

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

**COMPENDIO DE PRÁCTICAS**  
**LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA II**  
**CLAVE 1412**  
**Semestre 2025-2**

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

Última revisión:

Q. Katia Solórzano Maldonado  
Dra. Nancy Alejandra Aguilar Valdez

## **COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)**

---

### **Reglamento de Higiene y Seguridad para laboratorios de la Facultad de Química**

En el siguiente hipervínculo se encuentra el Reglamento de Higiene y Seguridad es aplicable en todos aquellos espacios de la Facultad de Química donde se realice trabajo experimental, sea de docencia o de investigación. El alumno debe tener presente cada uno de los puntos que se mencionan en dicho Reglamento durante todas las sesiones experimentales del curso.

<https://quimica.unam.mx/proteccion-civil-facultad-quimica/reglamento-higiene-seguridad-laboratorios-la-facultad-quimica/>

### **PRÁCTICA 1. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN ELECTROFÍLICA AROMÁTICA**

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### ALQUILACIÓN DE FRIEDEL-CRAFTS. OBTENCIÓN DE *p*-*terc*-BUTILFENOL

#### ➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Ejemplificar la reacción de alquilación de Friedel-Crafts.
- Sintetizar al *p*-*terc*-butilfenol a partir de fenol y cloruro de *terc*-butilo con tricloruro de aluminio como catalizador.

#### ➤ PROBLEMA

El alumno analizará el procedimiento experimental de una reacción de alquilación de Friedel-Crafts y las condiciones de reacción involucradas, para determinar los puntos críticos que llevan a obtener al producto deseado con la mayor eficiencia posible.

#### ➤ REACTIVOS

Cloruro de <i>terc</i> -butilo	0.4 mL	Hidróxido de sodio (lentejas)	1.0 g
Fenol	0.25 g	Sulfato de sodio anhidro	0.5 g
Tricloruro de aluminio anhidro	0.1 g	Hexano	20 mL

#### ➤ EQUIPO

Balanza analítica	Aparato de Fisher-Johns
-------------------	-------------------------

#### ➤ MATERIAL

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

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### ➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

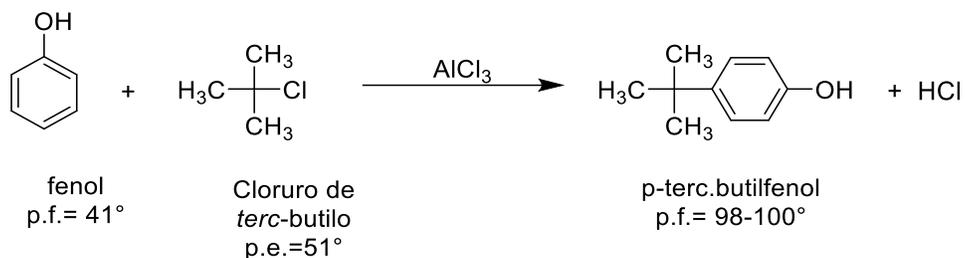


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>Fenol</i>	<i>Cloruro de terc-butilo</i>	<i>Tricloruro de aluminio</i>	<i>p-terc-butilfenol</i>
Masa molar (g/mol)				
Punto de fusión o de ebullición (°C)				
Cantidad inicial (mL o g)				
Moles iniciales				
Reactivo limitante				
Moles que reaccionan				
Moles teóricas finales				

**Cloruro de aluminio anhidro: Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves, también es corrosivo para las vías respiratorias. Produce lesiones irreversibles en la piel, necrosis visible. Se aconseja el uso de guantes de nitrilo.**

**Fenol: Es Corrosivo. Tóxico por inhalación, ingestión y por absorción de la piel. Mutágeno. Provoca graves quemaduras en la piel y lesiones oculares.**

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

**Seque perfectamente** un matraz redondo fondo plano y una trampa de humedad. Introduzca un pedazo pequeño de algodón en la trampa de humedad, llénela de lentejas de NaOH y coloque otro pedazo de algodón.

En el matraz redondo coloque 0.25 g de fenol y 0.4 mL de cloruro de *terc*-butilo recién destilado, tape con la trampa de NaOH; agite manualmente hasta la disolución total del fenol. Adicione rápidamente a la disolución aproximadamente 0.1 g de tricloruro de aluminio anhidro (1 espátula) **en la campana**, tape inmediatamente; agite, se observará un burbujeo que se debe al desprendimiento de HCl, si tal burbujeo es violento, sumerja el matraz de reacción en un baño de hielo. Conforme avance la reacción se observará la solidificación de la mezcla; una vez que esta haya solidificado por completo y ya no se observe ningún burbujeo (*nota 1*), destape el matraz de reacción **en la campana**, introdúzcalo en un baño de hielo, adicione 3.0 mL de agua destilada y agite con una varilla de vidrio; se observará el producto como un sólido blanco o rosado (*nota 2*), pulverice éste con la varilla o con la espátula.

Separe el producto por filtración al vacío, lávelo con agua fría y déjelo secar durante 5 minutos aproximadamente. Transfiera el sólido a un matraz Erlenmeyer y recristalícelo de hexano. Determine el punto de fusión del producto purificado y el rendimiento de reacción.

### Notas:

- 1) La solidificación completa tarda entre 15 a 25 minutos aproximadamente.
- 2) Si en lugar de un sólido se observa un líquido oleoso o una pasta, adicione de 15 a 20 mL de hexano, agite fuertemente y transfiera la mezcla a un embudo de separación; elimine la fase acuosa (fase inferior), vierta la fase orgánica a un matraz Erlenmeyer y séquela con sulfato de sodio anhidro. Decante o filtre a otro matraz Erlenmeyer y enfríe en baño de hielo para que cristalice el producto.

### ➤ CUESTIONARIO

1. Calcule la relación molar entre el tricloruro de aluminio y el fenol; basándose en el mecanismo de la reacción de alquilación de Friedel-Crafts, explique dicha relación.
2. Calcule la relación molar entre el cloruro de *terc*-butilo y el fenol, y explíquela.
3. ¿Por qué el material debía estar completamente seco? Explique utilizando ecuaciones de reacción.
4. Explique el origen del HCl que se desprendió durante la reacción efectuada.
5. Además del *p-terc*-butilfenol, ¿podría obtener otros productos orgánicos? ¿Por qué?
6. Si utilizara ácido benzoico en lugar de fenol ¿qué producto(s) orgánico(s) obtendría? ¿Por qué?
7. En los espectros de infrarrojo del fenol y del *p-terc*-butilfenol, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
8. En los espectros de RMN<sup>1</sup>H del fenol y del *p-terc*-butilfenol, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

### ➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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

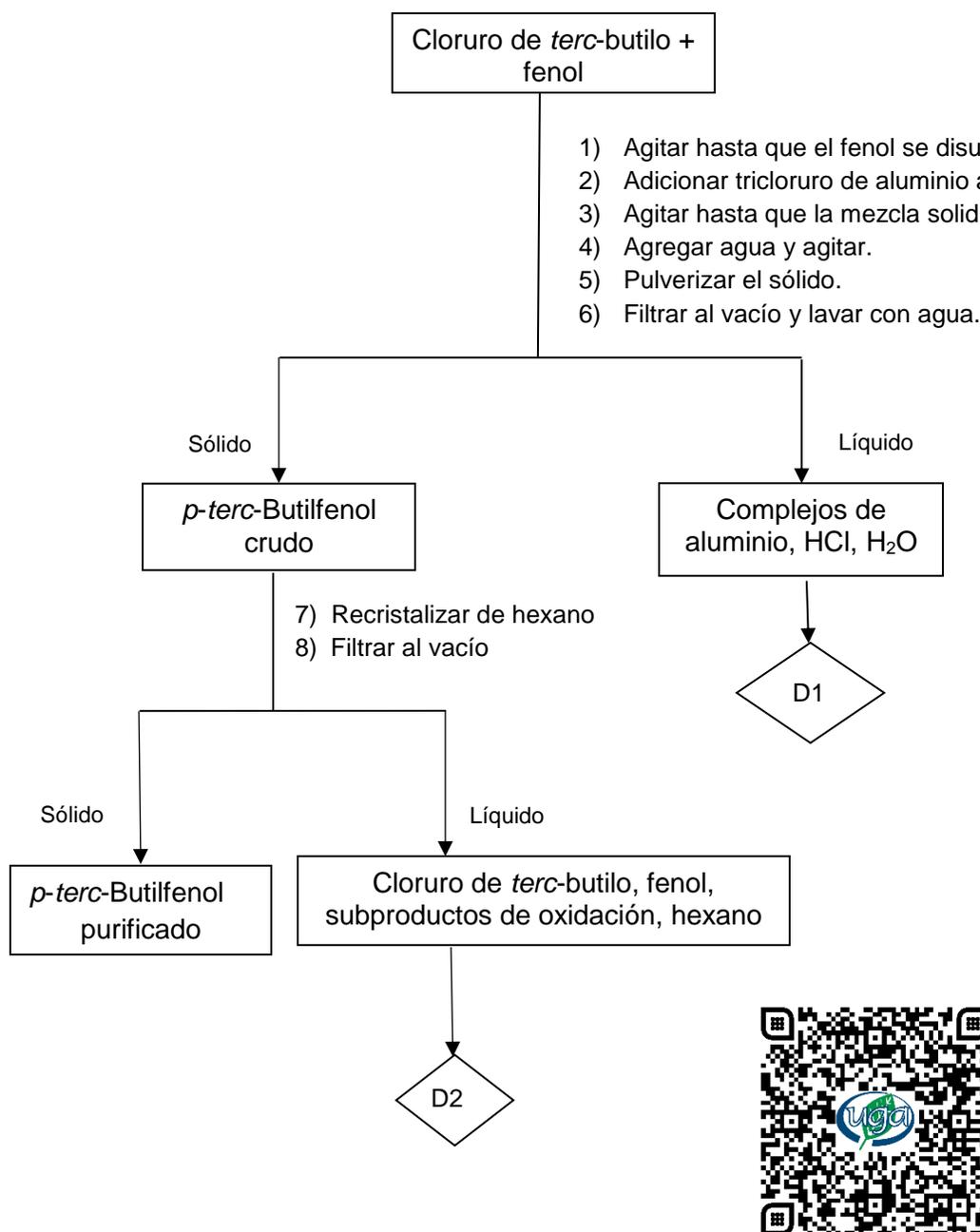
T.L. Jacobs, W.E. Trucer y G.R. Robertson, *Laboratory Practice of Organic Chemistry*, McMillan Publishing Company, 5ta. edición, Estados Unidos, 1974.

### Apéndice I.- Conocimientos previos

- a) Reacción de alquilación de Friedel y Crafts, características, condiciones experimentales de reacción y aplicaciones.
- b) Limitaciones de la reacción de alquilación de Friedel y Crafts.
- c) Mecanismo de la reacción de alquilación de Friedel y Crafts con los reactantes que se utilizarán en el experimento.

## Apéndice III: Disposición de residuos

### OBTENCIÓN DE *p*-*terc*-BUTILFENOL



D1: Neutralizar y desechar al drenaje con abundante agua

D2: Recuperar el disolvente y el cloruro de *terc*-butilo por destilación. Incinerar el residuo.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### PRÁCTICA 2. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA UNIMOLECULAR

#### SÍNTESIS DE HALUROS DE ALQUILO. OBTENCIÓN DEL CLORURO DE *terc*-BUTILO

##### ➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Realizar la reacción de un alcohol con un haluro de hidrógeno para obtener un haluro de alquilo.
- Llevar a cabo pruebas cualitativas al producto obtenido, para verificar la identidad de este y la posible intervención de una reacción de competencia.

##### ➤ PROBLEMA

Comprender, mediante el análisis de la técnica y el análisis de resultados, los factores estructurales y experimentales que influyen en las reacciones  $S_N1$

##### ➤ REACTIVOS

Alcohol <i>terc</i> -butílico	2.5 mL	Disolución acuosa de nitrato de plata al 5%	0.5 mL
HCl concentrado	8.0 mL	Disolución de bromo en $CH_2Cl_2$	0.3 mL
Cloruro de calcio anhidro	1.0 g	Sulfato de sodio anhidro	1.0 g
Disolución de bicarbonato de sodio al 10%	5.0 mL	Etanol técnico	1.0 mL

##### ➤ EQUIPO

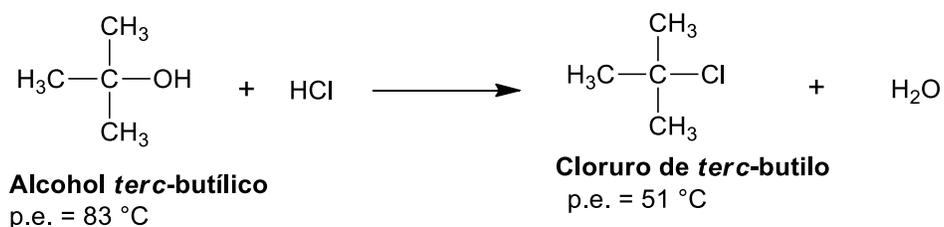
Balanza analítica	
-------------------	--

##### ➤ MATERIAL

Barra magnética de ½ pulgada	1	Parrilla con agitación magnética	1
Charola de plástico para pesar	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Embudo de filtración por gravedad (vidrio)	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Embudo de separación con tapón	1	Recipiente de plástico	1
Espátula	1	Tubo de ensayo de 12 x 75 mm	2
Matraz Erlenmeyer de 50 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz Erlenmeyer de 25 mL	1	Vidrio de reloj	1

➤ **DESARROLLO EXPERIMENTAL**

**Reacción:**



**Tabla 1. Datos Estequiométricos**

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

**HCl<sub>conc</sub>: Es corrosivo, manéjelo con cuidado. Durante el calentamiento de una disolución concentrada de HCl se desprende cloruro de hidrógeno, el cual es corrosivo, por lo que debe dejar enfriar el sistema antes de quitar el refrigerante.**

Coloque en un matraz Erlenmeyer de 50 mL, 2.5 mL de alcohol *terc*-butílico, 8 mL de HCl concentrado y 1.0 g de cloruro de calcio; tape el matraz con un tapón de corcho y mezcle con agitación magnética vigorosa durante 20 minutos. Transfiera la mezcla a un embudo de separación y déjela reposar hasta la completa separación de las fases; elimine la fase inferior (fase acuosa). Lave dos veces la fase orgánica utilizando 2.5 mL de bicarbonato de sodio al 10% en cada lavado; transfírela a un matraz Erlenmeyer y séquela

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

con sulfato de sodio anhidro. Vierta el producto a una probeta graduada limpia y seca para medir su volumen y determinar el rendimiento. Realice las pruebas cualitativas de identificación.

### Pruebas de identificación

- 1. Identificación de halógenos:** En un tubo de ensayo, coloque 5 gotas del producto obtenido, adicione 0.5 mL de etanol y agite, agregue 5 gotas de disolución de  $\text{AgNO}_3$  al 5% y agite. Observe e interprete el resultado de la prueba.
- 2. Identificación de insaturaciones:** En un tubo de ensayo, coloque 5 gotas del producto obtenido, adicione tres gotas de una disolución de  $\text{Br}_2$  en  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  y agite. Observe e interprete el resultado de la prueba.

### ➤ CUESTIONARIO

- 1.- Desarrolle el mecanismo de la reacción entre el alcohol *terc*-butílico y el HCl.
- 2.- ¿Por qué la reacción entre el alcohol *terc*-butílico y el HCl para obtener cloruro de *terc*-butilo se lleva a cabo eficientemente a temperatura ambiente?
- 3.- ¿Qué podría ocurrir si se calentara la mezcla de reacción?
- 4.- En el embudo de separación ¿Por qué el producto se encontraba en la fase superior?
- 5.- Si el producto esperado es un haluro de alquilo ¿Cuál es el propósito de realizar una prueba de identificación de alquenos (prueba de insaturaciones)?
- 6.- En los espectros de infrarrojo del alcohol *terc*-butílico y del cloruro de *terc*-butilo, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 7.- En los espectros de  $\text{RMN}^1\text{H}$  del alcohol *terc*-butílico y del cloruro de *terc*-butilo, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

### ➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

K.J. Laidler, *Cinética de Reacciones*, Vol. 1, Alhambra, 2da. edición, España, 1972.

R.T. Morrison y R.N. Boyd, *Organic Chemistry*, Prentice Hall, 6ta. edición, Estados Unidos, 1992.

L.G. Wade, *Química Orgánica*, 9a edición, Pearson, México, 2017.

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

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

### Apéndice I.- Conocimientos previos

- a) Reacciones de alcoholes con haluros de hidrógeno (ácido clorhídrico y ácido bromhídrico) para obtener haluros de alquilo. Ecuaciones generales de reacción, características y condiciones experimentales de reacción.
- b) Reacciones de sustitución nucleofílica unimolecular ( $S_N1$ ), características, mecanismo, cinética (ecuación de velocidad y orden total de reacción), reactividad relativa de los sustratos, estereoquímica, efecto del disolvente.
- c) Tabla de nucleófilos en la que se les clasifique como fuertes, moderados y débiles.

### Apéndice II. Preparación de reactivos

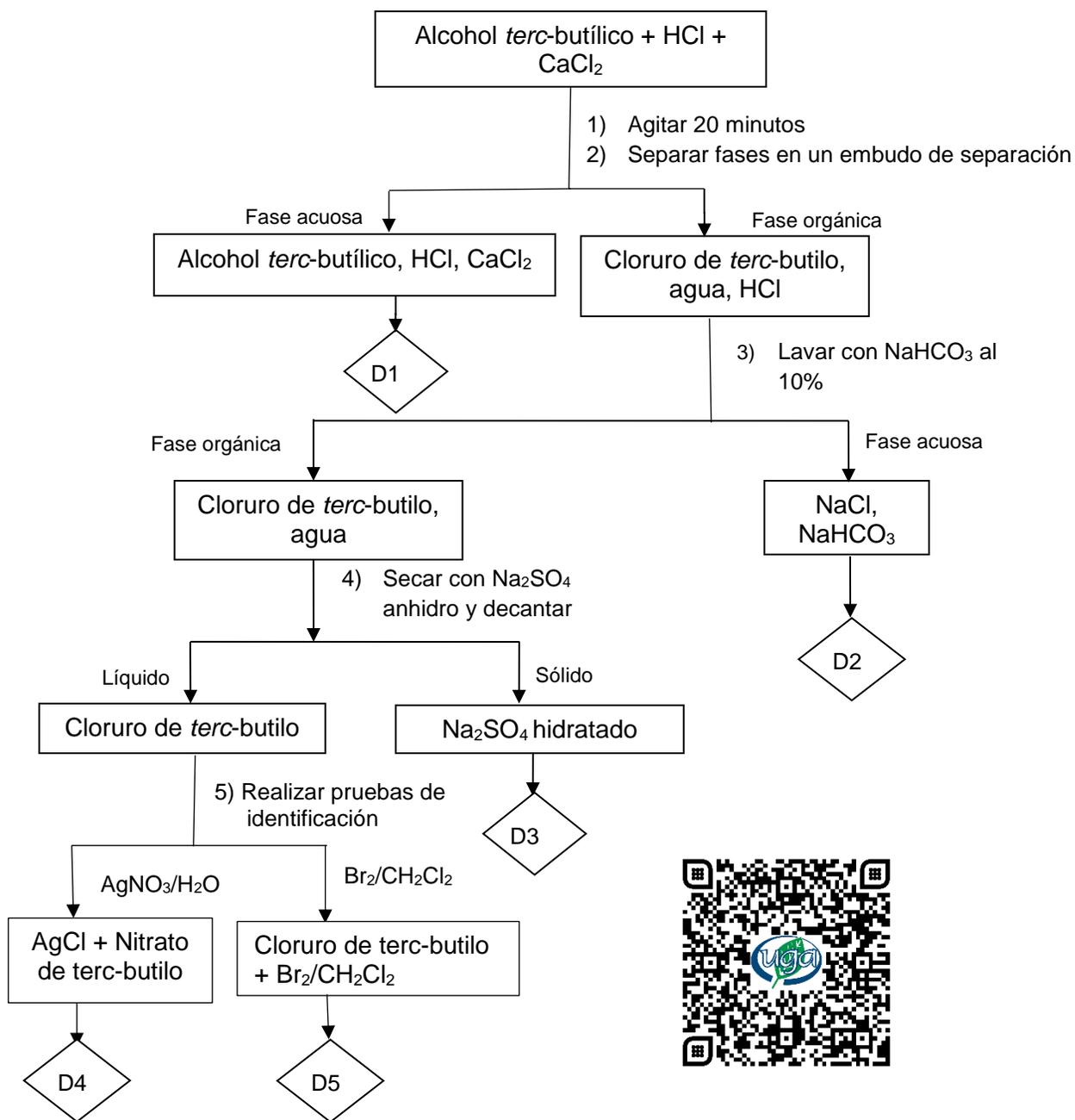
*Disolución de bicarbonato de sodio al 10%:* Colocar 100 g de bicarbonato de sodio en un matraz aforado de 1.0 litro, aforar con agua destilada y agitar hasta la completa disolución del bicarbonato de sodio.

*Disolución de bromo en diclorometano.* Disolver 3.0 mL de bromo en 50 mL de diclorometano frío.

*Disolución de nitrato de plata al 5%.* Colocar 5 g de nitrato de plata en matraz aforado de 100 mL, disolver con 20 mL de agua destilada y finalmente aforar a 100 mL.

## Apéndice III: Disposición de residuos

### OBTENCIÓN DE CLORURO DE *terc*-BUTILO



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

D2: Neutralizar y desechar por el drenaje.

D3: Secar.

D4, D5: Filtrar, neutralizar el filtrado, confinar el precipitado.



## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### PRÁCTICA 3. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA BIMOLECULAR

#### SÍNTESIS DE WILLIAMSON. OBTENCIÓN DE ÁCIDO FENOXIACÉTICO

##### ➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Preparar un éter mediante una reacción de sustitución nucleofílica bimolecular (Síntesis de Williamson).
- Distinguir las propiedades ácido-base de fenoles y ácidos carboxílicos.

##### ➤ PROBLEMA

Analizar las condiciones necesarias para obtener un éter mediante la Síntesis de Williamson y comprender las propiedades ácido-base de fenoles y ácidos carboxílicos para poder aislar el producto obtenido.

##### ➤ REACTIVOS

Fenol	0.5 g	HCl concentrado	3 mL
Ácido monocloroacético	0.5 g	Acetato de etilo	10 mL
Disolución de hidróxido de sodio al 33 %	3.0 mL	Disolución de carbonato de sodio al 15%	8mL

##### ➤ EQUIPO

Balanza analítica	Aparato de Fisher-Johns
-------------------	-------------------------

##### ➤ MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL	3
Barra para agitación magnética de ½ pulgada	1	Matraz Kitazato con manguera	1
Charola de plástico para pesar	1	Parrilla con agitación magnética	1
Bomba de agua sumergible	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Embudo Büchner con alargadera	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Embudo de filtración por gravedad (vidrio)	1	Recipiente de peltre	1
Embudo de separación con tapón	1	Refrigerante con mangueras	1
Espátula	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1
Matraz redondo de fondo plano de 25 mL	1	Vidrio de reloj	1

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### ➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

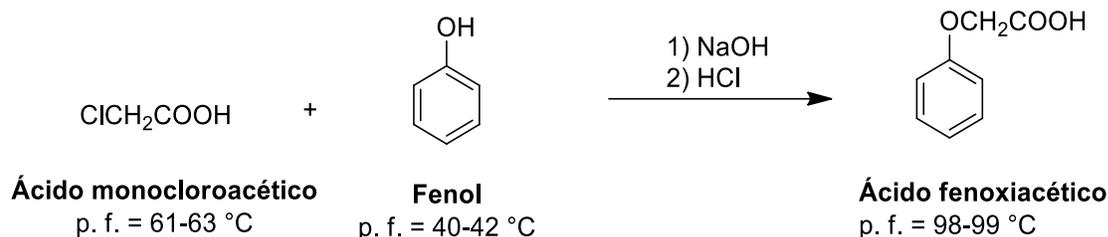


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	Ácido monocloroacético	Fenol	Hidróxido de sodio (33% m/v)	Ácido fenoxiacético
Masa molar (g/mol)				
Punto de fusión o de ebullición (°C)				
Cantidad inicial (mL o g)				
Moles iniciales				
Reactivo limitante				
Moles que reaccionan				
Moles teóricas finales				

**HCl<sub>conc</sub>: Es corrosivo, manéjalos con cuidado. Durante el calentamiento de una disolución concentrada de HCl se desprende cloruro de hidrógeno, el cual es corrosivo, por lo que debes dejar enfriar el sistema antes de quitar el refrigerante.**

**NaOH: Es corrosivo, manéjalo con cuidado.**

En un matraz redondo de fondo plano, mezcle 0.5 g de fenol (*nota 1*) y adicione 1.5 mL de disolución de NaOH al 33% m/v; introduzca una barra magnética, tape el matraz con un tapón de vidrio y agite vigorosamente con agitación magnética durante 30 segundos (*nota 2*). Remueva el tapón de vidrio, agregue 0.5 g de ácido monocloroacético, adapte un

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

refrigerante en posición de reflujo, y caliente a reflujo con agitación magnética durante 15 minutos (*nota 3*). Deje enfriar la mezcla de reacción, adicione 5 mL de agua destilada y agite, acidule con HCl concentrado hasta pH = 1 (*nota 4*). Vierta la mezcla en un embudo de separación y lleve a cabo el aislamiento del producto mediante el siguiente proceso:

- Realice una extracción múltiple con acetato de etilo, usando dos porciones de 5 mL cada una; junte los extractos orgánicos en el embudo de separación.
- Lave la fase orgánica con 5 mL de agua destilada.
- Realice una extracción ácido-base de la fracción orgánica con una disolución de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  al 15%, utilizando dos porciones de 4.0 mL cada una; colecte los extractos acuosos en un matraz Erlenmeyer limpio.
- Enfríe la disolución acuosa con un baño de hielo, acidúlela con HCl concentrado hasta un pH de 1 (*nota 3*); manténgala en el baño de hielo unos minutos para promover la precipitación completa del producto. Separe el sólido por filtración al vacío, lávelo con agua destilada y déjelo secar.

Determine punto de fusión y rendimiento del producto seco. Registre sus resultados en la Tabla 2. Con los datos de todo el grupo, grafique el % de rendimiento vs la cantidad de NaOH, y el % de rendimiento vs el tiempo de reacción. Determine la cantidad de disolución de NaOH y el tiempo de reacción necesarios para obtener el máximo rendimiento de ácido fenoxiacético.

### Notas:

- PRECAUCIÓN, el fenol es muy irritante.
- No olvide untar un poco de grasa en la parte esmerilada del tapón de vidrio y del refrigerante.
- Si durante el calentamiento la mezcla de reacción se hace pastosa, adicione de 1 a 2 mL de agua destilada.
- La adición del HCl debe ser gota a gota y realizarse en la campana.

### CUESTIONARIO

- En la reacción de sustitución nucleofílica bimolecular realizada, ¿cuál es la especie que actúa como nucleófilo? ¿Cómo se formó? Escriba la ecuación de la reacción de obtención del nucleófilo.
- Desarrolle el cálculo para determinar la cantidad mínima teórica de hidróxido de sodio al 33% m/v, que se requiere para que la reacción de obtención de ácido fenoxiacético se lleve a cabo cuantitativamente.
- ¿Qué sucede si se utiliza una cantidad de hidróxido de sodio menor que la cantidad anteriormente calculada?
- Realice un diagrama de flujo del proceso de aislamiento del ácido fenoxiacético a partir de la mezcla de reacción.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

5. En el proceso de aislamiento del ácido fenoxiacético, se llevó a cabo una extracción ácido-base utilizando  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  al 15% como disolvente activo, ¿qué pasaría si en lugar de este disolvente se utilizara una disolución diluida de NaOH?
6. Con base en los resultados experimentales de todo el grupo, indique cuáles son las condiciones de reacción necesarias para obtener el rendimiento más alto de ácido fenoxiacético. Explique.
7. En los espectros de infrarrojo del ácido monocloroacético y del ácido fenoxiacético, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
8. En los espectros de RMN<sup>1</sup>H del ácido monocloroacético y del ácido fenoxiacético, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

### ➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

L.G. Wade, *Química Orgánica*, 9a edición, Pearson, México, 2017.

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

### Apéndice I.- Conocimientos previos

- a) Reacción de sustitución nucleofílica bimolecular ( $\text{S}_{\text{N}}2$ ), características, mecanismo, cinética, reactividad relativa de los sustratos y estereoquímica.
- b) Métodos de obtención de éteres.
- c) Síntesis de Williamson, características y condiciones experimentales de reacción.
- d) Acidez relativa de alcoholes, fenoles y ácidos carboxílicos.

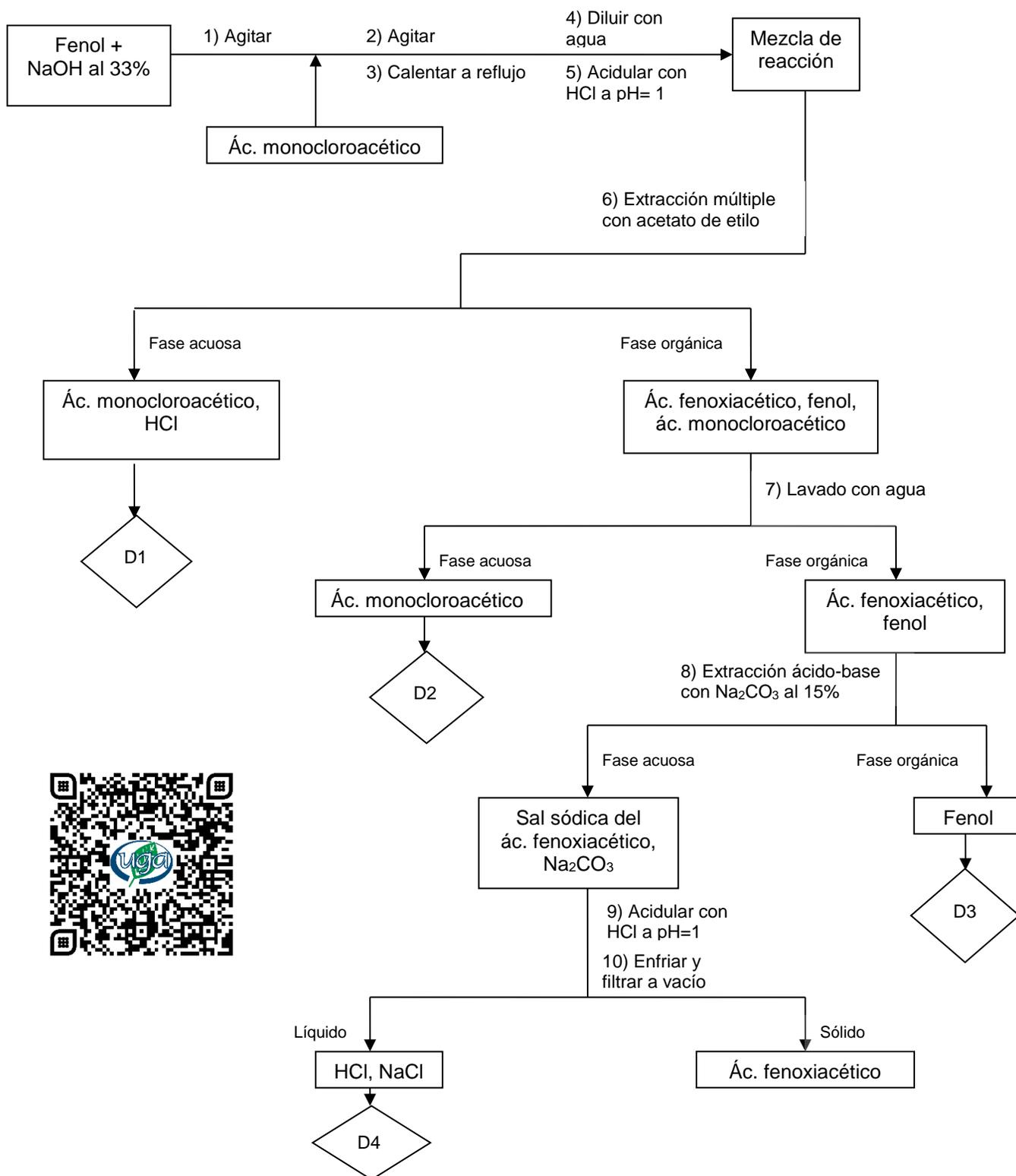
### Apéndice II. Preparación de reactivos

*Disolución de hidróxido de sodio al 33 % m/v.* En un matraz aforado de 1 litro, colocar 750 mL de agua destilada y una barra magnética, adicionar en porciones y con agitación magnética moderada, 330 g de hidróxido de sodio en lentejas (PRECAUCIÓN, la disolución es exotérmica). Aforar con agua destilada y agitar hasta la completa disolución del hidróxido de sodio.

*Disolución de carbonato de sodio al 15%.* Colocar 150 g de carbonato de sodio y una barra magnética en un matraz aforado de 1 litro, aforar con agua destilada y agitar hasta la completa disolución del carbonato de sodio.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### Apéndice III: Disposición de residuos



D1, D2, D4: Neutralizar y desechar por el drenaje con abundante agua. D3: Separar los sólidos por filtración, recuperar el disolvente por destilación. El residuo de la destilación se envía a incineración.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### PRÁCTICA 4. REACCIONES DE ELIMINACIÓN UNIMOLECULAR

#### REACCIONES DE DESHIDRATACIÓN CATALÍTICA DE ALCOHOLES. OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO

##### ➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Sintetizar un alqueno mediante la deshidratación catalítica de un alcohol, a través de dos métodos.
- Identificar al producto obtenido mediante pruebas de identificación de dobles enlaces carbono-carbono.

##### ➤ PROBLEMA

Determinar el método más eficiente para obtener un alqueno, a partir de la reacción reversible de deshidratación de alcoholes.

##### ➤ REACTIVOS

Ciclohexanol	3.0 mL	Disolución de bromo en CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	0.2 mL
Ácido sulfúrico concentrado	0.25 mL	Bicarbonato de sodio	1.0 g
Sulfato de sodio anhidro	1.0 g	Disolución acuosa de KMnO <sub>4</sub> al 0.2%	0.2 mL
Disolución de NaHCO <sub>3</sub> al 10%	5 mL		

##### ➤ EQUIPO

Balanza analítica
-------------------

##### ➤ MATERIAL

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

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### ➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Obtenga ciclohexeno a partir de ciclohexanol mediante uno de los dos métodos. Realice dos pruebas de insaturación para verificar la obtención del producto.

Reacción:

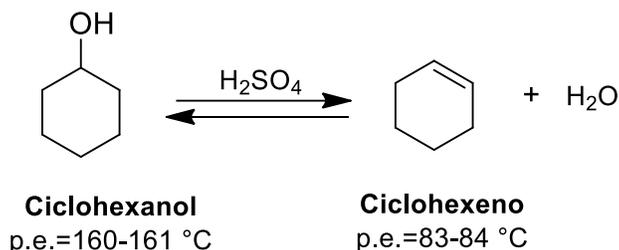


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>Ciclohexanol</i>	<i>Ácido sulfúrico Concentrado</i>	<i>Ciclohexeno</i>
Masa molar (g/mol)			
Densidad (g/mL)			
Punto de fusión o de ebullición (°C)			
Cantidad inicial (mL o g)			
Moles iniciales			
Reactivo limitante			
Moles que reaccionan			
Moles teóricas finales			

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: Es corrosivo. Emplear guantes, lentes y bata de protección. Provoca quemaduras graves en la piel y ojos.**

**Método A.** Por destilación.

Coloque en un matraz redondo de fondo plano, 3 mL de ciclohexanol, adicione gota a gota y agitando 0.25 mL de ácido sulfúrico concentrado, introduzca una barra de agitación magnética y monte un equipo de destilación simple como el que se muestra en el esquema 1.

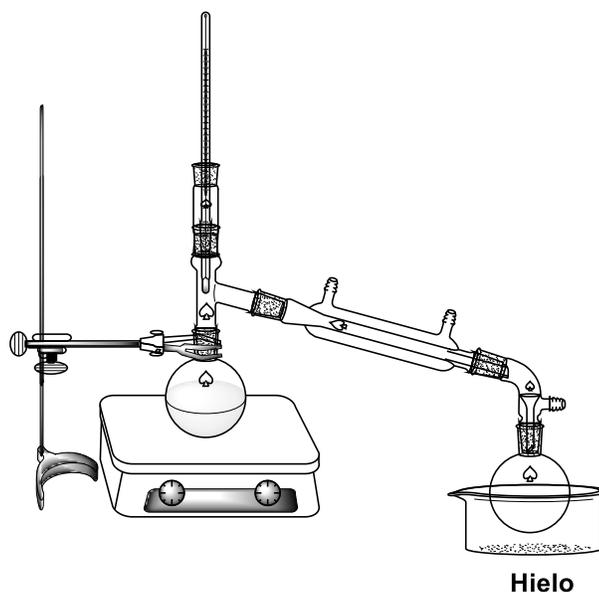
Caliente moderadamente la mezcla de reacción con agitación magnética. Colecte todo lo que destile antes de los 90°C; suspenda el calentamiento al alcanzar esta temperatura o

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

cuando sólo quede una pequeña cantidad de residuo en el matraz. Deje enfriar por completo el equipo de destilación antes de desmontar; retire primero el matraz redondo con el destilado.

Vierta el destilado a un embudo de separación; lávelo 2 veces con una disolución de bicarbonato de sodio al 10%, empleando 2.5 mL en cada lavado. Coloque la fase orgánica en un matraz Erlenmeyer y séquela con sulfato de sodio anhidro.

Decante el ciclohexeno a una probeta limpia y seca, mida el volumen y calcule el rendimiento de la reacción. Realice las pruebas de insaturación.



Esquema 1

**Método B.** Por reflujo directo.

En un matraz redondo de fondo plano, coloque 3.0 mL de ciclohexanol, agregue gota a gota y agitando 0.25 mL de ácido sulfúrico concentrado, introduzca un imán, coloque el matraz sobre una parrilla y adapte un sistema de reflujo. Caliente la mezcla de reacción a reflujo con agitación magnética, durante 30 minutos.

Deje enfriar por completo la mezcla de reacción, vacíela cuidadosamente a un vaso de precipitados que contenga una disolución de 1.0 g de bicarbonato de sodio en 5.0 mL de agua destilada, agite suavemente. Decante la mezcla a un embudo de separación y elimine la fase acuosa. Lave la fase orgánica con disolución de bicarbonato de sodio al 10%, empleando dos porciones de 2.5 mL cada una. Transfiera la fase orgánica a un matraz Erlenmeyer y séquela con sulfato de sodio anhidro.

Decante el producto a una probeta limpia y seca, mida el volumen o pese y calcule el rendimiento de la reacción. Realice las pruebas de insaturación.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### Pruebas de insaturación

#### 1) Reacción con disolución de $Br_2$ en $CH_2Cl_2$

En un tubo de ensayo coloque 0.2 mL de disolución de bromo en diclorometano, agregue aproximadamente 0.2 mL de producto y agite. Observe y registre los resultados. Escriba la reacción que se lleva a cabo.

#### 2) Reacción con disolución de $KMnO_4$ en $H_2O$

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

Con los resultados obtenidos, complete el siguiente cuadro.

**Tabla 2. Resultados de la Síntesis de Ciclohexeno**

Método	Apariencia del producto	Volumen obtenido (mL)	Rendimiento obtenido (%)
A			
B			

### ➤ CUESTIONARIO

- 1) ¿Qué es una reacción reversible? ¿Cómo se puede desplazar hacia los productos?
- 2) ¿Por qué entre más sustituido sea un alcohol, se efectúa más fácilmente la reacción de deshidratación catalítica?
- 3) Si a partir de la reacción de deshidratación de un alcohol es posible obtener dos o más alquenos ¿cuál se formará en mayor proporción? ¿Por qué?
- 4) Desarrolle el mecanismo de reacción de la obtención de ciclohexeno a partir de ciclohexanol.
- 5) Escriba las ecuaciones de reacción completas de las dos pruebas de insaturación efectuadas, con los nombres de reactantes y productos. Indique la apariencia de los productos obtenidos en ambas pruebas.
- 6) ¿Con cuál de los dos métodos realizados se alcanzó un mayor rendimiento de ciclohexeno? ¿Con que método se obtuvo un producto de mejor calidad? Explique la razón de tales resultados.
- 7) En los espectros de infrarrojo del ciclohexanol y del ciclohexeno, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 8) En los espectros de  $RMN^1H$  del ciclohexanol y del ciclohexeno, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

### ➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

R.Q. Brewster, C.A Vander Werf y W.E. Mc. Ewen, *Curso Práctico de Química Orgánica*, 2a. edición, Alhambra, Madrid, 1979.

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

D.L.Pavia, G.M. Lampman y G.S.Kriz, *Introduction to Organic Laboratory Techniques*, W.B. Saunders Co., Philadelphia, 1976.

J.W. Lehman, *Operational Organic Chemistry*, 3er. ed., Prentice Hall, New Jersey, 1999.

J.R. Mohring, C.N. Hammond, T.C. Morrily D.C. Neckers, *Experimental Organic Chemistry*, W.H. Freeman and Company, New York, 1997.

F.A. Carey, *Química Orgánica*, 6a. edición, Mc Graw Hill, Madrid, 2014.

### Apéndice I. Conocimientos Previos

- a) Reacción de deshidratación catalítica de alcoholes secundarios y terciarios para obtener alquenos, características, condiciones experimentales de reacción, mecanismo, reactividad relativa respecto al alcohol.
- b) Condiciones experimentales necesarias para desplazar la reacción reversible de deshidratación de alcoholes hacia la formación del alqueno.
- c) Reacciones utilizadas para la identificación de dobles enlaces carbono-carbono (pruebas de insaturación), ecuaciones de reacción completas y cambios físicos observados cuando las pruebas son positivas.

### Apéndice II. Preparación de Reactivos

*Disolución de bromo en diclorometano.* Disolver 3.0 mL de bromo en 50 mL de diclorometano frío.

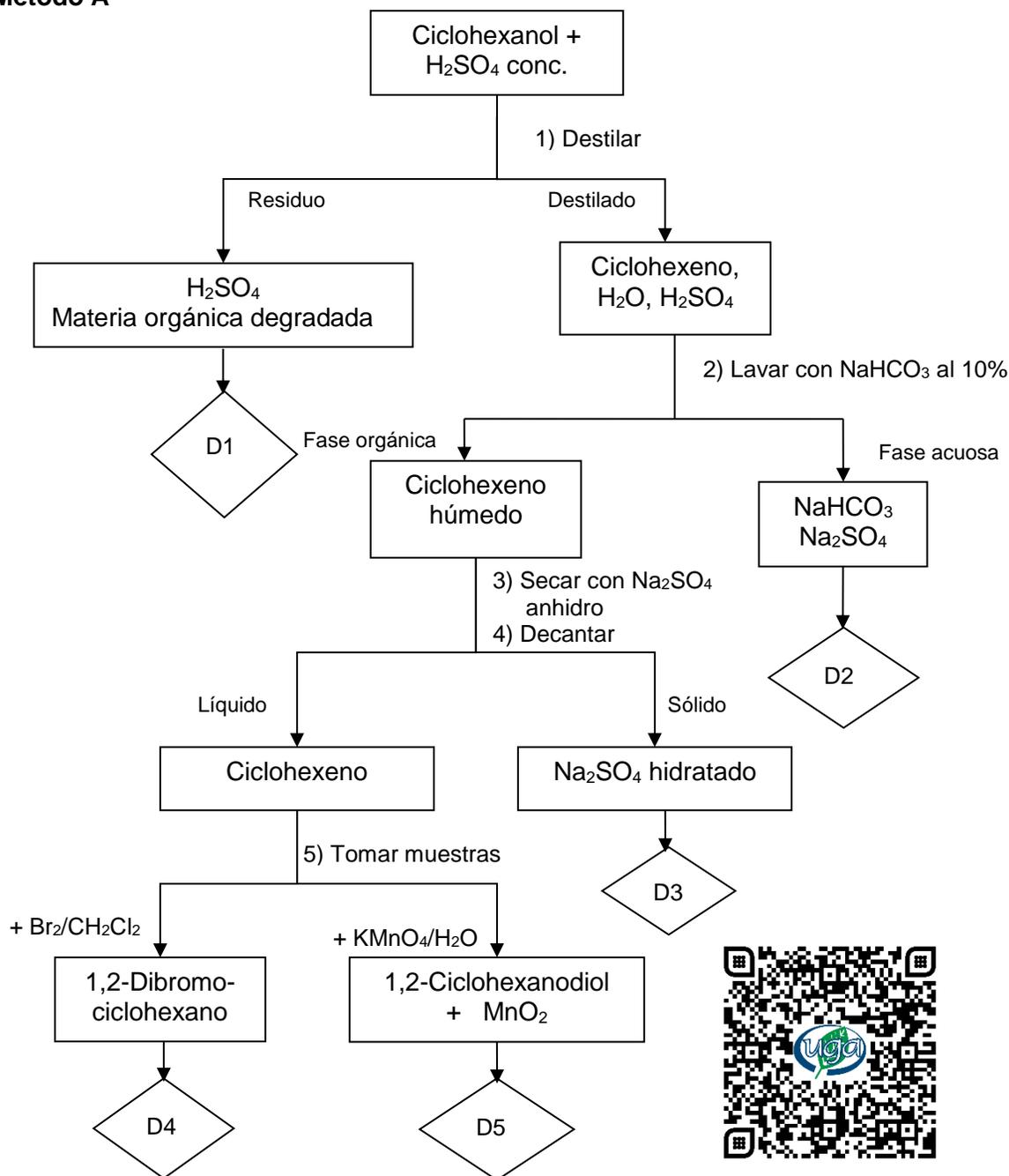
*Disolución acuosa de permanganato de potasio al 0.2%.* Colocar 2.0 g de permanganato de potasio y una barra magnética en un matraz aforado de 1.0 litro, aforar con agua destilada y agitar magnéticamente hasta la completa disolución del permanganato de potasio.

*Disolución de bicarbonato de sodio al 10 %.* Colocar 100 g de bicarbonato de sodio en un matraz aforado de 1.0 litro y una barra magnética, aforar con agua destilada y agitar magnéticamente hasta disolución total.

Apéndice III. Disposición de Residuos

OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO

Método A



D1: Separar fases, mandar a incineración la fase orgánica, utilizar la fase acuosa para neutralizar D2.

D2: Neutralizar con fase acuosa de D1, medir pH antes de desechar por el drenaje.

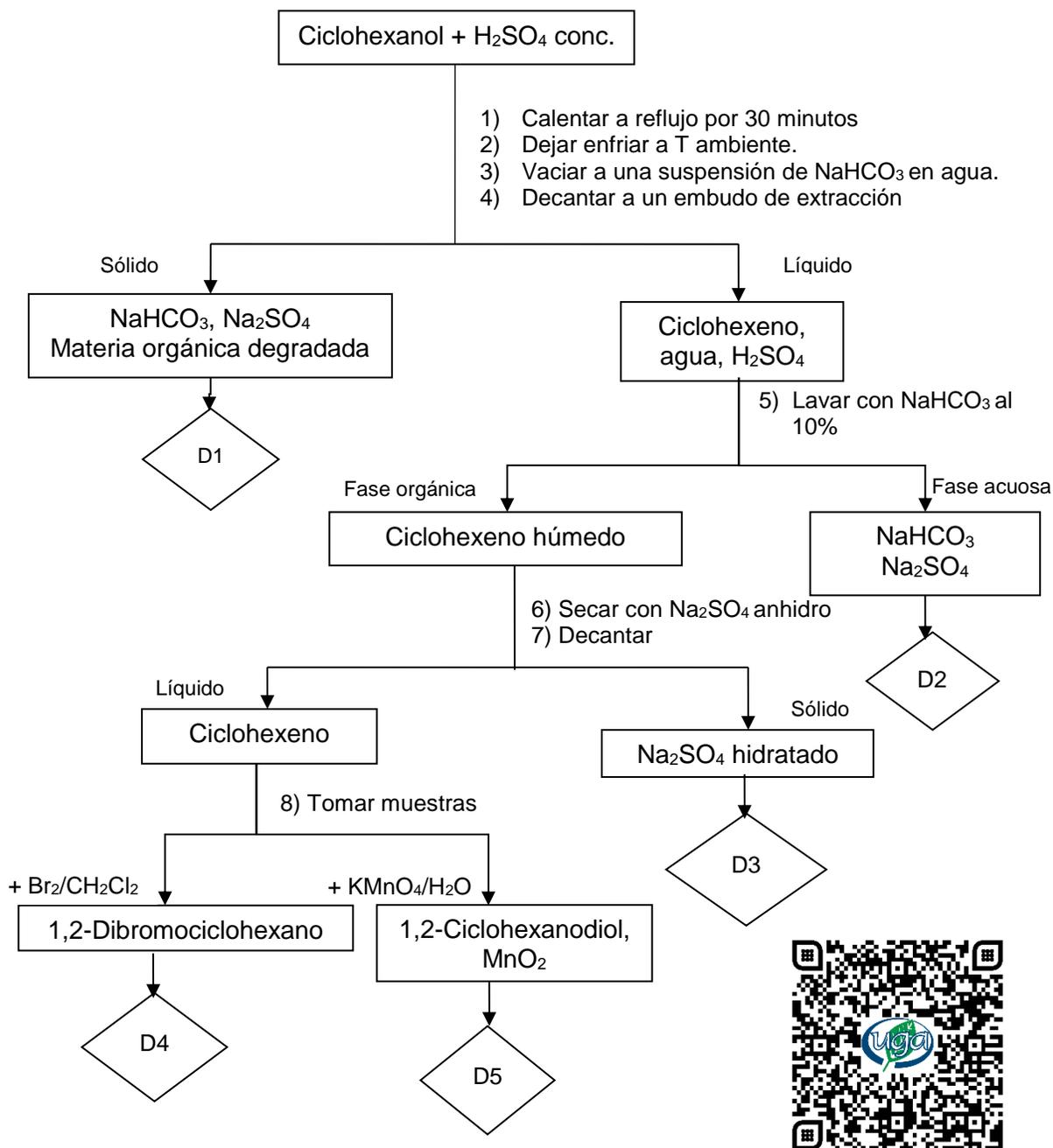
D3: Secar.

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

D5: Filtrar, confinar el sólido (MnO<sub>2</sub>), neutralizar el filtrado y desechar por el drenaje.

OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO

Método B



- D1: Filtrar, mandar a incineración el sólido. Neutralizar el filtrado y desechar por el drenaje.  
 D2: Neutralizar y desechar por el drenaje.  
 D3: Secar.  
 D4: Destilar para recuperar el disolvente, mandar a incineración el residuo.  
 D5: Filtrar, confinar el  $MnO_2$ , neutralizar el filtrado y desecharlo por el drenaje.



# COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

## PRÁCTICA 5. REACCIONES DE OXIDACIÓN DE ALCOHOLES

### OBTENCIÓN DE *n*-BUTIRALDEHÍDO

#### ➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Ejemplificar la síntesis de aldehídos alifáticos mediante la oxidación de alcoholes primarios usando un oxidante fuerte.
- Realizar una prueba de identificación cualitativa al aldehído obtenido.

#### ➤ PROBLEMA

Determinar las condiciones de reacción necesarias para obtener un aldehído a partir de un alcohol primario, utilizando un agente oxidante fuerte y verificar la obtención del aldehído mediante una prueba de identificación cualitativa.

#### ➤ REACTIVOS

<i>n</i> -Butanol	1.2 mL	Ácido sulfúrico concentrado	1.3 mL
Agua destilada	10 mL	Disolución etanólica ácida de 2,4-dinitrofenilhidrazina	0.5 mL
Dicromato de potasio	1.3 g		

#### ➤ EQUIPO

Balanza analítica
-------------------

#### ➤ MATERIAL

Agitador de vidrio	1	Parilla con agitación magnética	1
Barra de agitación magnética	1	Pinzas de tres dedos con nuez	3
Bomba de agua sumergible	1	Portatermómetro	1
Charola de plástico para pesar	1	Probeta graduada de 10 mL	1
Colector con oliva	1	Refrigerante con mangueras	1
Embudo de separación con tapón	1	Recipiente de peltre	1
Espátula	1	Recipiente de plástico	1
Grapas	2	"T" de destilación	1
Matraz redondo fondo plano de 25 mL	1	Termómetro	1
Matraz redondo fondo redondo de 25 mL	1	Tubo de ensayo de 12 X 75 mm	1
Matraz Erlenmeyer de 10 mL	1	Vaso de precipitados de 50 mL	1

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

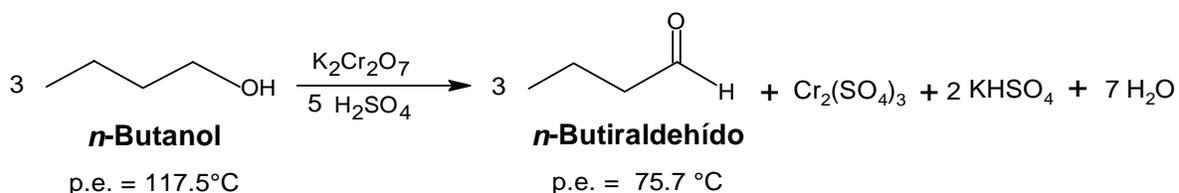


Tabla 1. Datos Estequiométricos

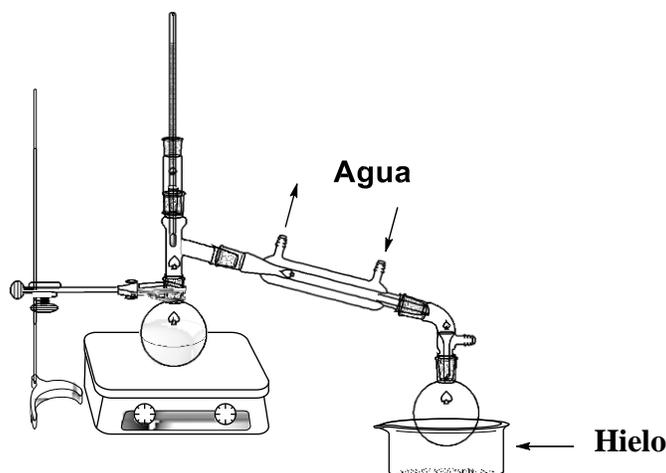
Sustancia	<i>n</i> -Butanol	Dicromato de potasio	Ácido sulfúrico concentrado	<i>n</i> -Butiraldehído
Masa molar (g/mol)				
Densidad (g/mL)				
Punto de fusión o de ebullición (°C)				
Cantidad inicial (mL o g)				
Moles iniciales				
Reactivo limitante				
Moles que reaccionan				
Moles teóricas finales				

**PRECAUCIÓN. Ácido sulfúrico concentrado: Es altamente corrosivo, provoca quemaduras graves en la piel y ojos. En caso de contacto con la sustancia, lavar con abundante agua durante 3-5 minutos, enseguida, enjuagar con disolución de NaHCO<sub>3</sub> al 10%.**

Procedimiento:

En un vaso de precipitados de 50 mL, disuelva 1.3 g de dicromato de potasio en 13 mL de agua destilada; añada lentamente, 1.3 mL de ácido sulfúrico concentrado en la campana (reacción exotérmica), agite cuidadosamente.

En un matraz redondo de fondo plano de 25 mL, coloque 1.2 mL de *n*-butanol y una barra de agitación magnética; coloque el matraz en un baño de hielo, espere unos minutos a que se enfríe el *n*-butanol y adicione lentamente la disolución ácida de dicromato de potasio; mantenga la mezcla de reacción uno o dos minutos en el baño de hielo, posteriormente, retire el baño de hielo, coloque el matraz sobre una parrilla y ensamble lo más rápido posible, un sistema de destilación simple (esquema 1).



Esquema 1

Caliente la mezcla de reacción con agitación magnética; colecte la fracción que destile por debajo de los 92°C en un matraz bola de fondo redondo, inmerso en un baño de hielo. Vacíe el destilado obtenido a un embudo de separación, separe la fase acuosa de la orgánica y seque ésta última con sulfato de sodio anhidro. Decante el *n*-butiraldehído obtenido en una probeta graduada para calcular el rendimiento de la reacción y realice la prueba de identificación.

### Prueba de identificación

En un tubo de ensayo coloque tres gotas del producto obtenido, adicione 5 gotas de una disolución de 2,4-dinitrofenilhidrazina y agite vigorosamente. Introduzca el tubo de ensayo en un baño de hielo y déjelo en reposo durante unos minutos. Anote sus observaciones.

### ➤ CUESTIONARIO

- 1) ¿En qué hechos experimentales se basa para asegurar que el alcohol se oxidó?
- 2) ¿El método empleado en este experimento se puede utilizar para sintetizar aldehídos a partir de cualquier alcohol 1ario? Explique.
- 3) ¿Qué podría ocurrir si no se hubiera destilado el producto al mismo tiempo que se llevaba a cabo la oxidación de *n*-butanol?
- 4) Escriba la ecuación de reacción completa de la prueba de identificación realizada al producto de la reacción efectuada. Indique el nombre y apariencia del producto orgánico obtenido en esta reacción.
- 5) En los espectros de infrarrojo del *n*-butanol y del *n*-butiraldehído, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 6) En los espectros de RMN<sup>1</sup>H del *n*-butanol y del *n*-butiraldehído, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

### ➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

A.I. Vogel, *A Textbook of Practical Organic Chemistry*, Longman, 4ta. Edición, Londres, 1978.

G. Brieger, *Química Orgánica Moderna. Curso Práctico de Laboratorio*, Ediciones del Castillo S. A., España, 1970.

R.T. Morrison y R.N. Boyd, *Química Orgánica*, Prentice Hall, 6ta. Edición, Estados Unidos, 1992.

A.S. Wingrove y R.L. Caret, *Química Orgánica*, 1era. Edición, Harla, 1984.

### Apéndice I. Conocimientos Previos

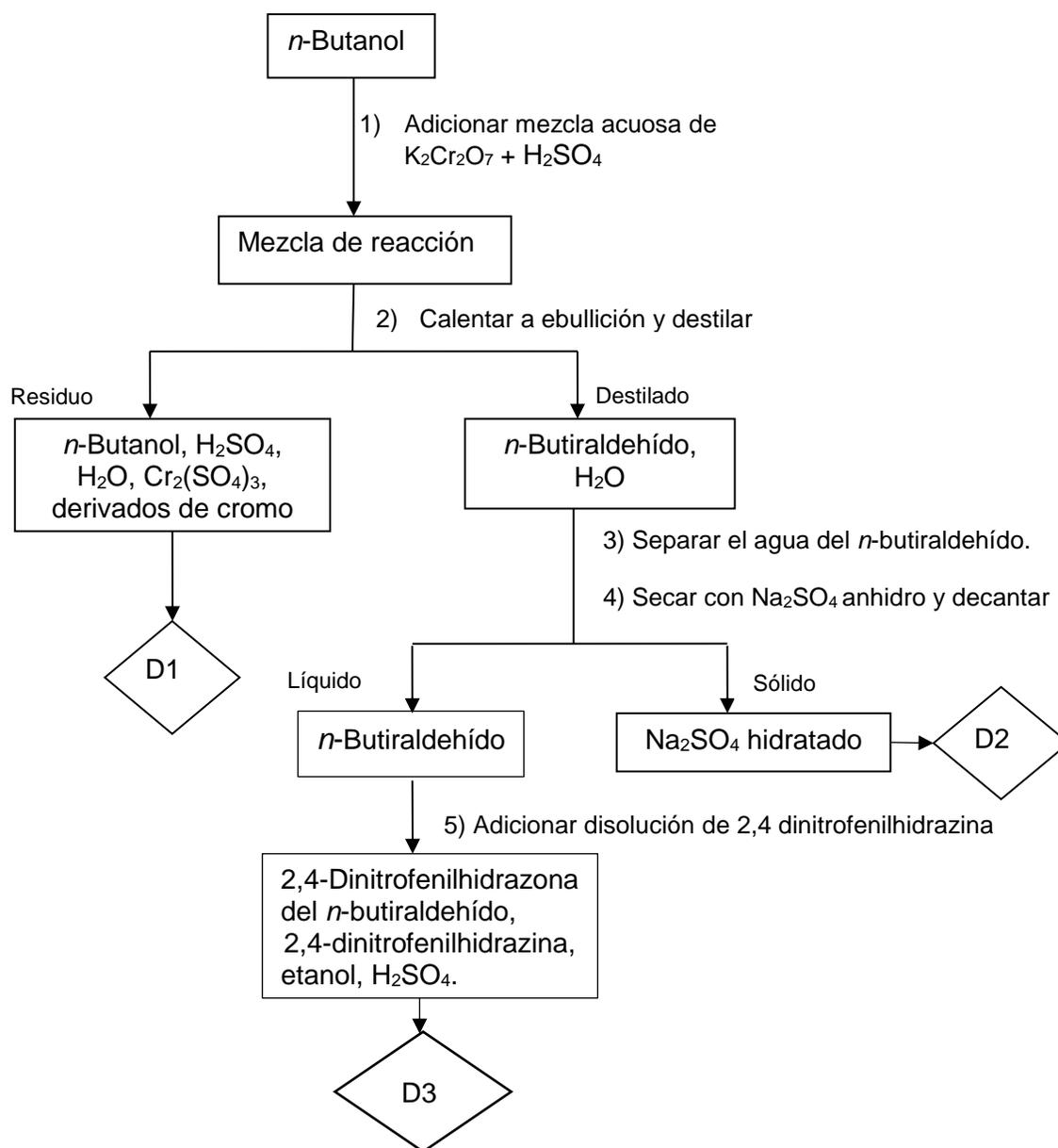
- a) Reacciones de oxidación de alcoholes a compuestos carbonílicos, ecuaciones de reacción generales, características y agentes oxidantes más utilizados para cada tipo de reacción.
- b) Condiciones estructurales y experimentales para oxidar alcoholes primarios a aldehídos utilizando oxidantes fuertes.
- c) Reacción de obtención de ácido crómico a partir de dicromato de potasio y ácido sulfúrico en disolución acuosa, ecuación de reacción, condiciones experimentales.
- d) Prueba de identificación de aldehídos y cetonas con 2,4-dinitrofenilhidrazina (prueba de Brady), ecuación general de la reacción, condiciones experimentales.

### Apéndice II. Preparación de reactivos

*Disolución de 2,4-dinitrofenilhidrazina.* En un matraz Erlenmeyer de 100 mL, se colocan 0.4 g de 2,4-dinitrofenilhidrazina, 3.0 mL de agua destilada y una barra magnética; se adicionan 12 mL de etanol y se agita magnéticamente hasta la completa disolución de la 2,4-dinitrofenilhidrazina; se adicionan 2.0 mL de ácido sulfúrico concentrado gota a gota, se agita hasta homogeneización de la disolución.

## Apéndice III. Disposición de Residuos

### OBTENCIÓN DE *n*-BUTIRALDEHÍDO



D1: Agregar bisulfito de sodio para pasar el Cr (VI) a Cr (III). Precipitar con disolución de NaOH, filtrar para separar el hidróxido de cromo, repetir la operación hasta que ya no se obtenga precipitado. El filtrado se neutraliza y se desecha por el drenaje. El  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  se manda a confinamiento controlado.

D2: Lavar con etanol, secar en la estufa y reutilizar.

D3: Filtrar, mandar los sólidos a incineración, neutralizar el filtrado con bicarbonato de sodio, tratarlo con carbón activado hasta la eliminación del color naranja, recuperar el etanol por destilación y mandar el residuo a incineración.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### PRÁCTICA 6. REACCIONES DE REDUCCIÓN DE CETONAS A ALCOHOLES

#### OBTENCIÓN DE BENCIDROL

##### ➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

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

##### ➤ PROBLEMA

Determinar, a través de cromatografía en capa fina, el progreso de la reacción de reducción de la benzofenona.

##### ➤ REACTIVOS

Benzofenona	0.16 g	Ácido clorhídrico al 10% v/v	3.0 mL
Borohidruro de sodio	0.1 g	Acetato de etilo	5.0 mL
Metanol	5.0 mL	Hexano	5.0 mL

##### ➤ EQUIPOS

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

##### ➤ MATERIAL

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

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### ➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

Reacción:

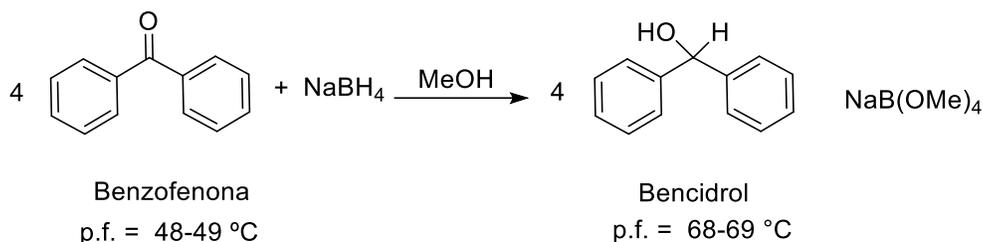


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>Benzofenona</i>	<i>Borohidruro de sodio</i>	<i>Bencidrol</i>
Masa molar (g/mol)			
Punto de fusión o de ebullición (°C)			
Cantidad inicial (mL o g)			
Moles iniciales			
Reactivo limitante			
Moles que reaccionan			
Moles teóricas finales			

Procedimiento:

Coloque 0.16 g de benzofenona en un matraz redondo de fondo plano de 25 mL, agregue 5 mL de metanol, introduzca una barra de agitación magnética y agite hasta la disolución completa de la benzofenona. Agregue poco a poco y bajo agitación magnética, 0.1 g de borohidruro de sodio; a continuación, caliente a reflujo durante 20 minutos.

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

Si en la ccf de la mezcla de reacción, se observa benzofenona sin reaccionar, caliente a reflujo durante 5 minutos más. Deje enfriar a temperatura ambiente la mezcla y transfírela a un matraz Erlenmeyer, adicione 5 mL de agua destilada y agite; acidule con ácido clorhídrico al 10% hasta pH ácido (1-4). Enfríe en baño de hielo, separe el sólido formado por filtración al vacío y lávelo con agua destilada. Deje el producto en el embudo Büchner con el vacío completamente abierto durante unos minutos, para que se seque lo más posible. Determine el punto de fusión y la masa del bencidrol obtenido para calcular el rendimiento.

### CUESTIONARIO

1. Además del borohidruro de sodio ¿qué otros agentes reductores podrían haberse utilizado para reducir la benzofenona a bencidrol? Escriba las ecuaciones de reacción con los agentes reductores propuestos y las condiciones experimentales requeridas.
2. Realice un dibujo de la cromatografía en capa fina de la mezcla de reacción, obtenida cuando ya se ha formado el producto y aún está presente el sustrato. Indique a que compuesto corresponde cada mancha y explique la razón de la diferencia entre los desplazamientos de ambas manchas en la cromatoplaca (diferencia de  $r_f$ 's).
3. En los espectros de infrarrojo de la benzofenona y del bencidrol, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
4. En los espectros de RMN<sup>1</sup>H de la benzofenona y del bencidrol, asigne a las señales principales, los protones correspondientes

### ➤ REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

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

A. Streitwieser y C. Heathcock, *Química Orgánica*, Editorial Interamericana, México, 1979.

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

A.I. Vogel, *A Textbook of Practical Organic Chemistry*, Longman, 4ta. edición, Londres, 1978.

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

### Apéndice I. Conocimientos Previos

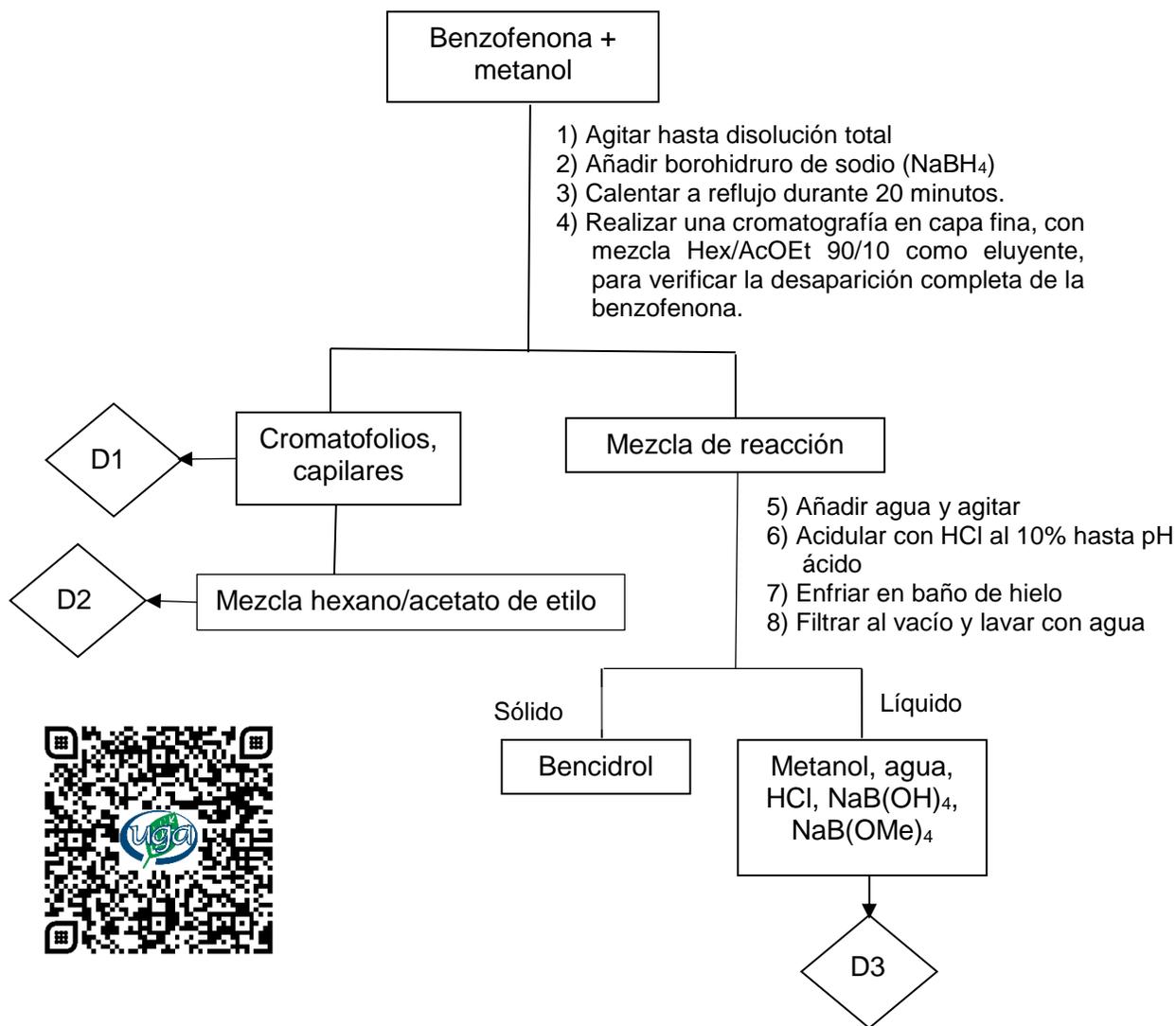
- a) Métodos de obtención de alcoholes por reducción de grupos carbonilo de aldehídos, cetonas, ácidos carboxílicos y ésteres; ecuaciones de reacción generales, características de cada reacción.
- b) Diferentes tipos de agentes reductores de compuestos carbonílicos a alcoholes, características y uso específico de cada agente reductor.
- c) Ejemplos de reacciones de reducción de aldehídos y cetonas, con los agentes reductores más utilizados.

### Apéndice II. Preparación de reactivos

*Disolución de ácido clorhídrico al 10 %.* En un matraz aforado de 1.0 litro, colocar 200 mL de agua destilada y una barra magnética; adicionar lentamente y con cuidado, 100 mL de ácido clorhídrico concentrado, agitar magnéticamente con moderación, aforar con agua destilada, tapar el matraz y agitar magnéticamente hasta homogenizar.

## Apéndice III. Disposición de Residuos

### OBTENCIÓN DE BENCIDROL



D1: Empacar para incineración.

D2: Separar mediante destilación fraccionada.

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

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### PRÁCTICA 7. REACCIONES DE CONDENSACIÓN ALDÓLICA

#### OBTENCIÓN DE DIBENZALACETONA y *p*-DIANISALACETONA

##### ➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- b) Ejemplificar una reacción de condensación aldólica cruzada
- b) Obtener dibenzalacetona o *p*-dianisalacetona, mediante una reacción de condensación aldólica cruzada dirigida.

##### ➤ PROBLEMA

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

##### ➤ REACTIVOS

Benzaldehído	0.3 mL	Etanol técnico	20 mL
<i>p</i> -Anisaldehído	0.35 mL	Ácido clorhídrico 1:1	1.0 mL
Acetona R.A.	0.1 mL	Acetato de etilo	2.0 mL
Hidróxido de sodio	0.25 g	Hexano	8.0 mL

##### ➤ EQUIPOS

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

##### ➤ MATERIAL

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

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### ➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

#### Reacciones:

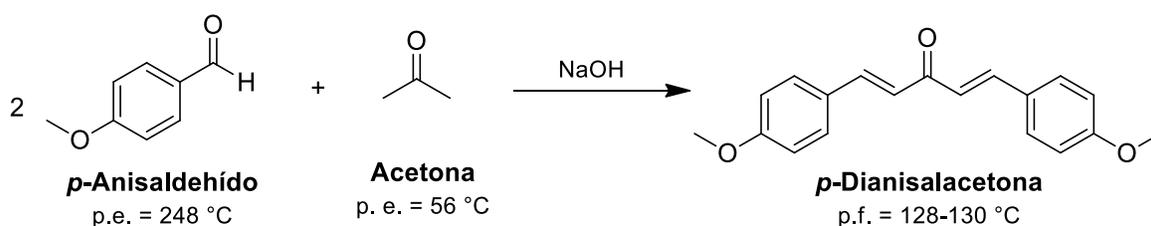
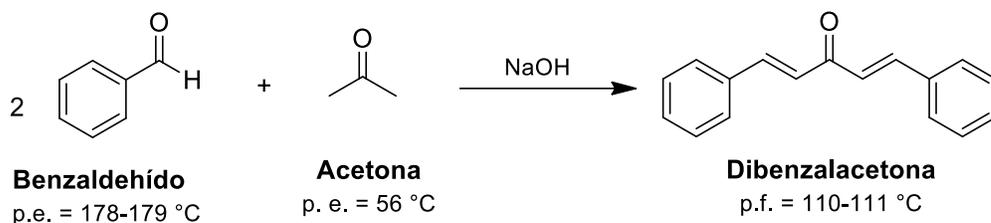


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>Benzaldehído o p-anisaldehído</i>	<i>Acetona</i>	<i>Hidróxido de sodio</i>	<i>Dibenzalacetona o p-dianisalacetona</i>
Masa molar (g/mol)				
Densidad (g/mL)				
Punto de fusión o de ebullición (°C)				
Cantidad inicial (mL o g)				
Moles iniciales				
Reactivo limitante				
Moles que reaccionan				
Moles teóricas finales				

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

### Procedimiento:

En un matraz Erlenmeyer de 50 mL, coloque aproximadamente 0.25 g de NaOH, introduzca una barra magnética y adicione 3 mL de agua destilada, agite magnéticamente hasta la completa disolución del NaOH; adicione 2 mL de etanol y agite. Agregue a la disolución, 0.3 mL de benzaldehído o 0.35 mL de *p*-anisaldehído y agite magnéticamente. Coloque el matraz en un baño de agua fría, introduzca un termómetro en la mezcla y deje que se enfríe a 20°C aproximadamente. A continuación, adicione gota a gota y lentamente con una suave agitación magnética, 0.1 mL de acetona. Retire el baño de agua; si el sustrato es benzaldehído, agite vigorosamente la mezcla de reacción a temperatura ambiente durante 20 a 25 minutos; si usó *p*-anisaldehído, agite a una temperatura de alrededor de 45 °C, durante 20 a 25 minutos.

Concluido el tiempo de reacción, enfríe en un baño de hielo. Filtre al vacío el precipitado formado, lávelo con agua fría, déjelo secar y recristalícelo de etanol (*nota*). Pese el producto purificado para calcular el rendimiento de la reacción y determine su punto de fusión. Realice la ccf del producto junto con la del aldehído utilizado, utilice como eluyente una mezcla hexano: acetato de etilo 80:20.

*Nota:* Si al llevar a cabo la recristalización, el color de la disolución se torna naranja, puede que se encuentre demasiado alcalina, por lo que será necesario agregar ácido clorhídrico diluido 1:1 hasta alcanzar un pH de 7. El color de la disolución debe ser amarillo claro.

### ➤ CUESTIONARIO

1. En las reacciones de condensación aldólica catalizadas por base, ¿mediante qué tipo de reacción se obtiene el compuesto  $\beta$ -hidroxi-carbonílico (aldol)? ¿qué especie actúa como nucleófilo y cómo se forma? Represente la formación del nucleófilo con una ecuación de reacción.
2. ¿Por qué los hidrógenos de los metilos de la acetona son relativamente ácidos?
3. Desarrolle el mecanismo de reacción completo de la síntesis de la dibenzalacetona o de la *p*-dianisalacetona.
4. Para obtener el rendimiento más alto posible de dibenzalacetona o de *p*-dianisalacetona ¿Cuál debe ser el orden de adición de los reactantes y cómo debe ser la forma de adicionarlos? ¿Por qué este orden y forma de adición promueven la obtención del producto deseado?
5. En los espectros de infrarrojo del benzaldehído o del *p*-anisaldehído, y de la dibenzalacetona o de la *p*-dianisalacetona, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
6. En los espectros de RMN<sup>1</sup>H del benzaldehído o del *p*-anisaldehído, y de la dibenzalacetona o de la *p*-dianisalacetona, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

### ➤ REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

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

R.J.W. CremLyn y R.H. Still, *Named and Miscellaneous Reactions in Organic Chemistry*, Heinman Educational Books Ltd, Londres, 1967.

J.W. Lehman, *Operational Organic Chemistry*, 3era edición, Prentice Hall, New Jersey, 1999.

J.R. Mohring y C.N. Hammond, *Experimental Organic Chemistry*, W.H. Freeman and Company, New York, 1997.

F.A. Carey, *Química Orgánica*, 6a. edición, Mc Graw Hill, Madrid, 2014.

L.G. Wade, *Química Orgánica*, 9a edición, Pearson, México, 2017.

### Apéndice I: Conocimientos Previos

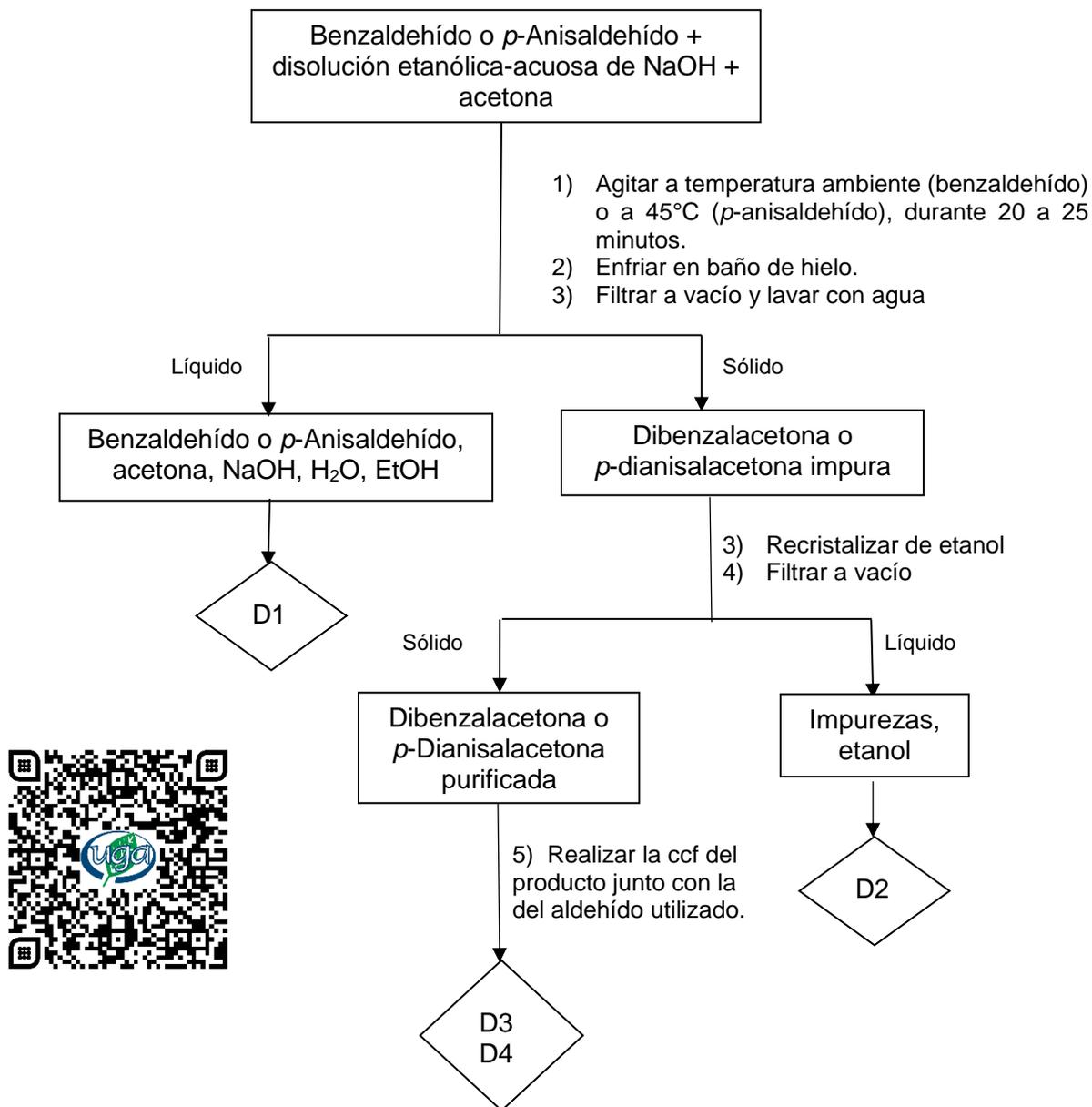
- Reacciones de condensación aldólica simple, características, mecanismo de reacción en medio básico, aplicaciones en síntesis orgánica.
- Reacciones de deshidratación de aldoles para obtener compuestos carbonílicos  $\alpha,\beta$ -insaturados, características, mecanismo en medio básico, aplicaciones sintéticas.
- Reacciones de condensación aldólica cruzada, características generales, condiciones experimentales para que las reacciones de este tipo tengan utilidad sintética.

### Apéndice II: Preparación de Reactivos:

*Disolución de ácido clorhídrico 1:1.* Colocar 500 mL de ácido clorhídrico concentrado en un matraz aforado de 1.0 litro y una barra magnética, aforar con agua destilada. Agitar hasta homogeneizar.

## Apéndice III: Disposición de Residuos

### OBTENCIÓN DE DIBENZALACETONA O DE *p*-DIANISALACETONA



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

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

D3: Capilares y cromatoplacas usados en la cromatografía en capa fina. Mandar a incineración.

D4: Mezcla hexano/acetato de etilo utilizado como eluyente de la cromatografía en capa fina. Separar mediante destilación fraccionada.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### PRÁCTICA 8A. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA DE ACILO TRANSESTERIFICACIÓN. GLICÓLISIS DEL POLIETILÉNTEREFTALATO

#### ➤ OBJETIVOS

- Llevar a cabo una reacción de transesterificación sobre un poliéster, para ilustrar las reacciones de sustitución nucleofílica en el acilo.
- Obtener tereftalato de bis-2-hidroxietilo (TBHE) a partir de polietiléntereftalato de envases (PET).
- Conocer un método de reciclaje químico del PET.

#### ➤ PROBLEMA

Determinar el rendimiento aproximado del proceso de reciclaje químico realizado.

#### ➤ REACTIVOS

PET de envases incoloro	1.0 g	Acetato de zinc	50 mg
Etilénglicol	10.0 mL		

#### ➤ EQUIPOS

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

#### ➤ MATERIAL

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

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### ➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

#### Reacción:

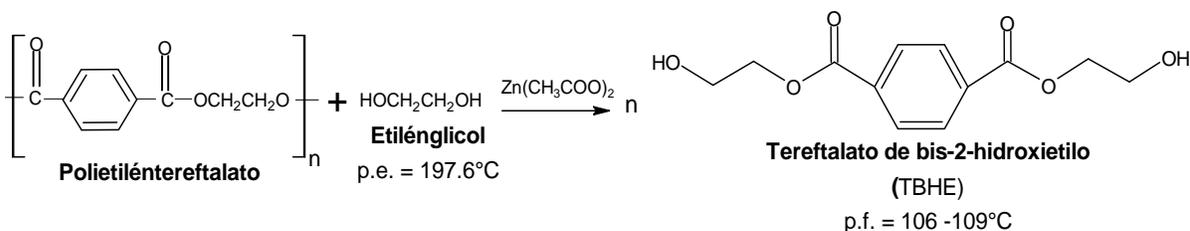


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	<i>Polietiléntereftalato</i>	<i>Etilénglicol</i>	<i>Tereftalato de bis-2-hidroxietilo</i>
Masa molar (g/mol)			
Densidad (g/mL)			
Punto de fusión o de ebullición (°C)			
Cantidad inicial (mL o g)			
Moles iniciales			
Reactivo limitante			
Moles que reaccionan			
Moles teóricas finales			

#### Procedimiento:

Coloque aproximadamente 1.0 g. de PET de envases incoloro finamente cortado (*nota 1*) en un matraz redondo fondo plano, adicione 7.0 mL de etilenglicol y 50 mg de acetato de zinc, introduzca una barra magnética. Caliente a reflujo la mezcla de reacción con agitación magnética durante 50 a 55 minutos. Al término de este tiempo, filtre por gravedad la mezcla de reacción caliente y lave los residuos sólidos con un poco de etilenglicol caliente (*nota 2*); deje enfriar el filtrado a temperatura ambiente. Enfríe en baño de hielo y aísle el sólido formado por filtración al vacío, lávelo con agua destilada. Deje el producto en el embudo Büchner con el vacío completamente abierto durante unos minutos, para que se seque lo más posible. Determine su masa y punto de fusión.

Dado que no es posible calcular el número de moles del polietiléntereftalato utilizado ya que se desconoce su MM promedio, se llevará a cabo una aproximación con el número total de unidades repetitivas del polímero, el cual se determinará utilizando la masa de la unidad repetitiva, que es de 192 g.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

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

Considerando que, en teoría, por cada unidad repetitiva del polietiléntereftalato se espera obtener una mol de tereftalato de bis-2-hidroxietilo (TBHE), calcule el rendimiento de la reacción con la siguiente ecuación:

$$\text{Rendimiento} = \frac{\text{Moles obtenidas de TBHE}}{\text{No. de unidades repetitivas del PET utilizado}} \times 100$$

*Notas:*

- 1) Cortar el PET en cuadros de aproximadamente 5 mm<sup>2</sup> o menos.
- 2) Unos 10 minutos antes de que concluya el tiempo de reacción, coloque sobre la parrilla un vaso de precipitados con etilenglicol (de 5 a 8 ml), para que este se encuentre a temperatura de punto de ebullición, al momento de utilizarlo para lavar los residuos sólidos obtenidos de la filtración por gravedad.

### ➤ CUESTIONARIO

- 1) ¿Cuál es la relación molar experimental entre el etilenglicol y el polietiléntereftalato en la reacción de glicólisis efectuada?
- 2) ¿Cuál es la función específica del acetato de zinc en la reacción realizada?
- 3) ¿Con qué propósito se filtró la mezcla de reacción por gravedad una vez terminado el tiempo de reflujo? ¿Qué sustancias se encontraban en el filtrado?
- 4) Una vez concluido el procedimiento experimental ¿En dónde quedó el etilenglicol y como lo recuperaría?
- 5) Proponga un mecanismo de reacción para la glicólisis del polietiléntereftalato con etilenglicol y acetato de zinc como catalizador.
- 6) En los espectros de infrarrojo del polietiléntereftalato, del etilenglicol y del TBHE, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 7) En los espectros de RMN<sup>1</sup>H del polietiléntereftalato, del etilenglicol y del TBHE, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

### ➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

F. Rodríguez, *Principles of Polymer Systems*, Mc Graw-Hill, Estados Unidos, 1970.

R.J. Fessenden y J.S. Fessenden, *Organic Chemistry*, Brooks/Cole Publishing Company, 5ta. edición, Estados Unidos, 1994.

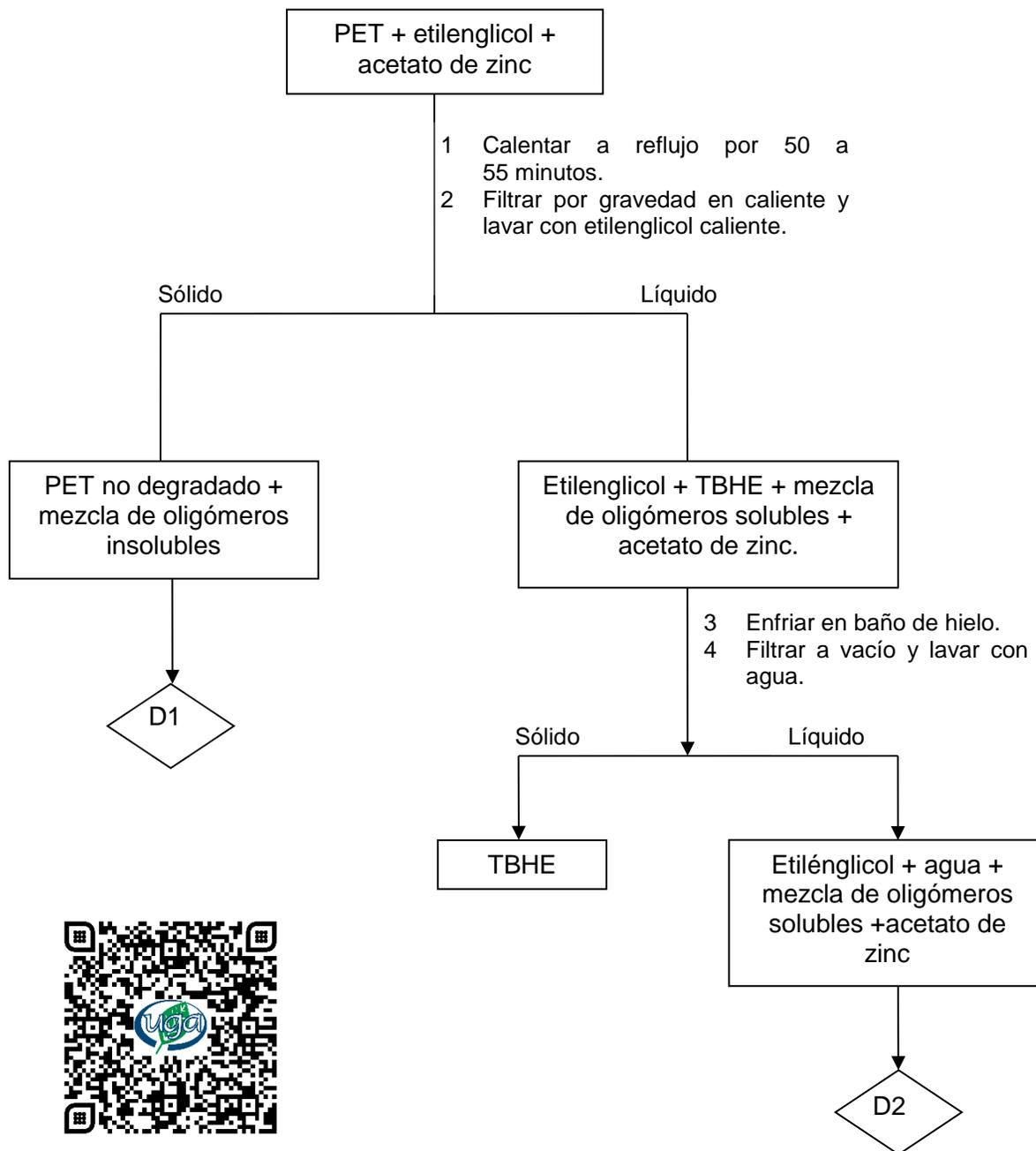
R.B. Seymour, *Polymers are Everywhere*, Journal of Chemical Education, 65, 1988, 327-334.

### Apéndice I: Conocimientos previos

- a) Reacción de transesterificación; características, condiciones de reacción experimentales, mecanismos en medio básico y con catálisis ácida.
- b) Características estructurales, propiedades físicas, y usos del polietiléntereftalato.
- c) Diferentes métodos de reciclaje químico del PET; características y condiciones experimentales de cada método.

## Apéndice III. Disposición de Residuos

### GLICÓLISIS DEL POLIETILÉNTEREFTALATO



D1: Reutilizar en otro ciclo de glicólisis.

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

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### PRÁCTICA 8B. REACCIONES DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA DE ACILO

#### OBTENCIÓN DE GLIPTAL Y POLIAMIDA

##### ➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

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

##### ➤ PROBLEMA

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

##### ➤ REACTIVOS

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

##### ➤ EQUIPO

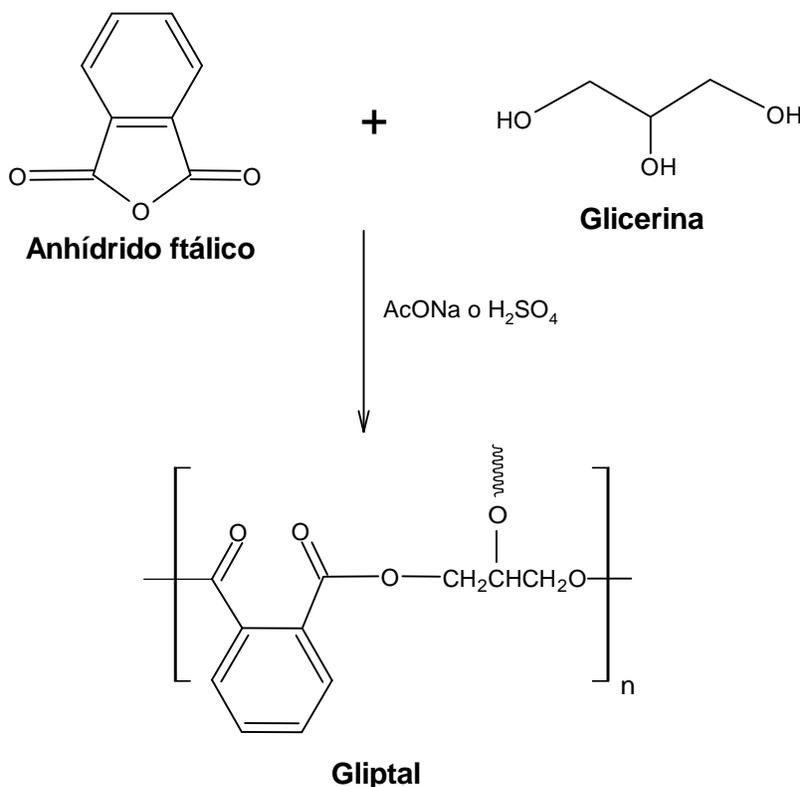
Balanza analítica
-------------------

##### ➤ MATERIAL

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

### ➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

#### Reacción 1. Síntesis de Gliptal:

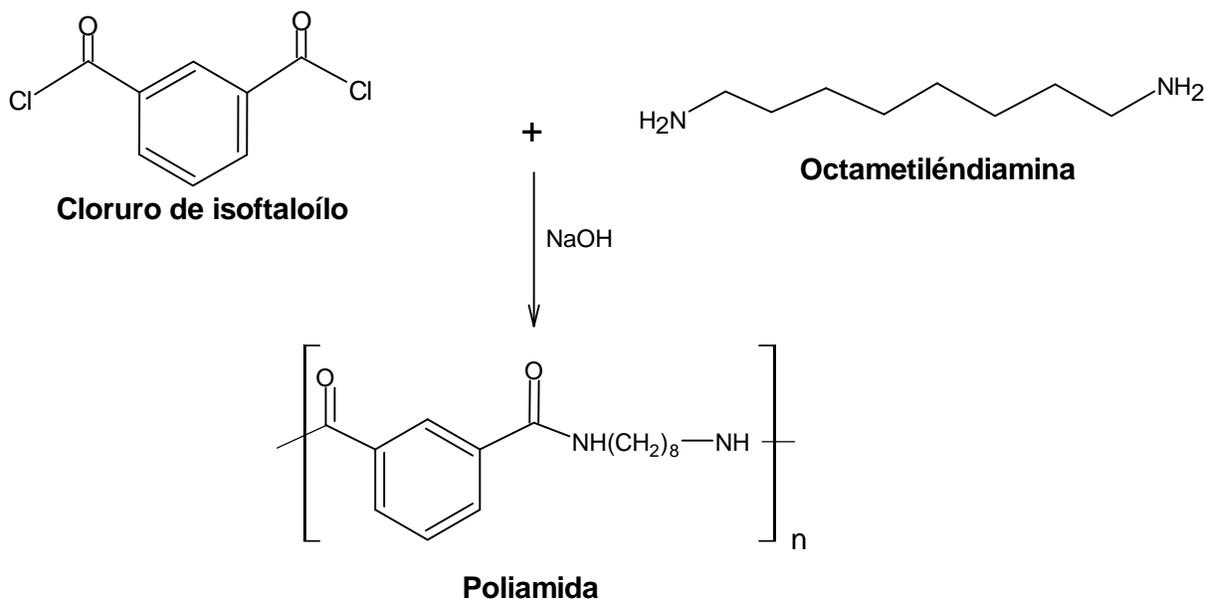


**PRECAUCIÓN. Ácido sulfúrico concentrado: Es altamente corrosivo, provoca quemaduras graves en la piel y ojos.**

#### Procedimiento:

En un tubo de ensayo, coloque 0.2 g de glicerina (aproximadamente 0.16 mL) con una pipeta beral, adicione 0.5 g de anhídrido ftálico pulverizado y 0.1 g de acetato de sodio también pulverizado, agite y agregue piedras de ebullición. Introduzca el tubo de ensayo dentro de un vaso de precipitados y coloque este sobre una parrilla de calentamiento (baño de aire). Caliente moderadamente; el anhídrido ftálico se fundirá y la mezcla comenzará a burbujear (se elimina agua durante la reacción). Caliente hasta obtener un sólido color ámbar. Repita la reacción utilizando como catalizador ácido sulfúrico concentrado (1 gota) en lugar de acetato de sodio. Compare los productos obtenidos en ambas reacciones.

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



### Procedimiento:

En un vaso de precipitados de 50 mL, prepare 2.5 mL de una disolución acuosa de octametiléndiamina al 5% m/v (*nota 1*); adicione 5 gotas de una disolución de hidróxido de sodio al 20% y agite. En otro vaso de precipitados de 50 mL, prepare 5 mL de una disolución de cloruro de isoftaloílo al 8% m/v en cloroformo o diclorometano. Coloque sobre la superficie de la disolución de octametiléndiamina una espátula delgada. Vierta lentamente la disolución de cloruro de isoftaloílo en forma de chorro fino sobre la disolución de octametiléndiamina, se formará una película de polímero en la interfase líquido-líquido, inmediatamente a su formación, inserte la espátula en él polímero y jale suavemente de manera que se forme una cuerda de poliamida, al mismo tiempo, continúe con la adición de la disolución de cloruro de isoftaloílo hasta que se agote; alargue la cuerda de poliamida lo más posible. Enjuague la cuerda con agua de la llave y póngala a secar en una toalla de papel. Con la espátula, agite vigorosamente el resto del sistema bifásico para formar más poliamida; decante el líquido y lave el polímero con agua, permita que se seque.

*Nota 1:* En lugar de octametiléndiamina se puede usar hexametiléndiamina.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

### Prueba para determinar el comportamiento al calor:

Deposite una muestra de cada polímero en una pequeña charola de papel aluminio, cada una. Coloque las charolas sobre una parrilla y caliente moderadamente. Una vez que el polímero se funda o se endurezca sin fundir según sea el caso, suspenda el calentamiento. Anote sus observaciones y clasifique a los polímeros de acuerdo con su comportamiento frente al calor.

### Apéndice I. Conocimientos Previos

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

### Apéndice II. Preparación de reactivos

*Disolución de hidróxido de sodio al 20 % m/v.* En un matraz aforado de 1 litro, colocar 750 mL de agua destilada y una barra magnética, adicionar en porciones y con agitación magnética moderada, 200 g de hidróxido de sodio en lentejas (PRECAUCIÓN, la disolución es exotérmica). Aforar con agua destilada y agitar hasta la completa disolución del hidróxido de sodio.

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

### ➤ CUESTIONARIO

- 1) Escriba la ecuación de reacción general de la obtención de ésteres a partir de anhídridos de ácido y alcoholes, mencione las características y condiciones experimentales de esta reacción. Desarrolle el mecanismo general correspondiente.
- 2) Escriba la ecuación de reacción general de la obtención de amidas a partir de haluros de acilo y aminas, mencione las características y condiciones experimentales de esta reacción. Desarrolle el mecanismo general correspondiente.
- 3) ¿Cuáles son las diferencias entre el gliptal y el polietilentereftalato respecto a su forma y comportamiento frente al calor?
- 4) ¿Cuáles son las diferencias estructurales entre el nylon 6,6 y el Kevlar?
- 5) Explique la diferencia entre los polímeros termoplásticos y los termofijos y mencione ejemplos de cada tipo.
- 6) ¿Cuál es la relación entre la forma de los polímeros obtenidos y su comportamiento frente al calor? Explique.

### ➤ REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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

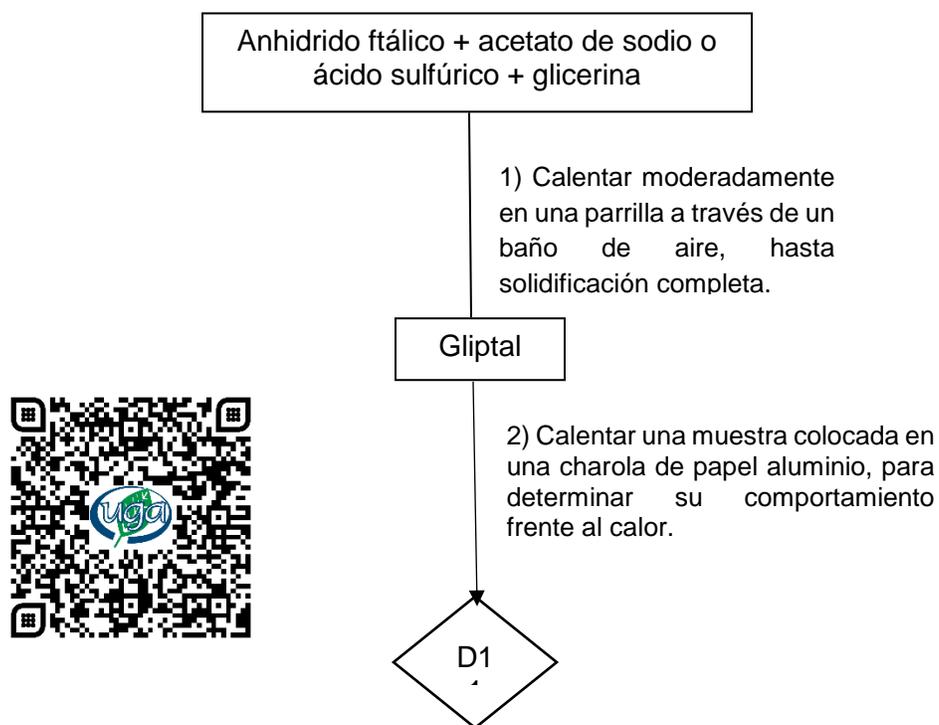
W.J. Roff y J.R. Scott, *Handbook of Common Polymers*, Ed. CRC, Florida, 1978.

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

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

## Apéndice III. Disposición de Residuos

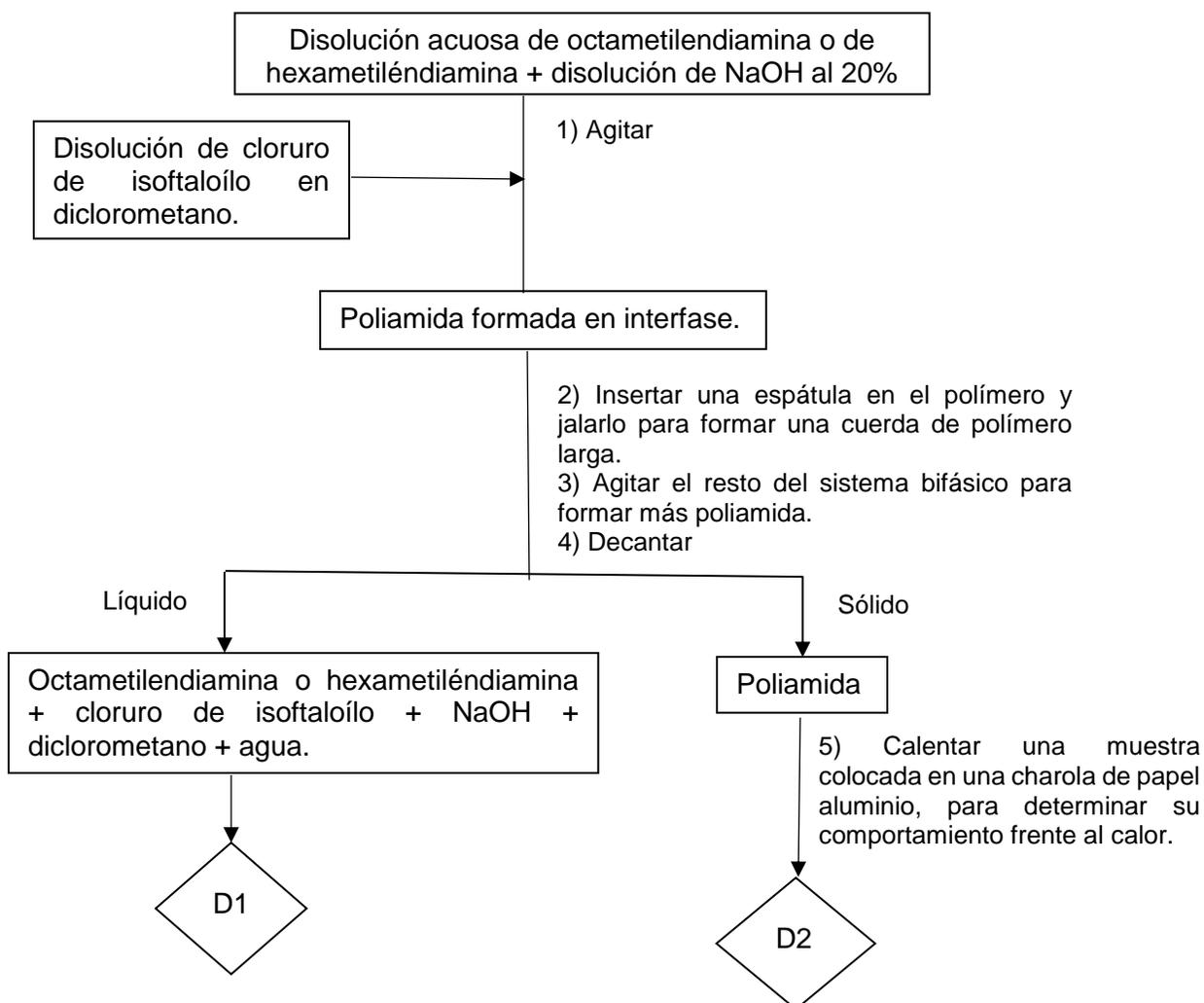
### SÍNTESIS DE GLIPTAL



D1: Confinar.

## Apéndice III. Disposición de Residuos

### Síntesis de poliamida



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

D2: Confinar.



# COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

## PRACTICA 9. SÍNTESIS DE AMINAS

### INTRODUCCIÓN A LA QUÍMICA SUSTENTABLE REACCIÓN DE AMINACIÓN REDUCTIVA DE ALDEHÍDOS

#### ➤ OBJETIVOS ACADÉMICOS

- Ejemplificar una reacción de aminación reductiva de aldehídos y cetonas.
- Sintetizar una amina secundaria mediante la aminación reductiva de un aldehído, utilizando una técnica basada en algunos de los principios de la química verde.

#### ➤ PROBLEMA

Identificar las características y operaciones del procedimiento experimental, que cumplen con algunos de los principios de la química verde y reconocer sus ventajas.

#### ➤ REACTIVOS

Benzaldehído	0.4 mL	Borohidruro de sodio	0.2 g
p-Anisaldehído	0.5 mL	Etanol técnico	35 mL
m-Nitroanilina	0.28 g		

#### ➤ EQUIPOS

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

#### ➤ MATERIAL

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

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

### ➤ DESARROLLO EXPERIMENTAL

#### Reacciones:

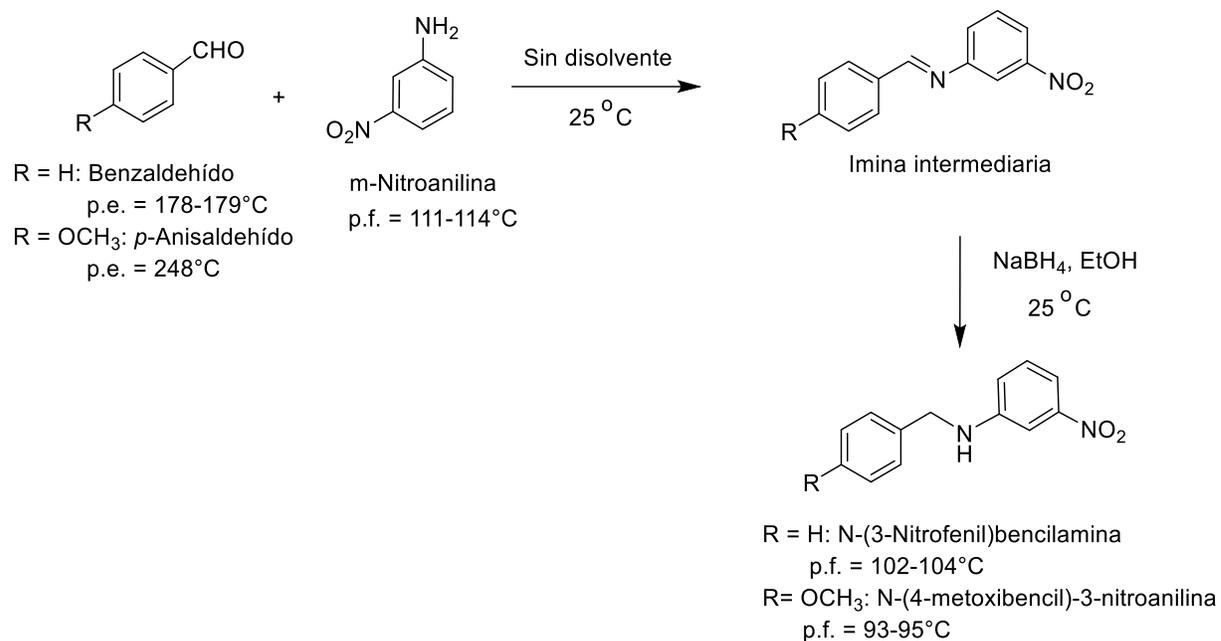


Tabla 1. Datos Estequiométricos

Sustancia	Benzaldehído o <i>p</i> -anisaldehído	<i>m</i> -Nitroanilina	Borohidruro de sodio	<i>N</i> -(3-Nitrofenil)bencilamina o <i>N</i> -(4-metoxibencil)-3- nitroanilina
Masa molar (g/mol)				
Densidad (g/mL)				
Punto de fusión o de ebullición (°C)				
Cantidad inicial (mL o g)				
Moles iniciales				
Reactivo limitante				
Moles que reaccionan				
Moles teóricas finales				

## COMPENDIO DE PRÁCTICAS DE QUÍMICA ORGÁNICA II (1412)

---

### Procedimiento:

Coloque en un vaso de precipitados, 0.28 g de 3-nitroanilina, adicione 0.4 mL de benzaldehído o 0.5 mL de *p*-anisaldehído y mezcle con un agitador de vidrio. Agite a temperatura ambiente durante aproximadamente 5 minutos (*nota*). Se formará un sólido amarillo que es la imina intermediaria.

A continuación, la imina obtenida se reduce a la amina correspondiente. Se adicionan 3 mL de etanol y se agita con la varilla de vidrio, en seguida se agregan en pequeñas porciones, 0.2 g de borohidruro de sodio; se agita la mezcla de reacción por un espacio de 10 a 15 minutos; se observará un cambio de coloración paulatino de amarillo a naranja. Adicione aproximadamente 7.0 mL de una mezcla hielo-agua o de agua helada y agite. Introduzca el vaso de precipitados en un baño de hielo para promover la completa precipitación de la amina, la cual se aísla por medio de filtración al vacío y se lava con agua helada. El producto crudo se puede purificar por medio de una recristalización con etanol como disolvente ideal. Se determina punto de fusión y rendimiento del producto crudo o del producto purificado.

*Nota:* Si utiliza *p*-anisaldehído, posiblemente se requiera más tiempo de agitación.

### ➤ CUESTIONARIO

- 1) ¿Qué tipo de reacción se lleva a cabo cuando se mezclan el aldehído y la amina?
- 2) Desarrolle el mecanismo de reacción para obtener la imina intermediaria a partir del aldehído utilizado y la 3-nitroanilina.
- 3) En lugar de borohidruro de sodio, ¿qué otros agentes reductores se pudieron haber utilizado para reducir a la imina?
- 4) Mencione por lo menos tres operaciones y/o condiciones de reacción del procedimiento realizado, que cumplen con alguno de los principios de la química verde y anote a que principio corresponde cada una.
- 5) En los espectros de infrarrojo del aldehído utilizado, de la 3-nitroanilina y de la amina secundaria obtenida, asigne a las bandas, los correspondientes enlaces de los grupos funcionales principales.
- 6) En los espectros de RMN<sup>1</sup>H del aldehído utilizado, de la 3-nitroanilina y de la amina secundaria obtenida, asigne a las señales principales, los protones correspondientes.

### ➤ REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

Touchette, K. M.; Reductive Amination: A Remarkable Experiment, for the Organic Laboratory, *Journal of Chemical Education*, **2006**, 83, [6], 929-930.

Merle, W. C.; Ciszewski, J. T.; Bhatti, M. M.; Swanson, W. F.; Wilson, A. M.; A Simple Secondary Amine Synthesis: Reductive Amination Using Sodium Triacetoxyborohydride, *Journal of Chemical Education*, **2000**, 77, [2], 270-271.

León-Cedeño, F.; Experiencias en la Implementación de las Técnicas de Química Verde (ó Química Sustentable), *Anuario Latinoamericano de Educación Química*, **XXIV**, **2008-2009**, 133-143.

Abdel-Magid, F.; Carson, K. G.; Harris, B. D.; Maryanoff, C. A.; and Shah, R. D.; Reductive Amination of Aldehydes and Ketones with Sodium Triacetoxyborohydride. Studies on Direct and Indirect Reductive Amination Procedures, *Journal of Organic Chemistry*, **1996**, 61, 3849-3862.

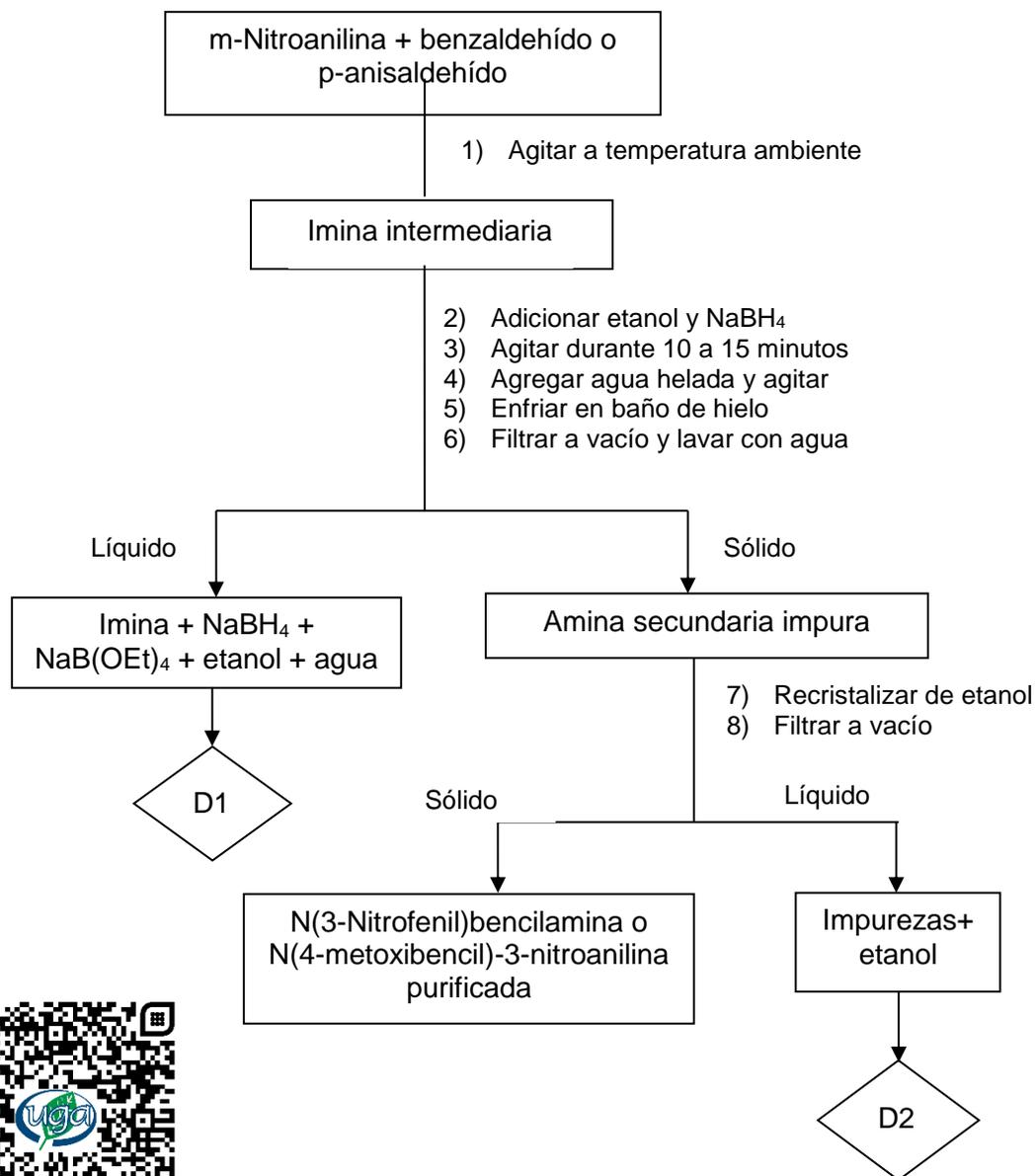
Cho, T.; and Kang, S. K.; Direct and Indirect Reductive Amination of Aldehydes and Ketones with Solid Acid-Activated Sodium Borohydride under Solvent-Free Conditions, *Tetrahedron*, **2005**, 61, 5725-5734.

### Apéndice I. Conocimientos previos

- a) Síntesis de aminas mediante aminación reductiva de aldehídos y cetonas, características, condiciones experimentales de la reacción, mecanismo general.
- b) Diferentes agentes reductores para reducir a la imina, oxima o sal de iminio intermediaria de la reacción de aminación reductiva; características de cada agente reductor.
- c) Química verde, filosofía y sus doce principios.
- d) Cálculos para determinar la eficiencia de un proceso químico: eficiencia atómica teórica, eficiencia atómica experimental, coeficiente de factor ambiental (CEf).

## Apéndice III. Disposición de Residuos

### AMINACIÓN REDUCTIVA DE UN ALDEHÍDO



D1: Filtrar, mandar los sólidos a incineración. Destilar el filtrado para recuperar el etanol, reservar el residuo.

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

**PRACTICA 10. PRUEBA PILOTO**

**Coordinador: Dr Andrés Aguilar Grande**