \frac{100 \times (T_2 - T_1) \times M \times 127}{W}$$

Donde T_1 es el volumen de tiosulfato de sodio consumidos en la titulación del aceite o grasa tratado, T_2 es el volumen de tiosulfato de sodio consumido en la titulación de la solución de reactivo de Wijs (**Nota 3**), M es la molaridad del tiosulfato y W es la masa del aceite o grasa en gramos.

NOTAS

Nota 1: Debe usar una perilla de seguridad para manejar el reactivo de Wijs.

Nota 2: Emplee agitación magnética durante la titulación.

Nota 3: El volumen debe indicarse en litros.

CUESTIONARIO

1. Defina la expresión índice de yodo.
2. ¿Cómo correlaciona el índice de yodo calculado, con la naturaleza y pureza de su aceite?
3. ¿Cuál es la reacción de óxido-reducción que se produce al titular con tiosulfato de sodio?
4. Mencione un ácido ω -3 y ω -6, que formen parte del aceite de almendras.
5. ¿Por qué la reacción de adición se lleva a cabo en la oscuridad?

6. ¿Qué reacciones se producen durante el enranciamiento de los aceites?

BIBLIOGRAFÍA

- Mehlenbacher, V.C., *The Analysis of Fats and Oils*, Ed. The Garrard Press, Champaign Illinois. 1960.
- Jekins, C.L, et. al, *Química Farmacéutica Cuantitativa*, Ed. Atlante, México, 1951.
- THE PHARMACOPEA OF UNITED STATES OF AMERICA. XVIII. revision 1970, Pág. 905-906.
- Kirk R. S., Sawyer R., Egan H., “Composición y análisis de alimentos de Pearson, 5^a reimpresión, Ed Continental, México 2002.
- http://mzinger.sisib.uchile.cl/.../lb/ciencias_quimicas_y_farmaceuticas/shmidt/aenergeticos2/grasos/0.5.html

SESIÓN EXPERIMENTAL 5:

SEMINARIO

Hidrólisis de Carbohidratos. Aislamiento de aceite de almendras. Obtención de Emulsina. Reacciones de Adición a dobles ligaduras.

OBJETIVOS:

- ❖ Comprender en su totalidad el experimento mediante la integración de la parte experimental y la teórica.
- ❖ Reforzar los conceptos teóricos.
- ❖ Favorecer la discusión, el trabajo en equipo y el análisis de resultados.
- ❖ Aprender a organizar e integrar la información que obtienen los alumnos en la biblioteca y en el laboratorio.
- ❖ Realizar presentaciones tanto en forma oral como escrita.

METODOLOGÍA:

Para llevar a cabo el seminario, se integran 3 equipos de trabajo según el número de alumnos y cada grupo presenta una práctica teniendo que desarrollar los siguientes puntos:

- ❖ Análisis de la técnica
- ❖ Importancia de la técnica.
- ❖ Usos del producto obtenido.
- ❖ Estudio económico.
- ❖ Análisis de resultados de todo el grupo.
- ❖ Conclusiones.
- ❖ Bibliografía.

Esta actividad permite que los alumnos obtengan conclusiones, integrando los resultados y experiencias de sus compañeros, por lo que es una actividad más enriquecedora que el análisis individual. Se le dedicará la mitad del tiempo de la sesión.

En la segunda parte se presentará una introducción a la química heterocíclica.

EXPERIMENTO No. 6

REACCIÓN DE PAAL-KNORR: OBTENCIÓN DE 1-FENIL-2,5-DIMETILPIRROL

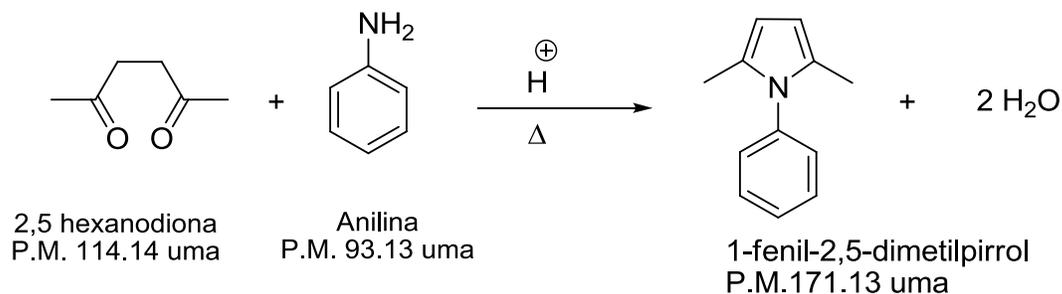
OBJETIVOS

- Ilustrar la reacción de Paal-Knorr.
- Obtener el 1-fenil-2,5-dimetilpirrol a través de una reacción de condensación, entre un compuesto dicarbonílico y la anilina (o derivados de la misma).

ANTECEDENTES

- Mencione las diferencias fundamentales en los tres métodos empleados en la síntesis de pirroles de Knorr, Paal-Knorr y Hantzsch.
- Busca el pKa de la metil-amina, la anilina y el pirrol ¿Cuál de estos compuestos es más básico? explica porque la diferencia en la basicidad.
- Indique el mecanismo de reacción más probable en la reacción de Paal-Knorr que realizará en el laboratorio.

REACCIÓN



MATERIAL

1	Espátula.	2	Pinza de 3 dedos c/nuez.
1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL.	1	Probeta de 25 mL.
1	Matraz de fondo redondo de 25 mL.	1	Refrigerante con mangueras.
1	Barra magnética.	1	Recipiente de peltre.
1	Vidrio de reloj.	1	Parrilla con agitación.
1	Matraz Kitasato con manguera.	1	Embudo Büchner con alargadera.
1	Frasco para Cromatografía	2	Pipeta de 1 mL
		1	Pipeta 5 mL

REACTIVOS

0.25 mL	2,5-hexanodiona.	1 ml	HCl conc.
0.2 mL	Anilina.	3 mL	Etanol.

PROCEDIMIENTO

En un matraz de fondo redondo de 25 mL coloque 0.2 mL de anilina, 0.25 mL de 2,5-hexanodiona , 2 gotas de HCl, 3 mL de etanol y una barra magnética.

Adapte un refrigerante de agua en posición de reflujo, caliente a ebullición durante 30 min (**Nota 1**) vacíe la mezcla de reacción caliente en un matraz Erlenmeyer de 125 mL que contenga 25 mL de agua y 0.5 mL de HCl concentrado. Aísle por filtración al vacío el producto formado y lave con agua. Purifique por par de disolventes etanol-agua. Deje secar a una temperatura de 30-40 °C. Determine el rendimiento (cercano al 80%) y el punto de fusión.

NOTAS

Nota 1: Coloque el matraz en baño de aire para homogeneizar la temperatura.

CUESTIONARIO

1. ¿Para qué vierte la mezcla de reacción en agua acidulada con HCl?
2. ¿Por qué es importante adicionar las gotas de HCl concentrado al inicio de la reacción?
3. ¿Qué cuidados deben observarse en el manejo de la anilina, considerando sus propiedades CRETIB?
4. Proponga el mecanismo de la reacción que efectuó en este experimento.
5. Dé las estructuras de 3 compuestos que contengan este heterociclo y que tengan actividad farmacológica.

BIBLIOGRAFÍA

- Al-war.,R., &Whal, G.J. *Chem. Educ.*, EU, 1990, 67,265-266
- Shaw, D., and Word, W., *J. Chem. Educ.*, EU, 1992, 69, A 313
- PAQUETTE, L. A, *Fundamentos de Química Heterocíclica*
- ACHESON, R.M., *Química Heterocíclica*, Ed. Publicaciones Cultural, México, 1981, Pág 120-121.
- J.A. Joule & Mills K. *Heterocyclic Chemistry*, ed. Offices 1978.

EXPERIMENTO No. 7

- a) SÍNTESIS DE INDOLES DE FISCHER: OBTENCIÓN DE 1,2,3,4-TETRAHIDROCARBAZOL
- b) SÍNTESIS DE ÍNDIGO*: 2-(1,3-Dihidro-3-oxo-2*H*-indol-2-ilid-eno)-1,2-dihidro-3*H*-indol-3-ona

OBJETIVOS

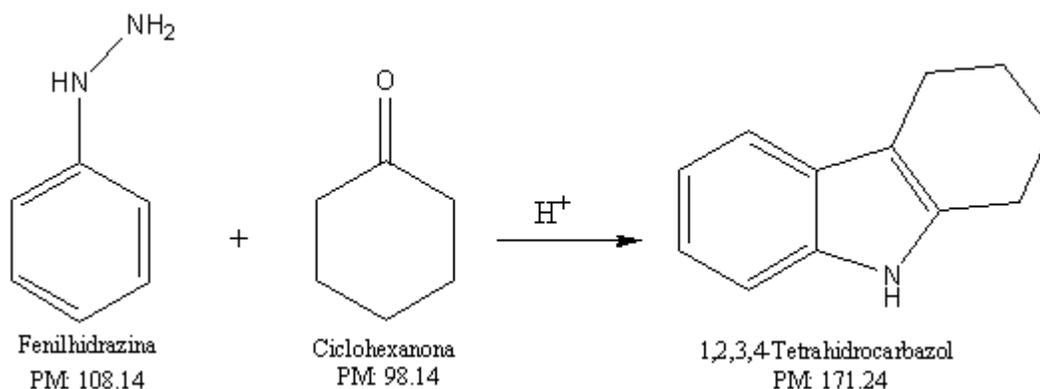
- a) Preparar 1,2,3,4-tetrahidrocarbazol según la síntesis de índoles de Fischer.
- b) Revisar la importancia biológica de los derivados del indol.
- c) Obtener un colorante de interés químico.

ANTECEDENTES

1. Describa en qué consiste la síntesis de índoles de Fischer. Escriba la reacción que se lleva a cabo.
2. Represente las estructuras del triptófano, melatonina y serotonina. Escriba sus nombres sistemáticos y comente porque son importantes estos derivados del indol.
3. Describa en que consiste la reacción de Madelung y la reacción de Bischler.
4. La síntesis de Fischer emplea como intermediario las fenilhidrazonas. Proponga el mecanismo de formación de la fenilhidrazona de la ciclohexanona.
5. Mencione 2 derivados del indol, naturales o sintéticos que tengan actividad farmacológica. Escriba las estructuras

a) Síntesis de 1,2,3,4-tetrahidrocarbazol:

REACCIÓN



MATERIAL

1	Espátula.	2	Pinza de 3 dedos c/nuez.
2	Matraz Erlenmeyer de 50 mL.	1	Probeta de 25 mL.
1	Matraz de fondo redondo de 25 mL.	1	Refrigerante con mangueras.
1	Barra magnética.	1	Recipiente de peltre.
1	Vidrio de reloj.	1	Parrilla con agitación.
1	Matraz Kitasato con manguera.	1	Embudo Büchner con alargadera.
2	pipeta de 1 mL.	2	vaso de precipitados de 100 mL.
1	Frasco para Cromatografía	1	Pipeta de 5 mL.

REACTIVOS

Ác. Acético glacial.	2.5 mL
Fenilhidrazina ($\rho = 1.099$ g/mL).	0.25 mL
Ciclohexanona ($\rho = 0.947$ g/mL).	0.25 mL

PROCEDIMIENTO

En un matraz de bola de 25mL coloque 0.25 mL de ciclohexanona, 2.5 mL de CH_3COOH glacial y 0.25 mL de fenilhidrazina (**Nota 1**), coloque la barra

magnética, adapte el refrigerante de agua en posición de reflujo y caliente la mezcla de reacción a reflujo, en la parrilla, por un tiempo aproximado de 20 minutos.

Deje enfriar a temperatura ambiente, separe el sólido formado por filtración con vacío y lávelo con 3 porciones de agua fría (2.5 mL cada una) y déjelo secar (**Nota 2**). Determine punto de fusión y calcule el rendimiento.

NOTAS

NOTA 1: La fenilhidrazina es tóxica y puede causar severas quemaduras en la piel, por lo que debe ser manejada con precaución.

NOTA 2: Si los cristales del producto son blancos, y su punto de fusión es cercano al del compuesto puro (116°C), no requiere recristalización, de otra manera recristalícelo de metanol.

CUESTIONARIO

1. Proponga el mecanismo de formación del indol que obtuvo durante su reacción.
2. De los 3 métodos de síntesis de índoles mencionados en los antecedentes: Madelung, Bischler, y Fisher ¿Cuál es el más adecuado para realizarse en su laboratorio? Explique brevemente.
3. Si ya tiene una fenilhidrazona, que pasos seguiría para obtener el indol correspondiente. Describa el protocolo de trabajo.
4. La hidrazina y sus derivados son tóxicos. Cuando es usada como reactivo ¿cómo asegura que no quede un exceso?
5. ¿Puede ser utilizado el clorhidrato de fenilhidrazina y no directamente la fenilhidrazina, en esta síntesis? Explique brevemente

BIBLIOGRAFÍA

- VOGEL, A. I., *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 4a edición. Ed. Longmans, Londres. 1978.
- WOLTHIUS, E., *The Synthesis of Heterocyclic Compounds*, *J. Chemical Education*, 56 (5), Págs 343-344, 1979.
- LEDNICER, D., & MITSCHER, L. A., *Organic Chemistry of Drugs Synthesis*, Ed. J. Wiley & Sons, New York, 1977.

b) Síntesis de índigo

INTRODUCCIÓN:

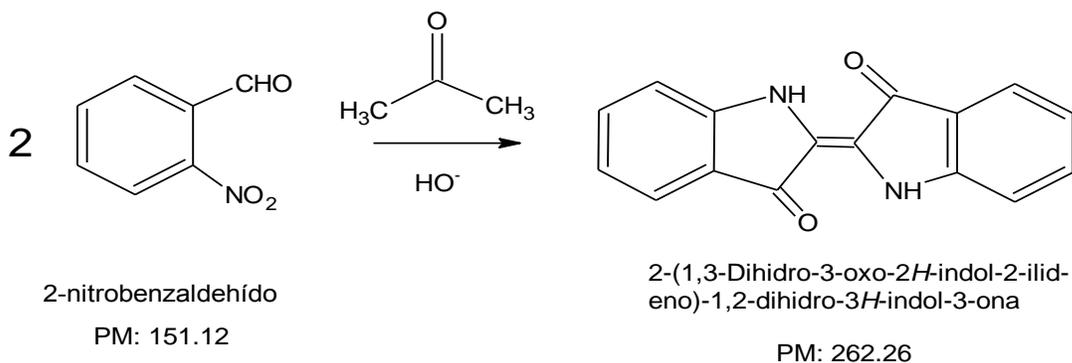
El índigo es uno de los tintes más antiguos usados en la industria textil y en la imprenta, se obtiene del añil (*Indigofera suffruticosa*) que es un arbusto de hoja perenne. Se cree que la India fue el centro más antiguo de producción de índigo; sin embargo fue conocido y empleado en muchos países: China, Japón, Egipto, Grecia, Roma, y Bretaña. Los romanos usaban el término *indicum* como sinónimo de tintura; y el nombre del tinte paso a otros idiomas como *índigo*.

También fue conocido y empleado en Mesoamérica en donde se denominaba “Xiuhqilit” que en idioma náhuatl significa “hierba azul”, de dicha planta se extraía una tinta azul o “mohuitl”, la cual era muy apreciada para colorear. La planta fue también utilizada en medicina.

El índigo se sigue utilizando como colorante debido a su solidez; resiste bien a la luz, al lavado, a los álcalis y ácidos, es el colorante de los jeans y prendas vaqueras azules. El índigo es permitido como colorante de medicamentos y cosméticos (azul no. 6) pero no de alimentos.

La planta lo contiene en forma de glucósido; éste se hidroliza por ácidos o por fermentos en glucosa e indoxilo, se oxida de forma natural con el oxígeno del aire y se transforma en el colorante índigo o añil. La estructura del índigo como derivado del indol fue demostrada por A. Bayer quien hizo las primeras síntesis en 1882. Consiste en condensar el o-nitrobenzaldehido en acetona en presencia de álcalis. La síntesis es sencilla pero el aldehído no es barato lo que la hace poco usada a nivel industrial. El índigo sintético ha desplazado en muchas aplicaciones al natural, y hoy casi todo se produce vía síntesis debido a que su obtención es más barata.

REACCIÓN



MATERIAL

1	Espátula.	2	Pinza de 3 dedos c/nuez.
2	Matraz Erlenmeyer de 100 mL.	2	Probeta de 25 mL.
1	Barra magnética.	1	Baño maría.
1	Vidrio de reloj.	1	Recipiente de peltre.
1	Matraz Kitasato con manguera.	1	Parrilla con agitación.
1	Frasco para Cromatografía	1	Embudo Büchner con alargadera.
1	Pipeta 5mL		

REACTIVOS PROCEDIMIENTO A

0.25g	2-Nitrobenzaldehído.	0.3 g	Bisulfito sódico.
2.5 mL	Acetona.	30 mL	Etanol.
2.5 mL	NaOH 2 N.		Peróxido de hidrógeno.

REACTIVOS PROCEDIMIENTO B

0.5g	2-Nitrobenzaldehído.	0.3 g	Bisulfito sódico.
10 mL	Acetona.	10 mL	Etanol.
2.5 mL	NaOH 2 N.		Peróxido de hidrógeno.

PROCEDIMIENTO A

En un Erlenmeyer de 100 mL disuelva 0.25g de *o*-nitrobenzaldehído (2-nitrobenzaldehído) en una mezcla de agua (2.5 mL)-acetona (2.5 mL). Agregue 2.5 mL de NaOH 2N gota a gota mezclando vigorosamente. La reacción es exotérmica y hay un cambio de color de verde a café. Deje reposar la mezcla por 5 minutos para que sedimente el precipitado.

Filtre al vacío y lave con etanol (3x10 mL).

Los cristales de índigo son agujas de color azul oscuro, funden alrededor de 350 °C y se puede recrystalizar de anilina o cloroformo.

El rendimiento de la reacción es: 46-57%.

PROCEDIMIENTO B

En un Erlenmeyer de 100 mL se disuelven 0.5 g de 2-nitrobenzaldehído en 10 mL de acetona y después se diluye con 17.5 mL de agua destilada. Ayudado de un agitador magnético se somete esta disolución a una agitación vigorosa y se añaden lentamente 2.5 mL de NaOH 2 N.

La disolución toma un color amarillo claro y después se oscurece. En unos segundos empieza a aparecer un precipitado de índigo. Se continúa la agitación 5 minutos más y el precipitado azul se separa por filtración al vacío.

Se lava el precipitado con agua hasta que salga incolora y después con 10 mL de etanol. Se seca el precipitado en la estufa durante 15 minutos a 100 °C. Se pesa el sólido y se calcula el rendimiento.

CUESTIONARIO

1. ¿Cuáles son las etapas del proceso a las que se somete el añil, para la obtención de fibras teñidas?
2. Busque la estructura del glucósido presente en el añil.
3. Busque el método industrial mas empleado para obtener el índigo sintético.
4. ¿Por qué cree que el índigo es un producto tan intensamente colorido?
5. ¿Qué utilidad tiene el NaOH en la reacción?
6. Proponga un mecanismo para la reacción.

BIBLIOGRAFÍA

- Giral y Rojahn, *Productos Químicos y Farmacéuticos*, México (1966)
- “Heterocyclic Compounds with Indole and Carbazoles Systems”, “*The Chemistry of Heterocyclic Compounds*”, ed. A. Weissberger, Vol.8, Pág 171.
- FITTON, A.O. & SMALLEY, R.K, *Practical Heterocyclic Chemistry*, Ed Academic Press Inc, Inglaterra 1968, Pág 12-13.
 - von Baeyer and V. Drewson, Ber., 1882, 15, Pág 2856.
- P.W. Sadler, *Journal of Organic Chemistry.*, 1956, 21, Pág 317.
- D.G.O, Sullivan, *Journal Chemistry. Soc.*, 1960, 32, Pág 78.

EXPERIMENTO No. 8

FORMACIÓN DE PIRIDINAS: OBTENCIÓN DE 3,5-DICARBETOXI-2,6-DIMETIL-1,4-DIHIIDROPIRIDINA.

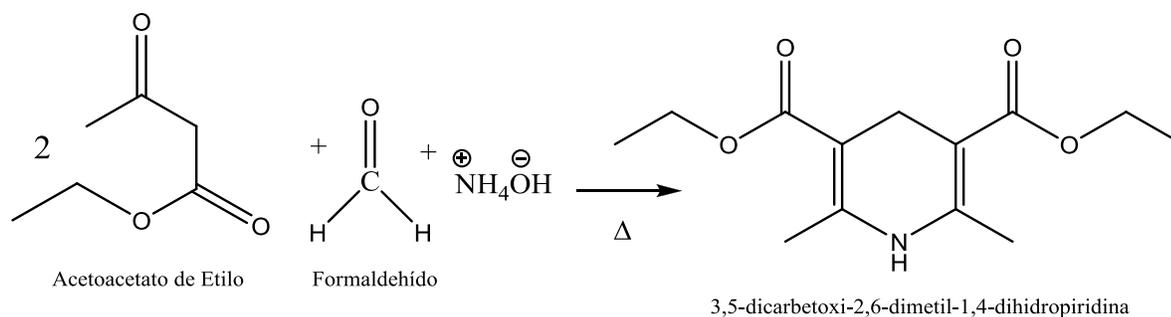
OBJETIVOS

- Efectuar la síntesis de Hantzsch con la condensación de compuestos 1,3-dicarbonílicos o un β -ceto éster y derivados del amoniaco en presencia de un aldehído.
- Obtener una dihidropiridina mediante esta síntesis.
- Revisar la importancia bioquímica y farmacéutica de las piridinas.

ANTECEDENTES

- Describa en qué consiste el método de Hantzsch para la síntesis de piridinas
- Menciona los grupos funcionales que pueden emplearse para obtener piridina por el método de Hantzsch.
- Importancia bioquímica y farmacéutica de algunos derivados de la piridina.
- Busque el método de obtención de una piridina empleando la técnica de microondas.

REACCIÓN



MATERIAL

1	Vaso de pp. de 150 mL.	1	Embudo Büchner con alargadera.
1	Probeta de 25 mL.	1	Pipeta graduada de 1 mL.
1	Kitasato con manguera.	2	Pinzas de 3 dedos c/nuez.
1	Agitador magnético.	1	Barra magnética.
1	Agitador de vidrio.	1	Parilla con agitación.
1	Vidrio de reloj.	1	Recipiente de peltre.
1	Espátula de cromo/níquel.	1	Termómetro 0-100 °C.
1	Vaso pp de 100 mL.	1	Embudo de vidrio.
2	Pipeta graduada de 5 mL.	1	Refrigerante de agua c/mangueras
1	Matraz bola de 25 mL.	1	Frasco para Cromatografía

REACTIVOS

0.35 mL	Formaldehído.	4 mL	Etanol.
1.25 mL	Acetoacetato de etilo.	1.6 mL	Disolución de NH ₄ OH conc.

PROCEDIMIENTO

En un matraz redondo de 25 mL adicione los reactivos en el orden indicado: 0.35 mL de formaldehído acuoso (37%), 1.25 mL acetoacetato de etilo y 1.6 mL de NH₄OH concentrado, agite la mezcla de reacción y observe que la reacción es exotérmica; caliente a reflujo y con agitación constante durante 30 minutos utilizando una parrilla.

Al término del calentamiento, enfríe la mezcla de reacción usando un baño de hielo (**Nota 1**).

Filtre la solución resultante y lave el sólido con 2-5 mL de etanol **bien frío**, dividido en varias porciones. Se obtienen de 0.5 a 0.75 g de cristales amarillos, el p.f. debe ser de 183-184 °C; si es necesario, recristalice el producto de etanol. (**Nota 2**).

NOTAS

Nota 1: En este punto el producto debe precipitar completamente, de no ser así induzca la precipitación.

Nota 2: Se obtiene una segunda cosecha de producto menos puro, agregando agua a las aguas madres, el sólido se recupera por filtración y se recristaliza de la manera ya indicada.

CUESTIONARIO

1. ¿Qué reactivos usaría para transformar la dihidropiridina en la Piridina correspondiente?
2. ¿Cómo determina si el cambio en el orden de adición de los reactivos afecta el desarrollo de la reacción?
3. Proponga el mecanismo de reacción para la síntesis de la dihidropiridina.
4. Escriba las estructuras de 3 compuestos con actividad farmacológica que en su estructura contengan una piridina o dihidropiridina.

BIBLIOGRAFÍA

- ACHESON, RM, *An Introduction to the Chemistry of Heterocyclic Compounds*, 3° ed, Ed. J. Willey & Sons, Inglaterra, 1976.
- CREMLYN, R.J., STILL, R.H., *Named and Miscellaneous Reactions in Practical Organic Chemistry*, Ed. Heinemann Educational Books, Inglaterra, 1967.
- GATTERMAN, L., *Laboratory Methods of Organic Chemistry*, Ed. McMillan, Inglaterra, 1943.
- PAQUETTE, L.A., *Principles of Modern Heterocyclic Chemistry*, Ed. Benjamín/Cummings, E.U.A. pc: 225-229
- STREITWIESER, A., HEATHCOOK, C.H., *Química Orgánica*, Ed. Interamericana, México, 1979.

EXPERIMENTO No. 9

FORMACIÓN DE CUMARINAS: OBTENCIÓN DE 7-HIDROXI-4-METILCUMARINA (β -METILUMBELIFERONA)

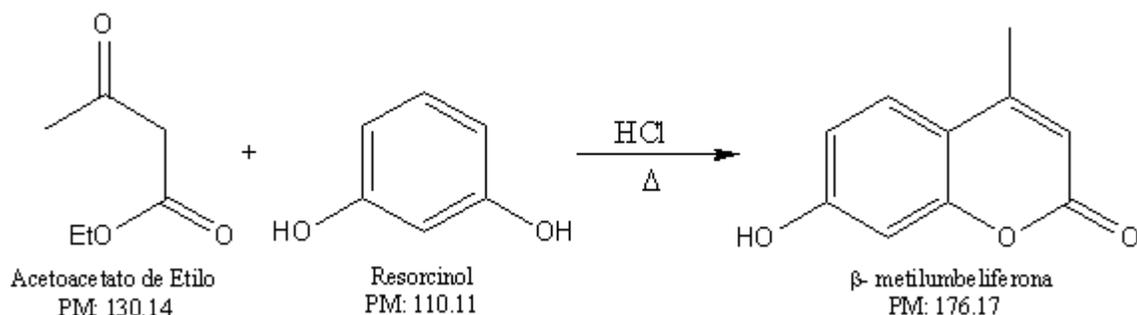
OBJETIVOS

- Efectuar la reacción de Pechmann-Duisberg con la condensación de compuestos 1,3-dicarbonílicos y fenoles en presencia de un catalizador ácido.
- Preparar β -metilumbeliferona según la reacción de Pechmann-Duisberg.
- Revisar la importancia biológica y farmacéutica de las cumarinas.

ANTECEDENTES

- Métodos generales de preparación de cumarinas.
- Mecanismo de la síntesis de Pechmann-Duisberg.
- Fundamento químico de la reacción de Pechmann-Duisberg.
- Busque el nombre y la estructura de la warfarina, escriba su nombre sistemático y alguna de sus aplicaciones farmacológicas.

REACCIÓN



MATERIAL

2	Matraz Erlenmeyer de 50 mL.	1	Embudo Büchner con alargadera.
1	Probeta de 25 mL.	1	Refrigerante de agua c/mangueras.
1	Kitasato con manguera.	2	Pinzas de 3 dedos c/nuez.
1	Agitador magnético.	1	Barra magnética.
1	Agitador de vidrio.	1	Parilla con agitación.
1	Vidrio de reloj.	1	Recipiente de peltre.
1	Espátula de cromo/níquel.	1	Termómetro 0-100 °C.
1	Vaso pp de 150 mL.	1	Embudo para sólidos
1	Pipeta graduada de 5 mL.	1	Baño maría
1	Matraz Erlenmeyer de 125 mL.	1	Frasco para Cromatografía

REACTIVOS

1 mL	HCl conc.	12.5 mL	Etanol.
0.5 mL	Acetoacetato de etilo.	0.412 g	Resorcinol.

PROCEDIMIENTO

A un matraz Erlenmeyer de 125mL adicione 0.5 mL de acetoacetato de etilo y agregue 0.412 g de resorcinol. Enseguida adicione poco a poco 1 ml de HCl. Caliente la mezcla de reacción a 30 °C durante 20 minutos sin dejar de agitar y luego de este tiempo vierta la mezcla en forma de chorro fino en 25 mL de agua helada, agitando constantemente, ya que de lo contrario se forma una pasta resinosa.

Separe el sólido formado por filtración al vacío y lave con agua helada (no más de 20 mL). Recrystalice el producto por par de disolventes (etanol/agua) y seque al vacío. Determine rendimiento y punto de fusión.

CUESTIONARIO

1. La β -metilumbeliferona se encuentra en productos naturales, busque 2 fuentes en donde se encuentre presente.
2. Busque la estructura de la herniarina (éter metílico de la umbeliferona); y escriba su nombre sistemático.
3. Algunas cumarinas se emplean para preparar ungüentos para protegerse de los rayos U.V. Mencione 2 cumarinas que se empleen con tal fin y explique brevemente el fundamento de esta propiedad.
4. ¿La warfarina puede ser empleada como raticida o como medicamento; ¿Qué factores permiten que sea seguro su empleo en humanos?
5. Si emplea fenol en lugar de resorcinol, ¿Qué cumarina se obtiene? Escriba la reacción y proponga un mecanismo.

BIBLIOGRAFÍA

- ACHESON, R.M., *An introduction to the Chemistry of Heterocyclic Compounds*, Ed. J. Willey & Sons, 4^a ed., UK, 1976.
- GIRAL, F. & ROJAHN, C.A., *Productos Químicos y Farmacéuticos*, Ed. Atlante, Tomo III, México, 1946.
- STREITWEISER, A.I., *A Textbook of Practical Organic Chemistry*, Ed. Longman, UK, 1978.
- <http://www.elergonomista.com/fitoteriapia/cumarinas.htm>
- <http://es.wikipedia.org/wiki/cumarina>

EXPERIMENTO No. 10

FORMACIÓN DE HIDANTOINAS

a) SÍNTESIS DE ALANTOÍNA

b) SÍNTESIS DE LA 5,5-DIFENILHIDANTOINA

a) Síntesis de Alantoina

OBJETIVOS

- Sintetizar un compuesto de interés farmacéutico.
- Revisar la importancia de este compuesto en la industria cosmetológica.
- Efectuar la formación de un anillo de cinco miembros con 2 heteroátomos de nitrógeno.

ANTECEDENTES

- Fundamento químico de la síntesis.
- Propiedades físico-químicas de reactivos y productos utilizados.
- Reacciones más importantes de las hidantoínas.
- Usos e importancia de la alantoína.

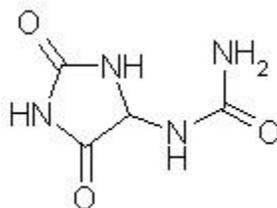
PROPIEDADES QUÍMICAS

Fórmula Química: $C_4H_6N_4O_3$

Apariencia: Polvo cristalino blanco

Punto de Fusión: 239 °C

Solubilidad: 0.5% en agua a 25 °C, 0.2% en alcohol a 25 °C



REACTIVOS

0.25 g	Ácido Úrico	0.2 g	KMnO ₄ en polvo
gotas	Ácido Acético conc.	1.5 mL	Disolución de NaOH al 20%

MATERIAL

1	Vaso de pp. de 150 mL.	1	Embudo Büchner c/alargadera.
1	Probeta de 25 mL.	1	Pipeta de 10 mL.
1	Kitasato con manguera.	2	Pinzas de 3 dedos c/nuez.

5. Dé las estructuras de 3 hidantoínas con importancia farmacéutica.

BIBLIOGRAFÍA

- **Young E.G., Wentworth H.P., Hawkins W.W.** (1944). “The absorption and excretion of allantoin in mammals”. *J.Pharmacol. Experi. Therapeutics*, **81**: 1-9
- **GIRAL**, Francisco, *Productos Químicos y Farmacéuticos*, Vol. 3. Aliciclos, Heterociclos Naturales, Ed. Atlante, México, 1956.
- **AVILA, Z.**, et al, *Química Orgánica: Experimentos con un Enfoque Ecológico*, México, Ed: Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial, UNAM
- **SANABRIA, R.**, Práctica: Formación de 5,5-difenilhidantoína, Prácticas de Química Orgánica III para QFB, FES Cuautitlán, UNAM

b) Síntesis de la 5,5-difenilhidantoína

OBJETIVOS

- a) Efectuar la preparación de un anillo de cinco miembros con dos átomos de nitrógeno en posición 1,3.
- b) Preparar 5,5-difenilhidantoína a partir de ácido bencílico y urea en presencia de anhídrido acético.
- c) Revisar el interés biológico de las hidantoínas.

ANTECEDENTES

1. Métodos generales de obtención de hidantoínas.
2. Fundamento químico de la reacción de obtención de hidantoínas a partir de ácidos α -hidroxisustituidos.
3. Propiedades físico-químicas de reactivos y productos utilizados.
4. Reacciones más importantes de las hidantoínas.
5. Usos de las hidantoínas en la industria.

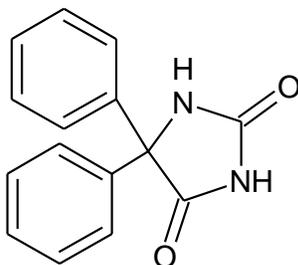
PROPIEDADES QUÍMICAS

Fórmula Química General: $C_{15}H_{12}N_2O_2$

Apariencia: Polvo blanco

Punto de Fusión: 297-298 °C

Reacciona con compuestos azo y diazo.



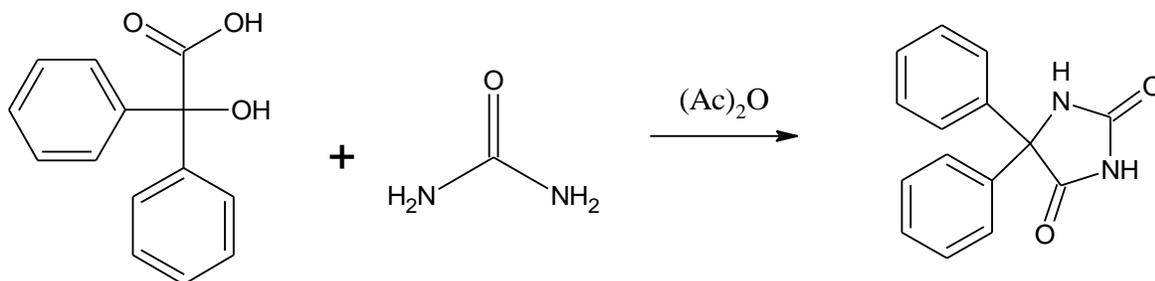
REACTIVOS

0.25 g	Ácido Benílico	0.14 g	Urea seca
0.3mL	Anhídrido Acético		

MATERIAL

2	Vaso de pp. de 100 mL.	1	Embudo Büchner c/alargadera.
1	Probeta de 25 mL.	1	Bomba de agua.
1	Kitasato con manguera.	2	Pinzas de 3 dedos c/nuez.
1	Pipeta graduada de 1 mL.	1	Barra magnética.
1	Agitador de vidrio.	1	Parilla con agitación magnética.
1	Vidrio de reloj.	1	Recipiente de peltre.
1	Espátula.	1	Refrigerante c/mangueras.
1	Matraz bola de fondo plano de 50mL		

REACCIÓN



PROCEDIMIENTO

En el matraz bola de 50mL coloque 0.25g de Acido bencílico, 0.14g de urea seca y 0.5mL de anhídrido acético. Coloque la barra de agitación magnética dentro del matraz y coloque el refrigerante en posición de reflujo. Caliente la mezcla con agitación constante hasta que los sólidos se disuelvan, posteriormente mantenga la reacción en calentamiento durante 1.5 horas. Deje enfriar a temperatura ambiente y adicione, aproximadamente, 3mL de agua destilada y proceda a filtrar. Lave el producto con agua fría. Recupere y dejelo secar, Determina el punto de fusión y el rendimiento de la reacción.

CUESTIONARIO

1. ¿Qué función desempeña el anhídrido acético en esta reacción?
2. Si en vez de adicionar anhídrido acético añadiéramos EtOH, ¿Qué producto podría formarse?
3. ¿Cómo podría determinar si parte del producto de reacción se encuentra en el filtrado?
- 4.- Mencione la importancia de la hidantoína sintetizada en la industria farmacéutica

BIBLIOGRAFÍA

- Acheson, R.M., *An Introduction to the Chemistry of Heterocyclic Compound*, 3rd. Ed., John Wiley & Sons, Londres, 1976.

- Elderfield, R.C. Editor, Hidantoinos. En: *Heterocyclic Compounds*, Vol. 5. John Wiley & Sons, New York, 1950.
- Goodman, A., Goodman, L.S. y Gilman, A. Editors, *The Pharmacological Basis of Therapeutics*, 6th. Ed., Mac Millan Pub. Co., Inc., New York, 1980.
- Lednicer, D. y Mitscher. L.A., *Organic Chemistry of Drug Synthesis*, John Wiley & Sons, New York, 1977.

EXPERIMENTO No. 12

AISLAMIENTO DE PURINAS: CAFEÍNA A PARTIR DE TÉ NEGRO, CAFÉ TOSTADO, BEBIDAS ENERGÉTICAS Y MEDICAMENTOS

OBJETIVOS

- a) Aislar la cafeína a partir de bebidas de consumo cotidiano como son el té negro, café o algún medicamento
- b) Revisar las propiedades farmacológicas de la cafeína.

- c) Comparar el rendimiento y la pureza de la cafeína aislada de diferentes productos comerciales.

ANTECEDENTES

1. ¿A qué familia de alcaloides pertenece la cafeína y teofilina?
2. Mencione 3 productos farmacéuticos que contengan cafeína.
3. Investigue la fórmula química de la cafeína y explique las semejanzas que encuentra con la teofilina y teobromina.
4. Principales usos de la cafeína en las industrias alimenticia y farmacéutica.
5. Mencione los principales efectos que causa la cafeína en el organismo e indique cual es la cantidad de cafeína que está en el café, en el té y en el medicamento seleccionado .
6. Además del café mencione dos plantas que contengan cafeína o alcaloides tipo xantina.

MATERIAL

1	Parrilla con agitación	1	Pinza de 3 dedos c/nuez
1	Embudos de separación con tapón	1	Probeta de 25 mL
1	Espátula de cromo níquel	1	agitador de vidrio
1	Barra magnética	2	vaso de pp. de 100mL
1	Vidrio de reloj	2	vasos de pp. de 250mL

REACTIVOS

2 g	Medicamento que contenga cafeína	5 sobrecitos de té negro.	Diclorometano
5 g	Café tostado en polvo.	Disolución de NaOH conc.	Agua destilada

PROCEDIMIENTO PARA EXTRACCIÓN DE CAFEÍNA DE TÉ NEGRO

Pese las 5 bolsitas del té negro, y anote el peso de éstas en su bitácora, posteriormente, coloque las bolsitas en un vaso de precipitados de 250 mL (no rompa los sobres), y vierta aproximadamente 30 mL de agua hirviendo.

Coloque el vaso de precipitados en una parrilla y continúe calentando por unos 10 minutos más con agitación.

Verifique el pH de la disolución, si el pH es ligeramente ácido agregue unas gotas de sosa al 10% para que el pH sea de 8, ya que a pH alcalino se encuentra libre el alcaloide.

Deje enfriar la solución y extraiga 3 veces con 10 mL de cloruro de metileno o de acetato de etilo, repita la extracción dos veces más; si la agitación es vigorosa se puede formar una emulsión, en cuyo caso deberá esperar más tiempo para la separación de las fases acuosa y orgánica o bien, deberá centrifugar para separar las fases. Se recolectan las fases orgánicas en un vaso de precipitados de 100 mL y posteriormente se secan con Na_2SO_4 anhidro. Filtre o decante y recupere el disolvente orgánico por destilación. La cafeína quedará como residuo, Pésele, para determinar rendimiento. Identifíquela por cromatoplaca, por punto de fusión o por alguna prueba colorida característica.

PROCEDIMIENTO PARA EXTRACCIÓN DE CAFEINA DE UN MEDICAMENTOS

Pese 2 g del medicamento seleccionado y pulverice en un mortero hasta obtener un polvo fino.

Añada agua suficiente para cubrir el polvo y efectuar una agitación vigorosa, verifique el pH, si este es alcalino proceda a extraer empleando el disolvente seleccionado. Si el pH es ácido, alcalinice empleando una solución de NaOH y, posteriormente proceda a la extracción e identificación de la cafeína.

PROCEDIMIENTO PARA EXTRACCIÓN DE CAFEÍNA DE CAFÉ TOSTADO

Pese 5 g de café tostado y molido, colóquelo en un vaso de precipitados de 250 mL, y adicione 30 mL de agua caliente, tome el pH, si es ácido añada unas gotas de NaOH al 10% y lleve la solución a pH 8. agite durante 10 minutos. Filtre empleando embudo de vidrio para separar la solución de los residuos de café. Deje enfriar la solución, y realice 3 extracciones con 10 mL aproximadamente de diclorometano o de acetato de etilo. Reúna los extractos orgánicos y seque con sulfato de sodio anhidro. Decante o filtre y recupere el disolvente y el residuo por destilación.

Identifique la cafeína por cromatografía en placa, por punto de fusión o por alguna prueba colorida característica de este alcaloide.

CUESTIONARIO

1. ¿Por qué es importante que el pH de la solución sea alcalino?
2. ¿En cuál de los 3 procedimientos realizados se obtuvo un mayor rendimiento de cafeína?
3. ¿En que forma se extrae la cafeína para obtener el café “descafeinado”?
4. Que sustancias estimulantes, contienen las llamadas bebidas energéticas

BIBLIOGRAFÍA

- IKAN, R, *Natural products*, Ed. Academia Press, 2ª edición, 1991
 - MARTÍNEZ, Grau, M. A & CSAKY, A. G, *Técnicas Experimentales en Síntesis Orgánicas*, Ed. Síntesis, Madrid, 1998. Capítulo 10.
 - BADUI, Salvador, *Química de los Alimentos*, Ed. Alhambra Mexicana, México, 1990, Pág. 418
 - FENNEMA, Owen R, *Química de los Alimentos*, Ed. Acribia, 2ª ed, España, 1993
 - *The Chemistry of Heterocycles: Structure Reactions, Synthesis & Applications*, Ed: Wiley-VCH, Alemania, 2003, Pág 414
 - MODROÑERO, Roman, *Química Fundamental de los Heterociclos*, Ed. Alhambra, México, 1968, Pág 71
 - <http://www.alimentacion-sana.com.ar/informaciones/nutricion/caffeina.htm>
 - http://servicios.laverdad.es/cienciaysalud/6_3_8.html
 - <http://marc.pucpr.edu/edu/facultad/santos/bioquimica446/CAP14%20Metabolismo%20de%20amino%20acidos%20y%20nucleotidos.pdf>
-

SESIÓN EXPERIMENTAL 13

2° SEMINARIO

Síntesis de Pirroles. Formación de Indoles. Formación de Piridinas.
Formación de Cumarinas. Aislamiento de Cafeína. Síntesis de Imidazoles.

OBJETIVO:

- ❖ Comprender en su totalidad el experimento mediante la integración de la parte experimental y la teórica.
- ❖ Reforzar los conceptos teóricos.
- ❖ Favorecer la discusión, el trabajo en equipo y el análisis de resultados.
- ❖ Aprender a organizar e integrar la información que obtienen los alumnos en la biblioteca y en el laboratorio.
- ❖ Realizar presentaciones tanto en forma oral como escrita.

METODOLOGÍA:

Para llevar a cabo el seminario, se integran 3 equipos de trabajo según el número de alumnos y cada grupo presenta una práctica teniendo que desarrollar los siguientes puntos:

- ❖ Análisis de la técnica.
- ❖ Reacción general.
- ❖ Mecanismo de la reacción
- ❖ Importancia de la técnica.
- ❖ Diferentes formas de síntesis.
- ❖ Usos del producto obtenido.
- ❖ Estudio económico.
- ❖ Análisis de resultados de todo el grupo.
- ❖ Espectroscopia en IR de reactivos y producto.
- ❖ Conclusiones.
- ❖ Bibliografía.

Esta actividad permite que los alumnos realicen conclusiones reales, integrando los resultados y experiencias de sus compañeros, por lo que es una actividad más enriquecedora que el análisis individual.

ANEXOS

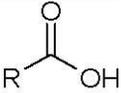
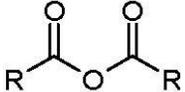
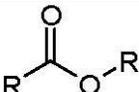
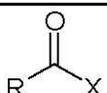
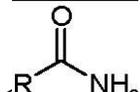
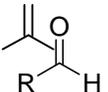
Los siguientes anexos y las modificaciones realizadas, con respecto al manual del semestre anterior fueron elaboradas por la Dra. Yolanda Caballero, la Q. Ma. Reina Gómez y la alumna de servicio social Isela Garfias, y reúne los comentarios y las aportaciones de alumnos que cursaron, y profesores que impartieron la materia el semestre anterior.

QUÍMICA ORGÁNICA III (1521)

1. GRUPOS FUNCIONALES EN ORDEN DE PRIORIDAD.
2. CLASIFICACIÓN DE PROTEÍNAS.
3. CLASIFICACIÓN DE LÍPIDOS.
4. ACEITES ESENCIALES (TERPENOS).
5. VITAMINAS LIPOSOLUBLES.
6. DERIVADOS DE INTERÉS BIOLÓGICO.
7. CUADRO DE RESULTADOS. EJEMPLO.

PRINCIPALES GRUPOS FUNCIONALES EN ORDEN DE PRIORIDAD

Cuando un compuesto tiene dos o más grupos funcionales, su nombre base tendrá la terminación del grupo con mayor prioridad y el otro grupo será un sustituyente.

Grupo funcional	Fórmula	Sufijo	Cuando el grupo es un sustituyente se nombra como:
Ácidos carboxílicos		-ico	carboxi-
Anhidridos de ácido		-ico	
Ésteres		-ato de alquilo	alcoxi-carbonil-
Halogenuros de ácido		halogenuro de -ilo	halogeno-alcanoil-
Amidas		-amida	carbamoil-
Nitrilos	$R-C \equiv N$	-nitrilo	ciano-
Aldehidos		-al	formil- (carbaldehido)
Cetonas		-ona	oxo-
Alcoholes	$R-OH$	-ol	hidroxi-
Mercaptanos	$R-SH$	-tiol	mercapto-
Aminas	$R-NH_2$	-amina	amino-
Éteres	$R-O-R$	éter	alcoxi-
Sulfuros	$R-S-R$	sulfuro	alquiltio-
Alquenos	$R-CH=CH-R$	-eno	alquencil-
Alquinos	$R-C \equiv C-R$	-ino	alquencil-
Halogenuros	$R-X$	-	halógeno-
Nitro	$R-NO_2$	-	nitro-
Alcanos	$R-H$	-ano	alquil-

Para nombrar a los ácidos carboxílicos y a los anhidridos es necesario anteponer la palabra *ácido* y *anhidrido* respectivamente, seguido del nombre de la cadena hidrocarbonada con el sufijo -ico.

Adaptado de: Albores, M. *et al.*, *Grupos Funcionales. Nomenclatura y Reacciones Principales*. Depto. de Quím. Org., Sección de Publicaciones, Fac. de Química, UNAM. 2007.

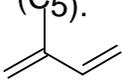
CLASIFICACIÓN DE LAS PROTEÍNAS

Las proteínas se pueden clasificar por:

a) Su composición	Simples. - por hidrólisis dan sólo aminoácidos.	
	Conjugadas. - por hidrólisis, dan otros compuestos además de los aminoácidos. Pueden ser:	<ul style="list-style-type: none"> - Glucoproteínas - Lipoproteínas - Nucleoproteínas - Fosfoproteínas - Metaloproteínas
b) Su forma tridimensional	Fibrosas. - forman fibras largas, se utilizan en la naturaleza para formar materiales estructurales:	<ul style="list-style-type: none"> - músculos - tendones - uñas - cuernos - pezuñas
	Globulares. - están enrolladas en formas compactas y casi esféricas. Solubles en agua y se mueven dentro de las células:	<ul style="list-style-type: none"> - enzimas - hormonas - de transporte
c) Su función	Proteínas estructurales (querastina, elastina. colágeno) “ de transporte (hemoglobina) “ protectoras (anticuerpos: inmunoglobina) “ hormonales (insulina) “ enzimáticas (quimotripsina: catalizadores biológicos)	

ESTRUCTURA DE LAS PROTEÍNAS

NIVEL	Estructura	Descripción
1	Primaria	Se le llama así a la secuencia de aminoácidos en una proteína.
2	Secundaria	Describe la orientación, en un patrón regular, de los diferentes segmentos de una proteína.
3	Terciaria	Describe el enrollamiento total de la proteína en una forma general tridimensional.
4	Cuaternaria	Se refiere a la reunión de varios péptidos o proteínas en grandes estructuras agregadas.

TABLA DE CLASIFICACIÓN DE LÍPIDOS		
<p>Los lípidos son moléculas orgánicas naturales, que se aíslan de células y tejidos por extracción con disolventes orgánicos no polares. Es decir, son insolubles en agua y solubles en disolventes orgánicos.</p>		
A.- Esteres hidrolizables	CERAS	Son <u>ésteres lineales</u> de alcoholes y ácidos carboxílicos de cadena larga
	GRASAS Y ACEITES	Son <u>triglicéridos</u> (triacil-gliceroles). Son ésteres de un triol (glicerina) y ácidos carboxílicos de cadena larga (ácidos grasos). Pueden ser saturados o insaturados (tener dobles ligaduras).
	FOSFOLÍPIDOS	<u>Fosfoglicéridos</u> .- son ésteres de un triol (glicerina), con un ácido graso saturado, un ácido graso insaturado y un diéster fosfórico. <u>Esfingolípidos</u> .- son ésteres de un amino-alcohol (esfingosina) y ésteres fosfóricos.
B.- Compuestos que no se pueden hidrolizar	PROSTAGLANDINAS	Proviene del ácido graso <i>Araquidónico</i> (C ₂₀), (4 =). Tienen un anillo de ciclopentano
	TERPENOS	Consisten en <i>dos</i> o más unidades de <i>isopreno</i> (C ₅). 
	ESTEROIDES	Son tri-terpenos muy modificados, tetracíclicos.

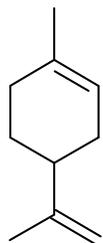
McMurry, J.; Química Orgánica, 6ª Ed., Thomson Learning, México, 2004

ACEITES ESENCIALES (TERPENOS)

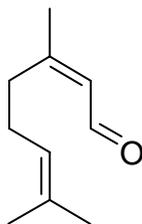
Los aceites esenciales son mezclas complejas de hidrocarburos, terpenos, alcoholes, compuestos carbonílicos, aldehídos aromáticos y fenoles y se encuentran en hojas, cáscaras o semillas de algunas plantas.

La obtención de los aceites esenciales es realizada comúnmente por destilación por arrastre con vapor. En el vegetal, los aceites esenciales están almacenados en glándulas, conductos, sacos, o simplemente reservorios dentro del vegetal, por lo que es conveniente desmenuzar el material para exponer esos reservorios a la acción del vapor de agua.

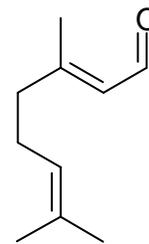
Estos aceites esenciales son productos naturales que tienen aplicación en diferentes industrias, como son la farmacéutica, alimenticia, en perfumería, entre otros usos. Actualmente, se constituyen en productos alternativos para la elaboración de biopesticidas o bioherbicidas.



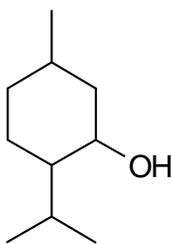
Limoneno



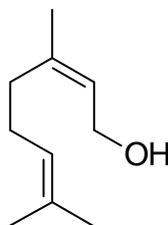
Neral (Citral)



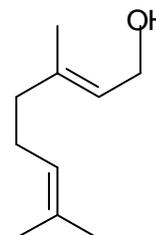
Geranial



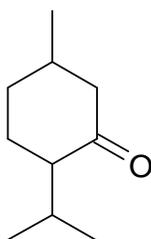
Mentol



Nerol

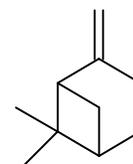


Geraniol



Mentona

α -Pineno



β -Pineno

TABLA 2.- Algunos compuestos volátiles importantes en el aroma de los cítricos:

<i>Naranja</i>	<i>Mandarina</i>	<i>Pomelo</i>	<i>Limón</i>
Etanal	Etanal	Etanal	Neral
Octanal	Octanal	Decanal	Geranial
Nonanal	Decanal	Acetato de etilo	β -Pineno
Citral	α -Sinensal	Butanoato de metilo	Geraniol
Butanoato de etilo	γ -Terpineno	Butanoato de etilo	Acetato de geraniol
<i>d</i> -Limoneno	β -Pineno	<i>d</i> -Limoneno	Acetato de nerilo
α -Pineno	Timol	Nootkatona	Bergamoteno
	<i>N</i> -Metilantranilato de metilo	1- <i>p</i> -Menteno-8-tiol	Cariofileno

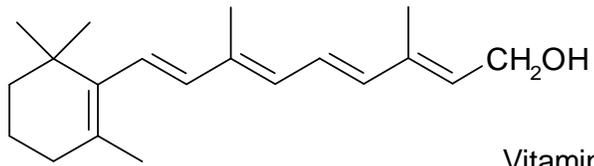
TABLA 3.- Compuestos importantes en el aroma de hierbas culinarias usadas como aromatizantes:

<i>Hierbas</i>	<i>Parte de la planta</i>	<i>Importantes compuestos del flavor</i>
Albahaca	Hojas	Metilchavicol, linalool, metileugenol
Laurel	Hojas	1,8-Cineol
Mejorana	Hojas, flores	Hidratos de <i>c-t</i> -sabineno, terpinen-4-ol
Orégano	Hojas, flores	Carvacrol, timol
Romero	Hojas	Verbenona, 1,8-cineol, alcanfor, linalool
Salvia, clara	Hojas	Salvia 1-4(14)-en-1-ona, linalool
Salvia, dalmata	Hojas	Tuyona, 1,8-cineol, alcanfor
Salvia española	Hojas	<i>c-</i> y <i>t</i> -Acetato de sabinilo, 1,8-cineol, alcanfor
Ajedrea	Hojas	Carvacrol
Estragón	Hojas	Metilchavicol, anetol
Tomillo	Hojas	Timol, carvacrol
Menta piperita	Hojas	1-Mentol, mentona, mentofurano
Menta	Hojas	1-Carvona, derivados de carvona

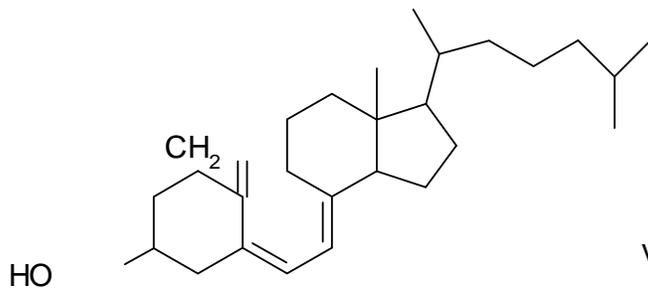
TABLA 4.- Compuestos importantes en el aroma de algunas especias usadas como aromatizantes:

<i>Especias</i>	<i>Parte de la planta</i>	<i>Importantes compuestos del flavor</i>
Pimienta	Bayas, hojas	Eugenol, β -cariofileno
Anís	Frutos	(<i>E</i>)-Anetol, metil cavicol
Pimienta (capsicum)	Frutos	Capsaicina, dihidrocapsaicina
Alcaravea	Frutos	<i>d</i> -Carvona, derivados de carvona
Cardamomo	Frutos	Acetato de α -terpenilo, 1,8-cineol, linalool
Canela, casia	Cortezas, hojas	Aldehído cinámico, eugenol,
Clavo	Brotes florales	Eugenol, acetato de eugenilo
Cilantro	Frutos	<i>d</i> -Linalool, 2-alquenes-C ₁₀ -C ₁₄
Comino	Frutos	Aldehído cumfínico <i>p</i> -1,3-mentadienal
Eneldo	Frutos, hojas	<i>d</i> -Carvona
Hinojo	Semillas, frutos	(<i>E</i>)-Anetol, fenchona
Jengibre	Rizoma	Gingerol, shogaol, neral, geranial
Macis	Ariolo	α -Pineno, sabineno, 1-terpenin-4-ol
Mostaza	Semillas	Isotiocianatos de alilo
Nuez moscada	Semillas	Sabinina, α -pineno, miristicina
Perejil	Hojas, semillas	Apiol
Pimienta	Frutos	Piperina, δ -3-careno, β -cariofileno
Azafrán	Estigmas	Safranal
Cúrcuma	Rizoma	Turmerona, zingeribereno, 1,8-cineol
Vainilla	Frutos, semillas	Vanillina, éter <i>p</i> -OH-bencilmetílico

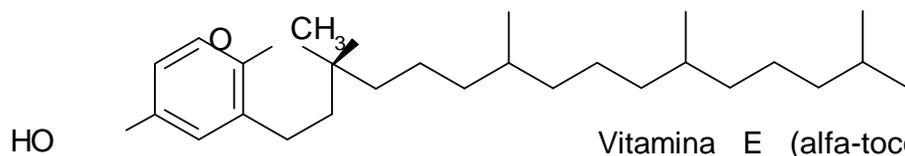
VITAMINAS LIPOSOLUBLES



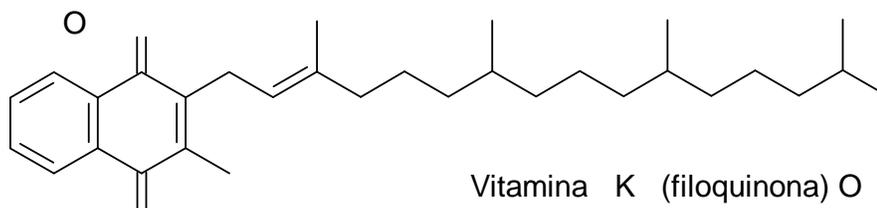
Vitamina A (trans-retinol)



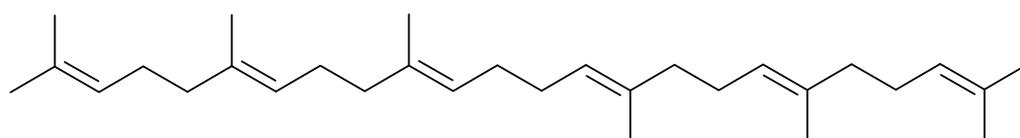
Vitamina D (Calciferol)



Vitamina E (alfa-tocoferol)



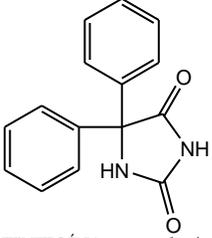
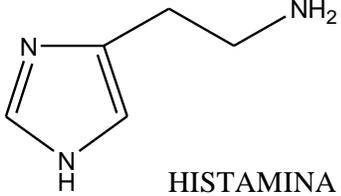
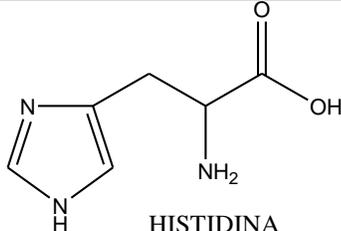
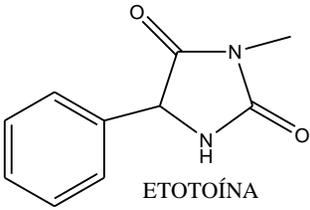
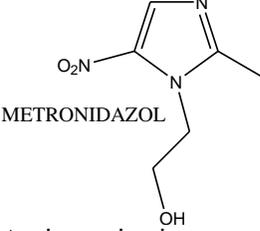
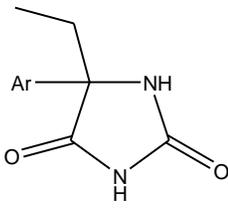
Vitamina K (filoquinona) O



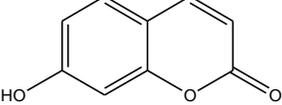
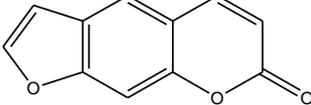
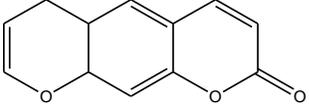
Escualeno (triterpeno; C₃₀)

DERIVADOS DE INTERÉS BIOLÓGICO

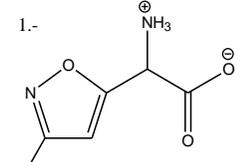
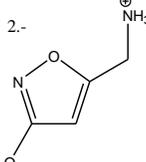
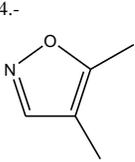
DERIVADOS DE HIDANTOINAS:

 <p>FENITOÍNA: es el éster fosfato disódico de 3-hidroximetil-5-5 difenilhidantoina. Antiepiléptico, anticonvulsivo.</p>	 <p>HISTAMINA Aminoácido</p>	 <p>HISTIDINA Amina biógena derivada de la histidina. Vasodilatador. Aumenta la concentración de HCl en estómago.</p>
 <p>ETOTOÍNA Antiepiléptico</p>	 <p>METRONIDAZOL Antiparasitario, antibacteriano</p>	 <p>NIRVUNOL Hipnótico, sedante</p>

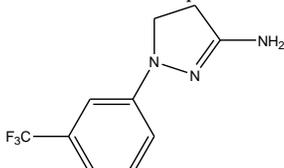
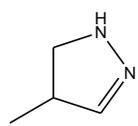
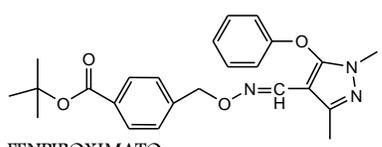
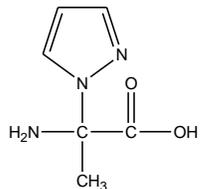
DERIVADOS DE CUMARINAS

 <p>UMBELIFERONA Filtro solar, indicador fluorescente</p>	 <p>FURANOCUMARINA Fotosensibilizador de piel</p>	 <p>PIRANOCUMARINA Antiespasmódico y vasodilatador</p>
--	--	---

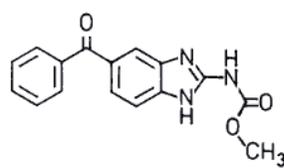
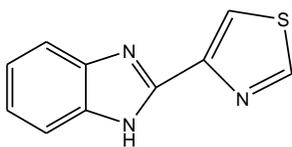
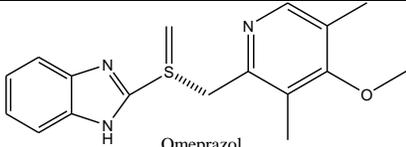
DERIVADOS DE ISOXAZOLES:

<p>1.-</p>  <p>Acido Iboténico</p>	<p>2.-</p>  <p>Muscimol</p>	<p>4.-</p>  <p>4,5-Dimetilisoxazol</p>
<p>TIENEN ACTIVIDAD INSECTICIDA Y ACTIVIDAD DEPRESORA DEL SISTEMA NERVIOSO CENTRAL DEBIDO A QUE SU ESTRUCTURA ES MUY SIMILAR A LA SEROTONINA (NEUROTRANSMISOR) AISLADOS DE <i>AMANITA MUSCARIA</i>, <i>A. PANTHERINA</i>, <i>A. COITHURNATA</i>.</p>		<p>HA SIDO DETECTADO EN LOS ACEITES DE JUGO DE TOMATE, Y EN EL DE LECTINA DE SOYA. ES VOLATIL</p>

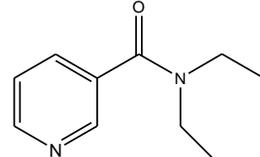
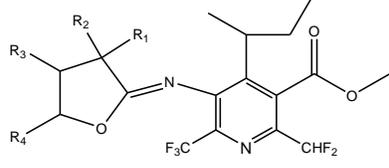
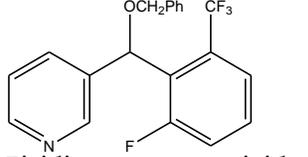
DERIVADOS DE PIRAZOLES:

<p>3-amina-4,5-dihidro-1-(3-(trifluorometil)-fenilpirazol</p> 	<p>Betazol: 3-(beta-Aminoetil)pirazol</p>	<p>4-Metilpirazol</p> 	 <p>FENPIROXIMATO</p>	
<p>Un inhibidor doble tanto de la vía de la ciclooxigenasa como de la lipoxigenasa. Ejerce un efecto antiinflamatorio al inhibir la formación de prostaglandinas y leucotrienos. La droga también incrementa la vasoconstricción pulmonar hipóxica y tiene efecto protector sobre la isquemia miocárdica.</p>	<p>Un agonista del receptor H₂ de la histamina utilizado clínicamente para probar la función secretora gástrica.</p>	<p>Antídoto usado en la intoxicación por entilenglicol. potente inhibidor de la alcohol-deshidrogenasa (ADH), es de la clase de antídotos que contrarrestan la formación de metabolitos tóxicos</p>	<p>Acaricida de uso agrícola en las plantaciones de café, cítricos, y palmeras.</p>	<p>Uno de los primeros pirazoles. Encontrado en las semillas de la sandía.</p>

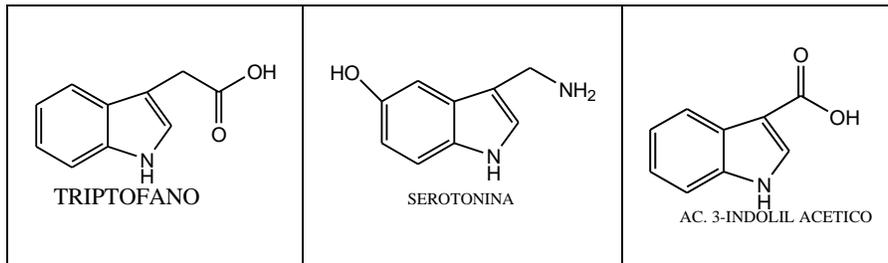
DERIVADOS DEL BENCIMIDAZOL:

 <p>MEBENDAZOL: El mebendazol, es un medicamento lombricida, que mata parásitos. Se usa para tratar los casos de parasitosis por lombrices intestinales (nematodos), uncinarias (ancilostoma), oxiuros, tricocéfalos y otro tipo de parásitos (nombre comercial: VERMOX)</p>	 <p>Tiabendazol</p> <p>Antihelmíntico: nemátodos Fungicida</p>	 <p>Omeprazol</p> <p>Inhibidor de la bomba de H⁺ en estomago, intestino: funciona al disminuir la cantidad de ácido producido por el estómago., se usa para tratar las úlceras; reflujo gastroesofágico (condición en que el reflujo del ácido del estómago causa pirosis (acidez o calor estomacal) y lesiones en el esófago; condiciones donde el estómago produce demasiado ácido, como el síndrome de Zollinger-Ellison; se usa en combinación con otros medicamentos para eliminar la bacteria H. pylori, que provoca úlceras; también se usa para tratar la laringitis</p>
---	--	--

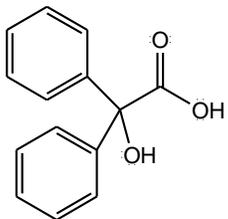
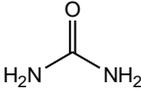
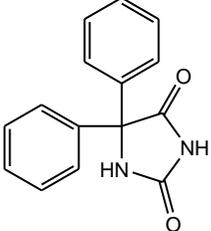
DERIVADOS DE PIRIDINAS

 <p>ÁCIDO NICOTÍNICO Componente celular</p>	 <p>IMIDATO CICLICO HERBICIDA</p>	 <p>Piridina con actividad contra <i>Candida albicans</i></p>
--	---	--

DERIVADOS DE INDOL



■ CUADRO DE RESULTADOS EJEMPLO:

Reacción			$\xrightarrow[\Delta]{Ac_2O}$	
PM	228.122g/mol	60.66g/mol		252.27g/mol
volumen	---	---	1.05mL	---
gr (agreg.)	1.1535 g	0.6 g		P.f _{reportado} =296°C
densidad	---	---		W _{prod} = 0.7314g
moles	5.056×10^{-3}	9.8912×10^{-3}		2.8993×10^{-3}
R.L.	+++			

$5.056 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 252.27 \text{ g/mol} = 1.2755 \text{ g}$ de 5,5-Difenilhidantoína (teóricos)

Rendimiento de la reacción:

$$5.056 \times 10^{-3} \text{ mol} - -100\%$$

$$2.8993 \times 10^{-3} \text{ mol} - -X$$

$$X = 57.34\%$$