



Universidad Nacional Autónoma de México

Manual de Experimentos Química Orgánica IV



Técnicas en microescala

Carrera de Química



QFB Consuelo García Manrique



Facultad de Química
Departamento de Química Orgánica

MANUAL DE EXPERIMENTOS

QUÍMICA ORGÁNICA IV

TÉCNICAS EN MICROESCALA
CARRERA DE QUÍMICA

unam
donde se construye el
futuro

FACULTAD DE QUÍMICA



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

MANUAL DE EXPERIMENTOS
QUÍMICA ORGÁNICA IV
TÉCNICAS EN MICROESCALA
CARRERA DE QUÍMICA

QFB CONSUELO GARCÍA MANRÍQUE



Primera edición: 2014
Fecha de edición: 7 de enero de 2014

D.R. © 2014 UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Ciudad Universitaria, Delegación Coyoacán,
C.P. 04510, México, Distrito Federal.

ISBN: 978-607-02-5346-1

*“Prohibida la reproducción total o parcial por cualquier medio,
sin la autorización escrita del titular de los derechos patrimoniales”.*



El trabajo de laboratorio es agradable y motivador,
cuando se comprende su importancia y su realización,
constituye un desafío y no una frustración.



ÍNDICE

Presentación	11
Medidas de seguridad en el laboratorio	15
Programa experimental	17
Ácidos carboxílicos	19
Práctica 1. Síntesis de ácido benzoico. Hidrólisis de benzonitrilo	21
Práctica 2. Síntesis de ácido benzoico. Reacción del haloformo	27
Práctica 3. Síntesis de ácido adípico	33
Práctica 4. Seminario I. Ácidos carboxílicos	39
Derivados de ácidos carboxílicos	41
Práctica 5. Síntesis de benzocaína	43
Síntesis de anhídrido ftálico	49
Síntesis de acetanilida	55
Síntesis de paracetamol (acetaminofén)	61
Práctica 6. Seminario II. Derivados de ácidos carboxílicos	67
Carbohidratos	69
Práctica 7. Reacciones de identificación de carbohidratos	71
Péptidos	83
Práctica 8. Síntesis de ácido hipúrico	85
Lípidos	91
Práctica 9. Obtención de ácido mirístico	
Parte I. Aislamiento de trimiristina de la nuez moscada	93
Práctica 10. Obtención de ácido mirístico	
Parte II. Reacción de saponificación	99
Práctica 11. Seminario III. Carbohidratos, péptidos y lípidos	105
Práctica de reposición	107
Práctica 12. Síntesis de ácido 2,4-dihidroxibenzoico. Reacción de Kolbe-Schmitt	109

PRESENTACIÓN

Con el curso práctico de Química Orgánica IV que se presenta en este Manual, los profesores que impartimos esta asignatura estamos convencidos que en las horas que el alumno pasa en el laboratorio, además de aprender, puede entender el porqué de una cierta técnica, adquirir la habilidad y la filosofía que llevan consigo la realización de una síntesis orgánica y, si los ensayos y las prácticas están bien planteados, también comprenderá mucha teoría fundamental de la Química Orgánica.

El curso de Química Orgánica IV forma parte del Plan y Programa de Estudios de la carrera de Química, aprobado en el año 2005. Éste ha sido cuidadosamente diseñado y cumple con sus objetivos generales, que son:

- Ilustrar experimentalmente muchos de los conceptos teóricos aprendidos en el aula.
- Desarrollar habilidades para el trabajo en el laboratorio.
- Aplicar los conocimientos adquiridos en el curso en la interpretación de espectros de infrarrojo (IR) y lograr la identificación de los productos.
- Identificar los residuos generados en cada proceso y el tratamiento al que deben someterse.
- Trabajar en equipo para integrar resultados, análisis y conclusiones.

El presente Manual contiene prácticas de Química Orgánica diseñadas a nivel microescala. La IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) denomina a la Química a Microescala como Química a pequeña escala. Los experimentos a este nivel, se llevan a cabo con cantidades del reactivo principal comprendidas entre 0.005 y 0.5 g. Las pesadas deben de realizarse en balanzas con al menos dos o tres cifras decimales, ya que con estas cantidades una desviación de 0.1 g en un reactivo supone porcentualmente un error muy significativo en las proporciones adecuadas de los reactivos empleados.

Las cantidades de disolvente suelen estar por debajo de los 100 microlitros y 5 mililitros. Por ello se deben utilizar pipetas, micropipetas, dosificadores o jeringas con la graduación y precisión adecuada para cada experimento.

El material empleado en microescala requiere una adaptación a las cantidades usadas, especialmente cuando éstas son inferiores a los 100 mg. Dicho material puede ser desde material semejante al convencional, sólo que con un tamaño adaptado a las necesidades propias de las cantidades y volúmenes usados en estas técnicas, o bien, material de diseño específico.

El uso de técnicas a nivel microescala en los laboratorios de enseñanza de Química Orgánica cada vez tiene más significado y se generaliza, ya que proporciona grandes beneficios, como los que a continuación se describen:

- La mayor parte de los fenómenos, que pueden ser observados en experimentos realizados en escala convencional, pueden apreciarse análogamente en las técnicas a microescala, sin afectar los conceptos teóricos que se quieren demostrar.
- Reducen el costo de operación de los laboratorios.
- Contribuyen a la preservación del medio ambiente y la ecología al haber una reducción aproximadamente del 75-99% en la generación de desechos químicos, además de simplificar su tratamiento, eliminación o disposición final.
- Mejoran la calidad del aire en los laboratorios, puesto que se puede eliminar casi totalmente la presencia de vapores de disolventes.
- Reducen notablemente los riesgos a la salud originados por exposición a compuestos tóxicos, irritantes, alergénicos y mutagénicos o cancerígenos.
- Se incrementa la habilidad y el cuidado en el manejo de sustancias químicas y las pérdidas mecánicas disminuyen.
- Hay un decremento importante en los accidentes en el laboratorio provocados por reactivos cáusticos, inflamables o explosivos y en caso de que ocurran, su gravedad es mucho menor.
- Permiten un ahorro considerable de tiempo.

En este curso también se incluyen conocimientos básicos relativos al cuidado del medio ambiente, cada experimento contiene un diagrama ecológico, donde se indica claramente los desechos que se generan además del producto principal, así como el tratamiento al que deben ser sometidos para desecharlos cuando son inocuos, reusarlos o bien disponer de ellos en la forma adecuada cuando son peligrosos.

Para comprender en su totalidad cada experimento se han diseñado tres seminarios, los cuales tienen como propósito que los alumnos integren la parte experimental y la teórica, refuercen los conceptos teóricos, favorezcan la discusión, el análisis de resultados y el trabajo en equipo, establezcan métodos para organizar e integrar la información teórica y experimental recabada por ellos y realicen presentaciones en forma oral y escrita de toda la información obtenida.

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

Las prácticas presentadas en este curso también fueron reproducidas en el laboratorio por los profesores que impartimos esta asignatura, por lo cual reconozco y agradezco su valiosa participación. Quiero hacer mención especial de la Dra. Consuelo Sandoval García, quien me apoyó en el diseño de las reacciones que aparecen a lo largo de este Manual.

Para la presente edición de este Manual, se volvieron a revisar cuidadosamente todas las prácticas y se adicionaron modificaciones a varios procedimientos, provenientes de la experimentación de los alumnos en las sesiones de laboratorio de los cursos regulares, así como del trabajo realizado en los proyectos de servicio social y de estancias de investigación.

QFB Consuelo García Manrique

MEDIDAS DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

1. Es obligatorio el uso de bata y lentes de seguridad.
2. Para cada experimento a realizar, deberá informarse de las medidas de seguridad, sobre el manejo y toxicidad de los reactivos.
3. Identificar el lugar donde se encuentran los extintores y ubicar las salidas del laboratorio.
4. Queda prohibido fumar e ingerir alimentos y bebidas dentro del laboratorio.
5. Algunas sustancias químicas (sólido, líquido y gas) son irritantes a la piel, ojos y mucosas, por lo que debe evitarse el contacto directo.
6. No deberán vaciarse a los envases originales los remanentes de reactivos utilizados.
7. Cuando se transfiera un líquido con pipeta, deberá utilizarse perilla de hule o perilla de seguridad. Nunca succionar con la boca.
8. Tener cuidado cuando se efectúa una reacción química en tubo de ensayo, que la boca de éste no se dirija hacia un compañero o hacia sí mismo, ya que puede haber proyecciones.
9. En caso de accidente debe comunicarse de inmediato con el maestro responsable en el laboratorio.
10. Al trabajar con disolventes orgánicos, los cuales en su mayoría son volátiles e inflamables, debe hacerse en lugares ventilados y nunca cerca de una flama.
11. Queda prohibida la visita de personas ajenas a la práctica que se realiza.
12. En caso de cualquier quemadura con ácido, base o fuego poner la parte afectada mínimo 15 minutos bajo el chorro de agua fría, neutralizar y acudir a la enfermería si persisten las molestias.
13. Al envasar los residuos y desechos de una práctica en los frascos respectivos, hay que cuidar de no mezclarlos.
14. En caso de intoxicación referirse a la información que se tenga de ese reactivo para comunicarlo al médico.

PROGRAMA EXPERIMENTAL

Semana	Práctica
1	Síntesis de ácido benzoico. Hidrólisis de benzonitrilo
2	Síntesis de ácido benzoico. Reacción del haloformo
3	Síntesis de ácido adípico
4	Seminario de las prácticas 1, 2, 3
5	Síntesis de benzocaína Síntesis de anhídrido ftálico Síntesis de acetanilida Síntesis de paracetamol (acetaminofén)
6	Seminario de la Práctica 5
7	Reacciones de identificación de carbohidratos
8	Síntesis de ácido hipúrico
9	Obtención de ácido mirístico <i>Parte I. Aislamiento de trimiristina de la nuez moscada</i>
10	Obtención de ácido mirístico <i>Parte II. Reacción de saponificación</i>
11	Seminario de las prácticas 7, 8, 9 y 10
12	Síntesis de ácido-2,4-dihidroxibenzoico. Reacción de Kolbe-Schmitt (Práctica de reposición)

ÁCIDOS CARBOXÍLICOS



PRÁCTICA 1

SÍNTESIS DE ÁCIDO BENZOICO. HIDRÓLISIS DE BENZONITRILLO

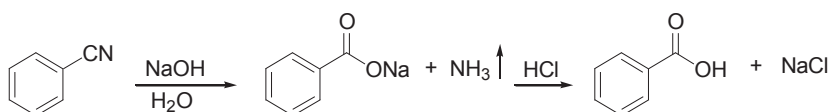
OBJETIVOS

- Ilustrar un método de laboratorio para obtener un ácido carboxílico.
- Sintetizar ácido benzoico por hidrólisis básica de benzonitrilo.

ANTECEDENTES

- Características de los ácidos carboxílicos.
- Diferentes métodos de obtención de ácidos carboxílicos, industriales y de laboratorio.
- Métodos de obtención de ácido benzoico.
- Usos del ácido benzoico.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

REACCIÓN Y ESTEQUIOMETRÍA



	Benzonitrilo	Hidróxido de sodio	Ácido benzoico
Masa molar (g/mol)	103	40	122
Masa (g)	0.505 (0.5 mL $\delta=1.010$ g/mL)	0.65	0.60 (teórico)
Cantidad de sustancia (mol)	4.90×10^{-3}	1.62×10^{-2}	4.90×10^{-3} (teórico)

PARTE EXPERIMENTAL

Material a microescala

Refrigerante de agua con mangueras	1	Pipeta graduada de 5 mL	1
Matraz redondo de 10 mL	1	Espátula de acero inoxidable	1
Vaso de precipitados de 50 mL	1	Agitador de vidrio	1
Matraz Kitasato de 50 mL	1	Pinza de tres dedos con nuez	2
Embudo Hirsch con alargadera	1	Probeta graduada de 25 mL	1
Mantilla de calentamiento	1	Recipiente para baño de hielo	1
Reóstato	1	Vidrio de reloj	1
Embudo de tallo corto	1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2
Pipeta graduada de 1 mL	1	Anillo metálico	1
Tela de alambre / asbesto	1	Mechero / mangueras	1

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Benzonitrilo	0.5 mL	QP
Hidróxido de sodio al 10% (m/v)	6.5 mL	QP
Ácido clorhídrico 1:1	La necesaria	QP
Carbón activado	1-2% del peso del sólido a recrystalizar	
Papel pH	El necesario	

PROCEDIMIENTO

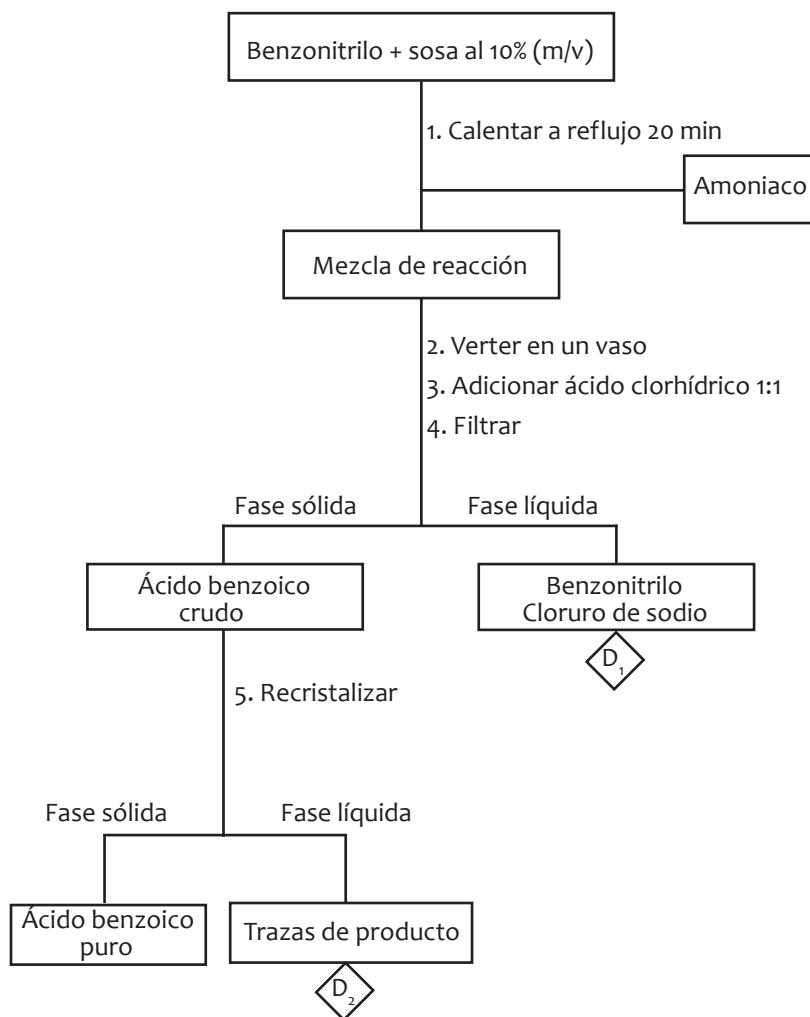
En un matraz redondo de 10 mL, coloque 0.5 mL de benzonitrilo y 6.5 mL de una disolución de sosa al 10% m/v, adicione cuerpos de ebullición, adapte el refrigerante de agua en posición de reflujo. Mantenga la reacción a reflujo mediante mantilla de calentamiento durante 20 minutos, en este lapso deberán desaparecer las gotas oleosas de benzonitrilo; al mismo tiempo se percibirá el olor característico del gas desprendido en la reacción.

Vierta la mezcla de reacción en un vaso de precipitados, enfríe en hielo y agregue ácido clorhídrico diluido 1:1, hasta pH ácido, filtre al vacío.

Purifique el ácido benzoico formado por recrystalización de agua, usando carbón activado si es necesario filtre, seque y pese el producto, calcule el rendimiento y determine el punto de fusión.

DIAGRAMA ECOLÓGICO

Ácido benzoico



D_1 : Guardar para su posterior incineración.

D_2 : Neutralizar la disolución y desechar en el drenaje.

CUESTIONARIO

1. Explique qué reacción se lleva a cabo.
2. Diga cuál es la función del hidróxido de sodio.
3. Durante la reacción diga qué gas se elimina.
4. Escriba el mecanismo de la reacción que efectuó.

BIBLIOGRAFÍA

- Brewster, R.Q.; Vanderwerf, C.A.; Mc. Ewen, W.E. *Curso Práctico de Química Orgánica*; Editorial Alhambra; 2ª Ed.; España, 1977.
- McMurry, J. *Química Orgánica*; Thomson Editores; 7ª Ed.; México, 2008.
- Morrison, R.T.; Boyd, R.N. *Química Orgánica*; Addison-Wesley Iberoamericana, S.A.; 5ª Ed.; Delaware, USA, 1990.

PRÁCTICA 2

SÍNTESIS DE ÁCIDO BENZOICO. REACCIÓN DEL HALOFORMO

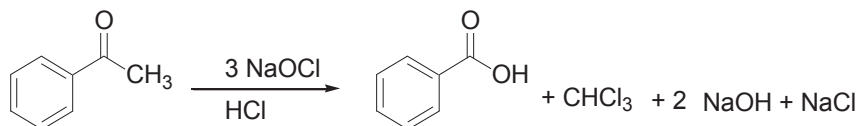
OBJETIVOS

- Efectuar la síntesis de ácido benzoico a partir de acetofenona, por medio de la reacción del haloformo.
- Comprobar la presencia de un grupo carboxilo por medio de una reacción característica.

ANTECEDENTES

- Reacciones de sustitución electrofílica en carbono α a grupos carbonilo.
- Formación de carbaniones y estabilidad de los mismos.
- Oxidación de metilcetonas.
- Reacciones de adición-eliminación.
- Métodos de obtención de ácidos carboxílicos.
- Reacción del haloformo.
- Utilidad de la reacción del haloformo.
- Características químicas de los ácidos carboxílicos.
- Solubilidad de los ácidos carboxílicos y de sus sales.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

REACCIÓN Y ESTEQUIOMETRÍA



	Acetofenona	Hipoclorito de sodio	Ácido benzoico
Masa molar (g/mol)	120	74.5	122
Masa (g)	0.516 (0.5 mL, $\delta = 1.033 \text{ g/mL}$)	2.95 (18 mL, $\delta = 1.025 \text{ g/mL}$)	0.525 (teórico)
Cantidad de sustancia (mol)	4.3×10^{-3}	3.96×10^{-2}	4.3×10^{-3} (teórico)

PARTE EXPERIMENTAL

Material a microescala

Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2	Espátula	1
Embudo de separación de 50 mL	1	Vaso de precipitados de 30 mL	1
Vidrio de reloj	1	Barra de agitación magnética	1
Embudo Hirsch con alargadera	1	Pinza de tres dedos con nuez	1
Pipeta graduada de 1 mL	1	Agitador magnético	1
Pipeta graduada de 5 mL	2	Matraz Kitasato de 50 mL con manguera	1
Agitador de vidrio	1	Probeta de 25 mL	1

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Acetofenona	0.5 mL	RA
Disolución de hipoclorito de sodio al 16% v/v	18 mL	Comercial
Bisulfito de sodio	10 mg	RA
Diclorometano	4.5 mL	RA
Ácido clorhídrico al 50% v/v	2 mL	QP
Tiras de papel con yoduro de potasio-almidón	Las necesarias	
Papel pH	El necesario	

PROCEDIMIENTO

En un matraz Erlenmeyer de 50 mL, adicione 0.5 mL de acetofenona y 18 mL de una disolución de hipoclorito de sodio al 16% v/v (**nota 1**).

Agite magnéticamente la mezcla de reacción a temperatura ambiente por 30 minutos; terminado el tiempo de reacción, continúe agitando y adicione 10 mg de bisulfito de sodio para destruir el exceso de hipoclorito de sodio (**nota 2**).

Retire el agitador magnético y trate la mezcla de reacción con diclorometano a través de extracciones líquido-líquido empleando un embudo de separación (3 extracciones de 1.5 mL cada una).

Bajo agitación, acidule la fase acuosa con ácido clorhídrico al 50% v/v (**nota 3**). El producto de la reacción se separa como un sólido blanco. Filtre al vacío, seque y pese el producto, calcule el rendimiento y determine el punto de fusión.

NOTAS:

(1) **Precaución.** Tanto la acetofenona como la disolución de hipoclorito de sodio son compuestos químicos muy irritantes, por lo que la adición se debe hacer en la campana de extracción.

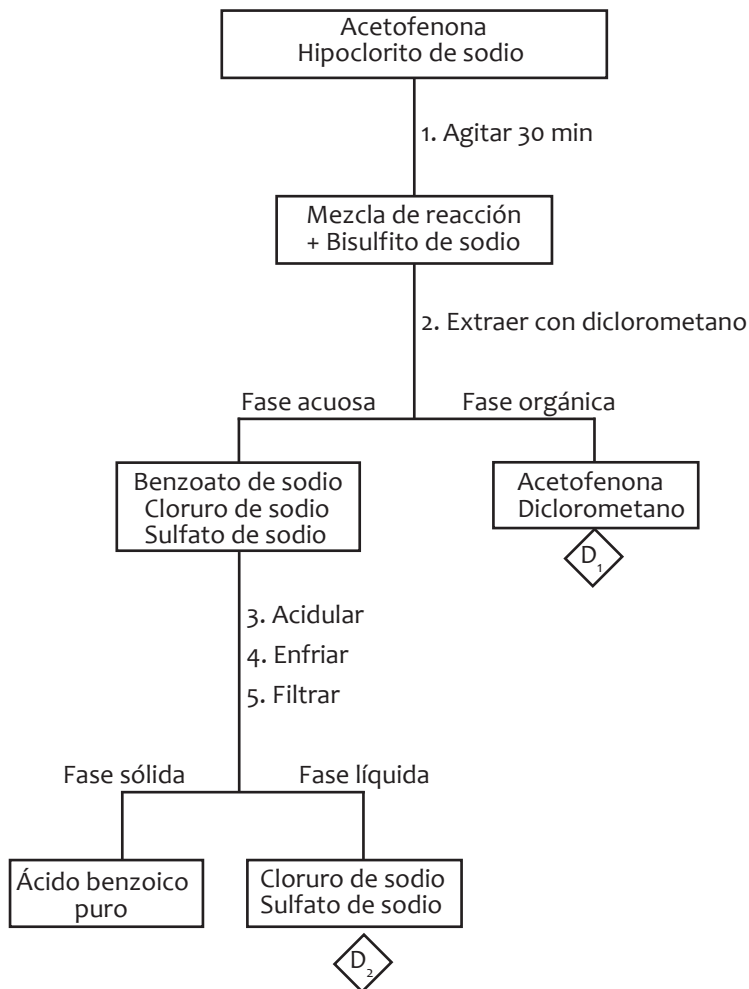
(2) Confirmar que ya no hay hipoclorito de sodio utilizando la prueba de yodo-almidón (preparar una disolución acuosa de yoduro de potasio-almidón e impregnar tiras de papel filtro).

La formación de una mancha negra en el papel filtro indica ausencia de hipoclorito de sodio.

(3) Confirmar el pH de la disolución con papel indicador o precipitación total del sólido.

DIAGRAMA ECOLÓGICO

Ácido benzoico



D₁: Destile el diclorometano y el residuo envíelo a incineración.

Precauciones: acetofenona LD₅₀ = 810 mg/kg, tóxico e irritante por inhalación, ingestión o adsorción por la piel.

Ácido benzoico LD₅₀ = 2538 mg/kg, produce problemas gastrointestinales y alergias por ingestión.

Productos de descomposición: monóxido y dióxido de carbono.

D₂: Verificar el pH, neutralizar si es necesario y eliminar por el drenaje.

CUESTIONARIO

1. Explique qué tipo de reacciones se llevan a cabo.
2. Escriba el mecanismo de la reacción efectuada.
3. ¿Para qué utiliza bisulfito de sodio en la obtención del ácido benzoico?
4. ¿Cómo se obtiene el ácido benzoico a nivel industrial?

BIBLIOGRAFÍA

- Carey, F.A.; Giuliano, R.M. *Organic Chemistry*; McGraw-Hill; 8th Ed.; USA, 2010.
- Kenneth, W. *Macro and Microscale Organic Experiments*; Cengage Learning; 6th Ed.; USA, 2010.
- March, J. *March's Advanced Organic Chemistry Reactions: Mechanisms and Structure*; John Wiley and Sons Incorporated; 6th Ed.; USA, 2007.
- Pavia, D.L. *Introduction to Organic Laboratory Techniques, a Microscale Approach*; Cengage Learning; 4th Ed.; USA, 2006.

PRÁCTICA 3

SÍNTESIS DE ÁCIDO ADÍPICO

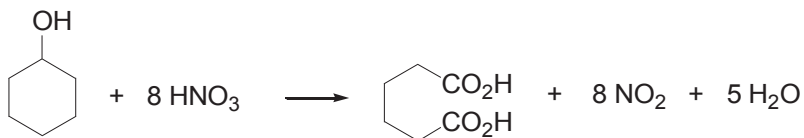
OBJETIVO

- Obtener ácido adípico por oxidación de un alcohol secundario cíclico.

ANTECEDENTES

- Métodos de obtención de ácidos dicarboxílicos.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de reactivos y productos.
- Diferentes formas de síntesis de ácido adípico.
- Usos y aplicaciones del ácido adípico.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

REACCIÓN Y ESTEQUIOMETRÍA



	Ciclohexanol	Ácido nítrico	Ácido adípico
Masa molar (g/mol)	100	$63 \times 8 = 504$	146
Masa (g)	0.47 (0.5 mL, $\delta=0.948$ g/mL)	2.38 (1.6 mL, $\delta=1.490$ g/mL)	0.692 (teórico)
Cantidad de sustancia (mol)	4.74×10^{-3}	4.72×10^{-3}	4.74×10^{-3} (teórico)

PARTE EXPERIMENTAL

Material a microescala

Matraz redondo de 10 mL	1	Pinza de tres dedos	2
Refrigerante de agua con mangueras	1	Parrilla con agitación magnética	1
Termómetro de -10° a 350°C	1	Pipeta de 2 mL	1
Espátula	1	Vidrio de reloj	1
Matraz Kitasato de 50 mL	1	Embudo Hirsch con alargadera	1
Agitador de vidrio	1	Recipiente de peltre	1
Vaso de 50 mL	2	Barra de agitación magnética	1
Embudo de filtración rápida	1	Trampa de humedad	1
Jeringa de 1 mL	1	Trampa de Claisen / tapón de hule	1
T de vacío	1	Tapón de hule monohoradado con tubo de vidrio y manguera	1
Tapón de vidrio	1		

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Ácido nítrico	1.6 mL	QP
Ciclohexanol	0.5 mL	QP
Hidróxido de sodio en escamas	0.5 g	QP

PROCEDIMIENTO

En un matraz redondo de 10 mL coloque 1.6 mL de ácido nítrico concentrado, adapte una trampa de Claisen y conecte en una de sus salidas un refrigerante de agua, seguido de una trampa con sosa, en la otra salida de la trampa de Claisen adapte un tapón de hule con una jeringa que contenga 0.5 mL de ciclohexanol (ver **Figura 1**).

Caliente el ácido a 55-60°C a baño María mediante una parrilla con agitación magnética. Adicione gota a gota con la jeringa el ciclohexanol a un promedio tal, que se adicione una gota cada 30 segundos. Esta velocidad de adición es necesaria para controlar la temperatura de la reacción.

Mantenga la temperatura del baño a 55-60°C por 30 minutos, después de que la adición del ciclohexanol se ha completado, eleve la temperatura gradualmente hasta 100°C en un periodo de 10 minutos y mantenga esta temperatura durante 5 minutos más.

Deje enfriar a temperatura ambiente y, posteriormente, en un baño de hielo por 10 minutos hasta la precipitación de cristales amarillos. Filtre al vacío, lave con agua fría hasta que los cristales sean blancos.

Purifique el ácido adípico formado por recristalización de agua. Filtre, seque el producto, calcule el rendimiento y determine el punto de fusión.

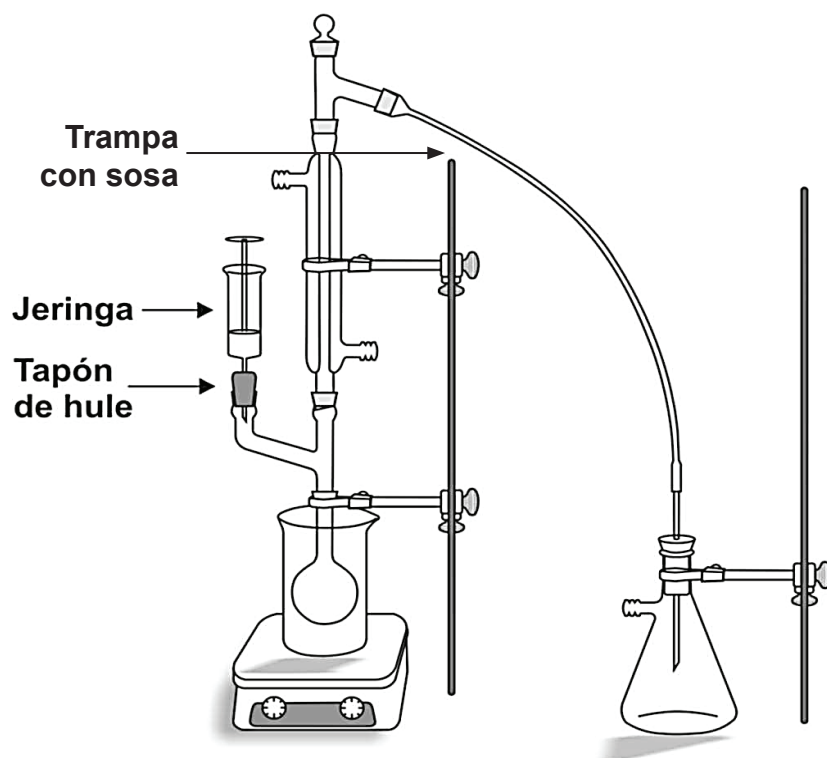
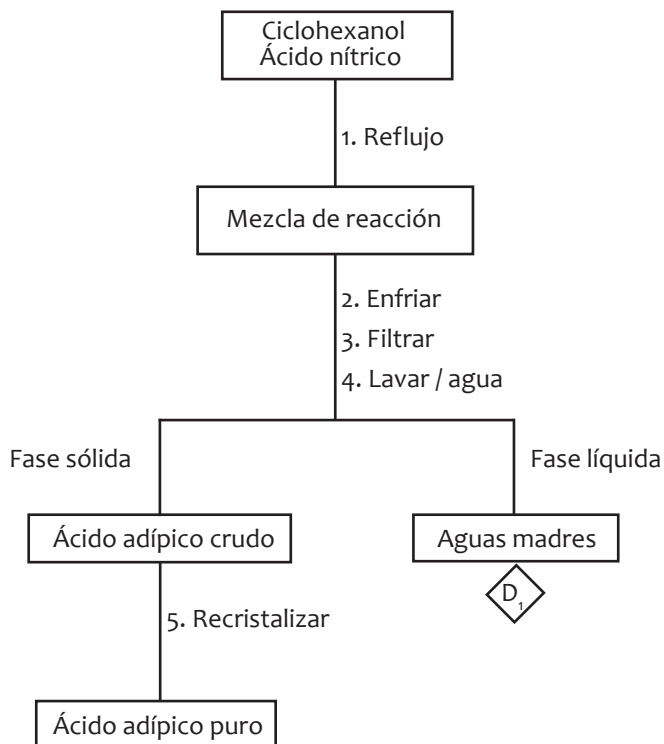


Figura 1. Ácido adípico.

DIAGRAMA ECOLÓGICO**Ácido adípico**

D₁: Neutralizar la disolución y desechar al drenaje.

CUESTIONARIO

1. Explique por qué es importante que la adición del ciclohexanol se haga lentamente.
2. Diga cuál es la función del ácido nítrico concentrado y explique si se podría llevar a cabo la reacción con ácido clorhídrico.
3. ¿Cuál sería una forma alternativa para sintetizar ácido adípico?

BIBLIOGRAFÍA

- Ávila, Z.G.; García, M.C. et al. *Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico*; UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial; 2ª Ed.; México, 2009.
- Kenneth, W. *Macro and Microscale Organic Experiments*; Cengage Learning; 6th Ed.; USA, 2010.
- Mayo, D.W.; Pike, R.M.; Butcher, S.S.; Trumper, P.K. *Microscale Techniques for the Organic Laboratory*; John Wiley and Sons Edit.; New York, USA, 1991.
- McMurry, J. *Química Orgánica*; International Thomson Editores; 5ª Ed.; México, 2000.
- Morrison, R.T. & Boyd, R.N. *Organic Chemistry*; Prentice-Hall; 6th Ed.; USA, 1996.

PRÁCTICA 4

SEMINARIO I. ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

- SÍNTESIS DE ÁCIDO BENZOICO. HIDRÓLISIS DE BENZONITRILLO
- SÍNTESIS DE ÁCIDO BENZOICO. REACCIÓN DEL HALOFORMO
- SÍNTESIS DE ÁCIDO ADÍPICO

OBJETIVOS

- Comprender en su totalidad cada experimento mediante la integración de la parte experimental y la teórica.
- Reforzar los conceptos teóricos.
- Favorecer la discusión, el análisis de resultados y el trabajo en equipo.
- Establecer métodos para organizar e integrar la información teórica y experimental recabada por los equipos.
- Realizar presentaciones en forma oral y escrita de toda la información obtenida.

PROCEDIMIENTO

Para llevar a cabo el seminario, se integran tres equipos de trabajo según el número de alumnos. Cada grupo realizará la presentación de una práctica, desarrollando 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.

DERIVADOS DE ÁCIDOS CARBOXÍLICOS



PRÁCTICA 5

SÍNTESIS DE BENZOCAÍNA

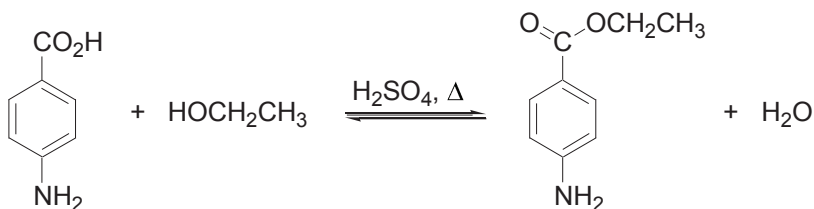
OBJETIVOS

- Obtener un éster a partir de un ácido carboxílico y un alcohol, mediante catálisis ácida.
- Obtener benzocaína a partir de ácido 4-aminobenzoico.

ANTECEDENTES

- Reacciones de adición nucleofílica sobre el grupo carbonilo.
- Catálisis ácida en las reacciones de adición nucleofílica.
- Principales derivados de los ácidos carboxílicos.
- Métodos de obtención de benzocaína.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

REACCIÓN Y ESTEQUIOMETRÍA



	Ácido 4-aminobenzoico	Etanol	Benzocaína
Masa molar (g/mol)	137	46	165.17
Masa (g)	0.5	3.96 (5 mL, $\delta = 0.7936$ g/mL)	0.602 (teórico)
Cantidad de sustancia (mol)	3.65×10^{-3}	8.69×10^{-2}	3.65×10^{-3} (teórico)

PARTE EXPERIMENTAL

Material a microescala

Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Vaso de 50 mL	2
Matraz redondo de 50 mL	1	Espátula	1
Agitador de vidrio	1	Vidrio de reloj	1
Pipeta graduada de 1.0 mL	1	Embudo Hirsch con alargadera	1
Refrigerante de agua	1	Matraz Kitasato de 50 mL	1
Probeta de 25 mL	1	Pinza de tres dedos con nuez	1
Pipeta graduada de 5 mL	1	Parrilla de calentamiento con agitación magnética	1
Recipiente de peltre	1	Barra de agitación magnética	1
		Embudo de filtración rápida	1

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Ácido 4-aminobenzoico	0.5 g	QP
Etanol	5 mL	QP
Ácido sulfúrico concentrado	0.8 mL	QP
Hidróxido de sodio al 10% m/v	9 mL	QP
Perlas de sílice	6	

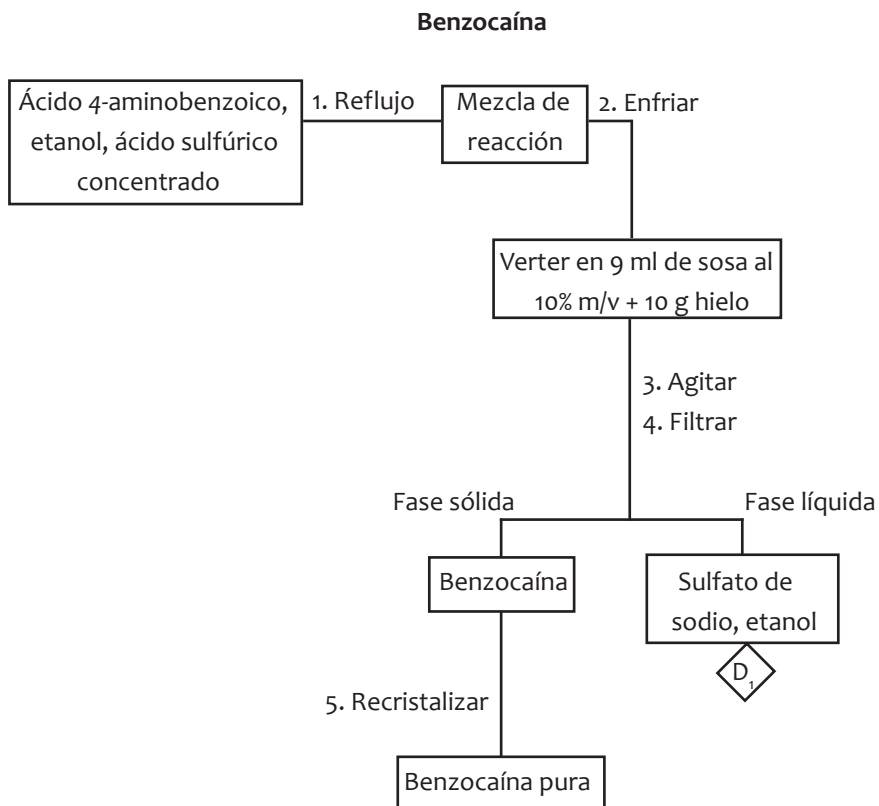
PROCEDIMIENTO

En un matraz redondo de 50 mL coloque 0.5 g de ácido 4-aminobenzoico y 5 mL de etanol, adicione lentamente 0.8 mL de ácido sulfúrico concentrado y 6 perlas de sílice, agite y adapte un refrigerante de agua en posición de reflujo. Mantenga el reflujo con agitación magnética durante 1 hora hasta que el ácido 4-aminobenzoico haya reaccionado.

Enfríe la disolución a temperatura ambiente y adiciónela a un vaso que contenga 9 mL de hidróxido de sodio al 10% m/v y 10 g de hielo, agite hasta que se precipite el *p*-amino benzoato de etilo y filtre al vacío.

Purifique la benzocaína formada por recrystalización de etanol/agua. Filtre, seque el producto, calcule el rendimiento y determine el punto de fusión.

DIAGRAMA ECOLÓGICO



D₁: Desechar la disolución por el drenaje si presenta un pH neutro. En caso contrario, neutralizar primero y luego desechar.

CUESTIONARIO

1. ¿Podría utilizarse ácido sulfúrico diluido?
2. Si se desea eliminar agua de la reacción para desplazar el equilibrio hacia el éster, ¿cómo se modificaría la técnica utilizada?
3. ¿Daría buenos resultados usar ácido 4-aminobenzoico en exceso, en vez de etanol?
4. Usos de la benzocaína.

BIBLIOGRAFÍA

- Ávila, Z.G.; García, M.C. et al. *Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico*; UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial; 2ª Ed.; México, 2009.
- March, J. *Advanced Organic Chemistry Reactions: Mechanisms and Structure*; John Wiley and Sons Incorporated; 6th Ed.; USA, 2007.
- Pavia, D.L. *Introduction to Organic Laboratory Techniques, a Microscale Approach*; Cengage Learning; 4th Ed.; USA, 2006.
- Morrison, R.T.; Boyd, R.N. *Organic Chemistry*; Prentice-Hall; 6th Ed.; USA, 1996.
- Vogel, A.I. *Textbook of Practical Organic Chemistry*; Prentice-Hall; 5th Ed.; London, England, 1996.

SÍNTESIS DE ANHÍDRIDO FTÁLICO

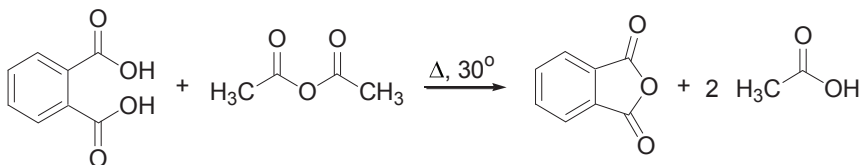
OBJETIVO

- Obtener un anhídrido sólido, mediante la acción de un anhídrido líquido en exceso, sobre un ácido.

ANTECEDENTES

- Reacciones de adición nucleofílica sobre el grupo carbonilo.
- Reactivos nucleofílicos. Orden de nucleofilicidad.
- Principales derivados de los ácidos carboxílicos.
- Derivados de ácidos carboxílicos que se pueden transformar en otros derivados.
- Nomenclatura, síntesis e identificación de anhídridos.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

REACCIÓN Y ESTEQUIOMETRÍA



	Ácido ftálico	Anhídrido acético	Anhídrido ftálico
Masa molar (g/mol)	166.13	102.09	148.11
Masa (g)	0.5	0.89 (0.83 mL, $\delta = 1.080$ g/mL)	0.445
Cantidad de sustancia (mol)	3.00×10^{-3}	8.71×10^{-3}	3.00×10^{-3}

PARTE EXPERIMENTAL

Material a microescala

Matraz redondo de 10 mL	1	Pinza de tres dedos con nuez	1
Refrigerante de agua	1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL	2
Canastilla de calentamiento	1	Pipeta graduada de 1 mL	1
Reóstato	1	Embudo de filtración rápida	1
Matraz Kitasato de 50 mL	1	Trampa de cloruro de calcio	1
Agitador de vidrio	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Espátula	1	Probeta de 25 mL	1
Embudo Hirsch con alargadera	1	Recipiente de peltre	1
Vidrio de reloj	1		

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Ácido ftálico	0.5 g	QP
Anhídrido acético	0.83 mL	QP
Cloruro de calcio anhidro	10 g	Técnico
Hexano	4-5 mL	Técnico

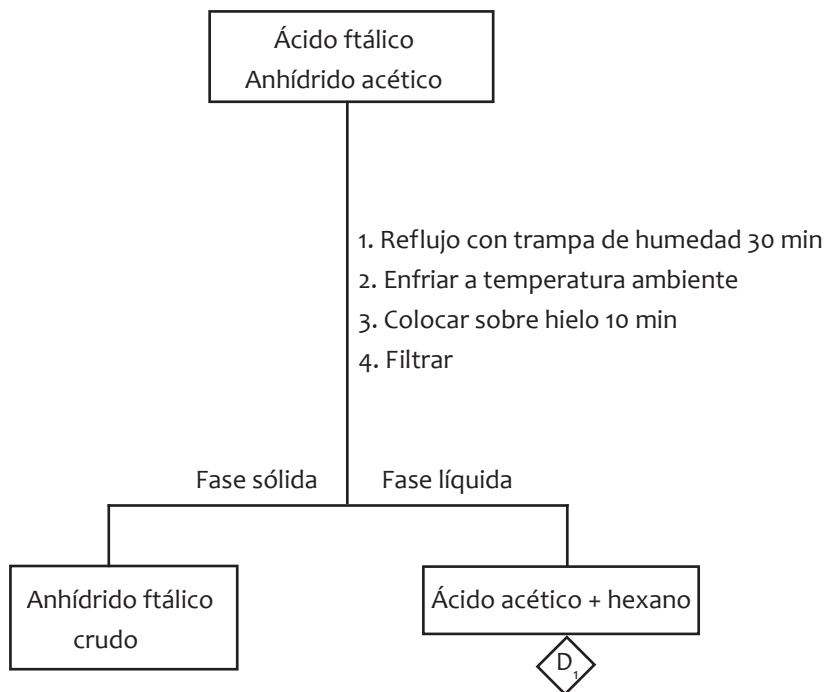
PROCEDIMIENTO

En un matraz redondo de 10 mL, coloque 0.5 g de ácido ftálico y 0.83 mL de anhídrido acético, efectúe esta adición en la campana evitando cualquier tipo de derramamiento. Coloque el refrigerante de agua en posición de reflujo y en la parte superior adapte una trampa con cloruro de calcio anhidro.

Caliente a reflujo durante 30 min y luego deje enfriar a temperatura ambiente (solidifica el producto) y después 10 min sobre hielo. Filtre al vacío, si es necesario para hacer la mezcla fluida adicione de 4 a 5 mL de hexano. Seque el producto, calcule el rendimiento y determine el punto de fusión.

DIAGRAMA ECOLÓGICO

Anhídrido ftálico



D₁: Recuperar el hexano por destilación y verificar el pH al residuo. Neutralizar y desechar por el drenaje.

Disposición: Disolver en un disolvente inflamable o adsorberlo en papel o material inflamable e incinerarlo en forma adecuada.

Productos de descomposición: Humos tóxicos de monóxido y bióxido de carbono.

CUESTIONARIO

1. ¿De qué otra manera se puede preparar el anhídrido ftálico?
2. ¿Para qué se usa el hexano?, ¿se podría usar otro disolvente en su lugar?, ¿por qué?
3. ¿Por qué no neutraliza el ácido acético y el anhídrido acético al final con hidróxido de sodio diluido?
4. ¿Cómo verifica la pureza del anhídrido obtenido?
5. ¿Para qué sirve el anhídrido acético en esta reacción?

BIBLIOGRAFÍA

- Ávila, Z.G.; García, M.C. et al. *Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico*; UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial; 2ª Ed.; México, 2009.
- Carey, F.A.; Giuliano, R.M. *Organic Chemistry*; Mc Graw-Hill; 8th Ed.; USA, 2010.
- March, J. *Advanced Organic Chemistry Reactions: Mechanisms and Structure*; John Wiley and Sons Incorporated; 6th Ed.; USA, 2007.
- McMurry, J. *Química Orgánica*; Thomson Editores; 6ª Ed.; México, 2005.
- Pavia, D.L. *Introduction to Organic Laboratory Techniques, a Microscale Approach*; Cengage Learning; 4th Ed.; USA, 2006.
- Vogel, A.I. *Textbook of Practical Organic Chemistry*; Prentice-Hall; 5th Ed.; London, England, 1996.

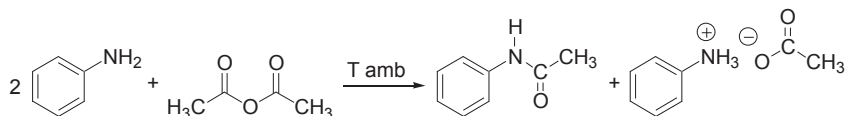
OBJETIVO

- Obtener una amida por la reacción de un anhídrido de un ácido monocarboxílico con una amina primaria.

ANTECEDENTES

- Reacciones de adición nucleofílica sobre el grupo carbonilo.
- Reacciones de adición-eliminación en el grupo carbonilo.
- ¿Qué son los reactivos nucleofílicos? Orden de nucleofilicidad.
- ¿Qué son los grupos salientes?, ¿cuáles son los más usados?, ¿cuál es el orden de facilidad de salida de los mismos?
- Reacciones en equilibrio, cómo desplazar un equilibrio.
- Principales derivados de los ácidos carboxílicos.
- ¿Cómo se puede eliminar el agua en una reacción de equilibrio?
- Reactividad de las aminas primarias, secundarias y terciarias. Similitudes y diferencias.
- Diferentes rutas sintéticas para obtener los derivados de los ácidos carboxílicos.
- Nomenclatura, síntesis e identificación de amidas.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

REACCIÓN Y ESTEQUIOMETRÍA



	Anilina	Anhídrido acético	Acetanilida
Masa molar (g/mol)	93.12	102.09	135.16
Masa (g)	0.61 (0.6 mL, $\delta = 1.022 \text{ g/mL}$)	1.29 (1.2 mL, $\delta = 1.080 \text{ g/mL}$)	0.442 (teórico)
Cantidad de sustancia (mol)	6.5×10^{-3}	1.26×10^{-2}	3.27×10^{-3} (teórico)

PARTE EXPERIMENTAL

Material a microescala

Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Matraz Kitasato de 50 mL	1
Vaso de precipitados de 50 mL	2	Embudo Hirsch con alargadera	1
Agitador de vidrio	1	Recipiente de peltre	1
Espátula	1	Vidrio de reloj	1
Parrilla de calentamiento con agitación magnética	1	Agitador magnético	1
Embudo de filtración rápida	1		

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Anilina	0.6 mL	QP
Anhídrido acético	1.2 mL	QP
Acetato de etilo	5 mL	QP

PROCEDIMIENTO

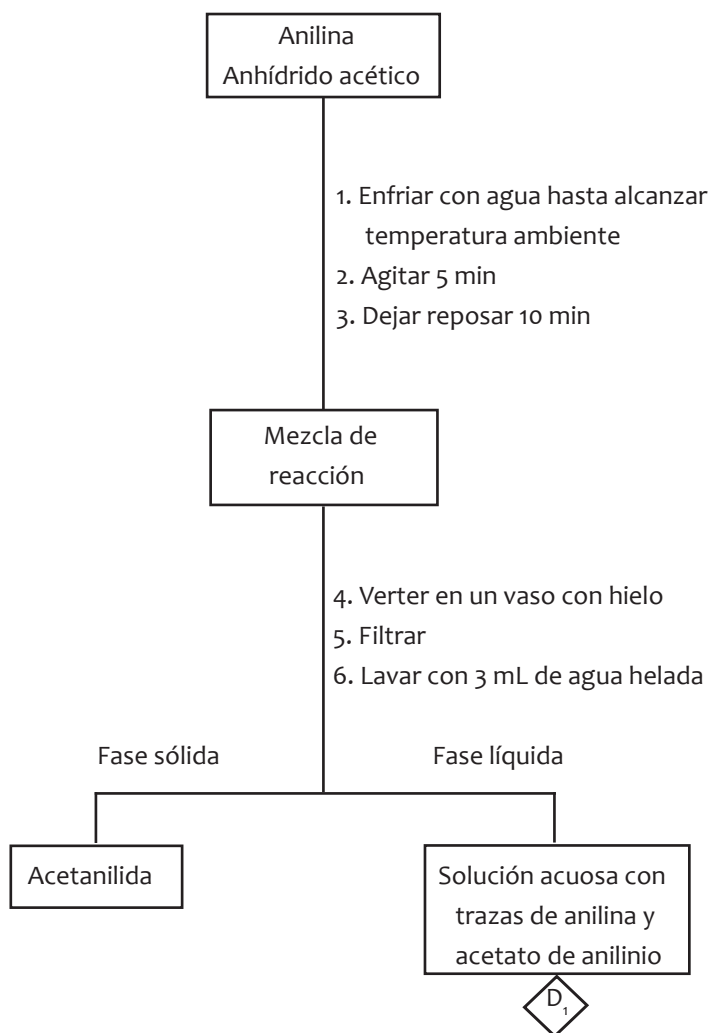
En un matraz Erlenmeyer de 50 mL coloque 0.6 mL de anilina y agregue lentamente y con agitación 1.2 mL de anhídrido acético, efectúe esta adición en la campana, evitando cualquier tipo de derramamiento. Tape y enfríe exteriormente el matraz con agua helada hasta temperatura ambiente.

Agite durante 5 minutos (de preferencia en la campana), deje reposar la mezcla 10 minutos y vierta poco a poco el contenido a un vaso que contenga 10 g de hielo picado, continúe agitando enérgicamente y coloque la mezcla 5 minutos sobre hielo. Filtre al vacío el sólido obtenido y lave con 3 mL de agua helada.

Purifique la acetanilida formada por recristalización de agua, de ser necesario use carbón activado. Si se forma un aceite, agregue más agua hirviendo hasta que se disuelva. Seque el producto, calcule el rendimiento y determine el punto de fusión.

DIAGRAMA ECOLÓGICO

Acetanilida



D₁: Si la solución presenta color puede indicar presencia de anilina, en este caso agregue carbón activado para adsorberla. Filtre y guarde el carbón activado para enviarlo a incineración y a la disolución incolora determinele el pH, neutralice si es necesario y viértala al drenaje.

CUESTIONARIO

1. Para preparar acetanilida, ¿se podría usar ácido acético en vez de anhídrido acético?
2. ¿Se puede usar cloruro de acetilo en vez del anhídrido acético?
3. ¿La acetanilida es soluble en ácido clorhídrico al 10% o en sosa al 10%?
4. Si quedara anilina sin reaccionar, ¿qué modificaciones haría a la técnica usada?
5. ¿El desecho D1 es tóxico?, ¿se puede tirar al drenaje, qué pruebas químicas se le deben hacer?

BIBLIOGRAFÍA

- Ávila, Z.G.; García, M.C. et al. *Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico*; UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial; 2ª Ed.; México, 2009.
- Carey, F.A.; Giuliano, R.M. *Organic Chemistry*; Mc Graw-Hill; 8th Ed.; USA, 2010.
- March, J. *Advanced Organic Chemistry Reactions: Mechanisms and Structure*; John Wiley and Sons Incorporated; 6th Ed.; USA, 2007.
- McMurry, J. *Química Orgánica*; Thomson Editores; 6ª Ed.; México, 2005.
- Pavia, D.L. *Introduction to Organic Laboratory Techniques, a Microscale Approach*; Cengage Learning; 4th Ed.; USA, 2006.
- Vogel, A.I. *Textbook of Practical Organic Chemistry*; Prentice-Hall; 5th Ed.; London, England, 1996.

SÍNTESIS DE PARACETAMOL (ACETAMINOFÉN)

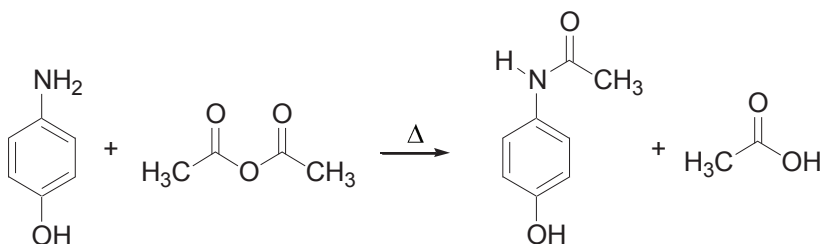
OBJETIVO

- Obtener una amida por reacción de una amina primaria sustituida en posición para, con un anhídrido.

ANTECEDENTES

- Principales derivados de ácidos carboxílicos.
- Reactividad de aminas primarias, secundarias y terciarias. Similitudes y diferencias.
- Principales grupos acetilantes de las aminas.
- Métodos de obtención de amidas.
- Usos del paracetamol.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

REACCIÓN Y ESTEQUIOMETRÍA



	<i>p</i> -aminofenol	Anhídrido acético	Paracetamol
Masa molar (g/mol)	109	102	151
Masa (g)	0.400	0.378 (0.35 mL, $\delta = 1.080$ g/mL)	0.554 (teórico)
Cantidad de sustancia (mol)	3.66×10^{-3}	3.70×10^{-3}	3.66×10^{-3} (teórico)

PARTE EXPERIMENTAL

Material a microescala

Matraz redondo de 10 mL	1	Recipiente de peltre	1
Refrigerante de agua	1	Pinza de tres dedos	1
Mantilla de calentamiento	1	Embudo de filtración rápida	1
Reóstato	1	Vidrio de reloj	1
Matraz Kitasato de 50 mL	1	Pipeta de 1 mL	1
Agitador de vidrio	1	Parrilla de calentamiento	1
Espátula	1	Agitador magnético	1
Embudo Hirsch con alargadera	1	Vaso de precipitados de 50 mL	2
Capilar	2	Cámara cromatográfica	1
		Portaobjeto	1

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Anhídrido acético	0.35 mL	QP
<i>p</i> -aminofenol	0.400 g	QP
Carbón activado	1-2% del peso del sólido a recrystalizar	RA

PROCEDIMIENTO

En un matraz redondo de 10 mL, adicione 0.35 mL de anhídrido acético, 0.400 g de *p*-aminofenol y 0.5 mL de agua. Adapte el refrigerante de agua en posición de reflujo y caliente la mezcla de reacción mediante mantilla de calentamiento durante 30 minutos. Deje enfriar en un baño de hielo por 10 minutos hasta precipitación del producto de la reacción. Filtre al vacío y lave con agua fría.

Purifique el paracetamol formado por recristalización de agua, utilice carbón activado de ser necesario. Filtre, seque el producto, calcule el rendimiento y determine el punto de fusión.

Realice una cromatografía en capa fina (c.c.f.) para comprobar la pureza del reactivo y del producto.

DATOS PARA C.C.F.

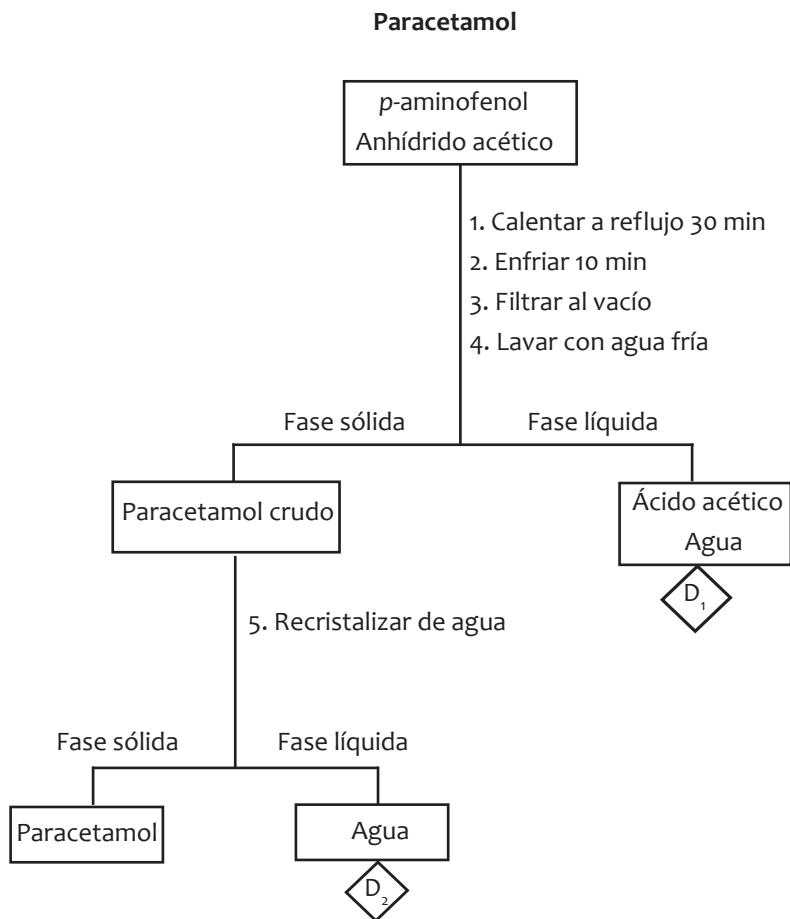
Suspensión: gel de sílice para c.c.f. al 35% en $\text{CHCl}_3/\text{CH}_3\text{OH}$ (3:1)
o en acetato de etilo

Disolvente: acetato de etilo

Eluyente: acetato de etilo

Revelador: I_2 o luz UV

DIAGRAMA ECOLÓGICO



D₁: Neutralizar.

D₂: Desechar a la tarja.

CUESTIONARIO

1. Para preparar paracetamol, ¿se podría usar ácido acético en vez de anhídrido acético?
2. ¿Se puede utilizar cloruro de acetilo en vez de anhídrido acético?
3. Si quedara *p*-aminofenol sin reaccionar, ¿qué modificaciones haría a la técnica usada?
4. ¿El desecho D1 es tóxico?, ¿se puede tirar al drenaje?, ¿qué pruebas químicas se le deben hacer?

BIBLIOGRAFÍA

- Carey, F.A.; Giuliano, R.M. *Organic Chemistry*; McGraw-Hill; 8th Ed.; USA, 2010.
- Domínguez, X.A. *Química Orgánica Experimental*; Limusa; 1^a Ed.; México, 1982.
- Kenneth, W. *Macro and Microscale Organic Experiments*; Cengage Learning; 6^a Ed.; USA, 2010.
- McMurry, J. *Química Orgánica*; Thomson Editores; 6^a Ed.; México, 2005.
- Streitwieser, A. *Introduction to Organic Chemistry*; Prentice-Hall; 4th Ed.; USA, 1998.

PRÁCTICA 6

SEMINARIO II. DERIVADOS DE ÁCIDOS CARBOXÍLICOS

- SÍNTESIS DE BENZOCAÍNA
- SÍNTESIS DE ANHÍDRIDO FTÁLICO
- SÍNTESIS DE ACETANILIDA
- SÍNTESIS DE PARACETAMOL (ACETAMINOFÉN)

OBJETIVOS

- Comprender en su totalidad cada experimento, mediante la integración de la parte experimental y la teórica.
- Reforzar los conceptos teóricos.
- Favorecer la discusión, el análisis de resultados y el trabajo en equipo.
- Establecer métodos para organizar e integrar la información teórica y experimental recabada por los equipos.
- Realizar presentaciones en forma oral y escrita de toda la información obtenida.

PROCEDIMIENTO

Para llevar a cabo el seminario, se integran cuatro equipos de trabajo según el número de alumnos y cada grupo realizará la presentación de una práctica desarrollando 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.

CARBOHIDRATOS



PRÁCTICA 7

REACCIONES DE IDENTIFICACIÓN DE CARBOHIDRATOS

OBJETIVOS

- Efectuar pruebas químicas que permitan identificar y caracterizar diferentes azúcares.
- Obtener las osazonas de algunos azúcares.
- Realizar la hidrólisis e inversión de la sacarosa y comprobar ésta mediante la prueba física de rotación óptica.
- Hidrolizar el almidón y comprobarlo mediante pruebas químicas.

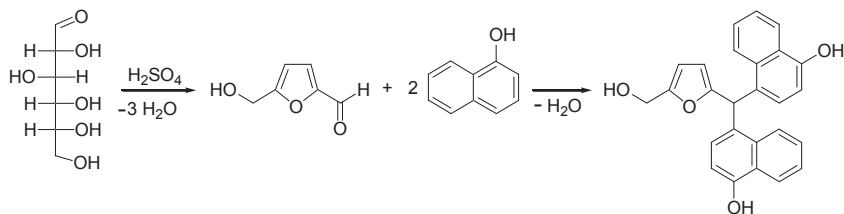
ANTECEDENTES

- Carbohidratos o azúcares y su importancia en la Química Orgánica.
- Clasificación de los carbohidratos.
- Azúcares reductores y no reductores.
- Reacciones de azúcares debido a los grupos oxhidrilo de su molécula.
- Reacciones de azúcares debido al grupo carbonilo de su molécula.
- Reacción de formación de osazonas.
- Caracterización de azúcares a través de la formación de osazonas.
- Polisacáridos, hidrólisis y reacciones químicas.
- Actividad óptica, rotación específica y polarímetro.
- Importancia de los azúcares.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

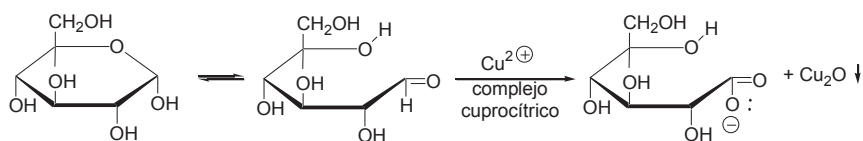
REACCIONES

a) Identificación de azúcares

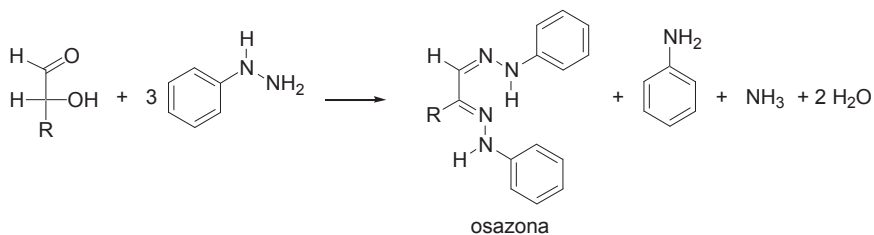
Prueba de Molisch



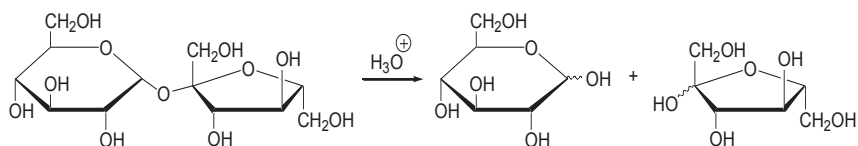
Prueba de Benedict



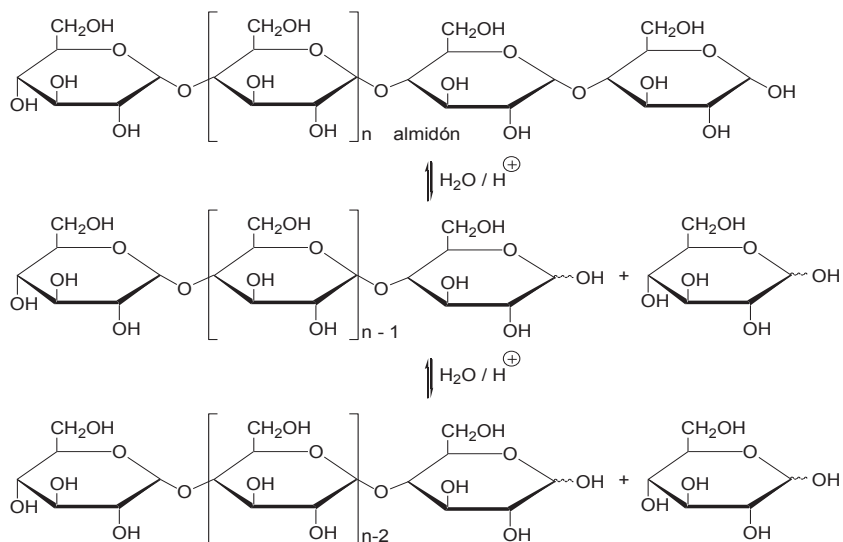
b) Formación de osazonas



c) Hidrólisis de la sacarosa



d) Hidrólisis del almidón



PARTE EXPERIMENTAL

Material

Tubo de ensayo o frasco vial	15	Pinza para tubo de ensayo	1
Gradilla para tubos de ensayo	1	Vidrio de reloj	1
Espátula	1	Matraz Erlenmeyer de 125 mL	1
Mechero con manguera	1	Anillo metálico	1
Pipeta de 5 mL	2	Tela de alambre con asbesto	1
Pinza de tres dedos con nuez	1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1
Baño de agua eléctrico	1	Agitador de vidrio	1
Pipeta Pasteur	1	Portaobjetos	1
Cubreobjetos	1		

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Disolución de hidróxido de sodio al 5% m/v	10 mL	QP
Ácido clorhídrico al 20% v/v	10 mL	QP
Disolución de yodo-yoduro	5 mL	QP
Disoluciones al 10% m/v de:	10 mL	RA
• Glucosa	10 mL	RA
• Fructosa	30 mL	RA
• Sacarosa	10 mL	RA
• Maltosa	10 mL	RA
• Arabinosa	10 mL	RA
Fenolftaleína indicador	1 mL	RA
Reactivo de Benedict	20 mL	QP
Fenilhidrazina	3 mL	RA
Almidón soluble	2 g	QP
Reactivo de Molisch al 5% m/v	3 gotas	RA
Ácido sulfúrico concentrado	2 mL	QP

PROCEDIMIENTO

a) Identificación de azúcares

Prepare disoluciones al 10% m/v de diferentes azúcares en agua y efectúe las siguientes pruebas:

Prueba de Molisch

Preparación del reactivo por grupo

Disolver 5 g de α -naftol en 100 mL de etanol.

PROCEDIMIENTO

Coloque en un tubo de ensayo 2 mL de la disolución de azúcar, adicione 3 gotas del reactivo de Molisch y agite.

Mediante una pipeta Pasteur añada lentamente, por las paredes del tubo, 2 mL de ácido sulfúrico concentrado, de manera que el ácido, al ser más denso, forme una capa inferior sin mezclarse.

Si está presente un carbohidrato, aparecerá un anillo rojo en la interfase de los dos líquidos, que al mezclarse forman una disolución violeta. Deje reposar la disolución 2 minutos y dilúyala con 5 mL de agua, observe la formación de un precipitado violeta oscuro.

Prueba de Benedict

Preparación del reactivo por grupo

Disolver 100 g de Na_2CO_3 , 175 g de citrato de sodio, 17.3 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en un litro de agua destilada.

PROCEDIMIENTO

Coloque en un tubo de ensayo 1 mL del reactivo de Benedict y 2 ó 3 gotas de la disolución de azúcar. Caliente a ebullición y deje enfriar a temperatura ambiente. Un precipitado cuya coloración varía desde amarillo hasta rojo, con decoloración de la disolución, indica prueba positiva.

b) Formación de osazonas

Preparación de la disolución de fenilhidrazina por grupo

Seleccionar cualquiera de las siguientes opciones.

1. Mezcle 2 mL de fenilhidrazina, 2 mL de ácido acético glacial y 18 mL de agua. Filtre con carbón activado si la disolución no está clara.
2. Mezcle 2 g de clorhidrato de fenilhidrazina, 3 g de acetato de sodio y 15 mL de agua destilada. Filtre con la ayuda de carbón activado.

PROCEDIMIENTO

Coloque en un tubo de ensayo 5 mL de la disolución de azúcar y 3 mL de la disolución de fenilhidrazina. Caliente la mezcla en baño de agua durante 10-20 minutos.

Observe en un microscopio de bajo poder los cristales formados, o bien, filtre los cristales y determine el punto de fusión.

El tiempo de formación de la osazona y la apariencia de los cristales serán diferentes para los distintos azúcares.

c) Hidrólisis de la sacarosa (inversión)

Coloque en un tubo de ensayo 3 mL de una disolución de sacarosa al 10% en agua, agregue 0.1 mL de ácido clorhídrico al 20% v/v y caliente en baño de agua durante 20 minutos.

Enfríe la disolución, neutralice con NaOH al 5% m/v usando fenolftaleína como indicador y agregue 2 mL de reactivo de Benedict.

Compare el resultado obtenido en esta prueba con el que se tiene al tratar una disolución de sacarosa sin hidrolizar, con el reactivo de Benedict.

Determinación polarimétrica de la sacarosa y del azúcar invertida

Debido a la lentitud de la inversión del azúcar, se recomienda preparar estas disoluciones al iniciar la sesión de laboratorio.

Disuelva 1 g de sacarosa en 10 mL de agua destilada en un tubo de ensayo marcado con la letra A.

Disuelva 1 g de sacarosa en 10 mL de agua destilada y agregue 4 mL de HCl al 20% v/v en un tubo de ensayo marcado con la letra B.

Determine la rotación óptica de las disoluciones de los tubos A y B, y de una mezcla de las soluciones A + B en proporción 40:60 respectivamente, preparada en el momento de la determinación.

$[\alpha]_D^{20} + 66.5^\circ$ Sacarosa

$[\alpha]_D^{20} + 52^\circ$ Glucosa

$[\alpha]_D^{20} - 92^\circ$ Fructosa

$[\alpha]_D^{20} - 40^\circ$ Azúcar invertida

d) Hidrólisis del almidón

Preparación del reactivo por grupo

Disolución yodo-yoduro. Disuelva 0.15 g de yoduro de potasio en 100 mL de agua destilada, agregue 0.05 g de yodo metálico y disuélvalo completamente.

PROCEDIMIENTO

Coloque en un matraz Erlenmeyer de 125 mL, 0.6 g de almidón soluble, adicione 5 mL de agua y forme una pasta, agregue 40 mL de agua hirviendo y continúe la ebullición hasta que desaparezcan todas las partículas de almidón. Deje enfriar la disolución opalescente.

Coloque en un tubo de ensayo, 2 gotas de una disolución yodo-yoduro (prueba de Lugol), agregue 0.5 mL de una disolución de almidón y observe la coloración. Este tubo será la muestra al tiempo cero.

Realice la prueba de Benedict con otra muestra de la disolución de almidón al tiempo cero.

Adicione al resto de la disolución de almidón 1 mL de HCl concentrado y colóquela en baño de agua durante 30 minutos. Tome muestras de 0.5 mL cada 5 minutos y efectúe la prueba de Benedict y la de Lugol, observando los resultados obtenidos cada vez. Para efectuar la prueba de Lugol se deberá enfriar la muestra, pues el complejo yodo almidón se disocia en caliente.

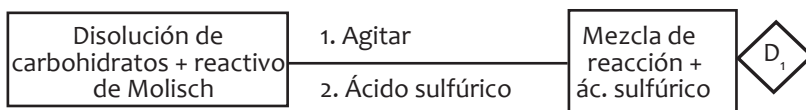
Para realizar la prueba de Benedict, neutralice la muestra con una disolución al 10% de NaOH m/v antes de efectuarla.

Anote los resultados observados cada 5 minutos.

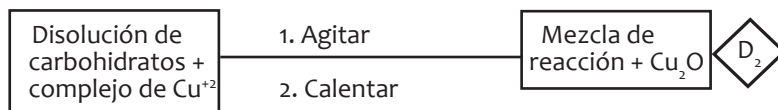
DIAGRAMA ECOLÓGICO

Reacciones de identificación de carbohidratos

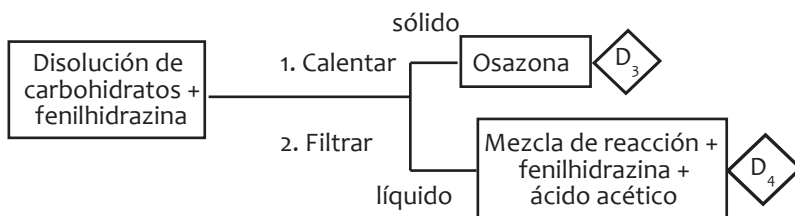
Prueba de Molisch



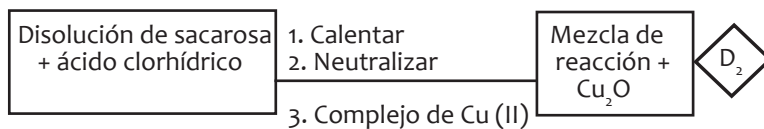
Prueba de Benedict



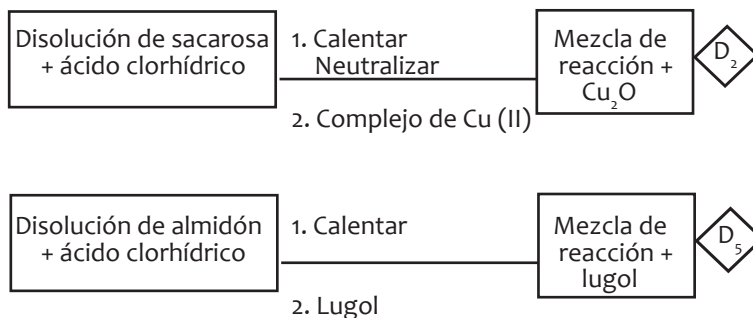
Formación de osazonas



Hidrólisis de sacarosa



Hidrolisis de almidón



D₁: Neutralizar el filtrado y eliminar por el drenaje.

D₂: Filtrar el Cu₂O y enviarlo a confinamiento controlado. Llevar la solución a pH=10 con cal o sosa, volver a filtrar el sólido formado y enviarlo a confinamiento. Desechar la solución neutra por el drenaje.

D₃: Guardarlo para su incineración.

D₄: Si la disolución es incolora viértala al drenaje, si tiene color tratar con carbón activado e incinerar. Desechar la solución por el drenaje.

D₅: Si hay presencia de lugol, agregar bisulfito de sodio hasta que desaparezca el color. Verificar el pH, neutralizar si es necesario y desechar la solución neutra por el drenaje.

CUESTIONARIO

1. Diga por qué se considera reductor un azúcar.
2. ¿En qué consisten las pruebas que nos permiten saber si un azúcar es reductor o no?
3. Escriba la reacción de cada una de las pruebas efectuadas en la práctica.
4. Explique por qué se le llama inversión a la hidrólisis de la sacarosa.
5. ¿Para qué efectúa la prueba de Benedict antes y después de hervir la sacarosa con ácido clorhídrico?
6. ¿Por qué efectúa la prueba de yodo-yoduro y la prueba de Benedict antes de hidrolizar el almidón cada 5 minutos, durante el calentamiento con ácido clorhídrico concentrado? Escriba las reacciones que ocurren en cada caso.
7. ¿Se pueden descartar libremente en el drenaje los efluentes líquidos obtenidos en cada prueba?

BIBLIOGRAFÍA

- Ávila, Z.G.; García, M.C. et al. *Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico*; UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial; 2ª Ed.; México, 2009.
- Carey, F.A.; Giuliano, R.M. *Organic Chemistry*; McGraw-Hill; 8th Ed.; USA, 2010.
- Jacob, T.L.; Truce, W.E.; Robertson, G.R. *Laboratory Practice of Organic Chemistry*; McMillan Pub. Co. Inc.; 5th Ed.; USA, 1974.
- McMurry, J. *Química Orgánica*; Thomson Editores; 6ª Ed.; México, 2005.
- Moore, J.A.; Dalrymple, D.L. *Experimental Methods in Organic Chemistry*; W.B. Saunders, Co.; 3th Ed.; USA, 1988.
- Pasto, D.J.; Johnson, C.R. *Determinación de Estructuras Orgánicas*; Reverte; Barcelona, España, 1974.

PÉPTIDOS



PRÁCTICA 8

SÍNTESIS DE ÁCIDO HIPÚRICO

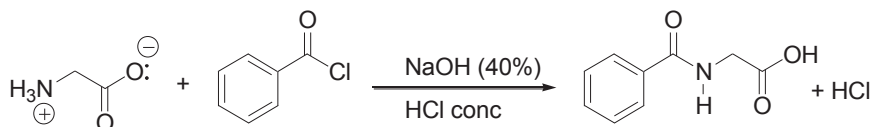
OBJETIVOS

- Realizar las síntesis del ácido hipúrico a partir del aminoácido glicina y cloruro de benzoflo.
- Ejemplificar la preparación de una unión peptídica.

ANTECEDENTES

- Características de los aminoácidos.
- Métodos de síntesis de aminoácidos.
- Reacciones generales de los aminoácidos.
- Características de los péptidos.
- Métodos de síntesis del enlace peptídico.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

REACCIÓN Y ESTEQUIOMETRÍA



	Glicina	Cloruro de benzoílo	Ácido hipúrico
Masa molar (g/mol)	75.07	140.57	179.18
Masa (g)	0.3	0.605 (0.5 mL, $\delta = 1.211$ g/mL)	0.772 (teórico)
Cantidad de sustancia (mol)	4×10^{-3}	4.3×10^{-3}	4×10^{-3}

PARTE EXPERIMENTAL

Material a microescala

Matraz redondo de 10 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Probeta de 10 mL	1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1
Jeringa de 3 mL	1	Embudo Hirsch con alargadera	1
Parrilla con agitación magnética	1	Espátula	1
Barra de agitación magnética	1	Matraz Kitasato de 50 mL	1
Embudo de filtración rápida	1	Vidrio de reloj	1
Pipeta de 5 mL	1	Agitador de vidrio	1
Trampa de humedad	1	Trampa de Claisen	1
Pinza de tres dedos	1		

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Agua	La necesaria	Destilada
Glicina	0.3 g	QP
Cloruro de benzoílo	0.5 mL	Recién destilado
NaOH al 40% m/v	0.8 mL	RA
NaOH hojuelas	3.0 g	Técnico
HCl al 50% v/v	2.0 mL	RA
Cloroformo o diclorometano	5.0 mL	QP

PROCEDIMIENTO

En un matraz redondo de 10 mL adicione 0.3 g de glicina y 2 mL de agua, agite hasta que se disuelva la glicina y agregue 0.5 mL de cloruro de benzoílo. Adapte una trampa de Claisen y en una de las salidas de ésta, coloque una trampa con sosa y en la otra un tapón de hule con una jeringa de 3 mL, que contenga 0.8 mL de una disolución de sosa al 40% m/v (**Figura 2**).

Adicione lentamente y con agitación magnética la disolución de sosa al 40% m/v, al terminar la adición se observan dos fases, continúe la reacción durante 40 minutos a temperatura ambiente manteniendo la agitación magnética, hasta que se obtenga una disolución homogénea.

Vierta al matraz de reacción, gota a gota, 2 mL de una disolución de ácido clorhídrico al 50% v/v, agite, filtre al vacío el sólido formado, lave con 10 mL de agua destilada hasta eliminar el ácido mineral, seguido de otro lavado con 5 mL de diclorometano o cloroformo.

Purifique el ácido hipúrico formado por recristalización de agua, seque el producto, calcule el rendimiento y determine el punto de fusión.

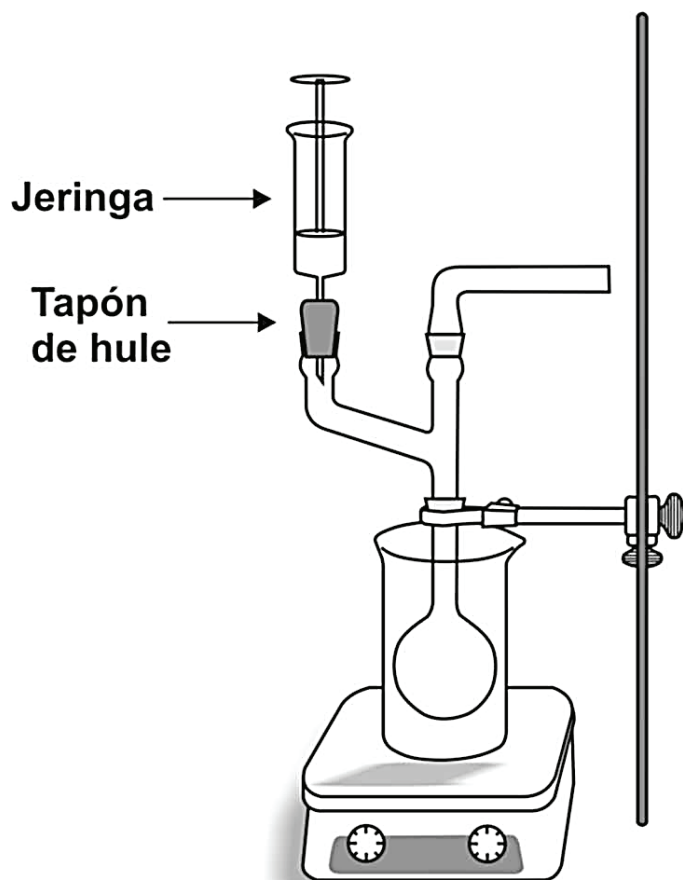
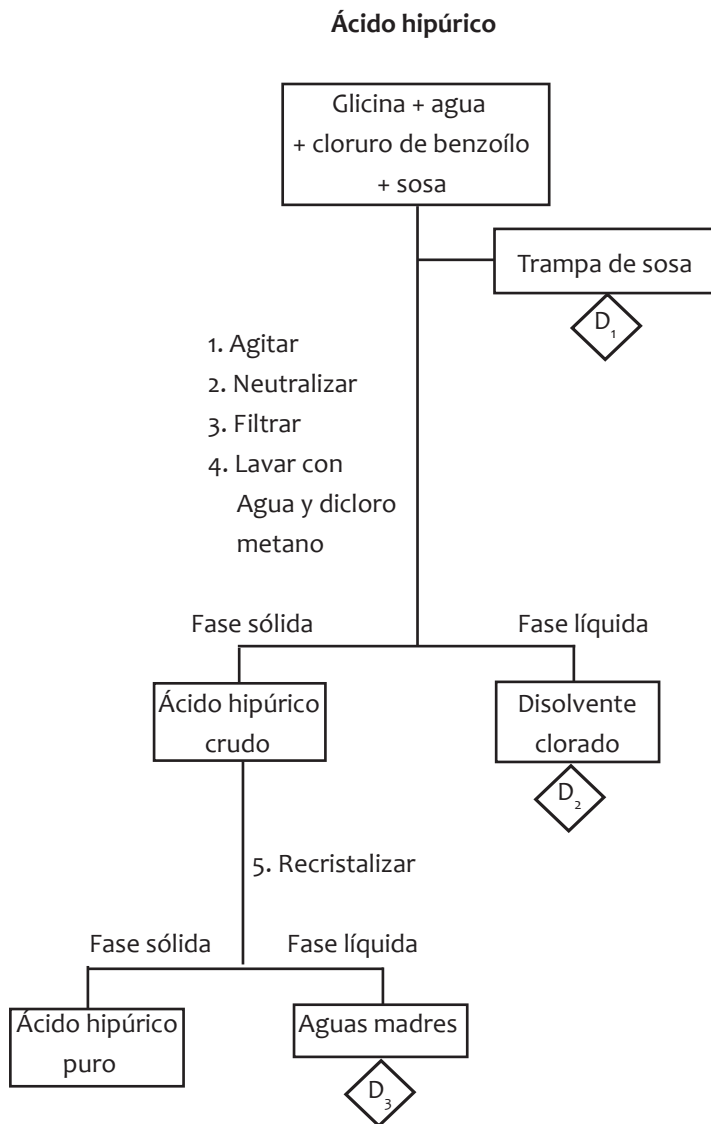


Figura 2. Ácido hipúrico.

DIAGRAMA ECOLÓGICO



D₁: Las hojuelas de sosa se disuelven en agua y se neutralizan.

D₂: Destilar para recuperar el disolvente clorado. Neutralizar la cola del destilado.

D₃: Eliminar por el drenaje e incinerar el papel filtro usado.

CUESTIONARIO

1. ¿De qué fuente natural se obtiene el ácido hipúrico?
2. ¿Por qué se adiciona lentamente el cloruro de benzoílo?
3. ¿Por qué se requiere que la mezcla de reacción de cloruro de benzoílo y glicerina sea básica?
4. ¿Por qué se forma una mezcla heterogénea de dos fases y qué sucede cuando se transforma ésta a una mezcla homogénea?
5. ¿Qué impureza se elimina al lavar con el disolvente clorado?
6. ¿Qué bandas y señales importantes en espectroscopia de IR, ^1H RMN y ^{13}C RMN, respectivamente, espera observar en el compuesto final que no se encuentran en la glicina?

BIBLIOGRAFÍA

- Ávila, Z.G.; García, M.C. et al. *Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico*; UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial; 2ª Ed.; México, 2009.
- Ingersoll, A.W.; Babcock, S.H. *Org. Synth. Coll.* 1943, II, 328.
- Silverstein, R.M.; Bassier, G.C., Morrill, T. *Spectrometric identification of organic compounds*; John Wiley; 5th Ed.; USA, 1991.

LÍPIDOS



PRÁCTICA 9

OBTENCIÓN DE ÁCIDO MIRÍSTICO

PARTE I.

AISLAMIENTO DE TRIMIRISTINA DE LA NUEZ MOSCADA

OBJETIVO

- Aislar un triglicérido de un producto natural por extracción sólido-líquido.

ANTECEDENTES

- Métodos de extracción.
- Disolventes orgánicos empleados para la técnica de extracción.
- ¿Qué son los lípidos?
- ¿Qué son los triglicéridos y cuál es su estructura general?
- Propiedades y características de los triglicéridos.
- Mencionar métodos de aislamiento y purificación de triglicéridos.
- ¿Qué es la trimiristina y cuál es su estructura?
- Características de la nuez moscada.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

PARTE EXPERIMENTAL

Material a microescala

Canastilla eléctrica de 150 mL	1	Embudo de filtración rápida	1
Reóstato	1	Espátula	1
T de destilación	1	Probeta graduada de 25 mL	1
Porta termómetro	1	Matraz Erlenmeyer de 250 mL	2
Termómetro de -10 a 300°C	1	Tapón de corcho	1
Refrigerante para agua con mangueras	1	Matraz Erlenmeyer de 125 mL	1
Colector de destilación	1	Matraz Kitasato de 250 mL	1
Agitador magnético	1	Embudo Büchner con alargadera	1
Barra de agitación magnética	1	Vidrio de reloj	1
Pinza de tres dedos con nuez	2	Recipiente de peltre	1
Matraz bola de 150 mL	1	Cámara cromatográfica	1
Tapón esmerilado	1		

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Diclorometano	100 mL	QP
Metanol	100 mL	QP
Nuez moscada en polvo	15 g	Comercial

PROCEDIMIENTO

En un matraz Erlenmeyer de 250 mL, adicione 15 g de nuez moscada en polvo y 30 mL de diclorometano, tape con un tapón de corcho el matraz y agite suavemente por 15 minutos la mezcla, destapando el matraz después de cada agitación. Filtre al vacío y colecte el filtrado en un matraz Erlenmeyer de 125 mL.

Transfiera el residuo sólido de nuez moscada al matraz de 250 mL, adicione una segunda fracción de 30 mL de diclorometano, repita la extracción y filtre en el mismo papel utilizado para el primer extracto, reúna el filtrado con el anterior. Realice por tercera vez el mismo proceso de extracción.

Lave el papel filtro con 2 porciones de 10 mL de diclorometano y reúnalos con los filtrados anteriores.

Vierta los extractos de diclorometano en un matraz redondo de 150 mL y monte un aparato de destilación, concentre la disolución de diclorometano a menos de la tercera parte del volumen original. Colecte el diclorometano en un matraz Erlenmeyer de 250 mL sumergido en un recipiente con hielo. Transfiera el concentrado a un matraz Erlenmeyer de 250 mL, enjuague el matraz de destilación con 5 mL de diclorometano y reúnalos con la anterior.

Mida 70 mL de metanol en una probeta graduada y adiciónelo lentamente y con agitación al extracto de diclorometano. Deje reposar por unos minutos el sólido formado. Filtre al vacío y lave el filtrado con 2 porciones de 10 mL de diclorometano-metanol 1:1. Calcule el rendimiento basándose en el total de la nuez moscada utilizada, determine el punto de fusión y realice una cromatografía en capa fina (c.c.f.).

DATOS PARA C.C.f.

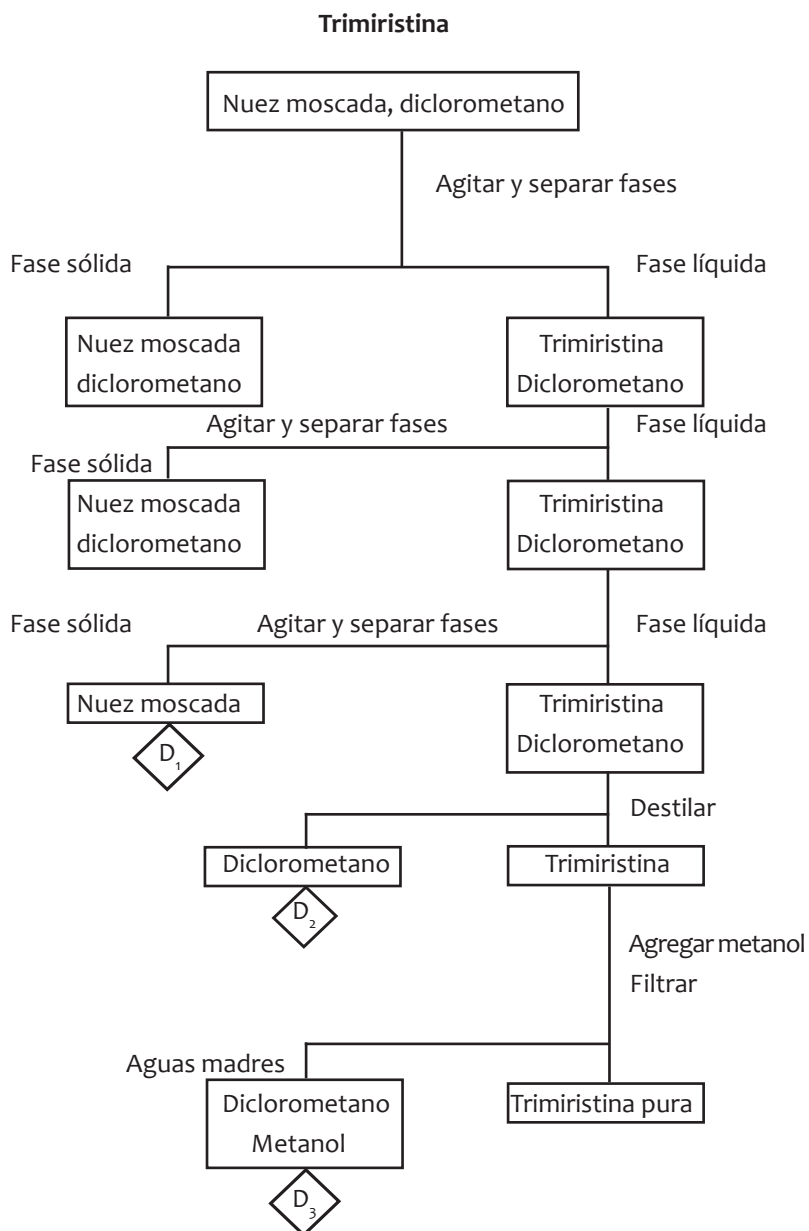
Suspensión: gel de sílice al 35% en CHCl_3 / MeOH (3:1), o acetato de etilo

Disolvente: diclorometano

Eluyente: Hexano- éter etílico (1:1)

Revelador: I_2 o luz ultravioleta

DIAGRAMA ECOLÓGICO



D₁: Deseche al bote de basura.

D₂: Desecho apto para volver a utilizar.

D₃: Recupere las sustancias por destilación para volver a ser usadas.

CUESTIONARIO

1. ¿Cómo se puede tener una mejor eficiencia en la extracción de la trimiristina?
2. Diga cómo comprueba que el producto de la extracción es trimiristina.
3. ¿Qué otros disolventes pueden ser utilizados para la extracción de la trimiristina de la nuez moscada?
4. ¿Por qué el etanol es comúnmente empleado para extraer agentes saborizantes, se podría usar éter etílico o cloroformo?
5. Explicar cómo el diclorometano y el metanol utilizados en este experimento pueden ser separados y recuperados para usarse nuevamente.

BIBLIOGRAFÍA

- Ávila, Z.G.; García, M.C. et al. *Química Orgánica. Experimentos con un Enfoque Ecológico*; UNAM, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial; 2ª Ed.; México, 2009.
- Doyle, P.M.; Mungall, W. *Experimental Organic Chemistry*; John Wiley and sons; USA, 1980.
- McMurry, J. *Química Orgánica*; Thomson Editores; 6ª Ed.; México, 2005.
- Streinwieser, A. *Introduction to Organic Chemistry*; Prentice-Hall; 4th Ed.; USA, 1998.
- Wade, L.G. Jr. *Química Orgánica*; Pearson Education; 5ª. Ed.; México, 2006.

PRÁCTICA 10

OBTENCIÓN DE ÁCIDO MIRÍSTICO

PARTE II. REACCIÓN DE SAPONIFICACIÓN

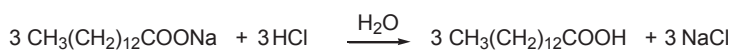
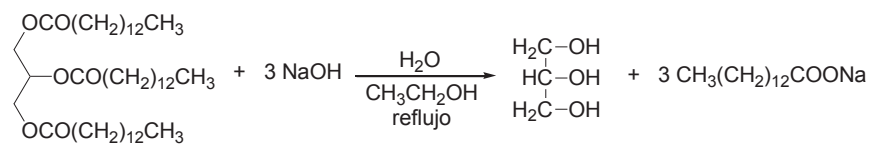
OBJETIVOS

- Efectuar una reacción de hidrólisis básica de un triglicérido.
- Obtener ácido mirístico a partir de trimiristina.

ANTECEDENTES

- Métodos de obtención de ácidos carboxílicos.
- Propiedades químicas de los ácidos carboxílicos.
- Reacciones de esterificación de ácidos carboxílicos.
- Hidrólisis de los ésteres. Diferenciar entre hidrólisis ácida e hidrólisis básica.
- Reacción de saponificación.
- Ácidos grasos superiores.
- Usos del ácido mirístico.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

REACCIÓN Y ESTEQUIOMETRÍA



	Trimiristina	Hidróxido de sodio	Ácido mirístico
Masa molar (g/mol)	722	40	228
Masa (g)	0.5	0.5	0.158
Cantidad de sustancia (mol)	6.92×10^{-4}	12.5×10^{-3}	6.92×10^{-4}

PARTE EXPERIMENTAL

Material a microescala

Matraz redondo de 50 mL	1	Embudo Hirsch con alargadera	1
Refrigerante para agua	1	Recipiente de peltre	1
Canastilla eléctrica de 50 mL	1	Pipeta graduada de 10 mL	1
Reóstato	1	Recipiente para baño María	1
Vaso de precipitados de 50 mL	2	Pinza de tres dedos con nuez	2
Agitador de vidrio	1	Embudo de vidrio	1
Probeta de 25 mL	1	Espátula	1
Matraces Erlenmeyer de 50 mL	2	Vidrio de reloj	1
Matraz Kitasato de 50 mL	1	Cámara cromatográfica	1
Embudo para sólidos	1		

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Trimiristina	0.5 g	Práctica anterior
Etanol	10 mL	QP
Metanol	20 mL	QP
Ácido clorhídrico al 20% v/v	10 mL	QP
Sosa al 20% m/v	2.5 mL	QP
Agua destilada	La necesaria	

PROCEDIMIENTO

En un matraz redondo de 50 mL adicione 0.5 g de trimiristina, 10 mL de etanol y 2.5 mL de una disolución de sosa al 20% m/v. Coloque el refrigerante en posición de reflujo y caliente la disolución durante una hora, hasta que todo el triglicérido se haya transformado en un producto soluble.

Vierta la mezcla de reacción en un vaso de precipitados que contenga 20 g de hielo y 10 mL de una disolución de ácido clorhídrico al 20% v/v, agite vigorosamente la disolución por 10 minutos y deje reposar.

Diluya la disolución con 10 mL de agua destilada. Filtre al vacío y lave tres veces el producto con porciones de 2.5 mL de agua cada vez.

Purifique el ácido mirístico formado por recristalización de metanol-agua. Filtre, seque el producto, calcule el rendimiento y determine el punto de fusión.

Realice una c.c.f. para comprobar la pureza del producto.

DATOS PARA C.C.f.

Suspensión: gel de sílice para c.c.f. al 35% en CHCl_3 /MeOH (3:1) o acetato de etilo

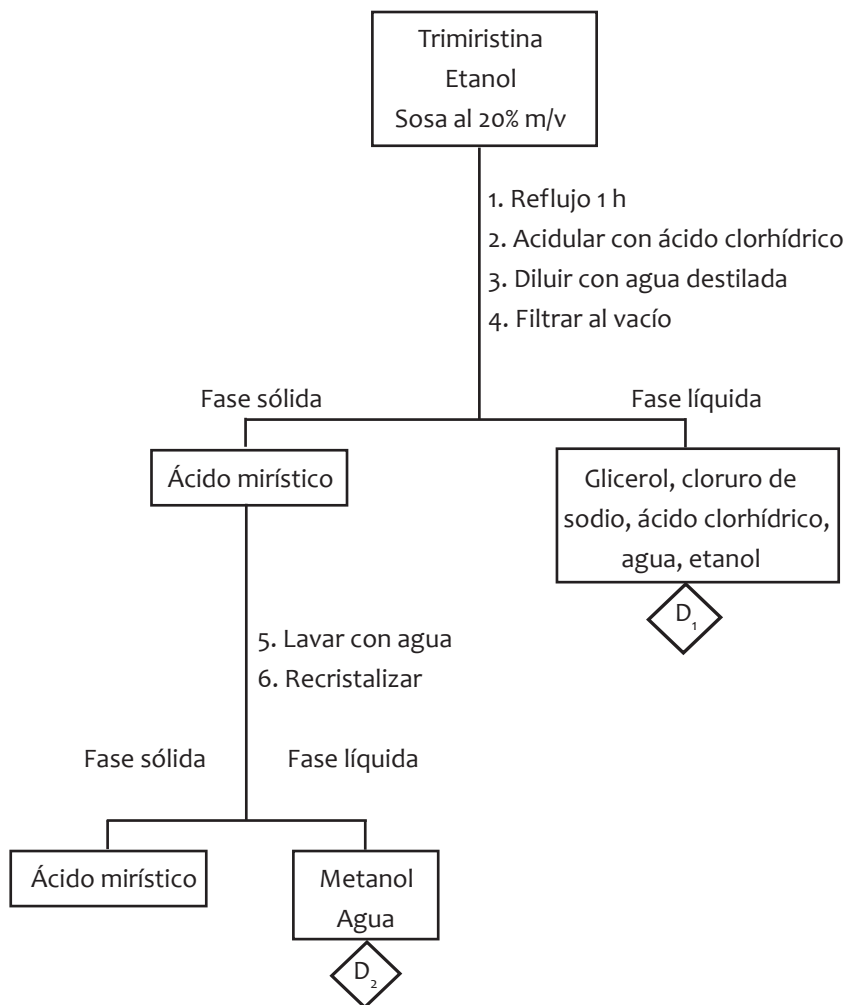
Disolvente: éter etílico

Eluyente: hexano-éter etílico 1:1

Revelador: I_2 o luz UV

DIAGRAMA ECOLÓGICO

Ácido mirístico

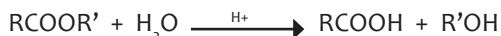


D₁: Si es necesario neutralice el ácido, destile el glicerol y guárdelo en un recipiente.

D₂: Recupere el metanol por destilación.

CUESTIONARIO

1. Al hacer la comparación entre los puntos de fusión del producto y el ácido mirístico, ¿puede saber con certeza que el producto de la reacción es ácido mirístico?
2. ¿Qué evidencia del procedimiento experimental sugiere que el producto aislado es el ácido mirístico y no la trimiristina o un producto de competencia de reacción?
3. ¿Qué efecto puede tener en el procedimiento de aislamiento, si la disolución acuosa de ácido clorhídrico al 20% v/v sólo contiene el 1% de ácido clorhídrico?
4. Los ésteres pueden ser hidrolizados en reacciones de catálisis ácida:



Describe las ventajas de las reacciones de saponificación sobre la catálisis ácida para la hidrólisis de trimiristina.

5. ¿Por qué es metanol y no etanol, el disolvente ideal para la recristalización del ácido mirístico?

BIBLIOGRAFÍA

- Carey, F.A.; Giuliano, R.M. *Organic Chemistry*; McGraw-Hill; 8th Ed.; USA, 2010.
- Doyle, P.D.; Mungall, W. *Experimental Organic Chemistry*; John Wiley and sons; USA, 1980.
- McMurry, J. *Química Orgánica*; Thomson Editores; 6^a Ed.; México, 2005.
- Pouchert, C.J. *The Aldrich Library of Infrared Spectra*; Aldrich Chemical Co; 3rd Ed.; USA, 1981.
- Streinwieser, A. *Introduction to Organic Chemistry*; Prentice-Hall; 4th Ed.; USA, 1998.

PRÁCTICA 11

SEMINARIO III. CARBOHIDRATOS, PÉPTIDOS Y LÍPIDOS

- REACCIONES DE IDENTIFICACIÓN DE CARBOHIDRATOS
- SÍNTESIS DE ÁCIDO HIPÚRICO
- OBTENCIÓN DE ÁCIDO MIRÍSTICO. PARTES I Y II

OBJETIVOS

- Comprender en su totalidad cada experimento, mediante la integración de la parte experimental y la teórica.
- Reforzar los conceptos teóricos.
- Favorecer la discusión, el análisis de resultados y el trabajo en equipo.
- Establecer métodos para organizar e integrar la información teórica y experimental recabada por los equipos.
- Realizar presentaciones en forma oral y escrita de toda la información obtenida.

PROCEDIMIENTO

Para llevar a cabo el seminario, se integran tres equipos de trabajo según el número de alumnos, y cada grupo realizará la presentación de una práctica, desarrollando 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.

PRÁCTICA DE REPOSICIÓN



PRÁCTICA 12

SÍNTESIS DE ÁCIDO 2,4-DIHIDROXIBENZOICO. REACCIÓN DE KOLBE-SCHMITT

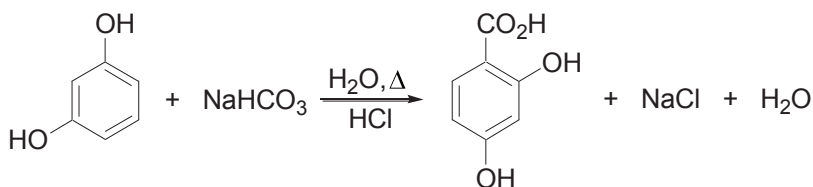
OBJETIVOS

- Efectuar una reacción de carboxilación de fenoles.
- Aplicar el método de Kolbe-Schmitt para obtener un ácido carboxílico fenólico.

ANTECEDENTES

- Métodos de obtención de ácidos carboxílicos a partir de alcoholes y fenoles.
- Propiedades químicas de los ácidos carboxílicos.
- Métodos de identificación de fenoles y de ácidos carboxílicos.
- Propiedades físicas, químicas y toxicológicas de los reactivos y productos.

REACCIÓN Y ESTEQUIOMETRÍA



	Resorcinol	Bicarbonato de sodio	Ácido 2,4-dihidroxi-benzoico
Masa molar (g/mol)	110.11	84.00	154.12
Masa (g)	0.5	2.5	0.7 (teórico)
Cantidad de sustancia (mol)	4.54×10^{-3}	2.98×10^{-2}	4.54×10^{-3}

PARTE EXPERIMENTAL

Material a microescala

Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Agitador de vidrio	1
Refrigerante de agua	1	Espátula	1
Matraz de bola de 50 mL	1	Reóstato	1
Matraz Kitasato 50 mL	1	Vidrio de reloj	1
Pipeta graduada de 5 mL	1	Mantilla de calentamiento	1
Pipeta graduada de 1 mL	1	Anillo metálico	1
Embudo de filtración rápida	1	Mechero	1
Embudo Hirsch con alargadera	1	Tela de alambre con placa de asbesto	1
Vaso de precipitados de 50 mL	1	Recipiente de peltre	1
Pinza de 3 dedos con nuez	1		

Sustancias

	Cantidad	Calidad
Resorcinol	0.5 g	QP
Ácido clorhídrico concentrado	El necesario	QP
Bicarbonato de sodio	2.5 g	QP

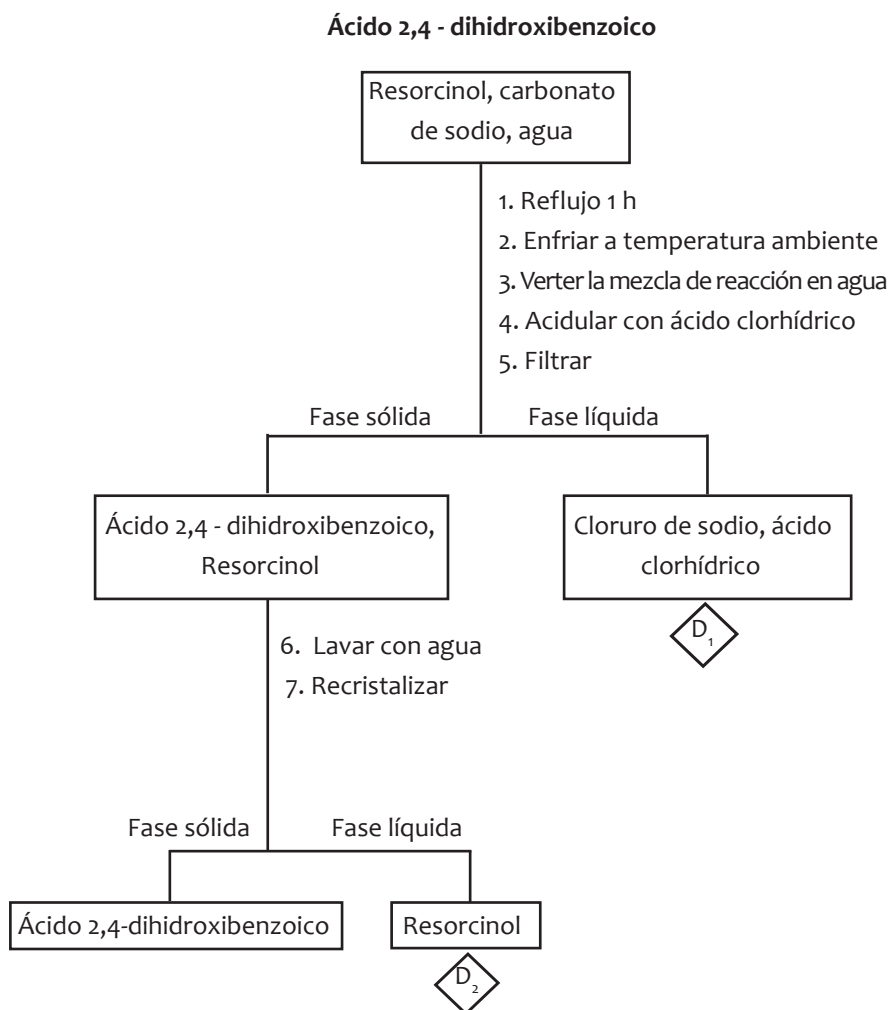
PROCEDIMIENTO

En un matraz redondo de 50 mL adicione 0.5 g de resorcinol, 2.5 g de bicarbonato de sodio y 4 mL de agua. Adapte el refrigerante de agua en posición de reflujo y caliente lentamente la mezcla de reacción durante una hora. Enfríe a temperatura ambiente y viértala en un vaso de precipitados de 50 mL que contenga 7.5 mL de agua fría. Adicione gota a gota y con agitación, ácido clorhídrico concentrado hasta pH = 1.

Enfríe en baño de hielo hasta que cristalice el ácido 2,4-dihidroxibenzoico, filtre al vacío y lave con agua fría.

Purifique el ácido 2,4-dihidroxibenzoico formado por recristalización de agua. Filtre, seque el producto, calcule el rendimiento y determine el punto de fusión.

DIAGRAMA ECOLÓGICO



D_1 , D_2 : Medir el pH de la disolución, neutralizar, adsorber con carbón activado; el carbón se envía a incinerar la solución se desecha por el drenaje.

CUESTIONARIO

1. Explique: ¿por qué debe tener cuidado al iniciar el calentamiento de la mezcla de reacción?
2. ¿Qué otras sustancias se pueden emplear en vez de bicarbonato de sodio?
3. ¿Para qué acidula a pH = 1 con ácido clorhídrico concentrado?
4. Describa dos formas diferentes de identificación del producto obtenido.
5. ¿Se podrían utilizar las mismas condiciones de reacción para carboxilar el fenóxido de sodio?
6. ¿Qué tratamiento se debe aplicar a los desechos de la mezcla de reacción para poder arrojarlos al drenaje?

BIBLIOGRAFÍA

- Bruice, P.Y. *Organic Chemistry*; Prentice-Hall; USA, 1995.
- Fieser, L.F.; Williamson, K. *Organic Experiments*; D.C. Heath and Company; USA, 1992.
- Hazzard, B.J. *Organicum: Practical Handbook of Organic Chemistry*; Addison Wesley Pub.; USA, 1973.
- Nierensteis & Clibbens. *Organic Synthesis*; Coll. 2.
- Streitwieser, A. & Heathcock, C.H. *Introduction to Organic Chemistry*; McMillan Pub.; USA, 1976.
- Vogel, A.I. *Textbook of Practical Organic Chemistry*; Longman; 4th Ed.; London, England, 1980.

Manual de Experimentos. Química Orgánica IV. Técnicas en microescala. Carrera de Química
es una obra editada por la Facultad de Química.

Se terminó de imprimir el 28 de mayo de 2014 en los talleres
de la misma, Ciudad Universitaria, Delegación Coyoacán,
C.P. 04510, México, Distrito Federal.

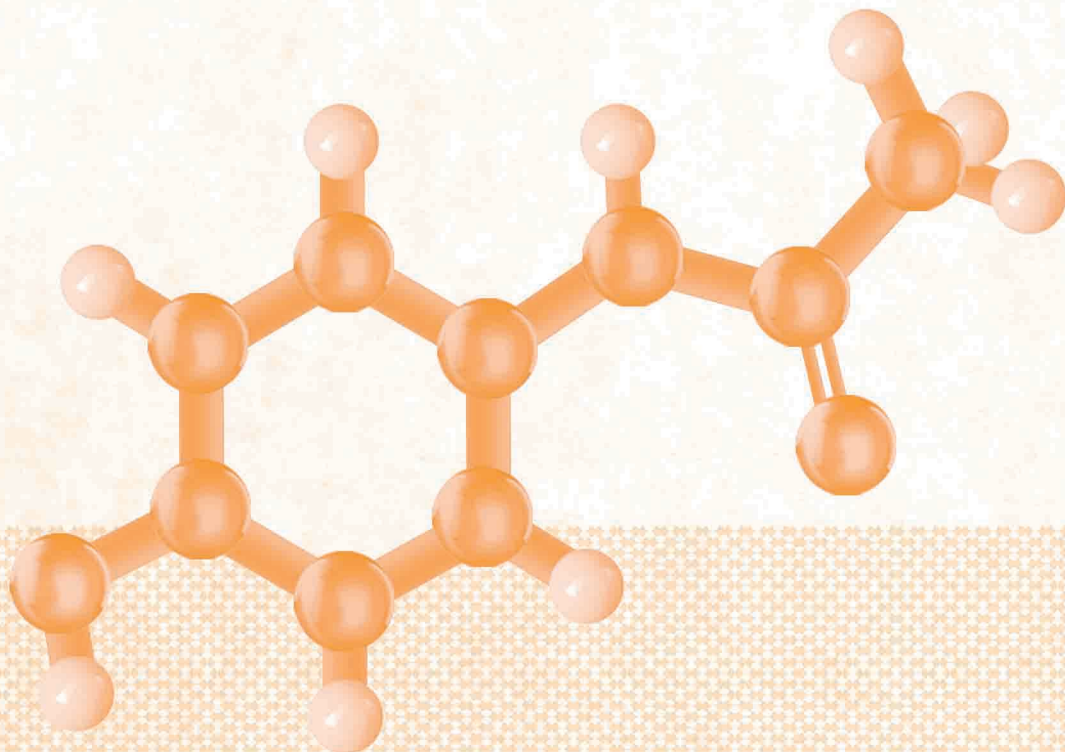
Se tiraron 300 ejemplares, en papel bond de 90 gramos
en los interiores y cartulina couché de 250 gramos en la portada.
Para la composición del texto se utilizaron las fuentes Candera 8, 9.5 y 10 ptos.,
Century Gothic 12 ptos., BlairMdITC TT Medium 14 ptos. y Copplerplate 8 ptos.
Tipo de impresión: offset.

La publicación de esta obra fue posible gracias al apoyo de la
Coordinación de Comunicación a través de los Departamentos de Editorial,
de Información (Taller de Imprenta) y de Diseño y Medios Audiovisuales.

El cuidado de la edición estuvo a cargo de: CME Brenda Álvarez Carreño.
Diseño de interiores: Aurora Herrera Díaz
Formación: Maricela Hernández Casasola
Ilustraciones: Lic. Ricardo Acosta Romo
Diseño de portada: LDCV Vianey Islas Bastida

**Publicación autorizada por el Comité Editorial
de la Facultad de Química**

Mayo de 2014



ISBN 978-607-02-5346-1



9 786070 253461