



PRÁCTICA

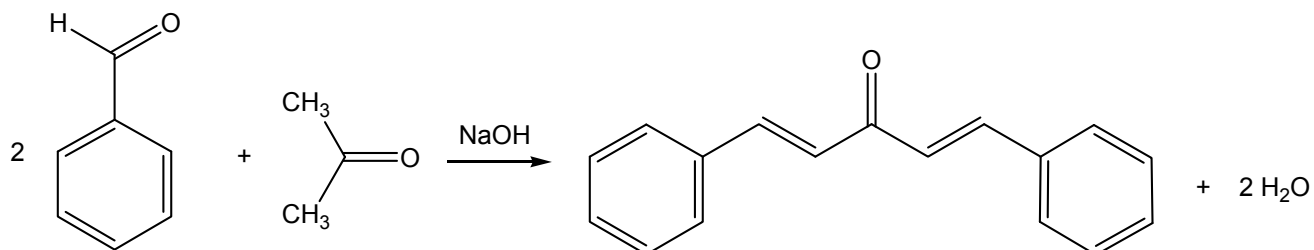
9

Condensación de Claisen-Schmidt. Obtención de Dibenzalacetona.

I. OBJETIVOS.

- Efectuar una condensación aldólica cruzada dirigida.
- Obtener un producto de uso comercial.

REACCIÓN:





	Benzaldehído	Acetona	Dibenzalacetona
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.

Vaso precipitados de 250 mL	1	Embudo de filtración rápida	1
Matraz Erlenmeyer de 125 mL	2	Vidrio de reloj	1
Termómetro de -10 a 400 °C	1	Espátula	1
Probeta graduada de 25 mL	1	Agitador de vidrio	1
Pipeta de 10 mL	1	Resistencia eléctrica	1
Kitazato con manguera	1	Recipiente de peltre	1
Pinzas de tres dedos con nuez	1	Portaobjetos	2
Agitador mecánico	1	Barra para agitación	1
Frascos para cromatografía	1	Frascos viales	2
Vaso de precipitados de 150 mL	1	Embudo büchner con alargadera	1

III. SUSTANCIAS.

NaOH	1.25 g	Etanol	70 mL
Benzaldehído	1.25 mL	Acetona	5 mL
Acetato de etilo	10 mL	Yodo	0.01g
Gel de sílice	2 g	Hexano	3 mL



IV. INFORMACIÓN.

Los aldehídos y las cetonas con hidrógenos en el carbono alfa al grupo carbonilo sufren reacciones de condensación aldólica.

Los hidrógenos en el carbono alfa al grupo carbonilo son hidrógenos ácidos.

Las condensaciones aldólicas cruzadas producen una mezcla de productos.

Las reacciones de condensación entre cetonas y aldehídos no enolizables producen un solo producto (condensaciones aldólicas cruzadas dirigidas).

Los productos obtenidos por condensación aldólica sufren reacciones de crotonización.

La acetona no se polimeriza pero se condensa en condiciones especiales, dando productos que pueden considerarse como derivados de una reacción de eliminación.

V. PROCEDIMIENTO.

En un matraz erlenmeyer de 125 mL coloque 1.25 g de NaOH, 12.5 mL de agua y 10 mL de etanol. Posteriormente, agregue poco a poco y agitando 1.25 mL de benzaldehído y luego 0.5 mL de acetona. Continúe la agitación durante 20-30 minutos más, manteniendo la temperatura entre 20-25 °C utilizando baños de agua fría.

Filtre el precipitado, lave con agua fría, seque, recristalice de etanol (*Nota 1*). Mida la masa y el punto de fusión del producto obtenido y calcule el rendimiento de la reacción. Haga una cromatoplaaca comparando la materia prima y el producto.



Datos cromatoplaca:

Suspensión: Gel de sílice al 35% en $\text{CHCl}_3/\text{MeOH}$ o en acetato de etilo.

Disolvente: Acetona o acetato de etilo.

Eluyente: Hexano/Acetato de etilo 4.5:0.5.

Revelador: I_2 o luz UV.

Nota:

- 1) Si al recrystalizar la disolución se torna de un color rojo-naranja, puede que se encuentre demasiado alcalina, por lo que será necesario agregar ácido clorhídrico diluido 1:1, hasta que se tenga un pH entre 7 y 8.

VI. ANTECEDENTES.

- a) Reacciones de condensación aldólica.
- b) Reacciones de condensación aldólica cruzada.
- c) Otros ejemplos de reacciones de condensación de Claisen-Schmidt (condensación aldólica cruzada dirigida).
- d) Usos de la dibenzalacetona.
- e) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y productos.

VII. CUESTIONARIO.

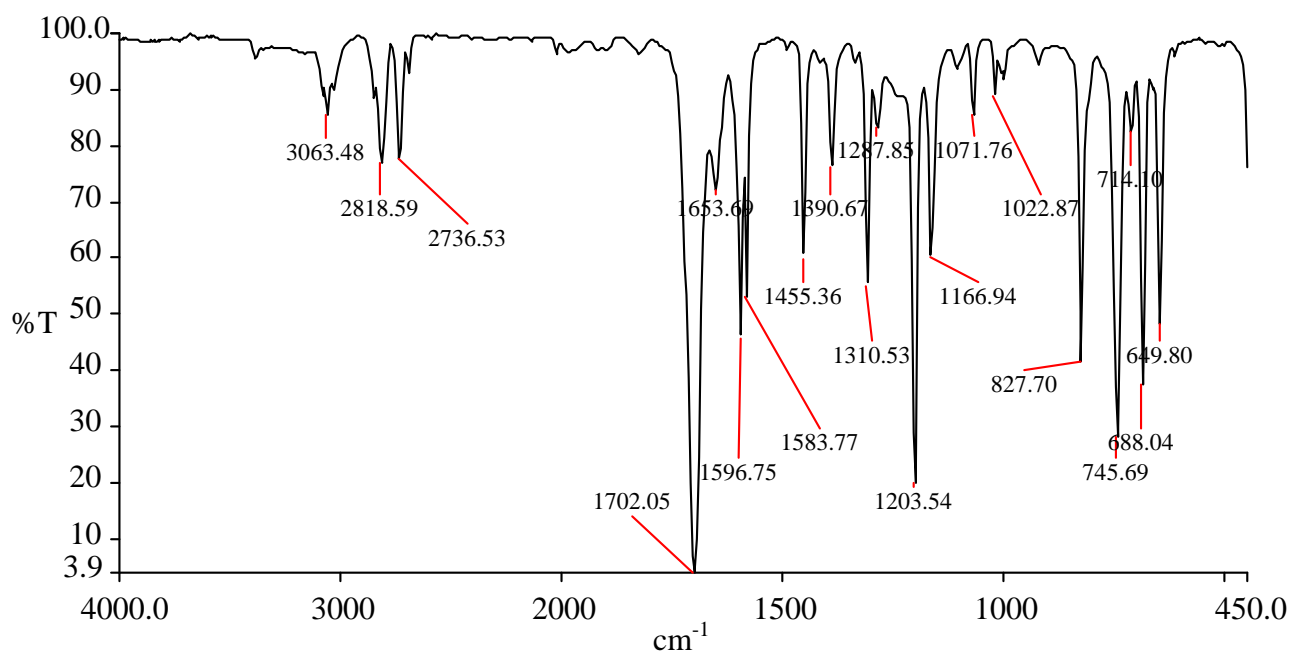
- 1) Explique por qué debe adicionar primero benzaldehído y después la acetona a la mezcla de la reacción.
- 2) Explique por qué se obtiene un solo producto y no una mezcla de productos en esta práctica.



- 3) Indique por qué se crotoniza fácilmente el aldol producido.
- 4) ¿Por qué la disolución no debe estar alcalina al recrystalizar?
- 5) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de IR a los grupos funcionales de reactivos y productos.

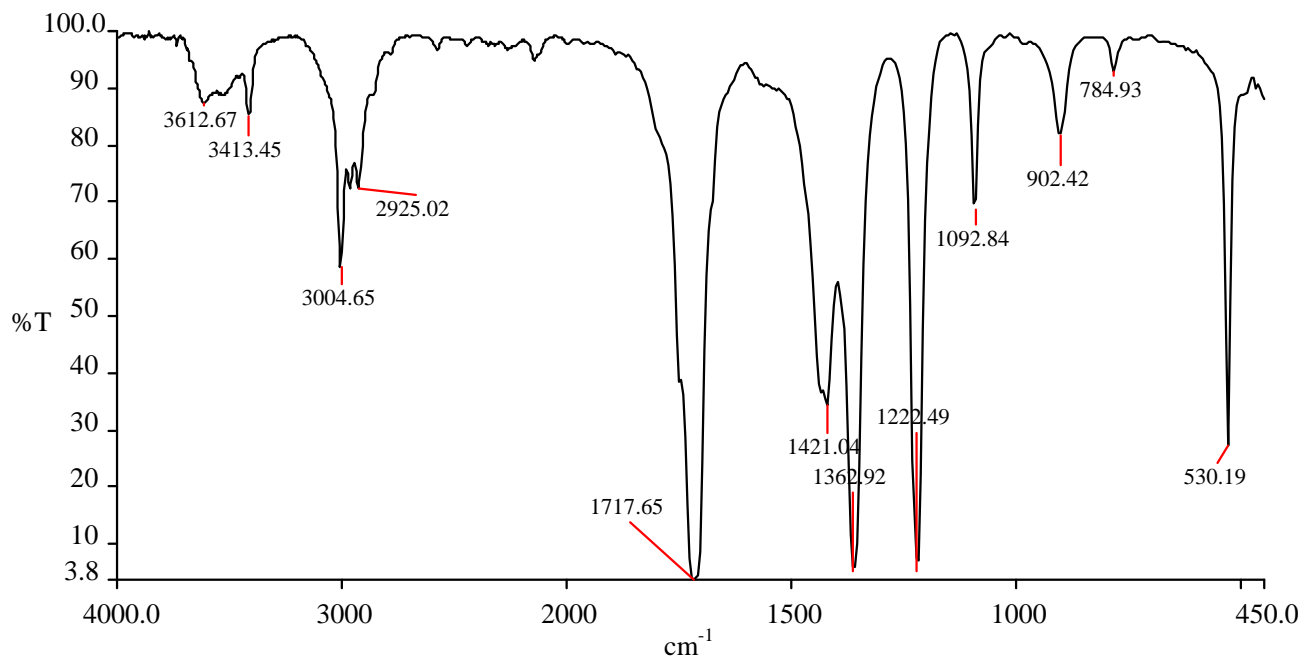
VIII. ESPECTROS DE IR.

a) Espectro de IR del benzaldehído.

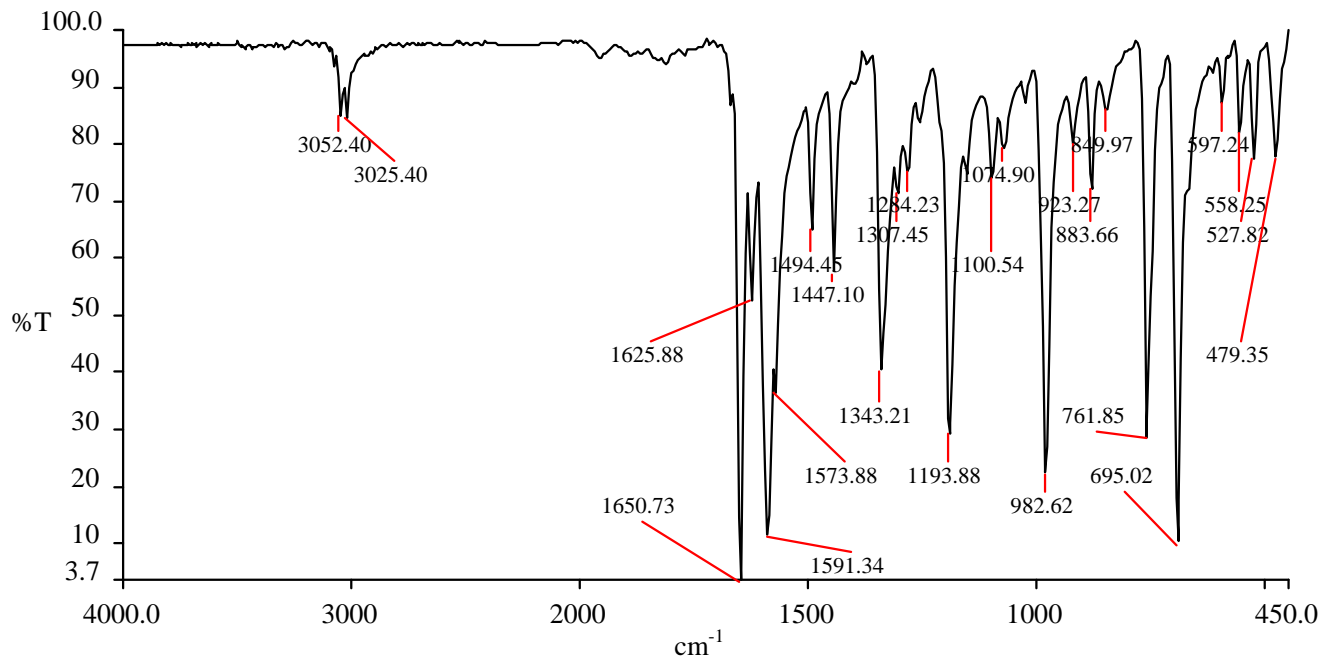




b) Espectro de IR de la acetona.



c) Espectro de IR de la dibenzalacetona.



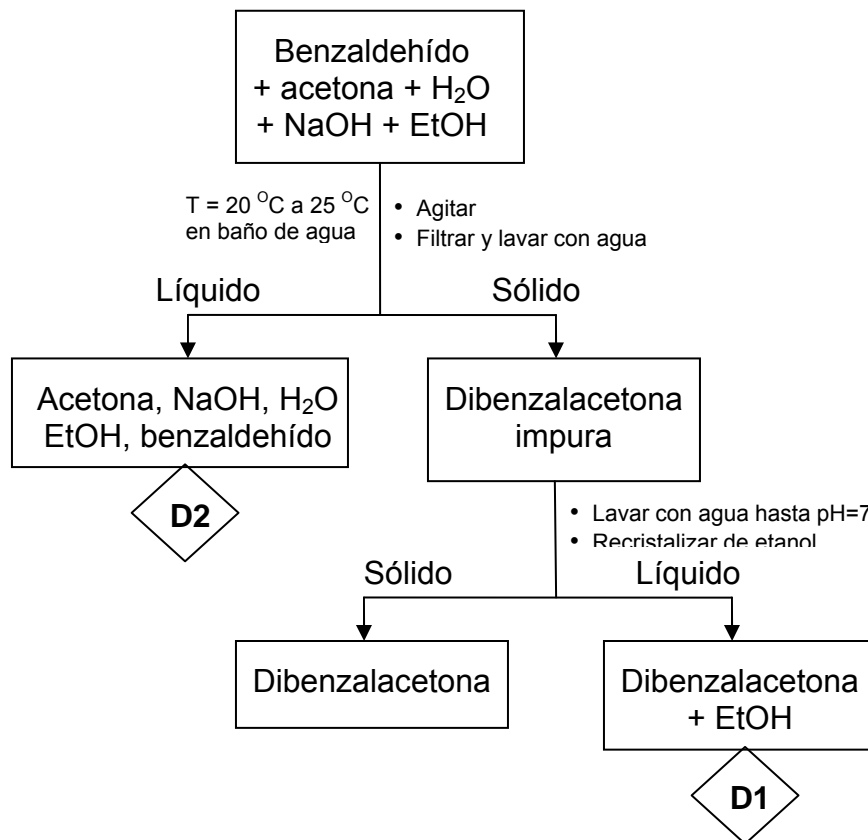


IX. BIBLIOGRAFÍA.

- 1) Vogel, A. I., *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*, John Wiley, New York, 1989.
- 2) Conard, C. R., Dolliver, M. A., *Organic Syntheses*, Coll. Vol. 2, 167, 1943.
- 3) Dinwiddie, J. G., White, H. M., Day, W. J., *Journal of Organic Chemistry* 27, 327-328, 1962.
- 4) Lehman, J. W., *Operational Organic Chemistry: A Laboratory Course*, Allyn & Bacon, Boston, 1988.
- 5) Mohring, J. R., Neckers, D. C., *Laboratory Experiments in Organic Chemistry*, D. van Nostrand Company, Inc., New York, 1973.



OBTENCIÓN DE DIBENZALACETONA.



D1: Recuperar el etanol por destilación. La dibenzalacetona impura se puede emplear como sustancia problema de cristalización para otros cursos.

D2: Hacer ensayo para aldehídos. Si resulta negativo, recuperar el etanol por destilación y neutralizar el residuo, desechar posteriormente por el drenaje. Si resulta positivo, agregar más NaOH y acetona, repetir el proceso para obtener más Dibenzalacetona. Agregar más acetona si es necesario.

Precauciones: Benzaldehído: LD50 = 1300 mg/kg. Peligroso si se inhala o se absorbe por la piel causando irritación.

Disposición: Disuelta con un disolvente combustible para ser incinerado.

Productos de descomposición: Humos tóxicos de monóxido y bióxido de carbono.