

PRÁCTICA

9

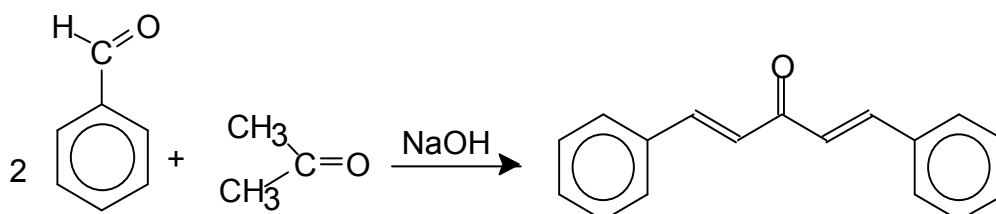
CONDENSACIÓN DE CLAISEN-SCHMIDT

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)	106.12	58.08	234.3
Densidad (g/mL)	1.044	0.791	
Punto de ebullición (°C)	178-179	56	
Punto de fusión (°C)			104-107

II. MATERIAL

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

III. SUSTANCIAS

• NaOH	1.25 g	• Etanol	70 ml
• Benzaldehído	1.25 g	• Acetona	8 ml
• Acetato de etilo	10 ml	• Yodo	0.01g
• Gel de sílice G	2 g	• Hexano	3 ml

IV. INFORMACIÓN

- Los aldehídos y las cetonas con hidrógenos en el carbono alfa al carbonilo sufren reacciones de condensación aldólica.
- Los hidrógenos en el carbono alfa al carbonilo son hidrógenos ácidos.
- Las condensaciones aldólicas cruzadas producen una mezcla de productos.

-
- d) Las reacciones de condensación entre cetonas y aldehídos no enolizables producen un solo producto (condensaciones aldólicas cruzadas dirigidas).
- e) Los productos obtenidos por condensación aldólica sufren reacciones de crotonización.
- f) 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

Coloque en un matraz Erlenmeyer de 125 ml 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^o C utilizando baños de agua fría.

Filtre el precipitado, lave con agua fría, seque, recristalice de etanol (*Nota 1*) Pese, determine punto de fusión y cromatoplaaca comparando la materia prima y el producto.

Datos cromatoplaaca

Suspensión: Gel de sílice al 35% en CHCl₃/MeOH o en acetato de etilo.

Disolvente: Acetona o acetato de etilo

Eluyente: Hexano/Acetato de etilo 4.5:0.5

Revelador: I₂ o luz U.V.

NOTA

1) Si al recristalizar la solución 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

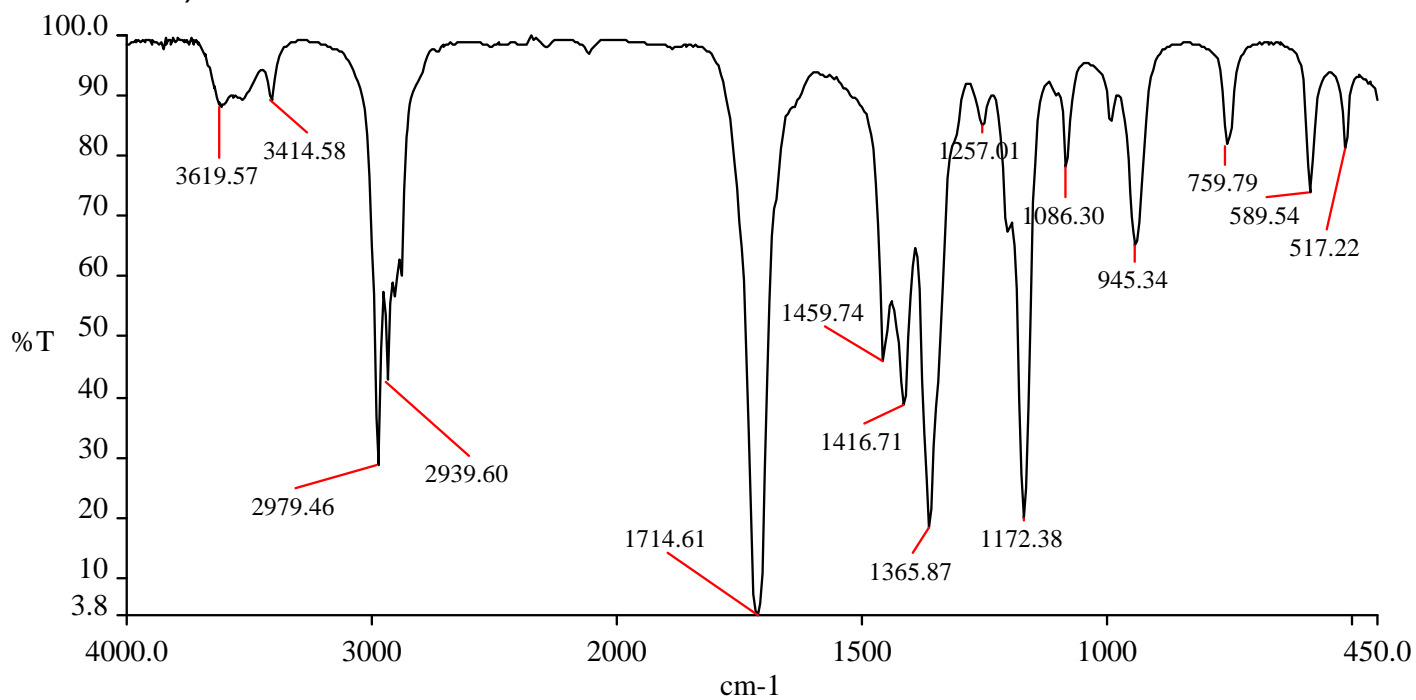
- a) Reacciones de condensación aldólica.
- b) Reacciones de condensación aldólica cruzada.
- c) Otros ejemplos de reacciones de condensación de Claisen-Schmidt (condensación aldólica cruzada dirigida).
- d) Usos de la dibenzalacetona
- e) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y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

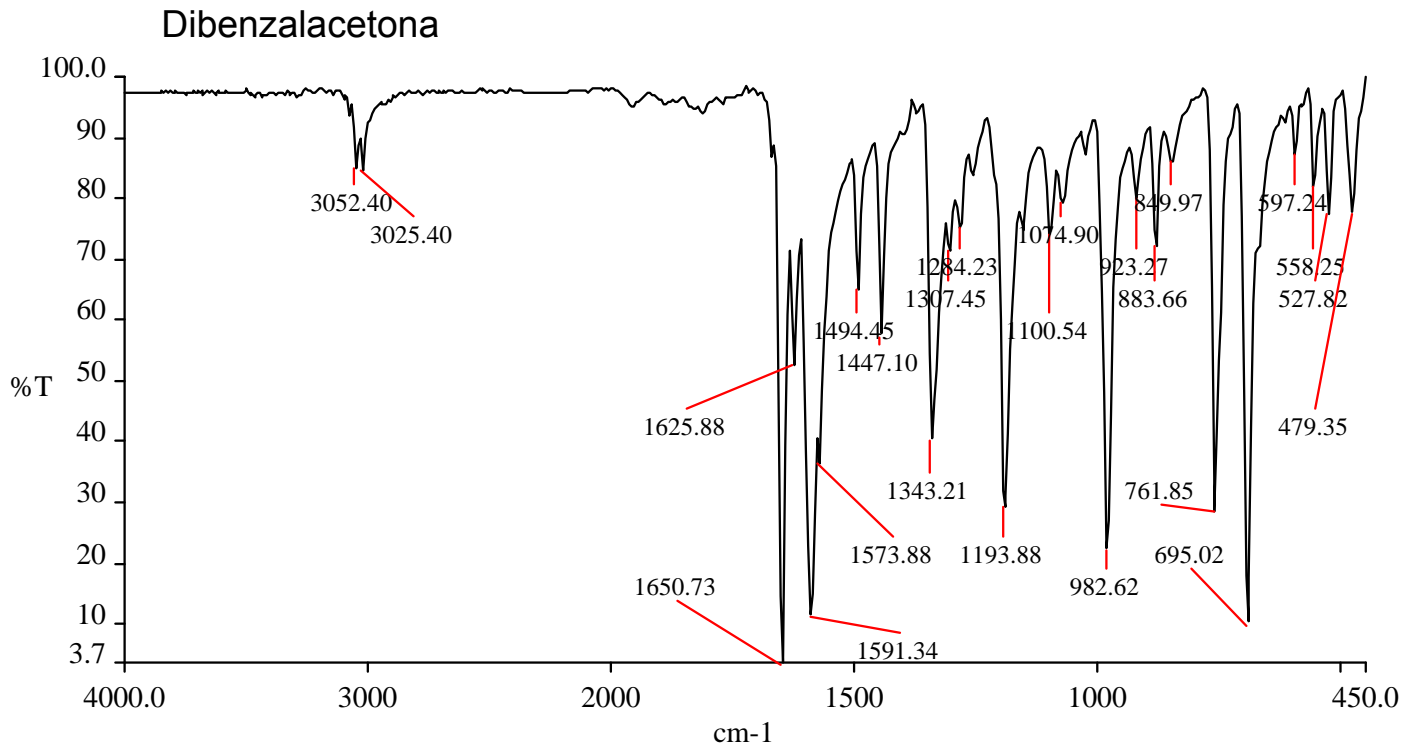
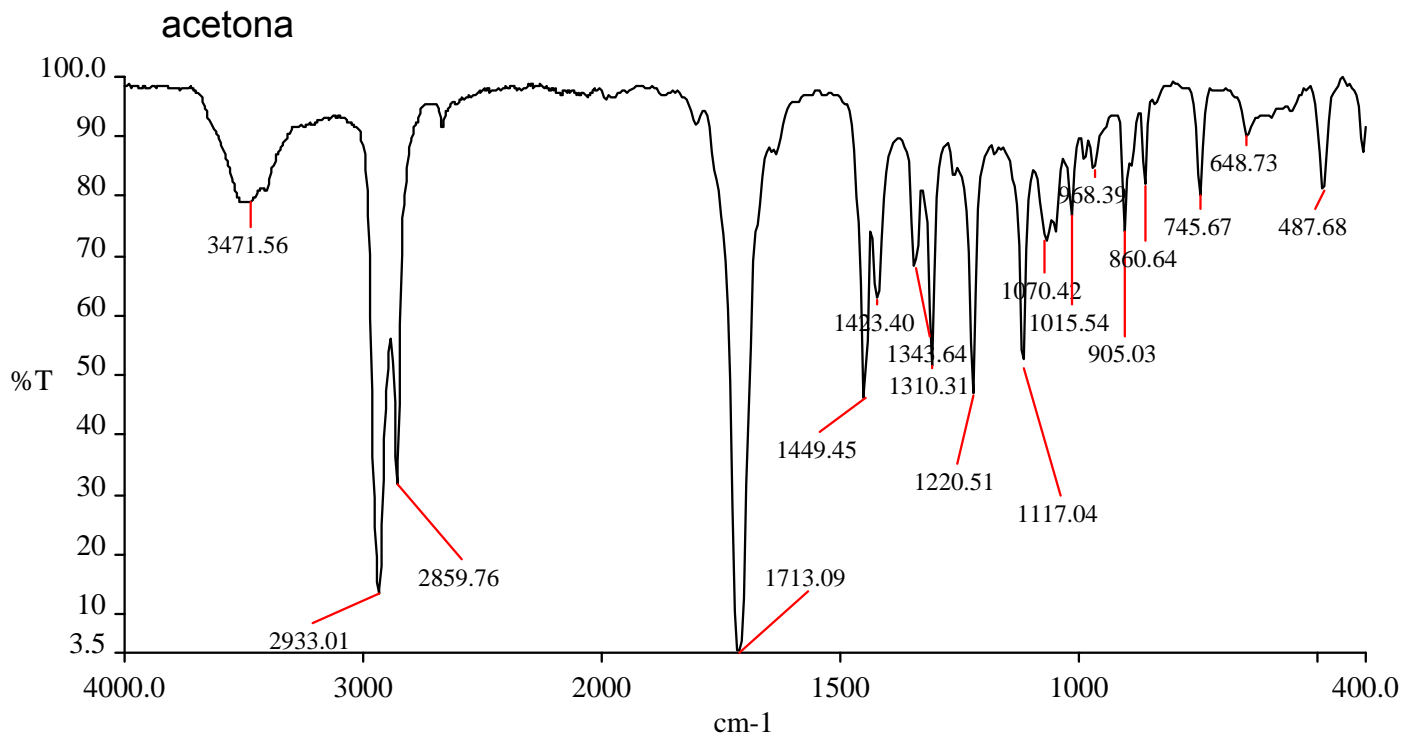
VII. CUESTIONARIO.

- 1) Explique por qué debe adicionar primero benzaldehído y después la acetona a la mezcla de la reacción.
- 2) Explique porqué 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 solución no debe estar alcalina al recrystalizar?
- 5) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de I.R. a los grupos funcionales de reactivos y productos.

Espectros de I.R.

a) Benzaldehído

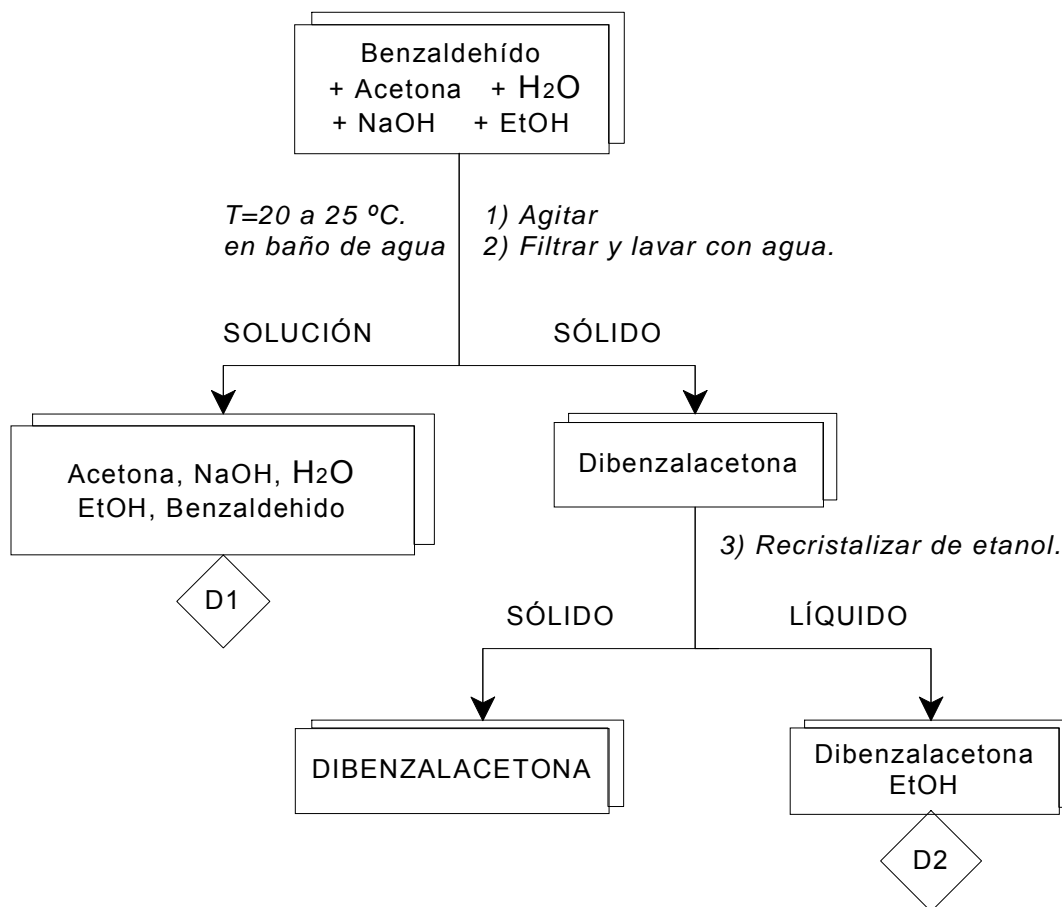




VIII. BIBLIOGRAFÍA

- a) Vogel, A.I.
A textbook of Practical Organic Chemistry.
5^a. Edición , Longmans Scientific and Technical, NY, (1989).
- b) Conar, C.R. and Dolliver, M.A.
Org. Syn. Coll, 2,167 (1943)
John Wiley and Sons Inc.
- c) Cremllyn, R.J.W. and Still, R.H.
Named and Miscellaneous Reactions in Organic Chemistry
Heinman Educational Books Ltd
London (1967)
- d) Journal of Organic Chemistry 1962, 27, 327-328
- e) Lehman, J.W.
Operational Organic Chemistry
3er edition
Prentice Hall
New Jersey (USA) 1999.
- f) Mohring, J.R., Hammond, C.N., Morrill, T.C., Neckers, D.C.
Experimental Organic Chemistry
W.H. Freeman and Company
New York (USA) 1997.

CONDENSACIÓN DE CLAISEN-SCHMIDT OBTENCIÓN DE DIBENZALACETONA



D1: Filtrar para eliminar sólidos. Tratar con carbón activado hasta que la solución quede incolora. Checar pH y desechar por el drenaje. Los sólidos filtrados pueden guardarse para utilizarse en prácticas de cristalización, o mandarse incinerar.

D2: Filtrar para eliminar sólidos. Recuperar el etanol por destilación. Si está diluido con agua, dar el mismo tratamiento que para D1. Los sólidos se tratan de la misma forma que en D1.