

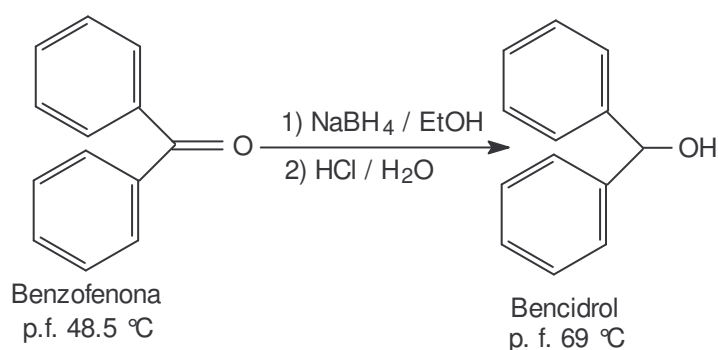
EXPERIMENTO VI.a

SÍNTESIS DE DIFENIL CARBINOL (BENCIDROL)

OBJETIVOS

- Obtener en el laboratorio un alcohol secundario, por reducción de un grupo carbonilo.
- Seguir el curso de la reacción mediante pruebas sencillas de laboratorio.

REACCIÓN GENERAL



MATERIAL

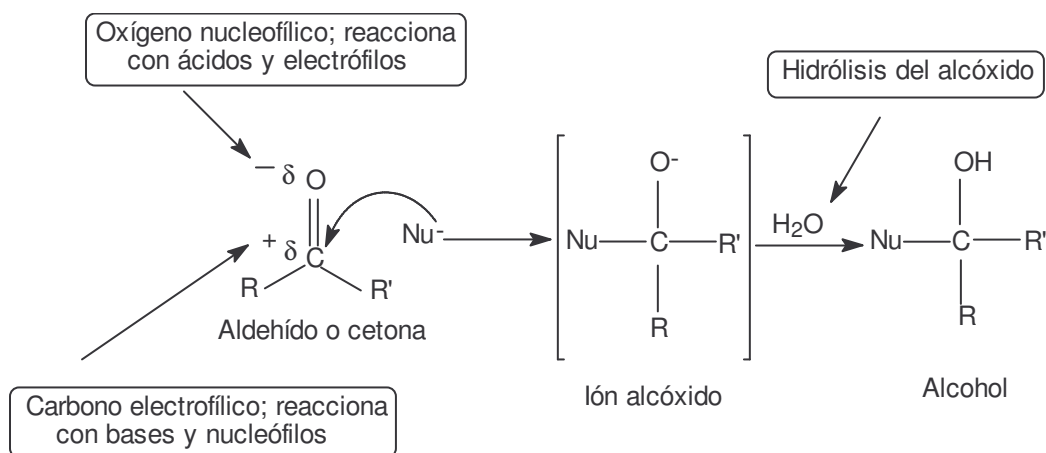
Matraz de pera de una boca	1	Portaobjetos	2
Refrigerante c/mangueras	1	Pinzas de tres dedos c/ nuez	1
Probeta graduada 25 mL	1	Baño maría eléctrico	1
Vaso de precipitados 150 mL	1	Anillo metálico	1
Pipeta 5 mL	1	Tela de asbesto	1
Embudo Buchner c/alargadera	1	Espátula de Cr-Ni	1
Vidrio de reloj	1	Embudo de vidrio	1
Tubo de ensayo	1	Matraz Kitasato 250 mL	1
Frasco para cromatografía	1	Capilares	2

SUSTANCIAS

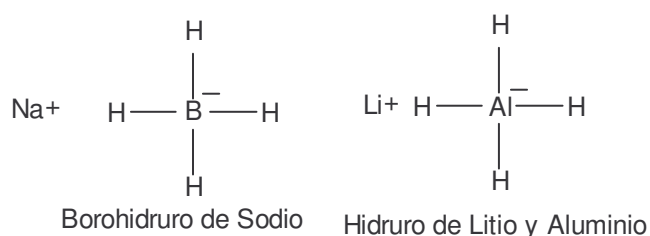
Benzoferona	0.2 g	Borohidruro de sodio	0.1 g
Metanol o etanol	25 mL	Ácido clorhídrico 10%	10 mL
Cloroformo	25 mL	Gel de sílice (capa fina)	
Acetato de etilo	25 mL	Yodo	2 g
Hexano	30 mL	Solución de 2,4-dinitrofenilhidrazina	0.5 mL

INFORMACIÓN: OBTENCIÓN DE BENCIDROL, REDUCCIÓN DE COMPUESTOS CARBÓNICOS CON BOROHI DRURO DE SODIO

El doble enlace C=O de un aldehído o una cetona se encuentra polarizado debido a la elevada electronegatividad del oxígeno respecto del átomo de carbono. Por esta razón una de las reacciones más comunes de estos compuestos es la *adición nucleofílica*, la cual implica la adición de un *nucleófilo* al carbono *electrofílico* del grupo carbonilo. Puesto que el *nucleófilo* utiliza su par de electrones para formar el nuevo enlace con el carbono, dos electrones del doble enlace carbono-oxígeno deben desplazarse hacia el átomo de oxígeno electronegativo, donde pueden ser estabilizados como un *anión alcóxido*.

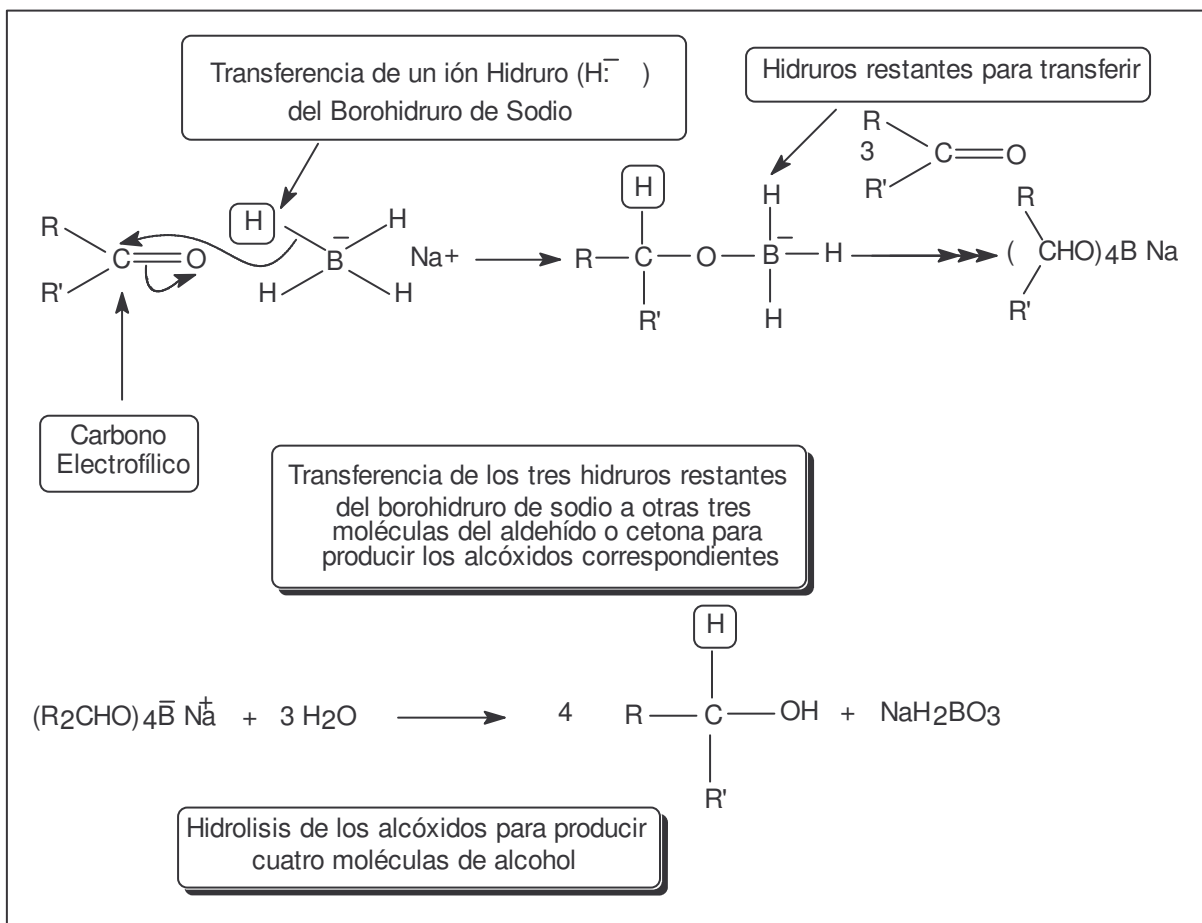


El borohidruro de sodio (NaBH_4) y el hidruro doble de litio y aluminio (LiAlH_4) son los reactivos más comunes para reducir un aldehído o una cetona a los alcoholes correspondientes. Estos reactivos son llamados *hidruros complejos* debido a que no tienen una estructura simple como la del hidruro de sodio (NaH) y la del hidruro de litio (LiH) aunque también se caracterizan por su capacidad de donar un ión hidruro (H^-).



El mecanismo mediante el cual el borohidruro de sodio reduce un compuesto carbonílico (aldehído ó cetona) a un alcohol, se inicia con la transferencia de un ion hidruro al carbono electrophílico del enlace C=O para generar el anión alcóxido que se estabiliza con el borano producido. Debido a que el boro tiene cuatro hidruros que puede donar, esta etapa se repite otras tres veces hasta que el boro ha transferido sus cuatro hidrógenos. De la hidrólisis de estos alcóxidos resulta la formación del alcohol correspondiente.

MECANISMO DE REACCIÓN



PROCEDIMIENTO

En el matraz pera de una boca, coloque 0.5g de benzofenona, agregue las cantidades necesarias de metanol o etanol y de borohidruro de sodio (adicione poco a poco y agitando, ya que la reacción es exotérmica).

Adicione núcleos porosos (piedritas) para controlar la ebullición, adapte el condensador en posición de reflujo y caliente 15 mín. a baño maría. El curso de la reacción se puede seguir de dos maneras:

a) Haciendo cromatoplaqa cada 5 min. de la mezcla de reacción y la benzofenona hasta la desaparición de la materia prima.

b) Haciendo pruebas a la gota sobre vidrio de reloj, de la mezcla de reacción con 2,4-dinitrofenilhidrazina, hasta que no se forme precipitado color naranja, lo cual indica que toda la benzofenona ha reaccionado.

Añada 5 mL de agua (para hidrolizar el complejo que forma el borohidruro de sodio) y caliente a baño maría durante 5 min. máximo.

Deje enfriar la mezcla de reacción a temperatura ambiente y pásela a un vaso de precipitados de 150 mL. Agregue ácido clorhídrico al 10%, hasta alcanzar un pH ligeramente ácido, logrando la precipitación del bencidrol.

Separe el sólido por filtración al vacío y recristalice de hexano, calcule el redimiendo y determine el punto de fusión.

ANTECEDENTES

- Obtención de alcoholes por reducción del grupo carbonilo.
- Diferentes tipos de agentes reductores.
- Reductores selectivos para aldehídos y cetonas.

BENCIDROL

Método alternativo a escala semi-micro

MATERIAL

Tubos de ensayo	1	Vaso de precipitados 150 mL	1
Pipeta 5 mL	1	Matraz Kitasato c/manguera	1
Espátula de Cr-Ni	1	Embudo Buchner c/manguera	1
Portaobjetos	2	Aguador de vidrio	1
Vidrio de reloj	1	Frasco p/cromatografía	1
Capilares	2		

SUSTANCIAS

Benzofenona	0.2 g	Borohidruro de sodio	0.12 g
Metanol o etanol	5 mL	Ácido clorhídrico 10%	5.0 mL
Cloroformo	25 mL	Gel de sílice p/placa	2.0 g
Acetato de etilo	25 mL	Yodo	0.1 mL

PROCEDIMIENTO

Coloque 0.2 g de benzofenona en un tubo de ensayo, agregue 5 mL de metanol y agite hasta la disolución de la benzofenona. Agregue 0.12 g de borohidruro de sodio, unas piedras de ebullición y caliente a baño maría 5 min. Al término del tiempo de reacción haga una prueba a la gota sobre vidrio de reloj, de la mezcla de reacción y solución de 2,4 dinitrofenilhidracina, si no se forma precipitado color naranja, indica que toda la benzofenona ha reaccionado. Acidule con ácido clorhídrico 10% hasta pH ligeramente ácido. Agregue 5 mL de agua fría. El sólido obtenido se separa por filtración al vacío. Determine punto de fusión. Haga cromatoplaça comparativa de la materia prima y su producto.

CUESTIONARIO

1. ¿Qué tipo de compuesto se forma?
2. ¿Cuál es la finalidad de efectuar la prueba con la solución de 2,4-dinitrofenilhidracina?
3. ¿Cómo identifica que ha reducido un compuesto orgánico?
4. ¿Qué importancia tiene seguir el curso de la reacción por medio de cromatoplaça?
5. ¿Qué aplicaciones en la industria tienen las reacciones de reducción? Mencione algunos compuestos que se obtienen por este método.
6. ¿Cuáles son los agentes reductores más utilizados en la industria y por qué?
7. ¿Cuáles son los desechos que se obtienen en esta síntesis y cuál es la toxicidad de éstos?

BIBLIOGRAFÍA

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

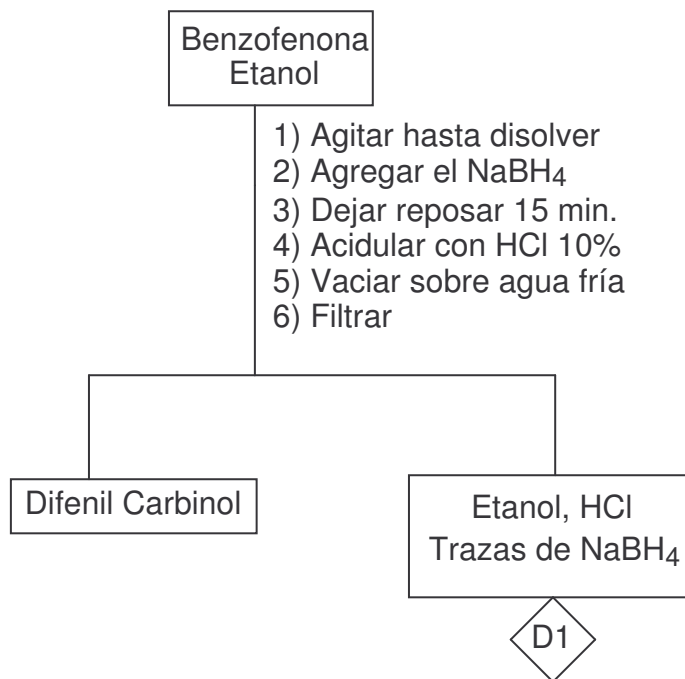
A. Streitwieser y C. H. Heathcock. *Química Orgánica*. Interamericana, México. 1979.

F. A. Carey y Richard 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. Londers, 1978.

John McMurry. *Organic Chemistry*. Brooks/Cole Publishing Company, 3ra. Edición. Estados Unidos, 1992.

SÍNTESIS DE DIFENIL CARBINOL



D1: Neutralizar y desechar al drenaje