

PRÁCTICA 12
SÍNTESIS DE WILLIAMSON
OBTENCIÓN DEL ÁCIDO FENOXIACÉTICO

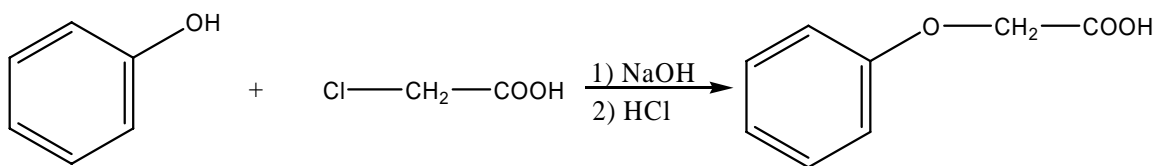
↪ **OBJETIVOS.**

- ✓ Que el alumno obtenga un éter por Síntesis de Williamson.
- ✓ Que purifique el producto obtenido por el método de Extracción Selectiva.
- ✓ Que distinga las propiedades ácidas de fenoles y ácidos carboxílicos.

↪ **GUÍA DE ESTUDIO.**

- a) Diferentes métodos de obtención de éteres.
- b) Síntesis de Williamson, condiciones de reacción.
- c) Acidez de fenoles y de ácidos carboxílicos.
- d) Propiedades químicas de reactivos y productos.
- e) Usos del ácido fenoxiacético.
- f) Extracción con disolventes activos.

↪ **REACCIÓN.**



↪ **MATERIAL.**

1 Recipiente de peltre
1 Resistencia eléctrica
1 Agitador de vidrio
1 Probeta de 25 ml
1 Matraz Erlenmeyer de 125 ml
1 Pinza de 3 dedos con nuez

1 Vaso de precipitados de 150 ml
1 Matraz Erlenmeyer de 50 ml con tapón de corcho
1 Embudo Buchner con alargadera
1 Matraz Kitasato de 250 ml con mangueras
1 Embudo de separación
1 Espátula.

☞ SUSTANCIAS.

	Cantidad
Fenol	0.5 g
Ácido monocloroacético	0.75 g
Éter etílico	15 ml
NaOH al 33%	2.5 ml
HCl concentrado	7.5 ml
Na ₂ CO ₃ al 15 %	7.5 ml

☞ INFORMACIÓN.

- Los halogenuros de alquilo sufren reacciones de sustitución nucleofílica con alcóxidos o fenóxidos para producir éteres.
- Los fenoles son nucleófilos débiles pero sus sales (los fenóxidos) son nucleófilos más poderosos.
- Los fenoles son compuestos más ácidos que el agua pero menos ácidos que el ácido carbónico.
- Los ácidos carboxílicos orgánicos son ácidos más fuertes que el ácido carbónico.
- Las sales iónicas de los fenoles y de los ácidos carboxílicos son solubles en agua.

☞ PROCEDIMIENTO.

En un matraz Erlenmeyer de 50 ml, se disuelve 0.5 g de fenol (**precaución: muy irritante**) en 2.5 ml de NaOH al 33% (1), se tapa el matraz con tapón de corcho y se agita vigorosamente durante 5 minutos, se agregan luego 0.75 g de ácido monocloroacético, se vuelve a tapar el matraz y se continúa la agitación por 5 minutos más. Si la mezcla se hace pastosa, puede agregarse de 1 a 3 ml de agua (2).

Se quita el tapón y se coloca el matraz en baño María durante 40 minutos. Se enfría la solución y se diluye con 5 a 7.5 ml de agua. Se acidula con HCl concentrado hasta pH de 1 (3).

La mezcla se coloca en el embudo de separación y se extrae con éter usando 3 porciones de 5 ml cada una; se reúnen los tres extractos etéreos y se lavan 3 veces con 5 ml de agua cada vez (estas porciones acuosas se desechan). La fracción orgánica se extrae con Na₂CO₃ al 15 % (3 porciones de 5 ml cada una).

El extracto acuoso alcalino (4) se acidula con HCl 1:1 **¡PRECAUCIÓN!** porque se produce espuma, hasta que precipita el producto. Se filtra y se seca a aire. Se le determina rendimiento y punto de fusión.

NOTAS:

- (1) Ver que la solución esté alcalina con papel pH.
- (2) Si se agrega exceso de agua, puede disolver el producto.
- (3) Comprobar que la solución sea ácida con papel pH.
- (4) Comprobar la alcalinidad de la solución con papel pH.

* Si no se observan las notas anteriores, puede obtenerse un resultado negativo en esta práctica.

↪ CUESTIONARIO.

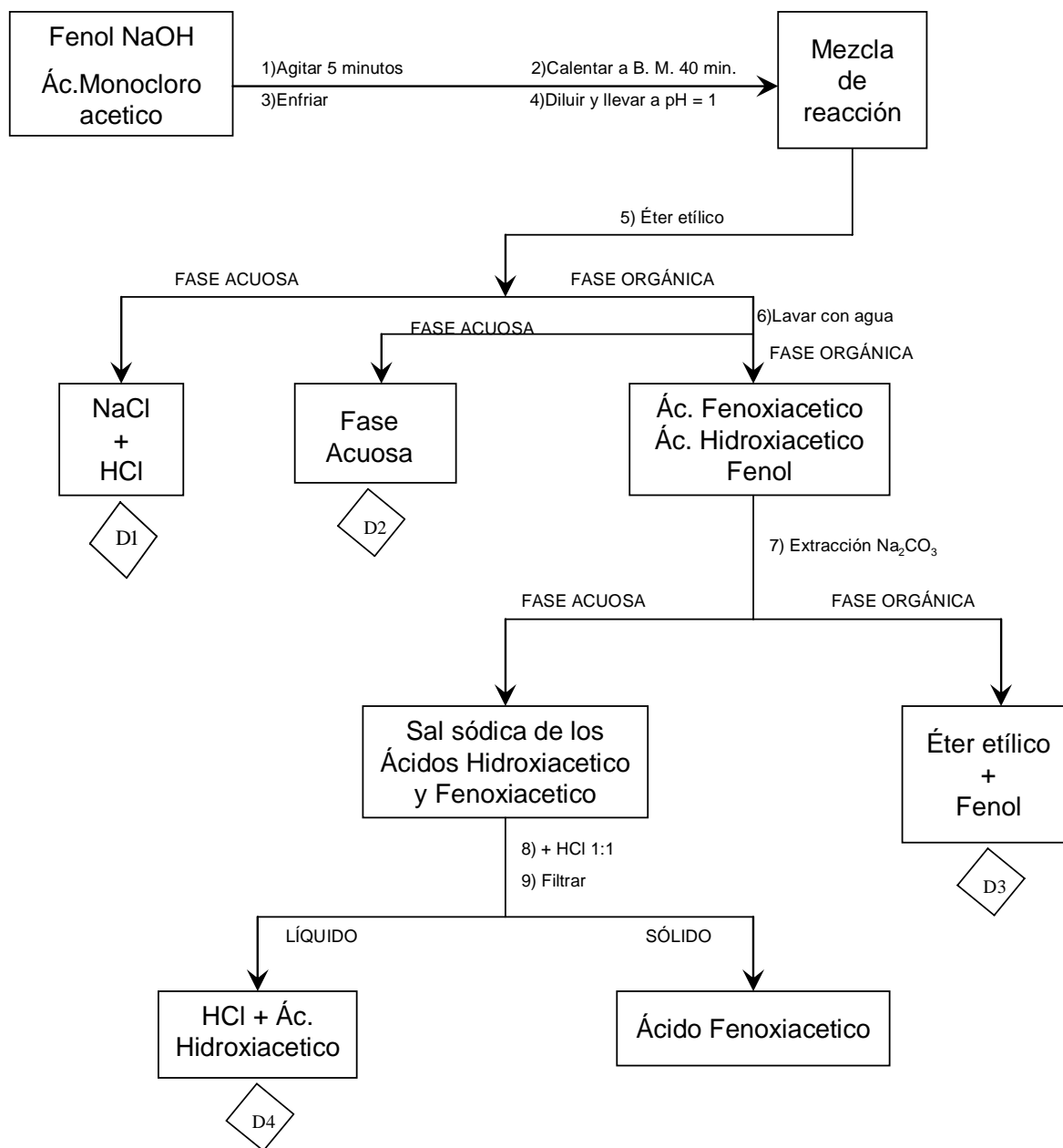
- a) ¿Qué reacción ocurre entre el hidróxido de sodio y el fenol?
- b) ¿Qué reacción ocurre entre el hidróxido de sodio y el ácido monocloroacético?
- c) ¿Qué sucede, si la mezcla de reacción no contiene la suficiente cantidad de hidróxido de sodio al iniciarse la reacción?
- d) Escriba un diagrama de separación que nos indique el proceso de purificación del ácido fenoxiacético.
- e) ¿Qué producto queda en el éter después de efectuar la extracción con Na_2CO_3 acuoso?
- f) ¿Qué pH tiene la fracción orgánica? ¿Qué sustancia contiene?
- g) ¿Qué pH tiene la fracción acuosa? ¿Qué sustancia contiene?
- h) ¿Qué tratamiento se les deberá dar a cada una de estas fracciones, para descartarlas en el drenaje?

↪ BIBLIOGRAFÍA.

- Brewster R. Q. y Vanderwerf C. A. Mc. Ewen, W. E. Curso Práctico de Química Orgánica, 2ª. Edición, Editorial Alambra, España (1970), pp. 215-217.
- Cremlyn, R. J. W. and Still, R.H. Named and Miscellaneous Reactions in Practical Organic Chemistry. Heinemann Educ. Books Ltd. London 1976.
- R. T. Morrison y R. N. Boyd., Química Orgánica. 3a Edición, Fondo Educativo Interamericano, S. A. México .1976.
- Allinger N. L. et al. Química Orgánica, Ed. Reverté S.A. España. 1975.

SINTESIS DE WILLIAMSON

OBTENCIÓN DEL ÁCIDO FENOXIACETICO



D1,D2 y D4: Mezclar las tres soluciones. Dependiendo del pH resultante, termine de neutralizar estos desechos. Filtrar si hay sólidos y viértase la solución al drenaje.

D3: Recupérese el disolvente por destilación, separando los posibles sólidos por filtración. Las colas de destilación y los sólidos se mandan a incinerar