



# PRÁCTICA

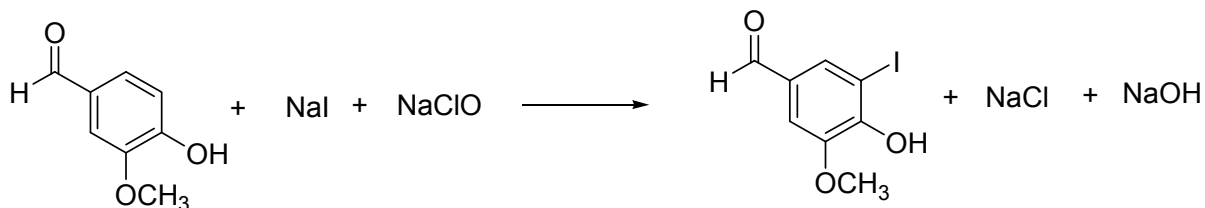
# 4B

## Reacciones de Sustitución Electrofílica Aromática. Yodación de la Vainillina.

### I. OBJETIVOS.

- Llevar a cabo la yodación de la vainillina para ejemplificar una reacción de sustitución electrofílica aromática.
- Observar el efecto de los sustituyentes en el anillo aromático ante una sustitución electrofílica aromática.

### REACCIÓN:





	Vainillina	Yoduro de sodio	Hipoclorito de sodio (6 %)	Yodo vainillina
Masa molar (g/mol)				
Densidad (g/mL)				
Punto de fusión (°C)				
Punto de ebullición (°C)				
Masa (g)				
Volumen (mL)				
Cantidad de sustancia (mol)				

## II. MATERIAL.

Vidrio de reloj	1	Agitador magnético	1
Recipiente eléctrico baño maría		Barra magnética	1
Embudo büchner con alargadera y manguera	1	Recipiente de peltre	1
Matraz erlenmeyer de 50 mL	1	Matraz kitazato	1
Probeta graduada de 25 mL	1	Espátula	1
Vaso de precipitados de 50 mL	1	Pipeta pasteur	1
Vaso de precipitados de 100 mL	1	Vaso de precipitados de 400 mL	1
Embudo de vidrio	1	Pinza de 3 dedos con nuez	1
Frascos viales	2		



### III. SUSTANCIAS.

Vainillina	0.2 g	Etanol	4 mL
Yoduro de sodio	0.25 g	Acetato de etilo	10 mL
Tiosulfato de sodio (10 %)	2.0 mL	Hipoclorito de sodio (cloralex, 6 %)	2.2 mL
Ácido clorhídrico	2.5 mL		

### IV. INFORMACIÓN.

Recientemente, los yodofenoles son importantes en la industria química y farmacológica, debido a que se usan como agentes de imagen en técnicas de diagnóstico médico no invasivas.

El  $I_2$  es el menos reactivo de los halógenos en la  $S_EA$ , y usualmente se utiliza un agente oxidante para hacerlo un mejor electrófilo. Sin embargo, para especies activadas tales como los fenoles hay bastantes evidencias de que el  $I_2$  es la entidad atacante.

### V. PROCEDIMIENTO.

En un matraz erlenmeyer de 50 mL, disuelva 0.2 g de vainillina en 4 mL de etanol. Introduzca el matraz en un baño de hielo y adicione 0.25 g de yoduro de sodio. Con agitación agregue a la disolución fría, 2.2 mL de blanqueador cloralex gota a gota, en un período de 10 min. La disolución tomará un color café rojizo. Una vez terminada la adición, deje que la disolución llegue a temperatura ambiente y agítela durante 10 minutos más. Agite suavemente y agregue 2 mL de una disolución al 10 % de tiosulfato de sodio. La disolución se tornará turbia y tomará un color amarillo grisáceo. Acidule con ácido clorhídrico 3 M hasta pH ácido.

Evapore el exceso de etanol (caliente suavemente si es necesario). Enfríe en un baño de hielo por diez minutos y filtre al vacío el sólido formado. Lave los cristales con agua helada.



Recristalice el producto crudo con acetato de etilo. Mida la masa y el punto de fusión del producto obtenido y calcule el rendimiento de la reacción. Realice una cromatografía en capa fina, comparando la vainillina con el producto, para lo cual coloque una pequeña cantidad del sólido obtenido en un frasco vial y disuélvalo con una pequeña cantidad de etanol. Haga lo mismo con una pequeña cantidad de vainillina. Aplique las muestras en una cromatoplaça y elúyala tres veces con una mezcla de hexano-acetato de etilo (9:1). Revele con luz ultravioleta.

## VI. ANTECEDENTES.

- a) Sustitución electrofílica aromática.
- b) Métodos de obtención de haluros de arilo.
- c) Mecanismo de reacción y efecto de los sustituyentes.
- d) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.

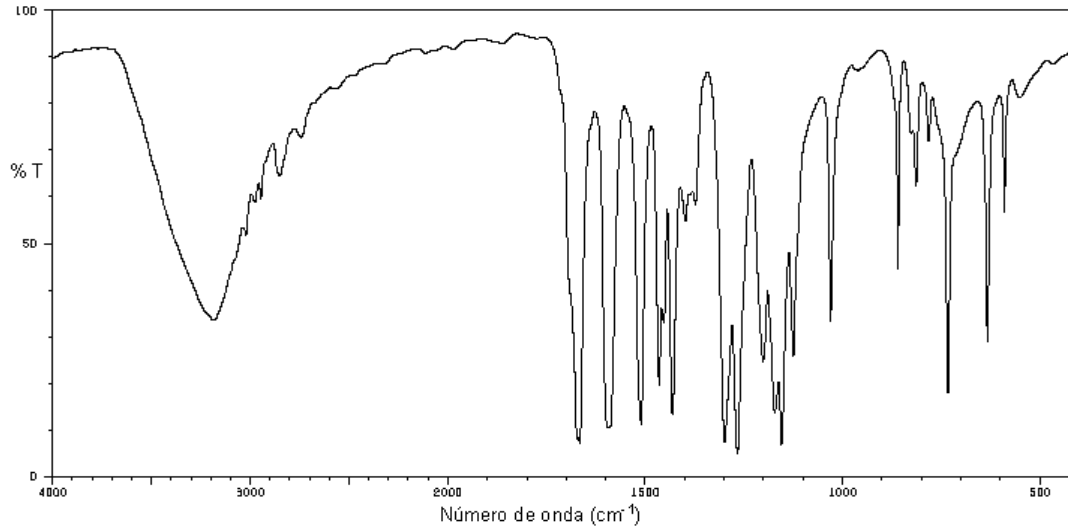
## VII. CUESTIONARIO.

- 1) ¿Por qué precipita el producto al adicionar el HCl?
- 2) Explique los efectos directores de los sustituyentes en la vainillina.
- 3) Escriba el mecanismo de la reacción de yodación de la vainillina.
- 4) ¿Cuál es la función del tiosulfato de sodio en esta reacción?
- 5) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de IR a los grupos funcionales de reactivos y productos.



## VIII. ESPECTROS DE IR.

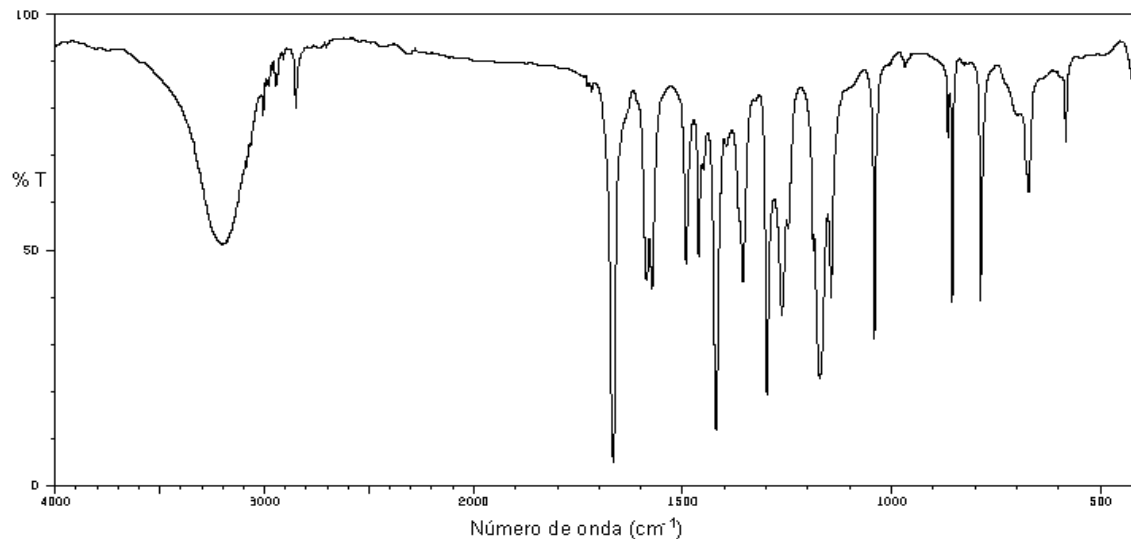
### a) Espectro de IR de la vainillina.



3184	32	1672	7	1432	13	1172	19	814	60
3021	50	1666	6	1398	52	1155	6	782	70
2975	57	1598	10	1389	58	1125	24	755	17
2946	57	1590	10	1379	56	1091	32	639	27
2864	62	1511	10	1300	7	960	84	591	55
2848	62	1465	18	1266	4	860	42	555	79
2742	70	1454	32	1201	23	827	70	549	79

O=Cc1ccc(OC)c(O)c1

### b) Espectro de IR de la yodovainillina.



3201	49	2849	77	1460	64	1188	47	787	37
3189	49	1718	79	1420	11	1172	21	678	64
3066	66	1668	4	1396	70	1145	38	672	60
3006	74	1587	42	1366	41	1041	30	596	84
2978	81	1574	39	1299	18	969	86	585	70
2945	81	1492	44	1263	34	866	70		
2869	86	1462	46	1247	62	856	37		

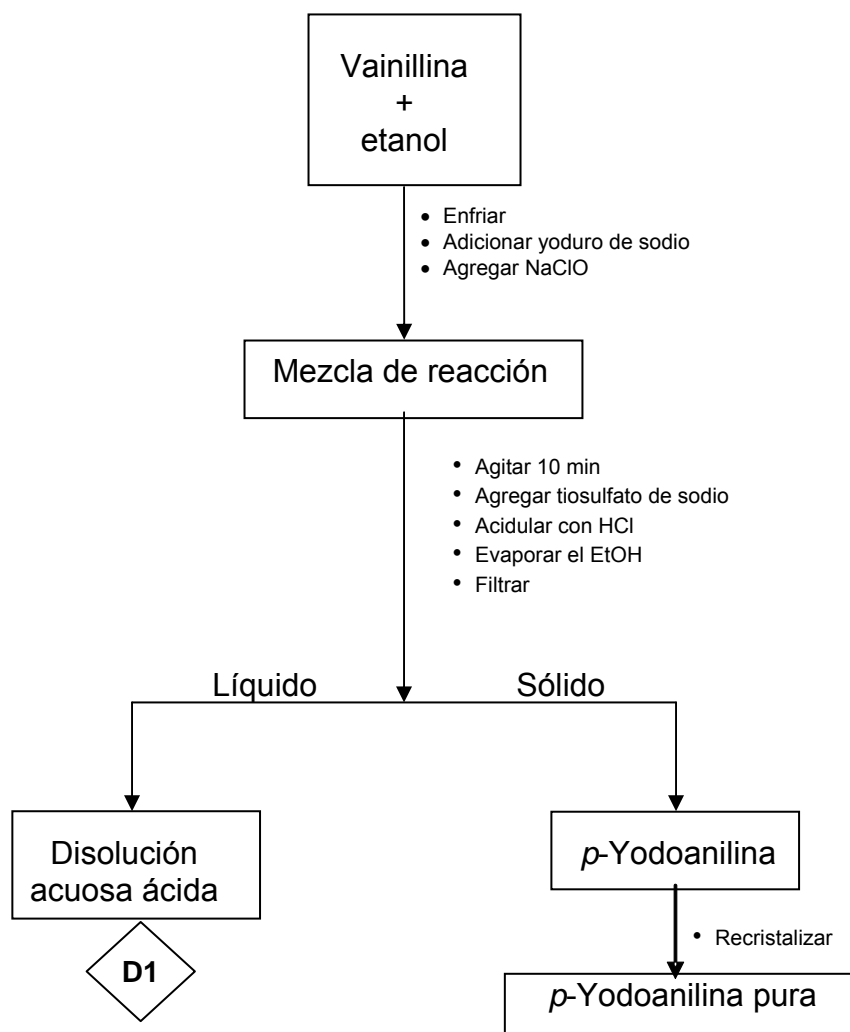
O=Cc1ccc(OC)c(O)c1I



## IX. BIBLIOGRAFÍA.

- 1) Edgar, K. J., Falling, S. N., *JOC*, **1990**, 55, 5287-5291.
- 2) Doxsee, K. 3er. Simposio Internacional de Química en Microescala, 2005, Centro Mexicano de Química en Microescala. UIA.

## YODACIÓN DE LA VAINILLINA.



**D1:** Neutralizar y desechar al drenaje.