



BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
LICENCIATURA: QUÍMICO FARMACOBIOLOGO



ÁREA ESPECÍFICA DE: QUÍMICA ORGÁNICA

NOMBRE DE LA ASIGNATURA: LABORATORIO QUÍMICA ORGÁNICA II

CÓDIGO: LQF 127 L

FECHA DE ELABORACIÓN: MARZO 2002

NIVEL EN EL MAPA CURRICULAR: BÁSICA

TIPO DE ASIGNATURA: CIENCIAS DE LA DISCIPLINA

PROFESORES QUE PARTICIPARON EN SU ELABORACIÓN:

Cabrera Vivas Blanca Martha
Durán Espinosa Gerardo
González Álvarez Carmen María
Gutiérrez García Lucio
Gutiérrez Pérez Jaime René
Hernández Téllez Ma. Guadalupe Silvia
Martínez Barragán Macario
Meléndrez Luévano Ruth
Meza Reyes Ma. del Socorro
Montiel Smith Sara
Pérez Benítez Aarón
Quintero Cortés Leticia
Sandoval Ramírez Jesús
Vega Baez José Luis

HORAS DE TEORIA: **HORAS PRÁCTICA: 3** **CRÉDITOS:**

PRE-REQUISITOS: Química Orgánica I LQF 121

RECOMENDACIONES: Conocimientos previos de Química General I y II, Física y Físico-química

INDICE

Presentación general del programa

Objetivos generales del curso

Contenido y esquema del curso

Metodología.

Instrumentación didáctica a utilizar:

Criterios de evaluación:

Requerimientos:

Formato de seminario

Medidas de seguridad en el laboratorio de química orgánica

Análisis funcional orgánico

Seminario de sustitución nucleofílica y eliminación

Seminario de alcoholes y fenoles

Benceno y compuestos aromáticos

PRACTICAS

Obtención del bromuro de n-butilo

Obtención del cloruro de t-butilo

Síntesis de 2-metilpropeno

Oxidación de metanol con permanganato potásico a diferentes pH

Diferenciación de un alcohol primario, secundario y terciario mediante reacciones de oxidación.

Obtención de nerolina (eter β -naftil metílico)

Obtención de salicilato de metilo

Obtención del nitrobenceno

Obtención de ácido pícrico

Obtención de la fenolftaleína

PRESENTACION GENERAL DEL PROGRAMA

En este laboratorio, se introduce al estudiante en el aprendizaje en uno de los campos más interesantes de la química orgánica como es la "síntesis orgánica". Para esto se propone la realización de una serie de reacciones de un solo paso para la obtención de un determinado producto orgánico. Las reacciones son la parte dinámica de la química orgánica. Para su comprensión se requiere, aparte de conocer la estructura de las moléculas reaccionantes, considerar los parámetros termodinámicos, que nos van a indicar si una reacción se puede llevar a cabo, y la cinética, que nos indica a que velocidad se puede efectuar una reacción bajo determinadas condiciones.

El segundo curso de química orgánica se encuentra en el nivel básico del currículo de la licenciatura en química, es este se estudia las propiedades físicas y la parte dinámica de los compuestos orgánicos que contienen en su estructura enlaces sencillos Carbono-Oxígeno (alcoholes, éteres y epóxidos), Carbono-Azufre (tioalcoholes, tioéteres y tioepóxidos), enlaces múltiples Carbono-Carbono (alquenos, dienos, polienos, alquinos), así como los compuestos aromáticos. Trabajando con un alto sentido ético y de responsabilidad profesional, de tal forma que sus acciones estén encaminadas principalmente al beneficio de la sociedad, la vida humana y el medio ambiente.

OBJETIVOS GENERALES DEL CURSO

Trabajar con un alto sentido ético y de responsabilidad profesional, de tal forma que sus acciones estén encaminadas principalmente al beneficio de la sociedad, la vida humana y el medio ambiente.

Aprender 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.

Explicar una reacción química, a partir de comprender y entender lo que pasa dentro de un matraz de reacción.

Aprender a darle seriedad a su trabajo a través del ordenamiento de los datos y observaciones realizadas durante el desarrollo de una reacción.

CONTENIDO Y ESQUEMA DEL CURSO

SEMANA	SEMINARIO	PRÁCTICA
1 ^a	Presentación	
2 ^a	Seminario I: Medidas de seguridad en el Laboratorio de Química Orgánica	
3 ^a	Seminario II: Grupos Funcionales	
4 ^a		Identificación de grupos funcionales (reactividad química y espectroscópica)
5 ^a	Seminario III: Sustitución Nucleofílica y Eliminación	

6 ^a		Obtención del bromuro de n-butilo
7 ^a		Obtención del Cloruro de t-butilo y su conversión a isobutileno
8 ^a	Seminario IV: Alcoholes y Fenoles	
9 ^a		Oxidación de metanol con permanganato potásico a diferentes pH Diferenciación de un alcohol 1°, 2° y 3° mediante reacciones de oxidación
10 ^a		Obtención de Nerolina (Éter β-Naftil Metílico)
11 ^a		Obtención de Salicilato de Metilo
12 ^a	Seminario V: Benceno y Aromaticidad	
13 ^a		Obtención de Nitrobenceno
14 ^a		Obtención de Ácido Pícrico
15 ^a		Obtención de Fenolftaleína
16 ^a	Examen	
	Resultados	

METODOLOGÍA.

- Se hará la presentación del curso explicando la importancia que tiene el laboratorio en su formación como químicos, así como los criterios de evaluación.
- Se le indicarán las reglas de trabajo vigentes en el laboratorio de química orgánica, con el fin de que el estudiante adquiera buenos hábitos de trabajo experimental, conozca el equipo y las instalaciones que hay en el laboratorio.
- Previamente a la realización de la práctica, los estudiantes prepararán los seminarios y los presentarán por equipos de acuerdo al calendario de actividades. Estos seminarios tienen un formato establecido
- Se realizarán prácticas por equipo para que los estudiantes adquieran destreza en el uso y en el manejo de los equipos que se utilizan en las técnicas de uso común en la química orgánica experimental.
- Con el fin de que el estudiante adquiera formación para el registro de los datos experimentales obtenidos, se le pedirá que tenga una bitácora de trabajo.

INSTRUMENTACIÓN DIDÁCTICA A UTILIZAR:

Seminarios:

- Pizarrón
- Material Audiovisual (acetatos, diapositivas, cañón, etc)
- Modelos moleculares

Prácticas:

Equipo de Laboratorio indicado en cada práctica.

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 seminario y práctica
- d. Trabajo de grupos funcionales
- e. Reporte

El cumplimiento de cada punto le corresponde el 10%:

Y por otro lado equivale el 25% a los siguientes puntos:

- a. Libreta personal
- b. Examen

La calificación del laboratorio le pertenece el 20% de la calificación total, ya que a la teoría le corresponde el 80% restante.

REQUERIMIENTOS:

- Una bata de manga larga 100 % algodón.
- Unos lentes de seguridad.
- Un par de guantes de neopreno (c/equipo).
- Una franela (c/equipo).
- Una libreta tamaño profesional.
- Un candado.

FORMATO DE SEMINARIO

- I. Nombre del seminario
- II. Objetivo
- III. Parte teórica
- IV. Bibliografía

FORMATO DE LA PRÁCTICA

1. Nombre de la práctica
2. Desarrollo experimental

3. Esquema de trabajo
4. Dibujo y descripción del aparato
5. Propiedades físicas, químicas y tóxicas de los reactivos empleados
6. Bibliografía

EL DIA DEL SEMINARIO

7. Fecha del seminario
8. Cambios, preguntas y aclaraciones

EL DIA DE LA PRÁCTICA

9. Fecha de la práctica
10. Notas y observaciones
11. Resultado de la práctica
12. Conclusiones

I. MEDIDAS DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA

1. Normas de seguridad (catálogos y códigos internacionales)
2. Protección Personal
3. Limpieza
4. Riesgos específicos de los productos químicos
5. Riesgos específicos de los disolventes más empleados (toxicidad y flamabilidad)
6. Consejos de prudencia con productos químicos
7. Compuestos explosivos y mezclas potencialmente peligrosas
8. Toxicidad de algunos compuestos orgánicos e inorgánicos
9. Almacenamiento, traslado y desecho de productos químicos
10. Simbología en las etiquetas (pictogramas)
11. Prevención de accidentes y primeros auxilios
 - a) Lesiones en los ojos
 - b) Quemaduras
 - c) Cortaduras
 - d) Envenenamientos
 - e) Sustancias cancerígenas

II. ANALISIS FUNCIONAL ORGÁNICO

1. ¿Que es un grupo funcional?
2. Principales grupos funcionales
3. ¿Que es una reacción de identificación y cuales son sus características?
4. Resumen del Capítulo 2 del libro Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos. (Shriner, Fuson y Curtin)
5. Cambio macroscópico observado en los grupos funcionales más importantes.
6. Grupos Funcionales:
 - a) Alquenos y Alquinos: Br_2/CCl_4 , KMnO_4
 - b) Alcoholes: Nitrato cérico amoniacal, cloruro férrico, KMnO_4
 - c) Fenoles: Nitrato cérico amoniacal, cloruro férrico
 - d) Aminas:
 - e) Carbonilo: 2,4-dinitrofenilhidrazina
 - f) Diferenciación de aldehídos y cetonas: Pruebas de Tollens y Benedict.
 - g) Ácidos Carboxílicos:
 - h) Halogenuros de alquilo: Prueba de Beilstein. Solución etanólica de nitrato de plata.

III. SEMINARIO DE SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA Y ELIMINACIÓN

1. ¿Qué es una reacción de Sustitución?
2. ¿Qué es una reacción de Eliminación?
3. Explicar el concepto de basicidad y nucleofilicidad
4. ¿Qué relación existe entre la basicidad y nucleofilicidad?
5. ¿Qué es un buen grupo saliente? Mencione características
6. Mecanismo de $\text{S}_{\text{N}}1$ y $\text{S}_{\text{N}}2$ con estereoquímica, cinética.
7. Mecanismo de $\text{E}1$ y $\text{E}2$ con estereoquímica, cinética.
8. ¿Cuáles son los factores que afectan la velocidad de las reacciones de sustitución y eliminación?

IV. SEMINARIO DE ALCOHOLES Y FENOLES

1. Explique como afectan las fuerzas intermoleculares a las propiedades físicas de los alcoholes, tales como punto de ebullición, polaridad y solubilidad
2. Explique la relación estrecha que existe entre estructura y propiedades químicas con mecanismo.

3. Explique la relación entre estructura y acidez en alcoholes y fenoles.
4. Clasificación de los alcoholes con ejemplos y como se comportan cada uno de ellos frente a la oxidación.
5. Reactividad del enlace sencillo C-O y O-H

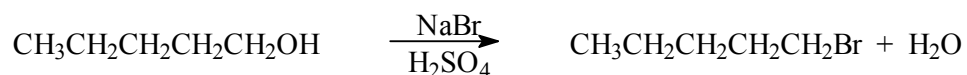
V. BENCENO Y COMPUESTOS AROMÁTICOS

1. Explique la estructura del benceno
2. Explique a que se debe la estabilidad del benceno
3. Enumere y explique cada uno de los criterios de la aromaticidad. Resaltar la regla de Hückel
4. ¿Por qué el benceno y sus derivados tienden a reaccionar con electrófilos?
5. ¿Por qué el benceno teniendo dobles enlaces sufre reacciones de sustitución en lugar de adición como los alquenos?
6. Defina las características estructurales de los grupos activadores y de los desactivadores.
7. Explique por qué se les llama grupos orientadores de orto, meta y para a los sustituyentes existentes en el anillo aromático.
8. En compuestos aromáticos como afectan los sustituyentes, la velocidad de la reacción.

PRÁCTICAS DE LABORATORIO

OBTENCIÓN DEL BROMURO DE n-BUTILO

REACCIÓN:



OBJETIVO:

Realizar la síntesis de n-butilo a través de una reacción de sustitución nucleofílica.

ANTECEDENTES:

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.

REACTIVOS:

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

MATERIAL:

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

PARTE EXPERIMENTAL:

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.

IDENTIFICACIÓN:

PRUEBA DE BEILSTEIN.

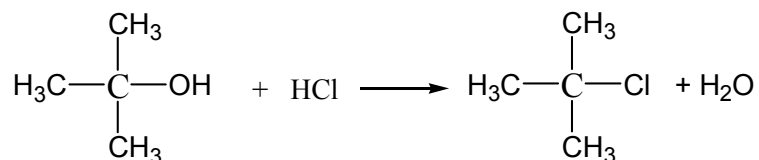
En el extremo de un alambre de cobre se forma un anillo pequeño y se calienta en la llama de un mechero de Bunsen hasta que la llama quede de su color natural. Se enfría el alambre, el anillo se introduce en el bromuro de n-butilo obtenido, tomando un poco y se calienta en la orilla de la llama del mechero.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



OBJETIVO:

Realizar la síntesis de cloruro de t-butilo a través de una reacción de sustitución nucleofílica monomolecular.

ANTECEDENTES:

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.

REACTIVOS:

Sustancia	Cantidad
-Alcohol t-butílico	3 mL
-Ácido clorhídrico	11 mL
Bicarbonato de sodio solución saturada	

MATERIAL:

- 1 embudo de separación
- 1 probeta
- 2 vasos precipitados

PARTE EXPERIMENTAL:

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 min. aproximadamente, se tapa el embudo, se invierte y se abre la llave un momento para

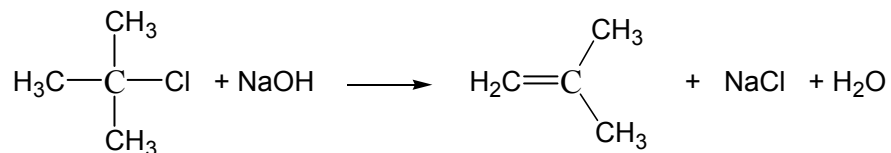
igualar la presión con la del exterior. Después se agita el embudo durante unos 8 minutos abriendo la llave a intervalos, para evitar que aumente la presión.

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.

SINTESIS DE 2-METILPROPENO

REACCIÓN:



OBJETIVO:

Obtener el 2-metilpropeno mediante una reacción de eliminación y aprender a identificar enlaces múltiples.

ANTECEDENTES:

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

REACTIVOS:

Sustancia	Cantidad
-Hidróxido de sodio en solución al 10%	10 mL
-Bromo en tetracloruro de carbono	10 mL
-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.

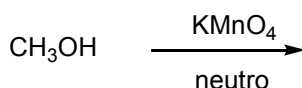
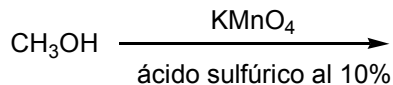
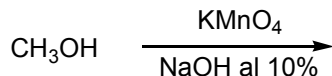
PARTE EXPERIMENTAL:

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 $\text{Br}_2 / \text{CCl}_4$. 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 $\text{Br}_2 / \text{CCl}_4$. Una prueba positiva para el doble enlace del 2-metilpropeno será la desaparición de la coloración de la solución de $\text{Br}_2 / \text{CCl}_4$.

OXIDACIÓN DE METANOL CON PERMANGANATO POTÁSICO A DIFERENTES pH

REACCIÓN:



OBJETIVO:

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.

ANTECEDENTES:

Generalmente, la velocidad de oxidación de los alcoholes varia 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.

REACTIVOS:

Sustancia	Cantidad
metanol	1 mL
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

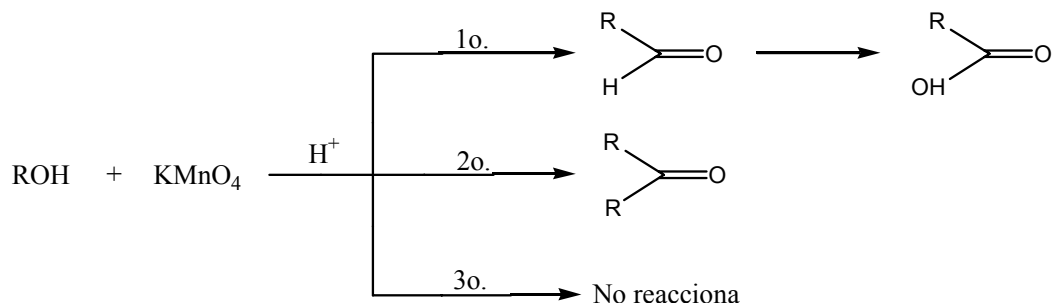
PARTE EXPERIMENTAL:

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.

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

REACCIÓN:



OBJETIVO:

Efectuar en el laboratorio pruebas características de alcoholes y fenoles.

Realizar pruebas que permitan diferenciar entre alcoholes primarios, secundarios y terciarios.

Conocer pruebas químicas que permitan diferenciar un alcohol de un fenol.

ANTECEDENTES:

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.

REACTIVOS:

Sustancia	Cantidad
Muestras desconocidas A, B y C (ROH 1°,2° y 3°)	
Ácido acético glacial	1 mL
solución de permanganato de potasio	

MATERIAL:

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

PARTE EXPERIMENTAL:

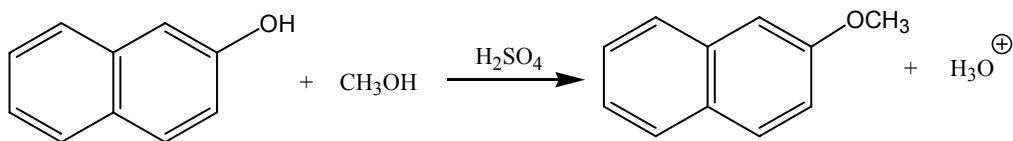
Colocar tres tubos de ensaye en una gradilla, cada tubo deberá de estar etiquetado con las letras A, B y C respectivamente. A cada tubo se le añade un mL de ácido acético glacial y una gota de muestra A, B y C según corresponda. Se le adicionan 2 gotas de una solución de permanganato de potasio y se 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 _____.

OBTENCIÓN DE NEROLINA (ETER β-NAFTIL METÍLICO)

REACCIÓN:



OBJETIVO:

Obtener un éter asimétrico a partir de la deshidratación de dos alcoholes.

Investigar el mecanismo y las reacciones competitivas que ocurren durante esta reacción.

ANTECEDENTES:

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.

REACTIVOS:

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

MATERIAL:

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

PARTE EXPERIMENTAL:

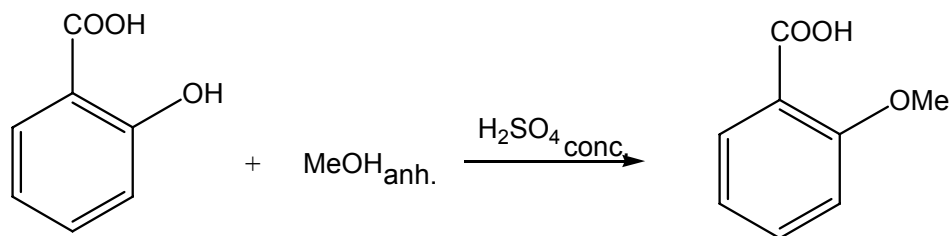
En un matraz de bola de 100 mL provisto de un refrigerante, agregue 1 g de naftol, 12.5 mL de metanol y 2.5 mL de H₂SO₄ concentrado. Caliente la mezcla a reflujo durante una hora. Terminado el calentamiento vierta la mezcla reaccionante en 20 mL de agua helada para que precipite el éter. Se filtra el 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.

OBTENCIÓN DE SALICILATO DE METILO

REACCIÓN:



OBJETIVO:

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.

ANTECEDENTES:

Se trata de una reacción de S_N2a 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

REACTIVOS:

Sustancia	Cantidad
Ácido salicílico	4.6 g
Metanol anhidro	21 mL
Ácido sulfúrico concentrado	1 mL
Solución concentrada de bicarbonato de sodio	4.0 mL
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

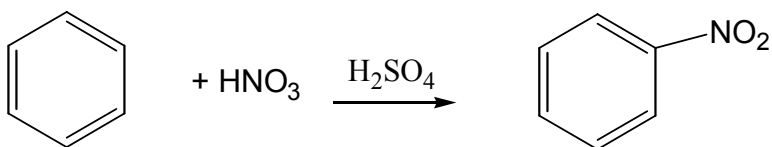
PARTE EXPERIMENTAL:

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.

OBTENCIÓN DEL NITROBENCENO

REACCIÓN:



OBJETIVO:

Realizar la síntesis de nitrobenzono mediante una reacción de sustitución electrofílica aromática en el benceno.

ANTECEDENTES:

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.

REACTIVOS:

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

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.

PARTE EXPERIMENTAL:

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.

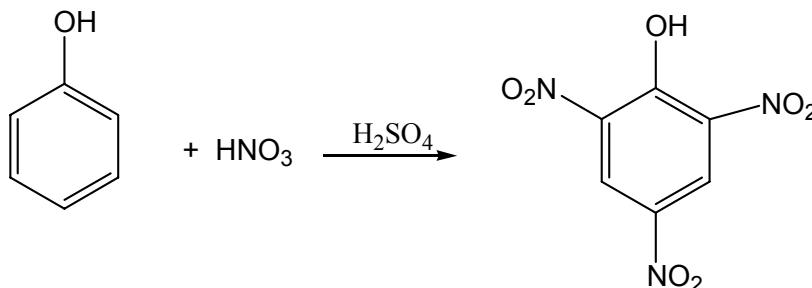
Terminada la adición del benceno, se le pone al matraz un refrigerante en posición de reflujo y se calienta en baño maría, manteniendo la temperatura a 60° durante media hora, al cabo del cual se habrán separado dos capas. Esta mezcla se deja enfriar y se coloca en un embudo de separación, dejándolo 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.

OBTENCIÓN DE ÁCIDO PICRICO

REACCIÓN:



OBJETIVO:

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.

ANTECEDENTES:

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.

REACTIVOS:

Sustancia	Cantidad
Fenol	0.2 g, (0.0022 moles)
Ácido nítrico concentrado	4 mL, (0.089 moles)
Ácido sulfúrico concentrado	9 mL, (0.074 moles)

MATERIAL:

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

PARTE EXPERIMENTAL:

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).

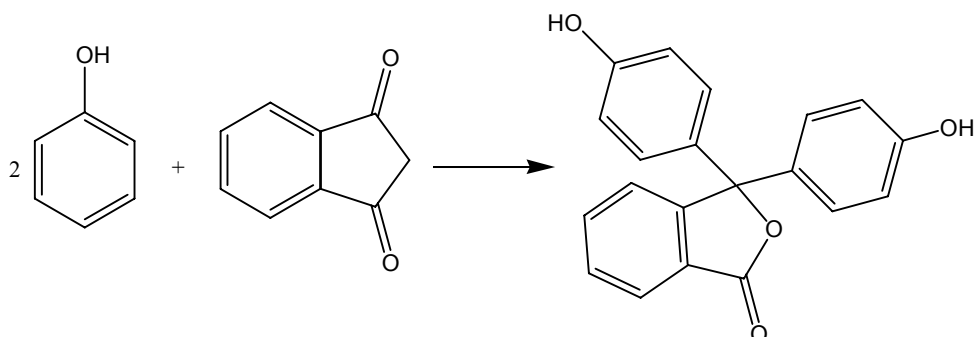
En un vaso de precipitado de 50 mL. se pesan 0.0022 moles de fenol y se disuelven en 0.074 moles de ácido sulfúrico. Esta solución se agrega gota a gota sobre la mezcla nitrante.

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.

OBTENCIÓN DE LA FENOLFTALEINA

REACCIÓN:



OBJETIVO:

Realizar la síntesis de fenolftaleina mediante una reacción de sustitución electrofílica aromática, así como su extracción y verificar su acción como indicador ácido-base.

ANTECEDENTES:

La fenolftaleina 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 fenolftaleina 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.

REACTIVOS:

Sustancia	Cantidad
-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:

- vaso de precipitado

- Matraz erlenmeyer
- 2 vasos de precipitados de 100 mL
- Embudo de separación

PARTE EXPERIMENTAL:

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 fenolftaleína 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 fenolftaleína que queda en la fase acuosa. Se considera que se ha extraído toda la fenolftaleína 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 fenolftaleína.

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.