

PRÁCTICA 11
SINTESIS DE KOLBE-SCHMITT
OBTENCIÓN DEL ÁCIDO 2,4- DIHIDROXIBENZOICO

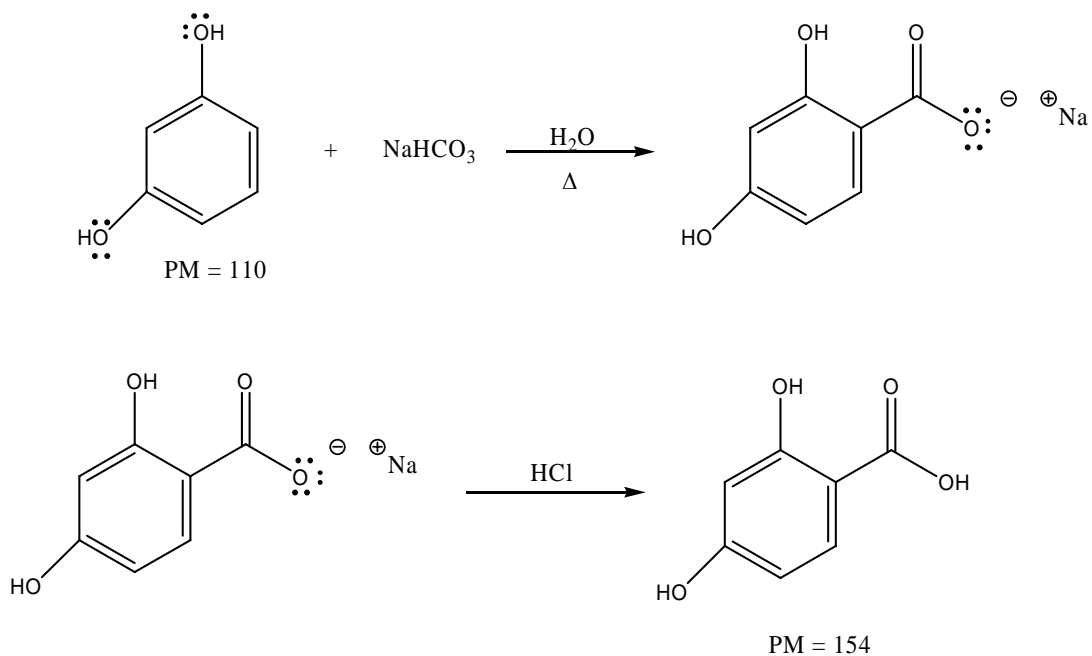
↪ **OBJETIVOS.**

- ✓ Efectuar una reacción de carboxilación de fenoles.
- ✓ Aplicar el método de Kolbe para obtener un ácido carboxílico fenólico.

↪ **GUIA DE ESTUDIO.**

- a) Diferentes métodos de obtención de ácidos carboxílicos.
- b) Propiedades químicas de los fenoles.
- c) Propiedades químicas de ácidos carboxílicos.
- d) Métodos de identificación de fenoles y de ácidos carboxílicos.

↪ **REACCIONES.**



↪ MATERIAL.

1 Matraz pera de una boca	1 Refrigerante de agua con mangueras
1 Pinzas de 3 dedos con nuez	1 Embudo Buchner con alargadera
1 Espátula	1 Matraz Kitasato de 250 ml con mangueras
1 Vidrio de reloj	1 Mechero con manguera
1 Probeta graduada de 25 ml	1 Anillo metálico
1 Vaso de precipitados de 250 ml	1 Tela de alambre con placa de asbesto
1 Matraz Erlenmeyer de 125 ml	1 Recipiente de peltre
1 Vaso de precipitados de 150 ml	

↪ SUSTANCIAS.

	Cantidad
Resorcinol	2 g
Bicarbonato de sodio	5 g
Ácido Clorhídrico concentrado	20 ml

↪ INFORMACIÓN.

- Los fenólicos sufren sustitución electrofílica aromática aún en presencia de electrófilos débiles como el CO_2 .
- El bicarbonato de sodio es una fuente de obtención de CO_2 .
- Los fenólicos de sodio se carboxilan en posiciones orto al grupo fenólico en presencia de soluciones acuosas de CO_2 ; a este proceso se le conoce como Reacción de Kolbe-Schmitt.
- La carboxilación de fenólicos es un proceso importante para la obtención industrial de ácidos carboxílicos fenólicos.

↪ PROCEDIMIENTO.

Coloque 2 g de resorcinol en el matraz de pera de una boca, agregue 5 g de bicarbonato de sodio y 15 ml de agua. Adapte el refrigerante en posición de reflujo y caliente a ebullición suave (1) con el mechero durante una hora.

Enfríe la mezcla de reacción a temperatura ambiente y viértala en un vaso de precipitados de 250 ml que contenga 30 ml de agua fría.

Agregue gota a gota y con agitación, ácido clorhídrico concentrado (2) hasta $\text{pH} = 1$.

Enfríe en baño de hielo hasta que cristalice el ácido 2,4 - dihidroxibenzoico obtenido.

Filtre al vacío, lave con agua y recristalice el ácido de agua caliente. Determine punto de fusión (3).

NOTAS:

- (1) Inicie cuidadosamente el calentamiento, ya que se produce mucha espuma.
- (2) Agregue el ácido lentamente y con agitación, ya que se desprende CO_2 y se puede derramar la mezcla de reacción.
- (3) El punto de fusión del ácido 2,4-dihidroxibenzoico es $218-19^\circ \text{C}$ ó puede fundir a 197°C con descomposición.

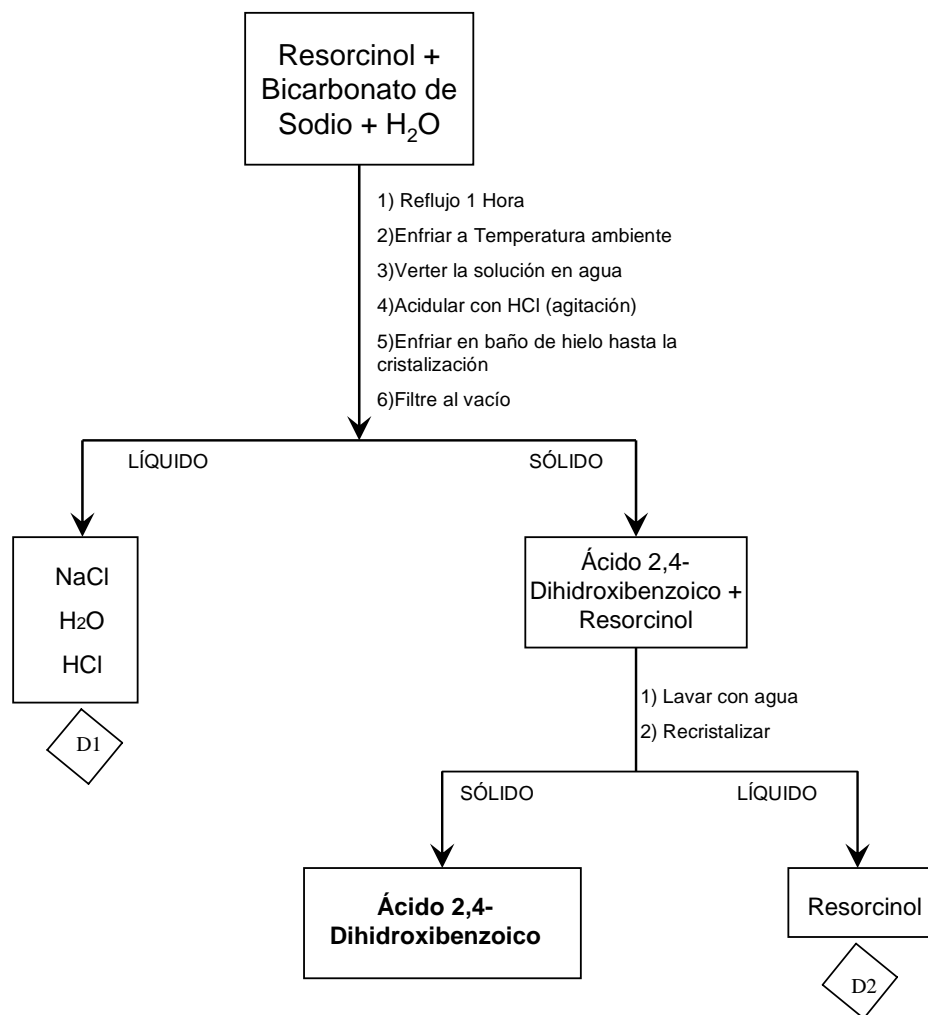
↪ CUESTIONARIO.

- a) Explique porqué debe tener cuidado al iniciar el calentamiento de la mezcla de reacción.
- b) Diga qué otras sustancias podría usar en lugar de bicarbonato de sodio.
- c) ¿Para qué se acidula a $\text{pH}=1$ con HCl concentrado?
- d) ¿Cómo puede identificar el producto obtenido? Diga dos diferentes formas.
- e) ¿Se podría utilizar las mismas condiciones de reacción para carboxilar el fenóxido de sodio?
- f) Diga que tratamiento debe efectuar a los desechos de la mezcla de reacción, antes de desecharlos en el drenaje.

↪ BIBLIOGRAFÍA.

- A. I. Vogel, Text Book Practical Organic Chemistry, 4^a. Edición, Editorial Longmans, Londres (1980), pp. 830.
- Organicum. Practical Handbook of Organic Chemistry, English translation by B. J. Hazzard. Addison Wesley Pub. Co. USA .1973, pp. 346.
- Nierensteis & Clibbens, Organic Synthesis, Vol. Col. 2, pp. 557.
- Streitwieser A. y Heathcock C. H. Introduction to Organic Chemistry McMillan Pub. Co. Inc. USA. 1976. pp. 1009

SÍNTESIS DE KOLBE – SCHIMTT
OBTENCIÓN DEL ÁCIDO 2,4-DIHIDROXIBENZOICO



D1,D2: Medir el pH de la solución, neutralizar, adsorber con carbón activado; el carbón se manda a incinerar, y la solución se desecha por el drenaje.