

## EXPERIMENTO VII

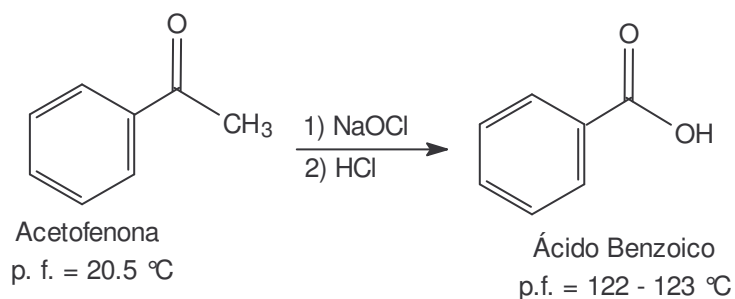
### OBTENCIÓN DE ÁCIDO BENZOICO

#### OBJETIVOS

- Ilustrar un método de obtención de ácidos carboxílicos, a partir de una cetona y un oxidante de bajo costo como lo es el hipoclorito de sodio.
- Determinar las condiciones de reacción apropiadas para obtener un rendimiento del 90% o más.

#### REACCIONES

Obtención de ácido benzoico por reacción del haloformo



#### MATERIAL

Matraz Erlenmeyer 250 mL c/tapón	1	Matraz Kitasato c/manguera	1
Agitador de vidrio	1	Probeta 25 mL	1
Anillo metálico	1	Vaso de precipitados 250 mL	1
Tela de asbesto	1	Espátula	1
Mechero	1	Embudo de vidrio tallo corto	1
Buchner c/alargadera	1	Recipiente de peltre	1

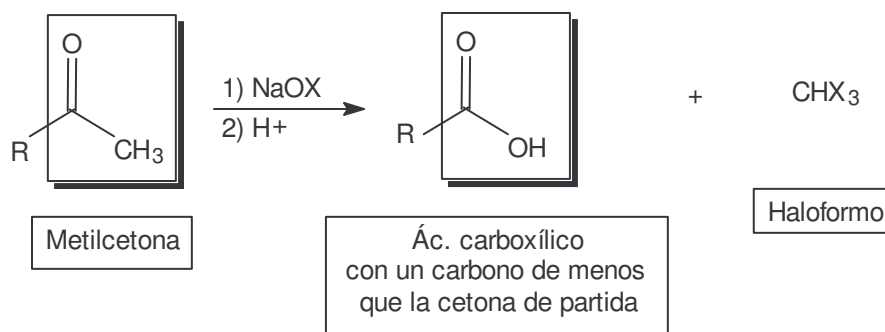
#### SUSTANCIAS

Solución de hipoclorito de sodio comercial al 6%	80 mL
Acetofenona	2 mL
Acetona	1 mL
Ácido clorhídrico 1:1	20 mL
Papel tornasol ó pH	

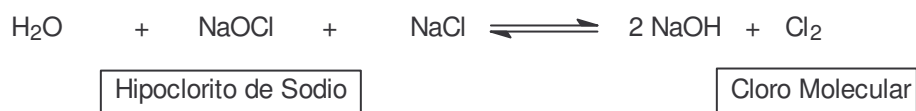
## INFORMACIÓN: REACCION DEL HALOFORMO

Los compuestos que contienen el grupo -COOH unido a un grupo alquilo (R-COOH) o un grupo arilo (Ar-COOH) se conocen como ácidos carboxílicos. Entre los métodos para obtener los ácidos carboxílicos se encuentran la oxidación de metilcetonas con hipoclorito de sodio que es un reactivo de bajo costo.

La reacción de una metilcetona con un halógeno en medio básico es conocida como la reacción del haloformo. En esta reacción se forman dos productos: (a) un *haloformo*, dependiendo del halógeno que se utilice puede ser cloroformo (CHCl<sub>3</sub>), o bromoformo (CHBr<sub>3</sub>), o bien yodoformo (CHI<sub>3</sub>); y (b) un *ácido carboxílico* que tiene un átomo de carbono menos que la cetona inicial. De hecho uno de los usos más importantes de esta reacción es la *síntesis de ácidos carboxílicos*.



En la mayoría de los experimentos que se realizan, el reactivo más usado es el hipoclorito de sodio. Durante la reacción el halógeno y la base se encuentran presentes estableciéndose un equilibrio como se presenta a continuación.



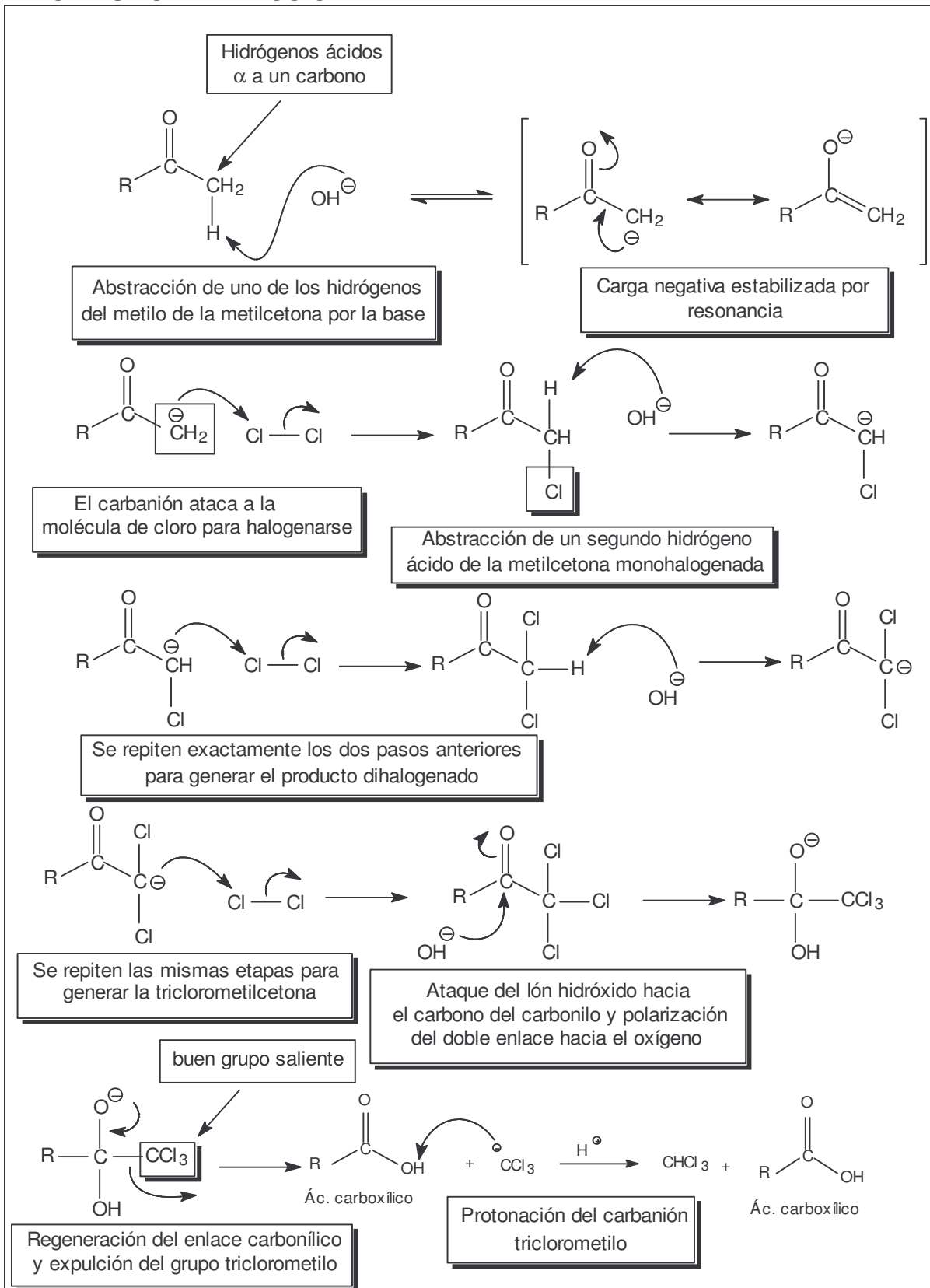
En la ecuación anterior podemos observar que el hipoclorito de sodio se utiliza en realidad como una fuente de cloro molecular.

Las soluciones de hipoclorito de sodio generalmente están marcadas con una concentración específica, la cual nos indica la cantidad de "cloro disponible" que contienen y con lo cual podemos comparar el potencial de oxidación de cada solución de concentración diferente. Una solución de 5%, disponible comercialmente como blanqueador, es suficiente para oxidar una metilcetona.

Si se coloca una solución básica de I<sub>2</sub>, en la presencia de una metilcetona el subproducto que se genera es el yodoformo. Este compuesto es un sólido amarillo que precipita en el medio de reacción, por lo que es muy fácil de detectar al momento de realizar el experimento. Esta ha sido utilizada ampliamente como una prueba química para identificar metilcetonas y es conocida como **prueba del yodoformo**.

Mecanísticamente, el primer paso es la abstracción de un hidrógeno ácido, del grupo metilo, para generar un anión. El anión ataca una molécula de cloro generando el producto de monohalogenación. Este paso se repite dos veces más, hasta obtener el compuesto trihalogenado. En la siguiente parte de la reacción, el ión hidróxido ataca al carbono carbonílico, del compuesto trihalogenado, para formar un intermediario tetraédrico, se regenera el doble enlace del carbonilo, expulsando al grupo triclorometilo que es mejor grupo saliente que el ión hidróxido, obteniéndose el ácido carboxílico y el haloformo, al ocurrir las protonaciones correspondientes.

# MECANISMO DE REACCIÓN



## PROCEDIMIENTO

Con el fin de determinar la relación existente entre la cantidad de hipoclorito de sodio, el tiempo de agitación y el rendimiento del producto, realice la reacción de acuerdo a las condiciones experimentales que se describen en el siguiente cuadro:

Vol. NaOCl	20 mL	30 mL	40 mL
Tiempo de reacción			
10 min.			
20 min.			
30 min.			

Reacción del haloformo:

Coloque ( ) mL de hipoclorito de sodio comercial en un matraz Erlenmeyer de 250 mL, agregue 1 mL de acetofenona y agite vigorosamente durante ( ) min. Pasado este tiempo agregue 1 mL de acetona para eliminar el hipoclorito de sodio que no haya reaccionado y caliente la mezcla de reacción en baño maría durante 10 min. De ser necesario decolore la solución con carbón activado y filtre en caliente. Acidule la solución en caliente hasta  $\text{pH} = 1$ , (la acetofenona que no ha reaccionado es insoluble en agua y se separa en forma de aceite, que puede ser eliminado por decantación). Enfríe la solución y separe el sólido formado filtrando al vacío. Recrystalice el producto obtenido de agua caliente. Determine punto de fusión y rendimiento.

Explique su rendimiento en función de los cálculos estequiométricos y de su reacción. Registre los resultados de todo el grupo en el cuadro superior. A través de la representación gráfica de rendimiento vs. volumen y de tiempo vs. volumen determine las condiciones de reacción que se deben usar para obtener el mejor rendimiento.

## ANTECEDENTES

- Métodos de obtención de los ácidos carboxílicos .
- Utilidad de la reacción del haloformo.
- Características químicas de los ácidos carboxílicos.
- Solubilidad de los ácidos carboxílicos y de sus sales.
- Realice los cálculos estequiométricos, para oxidar 1 mL de acetofenona.

## CUESTIONARIO

1. Escriba el mecanismo de la reacción efectuada.
2. ¿Para qué se utiliza la acetona durante la reacción del haloformo?
3. ¿Qué sucede si se agrega la acetona al inicio de la reacción?
4. ¿Cómo deben tratarse los desechos antes de verterlos al drenaje?
5. ¿Cómo se obtiene el ácido benzoico a nivel industrial?
6. Al aumentar el tiempo de agitación, ¿cómo se afecta el rendimiento?
7. Al aumentar el volumen de hipoclorito, ¿cómo varía el rendimiento?
8. Tomando en consideración la concentración del hipoclorito de sodio que utilizó, realice los cálculos estequiométricos en moles y explique sus resultados en función de su reacción.
9. ¿Cuáles son las condiciones de reacción necesarias para obtener el producto con un 90% de rendimiento?
10. ¿Cuál de las 2 variables, tiempo o cantidad de hipoclorito es la más importante en el rendimiento de su reacción?

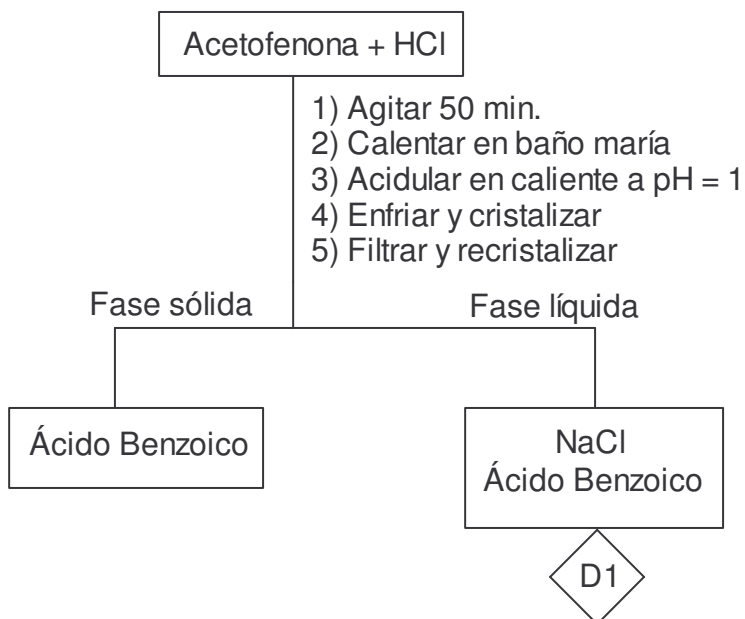
## BIBLIOGRAFÍA

T. L. Jacobs, W. E. Truce y G. Ross Robertson. *Laboratory Practice of Organic Chemistry*. McMillan Pub. Co. Inc., 5ta. Edición. Estados Unidos, 1974.

N. L. Allinger, et al. *Organic Chemistry*, Worth Pub. Inc.. Estados Unidos, 1973.

Andrew Streitweiser, Clayton H. Heathcock y Edward M. Kosower. *Introduction to Organic Chemistry*. MacMillan Publishing Company, 4ta. Edición. Singapur, 1992.

## OBTENCIÓN DE ÁCIDO BENZOICO



D1: Filtrar los sólidos presentes, neutralizar la solución y eliminar al drenaje.  
Los sólidos, Ácido Benzoico y Acetofenona: Disolver en un solvente flamable e incinerar en un horno adecuado; productos de combustión  $\text{CO}_2$  y  $\text{CO}$ .