



BENÉMERITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA
VICERRECTORÍA DE DOCENCIA
DIRECCIÓN GENERAL DE EDUCACIÓN SUPERIOR
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS



LICENCIATURA EN FARMACIA

ÁREA: QUÍMICA ORGÁNICA

ASIGNATURA: LABORATORIO DE
QUÍMICA ORGÁNICA II

CÓDIGO: FARM-008 L

ELABORADO POR:

Dra. Blanca Martha Cabrera Vivas
Quím. Gerardo Durán Espinosa
Dra. Carmen Ma. González
Álvarez
Quím. Lucio Gutiérrez García
Dr. René Gutiérrez Pérez
M. en C. Guadalupe Hernández
Téllez

M. en C. Macario Martínez
Barragán
Dra. Ruth Meléndrez Luévano
Dra. Socorro Meza Reyes
Dra. Sara Montiel Smith
M. en C. Aarón Pérez Benítez
Dra. Leticia Quintero Cortés
Dr. Jesús Sandoval Ramírez
Dr. José Luis Vega Báez

AGOSTO 2009

Índice

- Presentación general del curso
- Objetivo general del curso
- Contenido
- Metodología
-
- Evaluación
- Bibliografía
- Medidas de seguridad en el laboratorio

PRESENTACIÓN GENERAL DEL CURSO

El área específica de Química Orgánica de la Facultad de Ciencias Químicas de la BUAP, coadyuva, entre otras cosas, a la formación profesional a nivel licenciatura de los egresados de los tres colegios que integran la facultad: Colegio de Químicos, Colegio de Químicofarmacobiólogos y Colegio de Farmacia. Independientemente de la formación profesional que el estudiante seleccione, en el mapa curricular de estos tres colegios, el estudiante tiene al menos tres cursos teóricos de química orgánica, cuya finalidad es el estudio de las funciones orgánicas, y cada curso teórico, tiene su correspondiente curso práctico.

El contenido de este tercer curso práctico, más que reflejar el comportamiento químico de las funciones orgánicas que comprende el curso teórico, busca que el estudiante se introduzca en un ambiente similar al que encontrará en algún laboratorio, ya sea cuando establezca relación laboral o continúe estudios de postgrado, al realizar la obtención de un determinado

compuesto, a partir de materias primas de fácil adquisición, por medio de una serie de reacciones consecutivas.

El cursar un laboratorio, a través de un proceso de reacciones consecutivas, para la obtención de un determinado producto, aunada a una metodología en donde el estudiante es el centro del proceso de aprendizaje y enseñanza al:

- ✧ Aplicar e interrelacionar conocimientos adquiridos en otras áreas,
- ✧ Entender e interpretar lecturas científicas, por medio de la investigación
- ✧ Desarrollar su criticidad.
- ✧ Reafirmar su autoconfianza, al verse obligado a toma determinaciones en el desarrollo y progreso de su trabajo

OBJETIVO GENERAL DEL CURSO

Coadyuvar al desarrollo, en el estudiante, de las habilidades de: lectura y escritura científica, reflexión, análisis y síntesis al correlacionar y comprender que las importantes manifestaciones químicas, físicas y de aplicación que tienen los compuestos orgánicos, se deben al estadio estático y dinámico de su constitución, configuración y conformación atómica-molecular; habilidades que le permitirán, acorde a los tiempos en que se desarrolle, dar solución eficiente a los problemas profesionales que se le presenten, buscando siempre el beneficio social.

OBJETIVOS PARTICULARES:

- Introducir al estudiante a uno de los campos más interesantes de la química orgánica como es la "Síntesis Orgánica".
- Comprender la naturaleza experimental de la química a través de la predicción, recolección y organización de datos, al identificar y controlar determinadas variables del comportamiento de las sustancias.
- Comprender que la información que tenemos acerca de la química, así como los principios teóricos que se imparten en el aula, generalmente fueron resultado de experiencias en el laboratorio.

- Comprender los principios teóricos que sirven de base a cada una de las reacciones
- Identificar y clasificar las reacciones químicas más comunes en que participan las moléculas orgánicas.
- Utilizar adecuadamente la terminología empleada en las reacciones orgánicas.
- Representar gráficamente los mecanismos de reacción y productos de transformación de las moléculas orgánicas.
- Identificar y clasificar la reactividad de los grupos funcionales presentes en las moléculas orgánicas.
- Preparar en el laboratorio compuestos conocidos y sencillos de cierta utilidad o que demuestren un principio teórico.
- Correlacionar la estructura con las propiedades químicas en compuestos orgánicos.
- Elaborar hipótesis acerca del comportamiento y reactividad de las moléculas orgánicas, en base a los conocimientos adquiridos.
- Aprender las precauciones que se han de tomar en la realización de cada reacción
- Aprender que las sustancias químicas deben ser manejadas apropiada y cuidadosamente.
- Aprenderá a establecer criterios de seguridad en el laboratorio.
- Aprender a actuar pensando en la seguridad personal y en el de las personas que lo rodean.
- Adquiere el hábito de llegar al laboratorio con una comprensión de lo que va a hacer.
- Adquiere la costumbre de llevar una anotación ordenada de datos y operaciones de cada una de las prácticas
- Incrementará su habilidad en el manejo de las sustancias, ya que el producto obtenido, le servirá como materia prima para la siguiente transformación química,
- Reafirmará sus conocimientos sobre estequiometría, al determina la cantidad de reactivos a utilizar en cada práctica

- Aprenderá a decidir, con base en la interpretación de la técnica, el equipo que debe emplear para la síntesis de un determinado compuesto.
- Explicará una reacción química, a partir de comprender y entender lo que pasa dentro de un matraz de reacción.
- Aprenderá a darle seriedad a su trabajo a través del ordenamiento de datos y observaciones realizadas durante el desarrollo de una reacción.
- Aprenderá a hacer los cálculos pertinentes para la obtención de rendimiento teórico y práctico
- Desarrollará su habilidad para hacer el seguimiento cromatográfico de una reacción
- Aprenderá a juzgar el papel primordial que las diferentes técnicas generales utilizadas en la separación y purificación de compuestos orgánicos, juegan en una determinada reacción química.
- Seleccionará la técnica más adecuada para la identificación del producto.
- Explicará, en qué perjudica o ayuda al medio ambiente la realización de determinada reacción.
- Comprenderá que el aprendizaje es una actividad individual y personal; pero al mismo tiempo entender la necesidad que se tiene de que este aprendizaje se socialice.

CONTENIDO

Son incontables las secuencias de reacciones que se pueden proponer de manera consecutiva para la obtención de un determinado compuesto, sin embargo hay que tener en cuenta en el diseño del proceso una serie de comentarios, entre otros:

- La capacidad, dedicación y compromiso del personal docente,
- La infraestructura del laboratorio en cuanto a equipo, material, reactivos, campana de extracción, vacío, etc.
- Perfil del egresado,
- Filosofía de la institución.

Teniendo en cuenta los comentarios anteriores, el contenido de este curso, es en lo general, la obtención de una serie de colorantes azoicos,

partiendo de benceno, se propone seguir la secuencia de reacciones siguientes:

METODOLOGÍA

Que el estudiante sea el centro de atención en la acción de aprendizaje. Para lograrlo se propone:

a) ACTIVIDADES DIDÁCTICAS

- Se recomienda un máximo de 20 estudiantes,
- Se conforman equipos de trabajo de 2 o 3 estudiantes para realizar una determinada secuencia de reacciones,
- Se realizan seminarios teórico - prácticos, previos a la práctica programada, presentados por cada equipo de trabajo.

b) ACTIVIDADES DEL ESTUDIANTE

Es necesario que antes del inicio de una nueva reacción en la secuencia de la síntesis se realice un seminario, como requisito para poder continuar, con los integrantes de cada uno de los equipos, el contenido de cada seminario, se integrará a través de una investigación asesorada y dirigida por el docente, el seminario contendrá dos partes esenciales:

PARTE TEÓRICA, en la que se discutirán:

1. Reacción general que se efectuará,
2. Propiedades físicas y tóxicas, de reactivos y productos,
3. Mecanismo de la reacción,
4. Otros.

PARTE EXPERIMENTAL, en la que se puede discutir:

1. Equipo adecuado para la realización de la práctica,
2. Condiciones de la reacción,
3. Tiempo de la reacción,
4. ¿Cómo determinar las cantidades de reactivos por utilizar?
5. Técnicas para la separación y purificación del producto,
6. Técnicas para la identificación del producto,
7. Tratamiento de los desechos de la reacción
8. Cálculos para obtener el rendimiento teórico y/o práctico.
9. Cuestionario
10. Otros.

CRITERIOS DE EVALUACIÓN

La evaluación se hará con base en la calificación obtenida a través del cumplimiento de los siguientes puntos:

- a) asistencia
- b) exposición
- c) participación en seminarios y práctica
- d) trabajo en grupo
- e) reporte.

El cumplimiento de cada punto le corresponde el 10 %, y por otra parte equivale el 25 % a los siguientes puntos:

- a) Libreta personal
- b) Examen

La calificación del laboratorio le corresponde el 20 % de la calificación final para aprobar la materia.

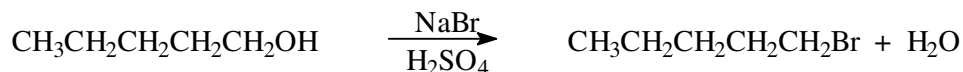
OBTENCIÓN DEL BROMURO DE n-BUTILO

INTRODUCCIÓN:

Los halogenuros de alquilo son compuestos muy valiosos en síntesis orgánicas, utilizándose para la obtención de ácidos, alcoholes, aldehídos, cetonas, nitrilos, aminas, etc.

Los halogenuros de alquilo pueden obtenerse por reacción de alcoholes con ácido clorhídrico, ácido bromhídrico y ácido yodhídrico, lo mismo que pentacloruro y tricloruro de fósforo rojo. Los yoduros de alquilo no pueden sintetizarse con el triyoduro de fósforo porque es inestable, y no puede almacenarse, pero puede generarse in situ (mezcla de reacción), mediante la reacción del fósforo y el yodo.

REACCIÓN:



OBJETIVOS PARTICULARES:

- Realizar la síntesis de n-butilo a través de una reacción de sustitución nucleofílica.
- Reconocer la función de cada reactivo y del disolvente.
- Aplicar los conceptos de sustituciones nucleofílicas ($\text{S}_{\text{N}}1$, $\text{S}_{\text{N}}2$).
- Realizar el tratamiento correspondiente a las sustancias de desecho para contribuir a la seguridad personal y del medio ambiente.

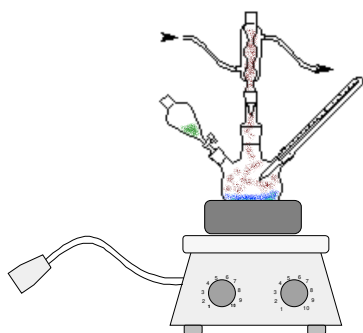
PROCEDIMIENTO:

En un matraz redondo de 100 mL se colocan 3.5 mL de agua y con cuidado, agitando y enfriando exteriormente, se añade primero 3.5 mL de ácido sulfúrico y después 3.7 mL de alcohol n-butílico. Se agita el matraz para mezclar bien los líquidos y a esta mezcla se le adiciona 4.1 g de bromuro de sodio.

El matraz redondo se conecta a un refrigerante en posición de reflujo y se calienta suavemente, con agitación, removiendo la mezcla hasta que se disuelva la mayor cantidad posible del bromuro de sodio. Después se calienta

la mezcla a reflujo. Empezando la reacción se nota la separación de dos capas. Se mantiene el reflujo durante 45 minutos, pasado ese tiempo se adapta el matraz a un aparato de destilación simple.

La mezcla de reacción se destila y se colecta en un matraz erlenmeyer. Se da por terminada la destilación cuando deja de destilar un líquido de aspecto aceitoso (mezcla de bromuro de n-butilo-agua) y ya solo destila agua. Todo el destilado se pasa a un embudo de separación y se decanta la capa inferior de bromuro de n-butilo. El bromuro de n-butilo se lava con 10 mL de una solución de NaOH al 10% y posteriormente se lava con 10 mL de agua destilada. Se seca con cloruro de calcio anhidro, se mide el volumen recolectado y se calcula el rendimiento.



REACTIVOS:

- Ácido sulfúrico 3.5 mL
- Alcohol n-butílico 3.7 mL
- Bromuro de sodio 4.1 g
- NaOH al 10%
- Cloruro de calcio

MATERIAL:

- matraz redondo de 100 mL
- 1 refrigerante recto
- matraz erlenmeyer

IDENTIFICACIÓN:

PRUEBA DE BEILSTEIN.

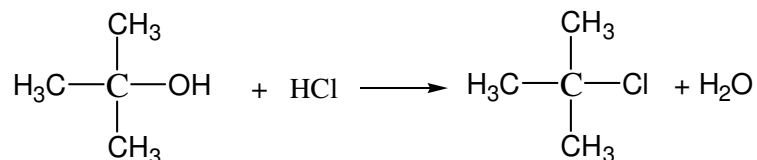
En el extremo de un alambre de cobre se forma un anillo pequeño y se calienta en la llama de un mechero de Bunsen hasta que la llama quede de su color natural. Se enfría el alambre, el anillo se introduce en el bromuro de n-butilo obtenido, tomando un poco y se calienta en la orilla de la llama del mechero. Una llama verde indica la presencia de halógenos.

SOLUCIÓN DE NITRATO DE PLATA.

En un tubo de ensayo se colocan 2 mL de una solución etanólica de nitrato de plata al 2% y se le añade una gota del bromuro de n-butilo obtenido, la formación de un precipitado muestra la presencia de halógenos.

OBTENCIÓN DEL CLORURO DE t-BUTILO

REACCIÓN:



INTRODUCCIÓN:

Los halogenuros de alquilo pueden obtenerse mediante una reacción de alcoholes con ácido clorhídrico, pentacloruro y tricloruro de fósforo o cloruro de tionilo. El mecanismo de reacción puede ser de sustitución nucleofílica bimolecular o unimolecular, lo que significa que la velocidad de la reacción y el rendimiento depende de que el alcohol empleado sea primario, secundario o terciario.

OBJETIVO PARTICULARES:

- Realizar la síntesis de cloruro de t-butilo a través de una reacción de sustitución nucleofílica monomolecular.
- Reconocer la función de cada reactivo y del disolvente.
- Aplicar los conceptos de sustituciones nucleofílicas (S_N1 , S_N2) para diferenciarlos.
- Realizar el tratamiento correspondiente a las sustancias de desecho para contribuir a la seguridad personal y del medio ambiente.

PROCEDIMIENTO:

En un embudo de separación de 125 mL, se colocan 3 mL de alcohol t-butílico (0.0325 mol) y 11 mL de ácido clorhídrico concentrado. Sin tapar el embudo se mueve suavemente, dando al líquido un movimiento de rotación. Después de 2 minutos aproximadamente, se tapa el embudo, se invierte y se abre la llave un momento para igualar la presión con la del exterior. Después se agita el embudo durante unos 8 minutos abriendo la llave a intervalos, para evitar que aumente la presión.

Finalmente se coloca el embudo en un arillo sujeto a un soporte y se deja en reposo hasta que las dos capas se separen y queden completamente claras. La capa acuosa inferior se desecha (tenga en cuenta las densidades del producto y del ácido); y el cloruro de t-butilo que queda se lava con 10 mL de una solución saturada de bicarbonato de sodio, se agita suavemente el embudo destapado hasta que cesa el burbujeo, se tapa y se invierte cuidadosamente abriendo la llave un instante para igualar la presión.

Finalmente se desecha la capa inferior de bicarbonato y el cloruro de t-butilo se lava 2 veces con porciones de 15 mL de agua cada una. Se seca con cloruro de calcio y se mide el volumen para calcular el rendimiento.

REACTIVOS:

3 mL Alcohol t-butílico
11 mL Ácido clorhídrico
Solución saturada de
Bicarbonato de sodio

MATERIAL:

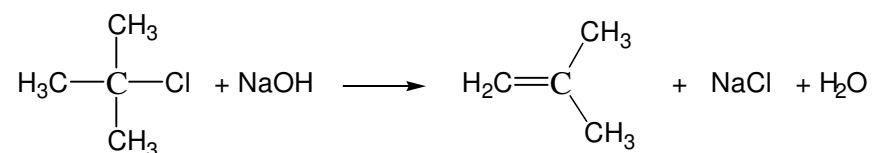
1 embudo de separación
1 probeta
2 vasos precipitados

SINTESIS DE 2-METILPROPENO

INTRODUCCIÓN:

Los alquenos se pueden obtener entre otros métodos, mediante reacciones de eliminación de alcoholes y halogenuros de alquilo terciarios utilizando bases fuertes.

REACCIÓN:



OBJETIVO PARTICULARES:

- Obtener el 2-metilpropeno mediante una reacción de eliminación (E1, E2).
- Reconocer la función de cada reactivo y aprender a identificar enlaces múltiples.

PROCEDIMIENTO:

En un matraz erlenmeyer se agrega el cloruro de t-butilo obtenido y 10 mL de una solución de NaOH al 10% y agitarlo. Tape el matraz con un tapón de hule provisto de un tubo de desprendimiento cuyo extremo esté sumergido en una solución de Br₂ / CCl₄. Caliente con una parrilla, observará un burbujeo debido al desprendimiento gaseoso del 2-metilpropeno. Identificación de 2-metilpropeno: Se identifica el 2-metilpropeno con la solución de Br₂ / CCl₄. Una prueba positiva para el doble enlace del 2-metilpropeno será la desaparición de la coloración de la solución de Br₂ / CCl₄.

REACTIVOS:

10 mL Hidróxido de sodio en
solución al 10%
10 mL Bromo en tetracloruro de
carbono
Cloruro de sodio solución al 20%

MATERIAL:

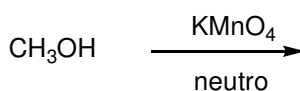
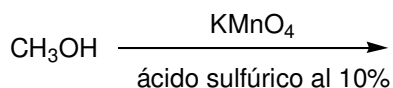
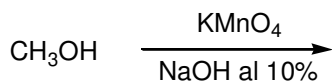
1 matraz erlenmeyer
1 refrigerante esmerilado
1 tubo de ensaye
1 conexión de vidrio para
desprendimiento de gases con
tapones de hule.

OXIDACIÓN DE METANOL CON PERMANGANATO POTÁSICO A DIFERENTES pH

INTRODUCCIÓN:

Generalmente, la velocidad de oxidación de los alcoholes varía no solo con la naturaleza y la concentración del alcohol y del agente oxidante, sino también con la temperatura y con la acidez o basicidad de las soluciones. El permanganato potásico es el reactivo oxidante preferido para estos ensayos, debido a lo fácil que es observar los cambios que acompañan a la reacción, sobre todo el del color. Es eficaz en soluciones ácidas, básicas o neutras y se puede controlar su fuerza oxidante entre límites muy amplios por regulación del pH.

REACCIÓN:



OBJETIVO PARTICULARES:

- Efectuar la reacción entre el metanol y el permanganato de potasio en diferente medio, con la finalidad de observar cuales son las mejores condiciones de reacción para efectuar la oxidación.
- Reconocer la función que tiene el medio ácido, neutro y básico en la oxidación.
- Aplicar los conceptos de oxidaciones y reducciones.
- Realizar el tratamiento correspondiente a las sustancias de desecho para contribuir a la seguridad personal y del medio ambiente.

PROCEDIMIENTO:

La solución para los ensayos se prepara disolviendo 1 mL de metanol en 9 mL de agua. En 3 tubos de ensaye se ponen 3 mL de esta mezcla. El primer tubo se alcaliniza con una gota de solución de NaOH al 10%, el segundo tubo se acidula con una gota de ácido sulfúrico al 10% y el tercero se deja neutro. A cada tubo se le añaden 2 gotas de una solución de permanganato potásico al 0.3% y se dejan en reposo y observándolos durante 2 minutos. Entonces, si es necesario, se calientan para que la reacción se produzca.

Obsérvese el orden en que se reduce el permanganato en cada tubo.

REACTIVOS:

1 mL Metanol
Solución de NaOH al 10%
Ácido sulfúrico al 10%
Permanganato potásico al 0.3%

MATERIAL:

2 vasos de precipitados de 50 mL
3 tubos de ensaye

DIFERENCIACIÓN DE UN ALCOHOL PRIMARIO, SECUNDARIO Y TERCIARIO MEDIANTE REACCIONES DE OXIDACIÓN

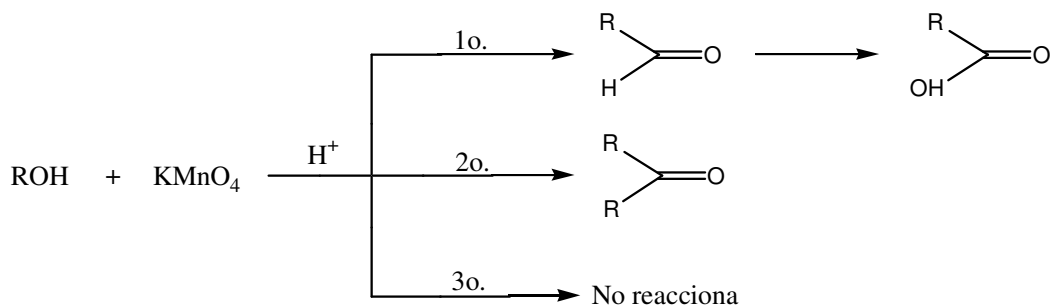
INTRODUCCIÓN:

Una de las reacciones más valiosas de los alcoholes es su oxidación para dar compuestos carbonílicos, reacción que es la opuesta de la reducción de un compuesto carbonílico para dar un alcohol.

Los alcoholes primarios y secundarios son también agentes reductores moderados y son oxidados por muchos agentes oxidantes comunes. Los alcoholes primarios se oxidan en dos pasos, primero a aldehídos y después a ácidos carboxílicos. Los alcoholes secundarios se oxidan a cetonas y la estructura de los alcoholes terciarios imposibilita que se oxiden excepto en condiciones tan drásticas (agentes fuertemente oxidante y temperaturas elevadas) que sean capaces de producir la ruptura de los enlaces C-C por oxidación. En soluciones fuertemente ácidas, los alcoholes terciarios dan a veces resultado positivo frente a los agentes oxidantes, debido al carácter reductor del alqueno formado por deshidratación del alcohol terciario.

El permanganato potásico en ácido acético ha sido usado para diferenciar alcoholes sencillos de tipo primario, secundario y terciario. En las condiciones de prueba, reaccionan los alcoholes primarios y secundarios, pero los alcoholes terciarios no reaccionan.

REACCIÓN:



OBJETIVO PARTICULARES:

- Efectuar en el laboratorio pruebas características de alcoholes y fenoles.
- Conocer pruebas químicas que permitan diferenciar un alcohol de un fenol.

- c) Realizar pruebas que permitan diferenciar entre alcoholes primarios, secundarios y terciarios.
- d) Aplicar los conceptos de oxidaciones y reducciones a compuestos orgánicos.
- e) Realizar el tratamiento correspondiente a las sustancias de desecho para contribuir a la seguridad personal y del medio ambiente.

PROCEDIMIENTO:

Colocar tres tubos de ensaye en una gradilla, cada tubo deberá de estar etiquetado con las letras A, B y C respectivamente. A cada tubo se le añade un mL de ácido acético glacial y una gota de muestra A, B y C según corresponda. Se le adicionan 2 gotas de una solución de permanganato de potasio y se agitan vigorosamente, se observa la coloración de la mezcla de cada tubo: la mezcla que conserva el color del permanganato de potasio no ha reaccionado, por lo que se trata de un alcohol _____. A las dos muestras que si reaccionaron, es decir que desapareció el color del permanganato de potasio (Alcohol primario y secundario)

Se les añade nuevamente una solución de permanganato de potasio gota a gota con agitación vigorosa hasta que permanezca el color morado del permanganato de potasio, se agrega una gota de ácido sulfúrico concentrado a cada tubo y se le continúa adicionando la solución de permanganato de potasio, si no hay cambio en la coloración de la muestra, se trata de un alcohol _____ y por el contrario si hay cambio de coloración se trata de un alcohol _____.

REACTIVOS:

Muestras desconocidas A, B y C
(ROH 1º, 2º y 3º)
Ácido acético glacial 1 mL
Solución de permanganato de
potasio

MATERIAL:

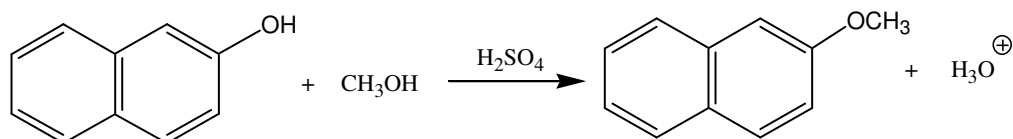
2 vasos de precipitados de 50 mL
3 tubos de ensaye
1 gradilla

OBTENCIÓN DE NEROLINA (ETER β-NAFTIL METÍLICO)

INTRODUCCIÓN:

Se trata de una reacción de sustitución nucleofílica bimolecular a un carbono saturado. El sustrato orgánico es un alcohol, por lo tanto el ataque del nucleófilo (naftol) al carbono electrofílico provocaría la salida de un grupo saliente ineficaz (OH^- base ligeramente fuerte). Por tal motivo se agrega medio ácido para que el hidroxilo se protone y ahora el que funcione como buen grupo saliente sea el agua.

REACCIÓN:



OBJETIVO PARTICULARES:

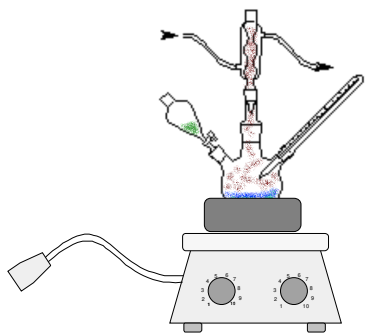
- Obtener un éter asimétrico a partir de la deshidratación de dos alcoholes.
- Investigar el mecanismo de reacción de esta reacción.
- Reconocer la función de cada reactivo, del disolvente y las reacciones competitivas que ocurren durante esta reacción.
- Aplicar los conceptos de sustituciones nucleofílicas ($\text{S}_{\text{N}}1$, $\text{S}_{\text{N}}2$).
- Realizar el tratamiento correspondiente a las sustancias de desecho para contribuir a la seguridad personal y del medio ambiente.

PROCEDIMIENTO:

En un matraz de bola de 100 mL provisto de un refrigerante, agregue 1 g de naftol, 12.5 mL de metanol y 2.5 mL de H_2SO_4 concentrado. Caliente la mezcla a reflujo durante una hora. Terminado el calentamiento vierta la mezcla reaccionante en 20 mL de agua helada para que precipite el éter. Se filtra el precipitado en un embudo de vidrio con un papel filtro previamente pesado y se lava dos veces con pequeñas porciones de agua helada.

Notas:

1.- ¡Cuidado! el ácido sulfúrico concentrado causa severas quemaduras. Use lentes de protección, y mantenga la agitación durante cada adición.



REACTIVOS:

1 g Naftol
12.5 mL Alcohol metílico
2.5 mL Ácido sulfúrico
concentrado
35.0 mL Hidróxido de sodio al
5%

MATERIAL:

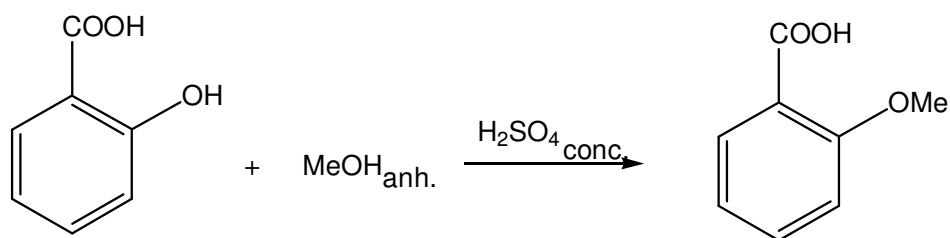
1 matraz redondo de 100 mL
1 refrigerante recto
2 vasos de precipitados
embudo de vidrio

OBTENCIÓN DE SALICILATO DE METILO

INTRODUCCIÓN:

Se trata de una reacción de S_N2 a un carbono saturado. El sustrato orgánico es un alcohol, por lo tanto el ataque del nucleófilo (ácido salicílico) al carbono electrofílico debe realizarse una vez que el $-OH$ haya sido protonado. Se puede observar la diferencia en reactividad del $-OH$ de un fenol y el $-OH$ de un ácido carboxílico

REACCIÓN:



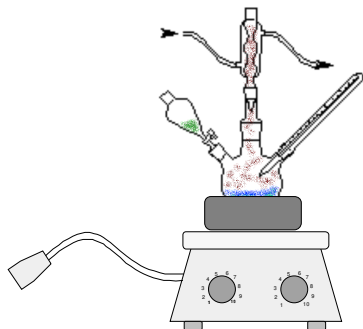
OBJETIVO PARTICULARES:

- Obtención de un éter asimétrico aromático a partir de un fenol y metanol.
- Revisar las propiedades químicas de éteres, alcoholes y fenoles.
- Recordar los mecanismos S_N1 , S_N2 y compararlos.
- Reconocer la función de cada reactivo y del disolvente.
- Realizar el tratamiento correspondiente a las sustancias de desecho para contribuir a la seguridad personal y del medio ambiente.

PROCEDIMIENTO:

En un matraz redondo coloque el ácido salicílico y el metanol anhidro, añada, con precaución, 1 mL de ácido sulfúrico concentrado. Acondicione un refrigerante a reflujo y caliente la mezcla en baño maría destile el exceso de metanol, deje enfriar la mezcla y viértala sobre 40 mL de agua helada.

Separe la capa inferior (éster) lávela con 5.0 mL de solución concentrada de bicarbonato de sodio y luego con 2 porciones de cloruro de sodio en solución saturado. Seque el éster con sulfato de magnesio o de sodio anhidro, fíltrelo y destílelo en un matraz de 100 mL, p.e. a presión ambiente 221-224° C.



REACTIVOS:

4.6 g Ácido salicílico
21 mL Metanol anhidro
1 mL Ácido sulfúrico
concentrado
4.0 mL Solución concentrada de
bicarbonato de sodio
Cloruro de sodio en solución
saturada
Sulfato de magnesio o sodio
anhidro

MATERIAL:

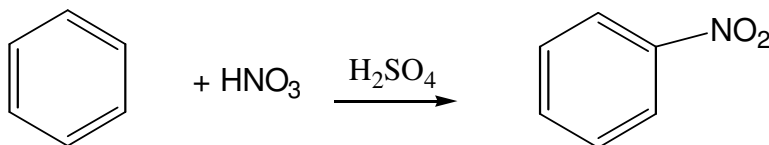
1 matraz redondo de 100 mL
1 refrigerante
1 vaso de precipitado de 250 mL
1 embudo de separación
1 matraz colector

OBTENCIÓN DEL NITROBENCENO

INTRODUCCIÓN:

La nitración es un procedimiento que consiste en la sustitución de un hidrógeno por un grupo nitro generado por la mezcla nitrante que se forma en el medio de reacción. La nitración de los compuestos aromáticos sigue un mecanismo de sustitución electrofílica aromática. Una sustitución electrofílica aromática es aquella que principia por el ataque al anillo aromático de un electrófilo (especie con deficiencia electrónica) para dar a la formación de un ión bencenonio.

REACCIÓN:



OBJETIVO PARTICULARES:

- a) Realizar la síntesis de nitrobenzono mediante una reacción de sustitución
- b) Reconocer la función de cada reactivo y del disolvente.
- c) Fortalecer las habilidades prácticas de los estudiantes en el proceso de purificación de compuestos orgánicos.
- d) Aplicar los conceptos de sustitución electrofílica aromática en el benceno (S_{EA}).
- e) Realizar el tratamiento correspondiente a las sustancias de desecho para contribuir a la seguridad personal y del medio ambiente.

PROCEDIMIENTO:

En un matraz de bola de 100 mL se agregan 5 mL de ácido sulfúrico, sobre este ácido agregar gota a gota, con agitación y enfriamiento 4.5 mL de ácido nítrico, de esta manera se obtiene la mezcla nitrante.

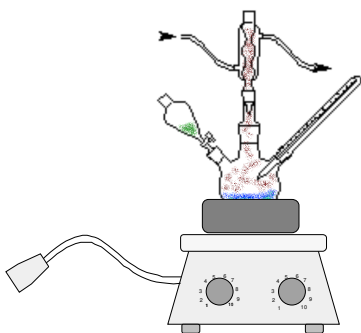
En un embudo de adición se colocan 3.5 mL de benceno y se añaden gota a gota a la mezcla nitrante con movimiento rotatorio del matraz en forma continua, y controlando que la temperatura no exceda de una temperatura que se encuentre en el rango entre 50° a 60° C (temperatura que pueda soportar la

palma de la mano). Si la temperatura se eleva a más de 60° C, el matraz deberá enfriarse sumergiéndolo en un baño de agua fría.

Terminada la adición del benceno, se le pone al matraz un refrigerante en posición de reflujo y se calienta en baño maría, manteniendo la temperatura a 60° durante media hora, al cabo del cual se habrán separado dos capas. Esta mezcla se deja enfriar y se coloca en un embudo de separación, dejándolo reposar durante unos minutos hasta la separación de las capas. La capa inferior contiene la mezcla sulfonítrica y la superior el nitrobenceno. El nitrobenceno se lava dos veces con agua, 2 veces con hidróxido de sodio al 5% y por último dos veces con agua (utilice porciones de 10 mL cada vez).

El nitrobenceno se transfiere a un matraz erlenmeyer y se le añade cloruro de calcio anhidro (para secar) hasta que el líquido adquiera transparencia, entonces se decanta y se mide el volumen de nitrobenceno para calcular el rendimiento experimental.

NOTA: El nitrobenceno y sus vapores son tóxicos, evite el contacto con la piel.



REACTIVOS:

4.5 mL Ácido nítrico concentrado
5 mL Ácido sulfúrico concentrado
3.5 mL Benceno
10 mL Hidróxido de sodio al 5%,
8.0 mL Solución saturada de cloruro de sodio
1.0 g Cloruro de calcio anhidro

MATERIAL:

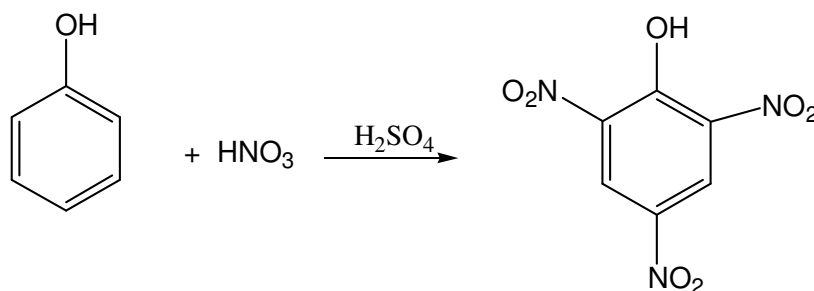
Matraz de balón de 100 mL
Refrigerante
Vaso de precipitados de 250 mL
Embudo de separación
Matraz erlenmeyer de 50 mL
Termómetro
Embudo de tallo largo

OBTENCIÓN DE ÁCIDO PICRICO

INTRODUCCIÓN:

La polisustitución es un procedimiento que puede lograrse con anillos aromáticos sustituidos con grupos donadores de electrones que activen el benceno. Para la nitración del fenol se sigue un mecanismo de sustitución electrofílica aromática, igual que para el benceno, solo que ahora se realiza una triple sustitución debido a que el fenol es más reactivo que el benceno y hace más reactivas las posiciones orto y para con respecto al hidroxilo del fenol.

REACCIÓN:



OBJETIVO PARTICULARES:

- Realizar la síntesis de ácido pícrico mediante una reacción de sustitución electrofílica aromática a un derivado del benceno.
- Observar las diferencias que existen en la reacción de nitración del benceno y de un anillo aromático activado como es el fenol.
- Reconocer la función de cada reactivo y del disolvente.
- Recordar los conceptos de sustitución electrofílica aromática y aplicarlos a bencenos sustituidos.
- Realizar el tratamiento correspondiente a las sustancias de desecho para contribuir a la seguridad personal y del medio ambiente.

PROCEDIMIENTO:

En un matraz erlenmeyer se prepara una mezcla que contenga 0.074 moles de ácido sulfúrico, con una densidad =1.84 (sacar mL) y se le adicionan gota a gota agitando y enfriando 0.089 moles de ácido nítrico con densidad=1.42 (sacar mL).

En un vaso de precipitado de 50 mL. se pesan 0.0022 moles de fenol y se disuelven en 0.074 moles de ácido sulfúrico. Esta solución se agrega gota a gota sobre la mezcla nitrante.

El matraz con la mezcla reaccionante se calienta durante 30 minutos a baño maría. La mezcla reaccionante caliente se vierte con cuidado en un vaso de precipitado que contenga 50 mL. de agua helada y se deja reposar hasta que termine la cristalización. Los cristales formados se filtran y se lavan con agua.

Ácido pícrico, cristales amarillos. p.f. = 122 °C.

REACTIVOS:

0.2 g Fenol
4 mL Ácido nítrico concentrado
9 mL Ácido sulfúrico
concentrado

MATERIAL

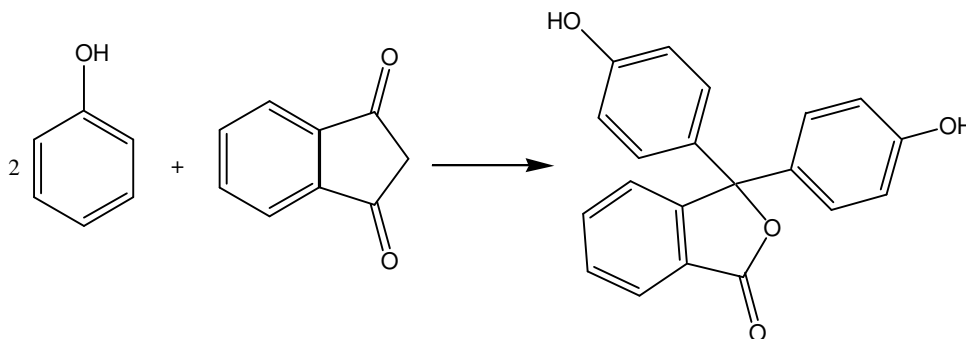
Matraz Erlenmeyer 125 mL
Vaso de precipitados 50 mL
Vaso de precipitados 250 mL
Matraz Kitasato
Embudo Büchner

OBTENCIÓN DE LA FENOLFTALEINA

INTRODUCCIÓN:

La fenolftaleína es un indicador ácido-base típico, además de que es el ingrediente activo en los caramelos y chicles laxantes. Un indicador ácido-base es un compuesto orgánico que cambia de color con las variaciones de pH, por lo cual se utiliza muy a menudo para mostrar el punto final en las valoraciones. La fenolftaleína cambia su color en la parte alcalina del rango de pH, siendo incolora por debajo de $\text{pH} = 8.3$ y roja a $\text{pH} = 10$. En soluciones fuertemente alcalinas, se torna de nuevo incolora.

REACCIÓN:



OBJETIVO PARTICULARES:

- Realizar la síntesis de fenolftaleína mediante una reacción de sustitución electrofílica aromática.
- Realizar la extracción como método de separación de compuestos orgánicos líquidos.
- Verificar la acción de la fenolftaleína como indicador ácido-base.
- Recordar las reacciones ácido-base.
- Realizar el tratamiento correspondiente a las sustancias de desecho para contribuir a la seguridad personal y del medio ambiente.

PROCEDIMIENTO:

En un vaso de precipitado se mezclan 0.7g de fenol con 0.5 g de anhídrido ftálico. Se añaden 4 gotas de ácido sulfúrico concentrado, se agita la mezcla y se calienta durante unos minutos hasta que la mezcla sea homogénea. La

masa fundida se deja enfriar, y se le agregan 50 mL. de agua, si no se disuelve se calienta, posteriormente se deja enfriar.

De esta solución se extrae la fenoltaleína con éter etílico, para lo que la solución se transfiere a un embudo de separación y se le adiciona una porción de 10 mL. de éter etílico, se agita vigorosamente teniendo la precaución de abrir la llave con cierta frecuencia, se deja reposar hasta que las dos capas se separen completamente, la fase etérea se coloca en un vaso de precipitado mientras que la fase acuosa se vuelve a colocar en el embudo de separación para volver a extraer la fenoltaleína que queda en la fase acuosa. Se considera que se ha extraído toda la fenoltaleína cuando la solución acuosa no se colorea con solución de hidróxido de sodio, si se colorea entonces agregar ácido clorhídrico al 10% hasta que nuevamente quede incolora la solución y se continúa haciendo la extracción con éter etílico.

La fase etérea se evapora en un baño de agua caliente, quedando los cristales de fenoltaleína.

REACTIVOS:

Anhídrido ftálico 0.5 g
Fenol 0.7 g
Ácido sulfúrico concentrado 4 gotas
Éter etílico 10 mL
Hidróxido de sodio al 25 % 3 mL
Ácido clorhídrico al 10%
Etanol 50 mL

MATERIAL:

1 vaso de precipitado 100 mL
2 Matraces erlenmeyer
2 vasos de precipitados de 50 mL
Embudo de separación

BIBLIOGRAFÍA:

1. M. A. Fox & J. K. Whitesell, University of Texas, Química Orgánica. Addison Wesley México 2000.
2. Streitwieser Jr., C. H. Heathcock, University of California, Berkeley, Química Orgánica. Interamericana, 1983.
3. T. W. Graham Solomons, University of South Florida, Química Orgánica. Editorial Limusa 3ª ed. 1985.
4. L. G. Wade, Jr. Química Orgánica, Prentice-Hall Hispanoamericana, S.A, 1993.
5. F. A. Carey, Química Orgánica Mc. Graw Hill 3ª ed. 1999.
6. R. T. Morrison y R. N. Boyd, Química Orgánica. Fondo Educativo Interamericano nueva edición 1985.
7. P. Sykes, Mecanismos de Reacción en Química Orgánica. Editorial Martínez Roca 4ª ed. 1973.
8. D. L. Pavia, G. M. Lampman, G. S. Kriz Jr., Química Orgánica Experimental, EUNIBAR. Barcelona 1978.
9. X. A. Domínguez, Experimentos de Química Orgánica, Editorial Limusa, 2ª. Ed. 1984.
10. R. Q. Brewster, C. A. Vanderwerf, W. E. McEwen, Curso Práctico de Química Orgánica, Editorial Alambra, 1974.
11. G. Ávila, C. García Manrique, I. C. Gavilán García, F. León Cedeño, J. M. Méndez Stivalet, G. Pérez Cendejas, Química Orgánica experimentos con un enfoque ecológico, Dirección General de Publicaciones y Fomento Editorial UNAM. México 2001.
12. C. E. Bell, Jr., D. F. Taber, A. K. Clark, *Organic Chemistry Laboratory*, Harcourt College Publishers, 3ª edición, 2001.
13. H. D. Durst, G. W. Gokel, Química Orgánica Experimental, Reverté, versión en español de la 1ª edición, 1985.
14. M. A. Martínez Grau y A. G. Csáky, Técnicas Experimentales en Síntesis Orgánica, Editorial Síntesis, 1ª edición, 1998.
15. J. A. Miller, E. F. Neuzil, Modern Experimental Organic Chemistry, D. C. Heath and Company, 1ª edición, 1982.

16. Daniel R. Palleros, Experimental Organic Chemistry, John Wiley & Sons,. 1ª edición, 2000.
17. A. I. Vogel, B. S. Furniss, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith, A. R. Tatchell, Vogel's TextBook of Practical Organic Chemistry, Longman Scientific Technical, 5ª edición, 1989.