

MATERIA: **QUÍMICA ORGÁNICA II (1445)**

LICENCIATURA: QUÍMICA FARMACÉUTICA-BIOLÓGICA
Y QUÍMICA DE ALIMENTOS.

ASIGNATURA: OBLIGATORIA.

SEMESTRE: CUARTO.

CREDITOS: 10

No. DE HORAS: TEORIA 3. LABORATORIO 4.

OBJETIVOS GENERALES

- Identificar y clasificar las reacciones químicas más comunes en que participan las moléculas orgánicas.
- Utilizar adecuadamente la terminología empleada en las reacciones orgánicas.
- Representar gráficamente los mecanismos de reacción y productos de transformación de las moléculas orgánicas.
- Identificar y clasificar la reactividad de los grupos funcionales presentes en las moléculas orgánicas.
- Preparar en el laboratorio compuestos conocidos y sencillos de cierta utilidad o que demuestren un principio teórico.
- Correlacionar la estructura con las propiedades químicas en compuestos orgánicos.
- Elaborar hipótesis acerca del comportamiento y reactividad de las moléculas orgánicas, sobre la base de los conocimientos adquiridos.

CONTENIDO DEL TEMARIO

UNIDAD 1	INTRODUCCIÓN A LAS REACCIONES ORGÁNICAS.	(3 HRS.)
UNIDAD 2	SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA EN CARBONO SATURADO, USOS DE LA SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA EN CARBONO SATURADO Y ELIMINACIÓN.	(13 HRS.)
UNIDAD 3	QUÍMICA DE COMPUESTOS CARBONÍICOS Y GRUPOS RELACIONADOS I (REACCIONES DE ADICIÓN NUCLEOFÍLICA)	(14HRS.)
UNIDAD 4	QUÍMICA DE COMPUESTOS CARBONILICOS Y GRUPOS RELACIONADOS II (SUSTITUCIÓN NUCLEOFÍLICA)	(9HRS.)
UNIDAD 5	CARBOHIDRATOS I Y II.	(6 HRS.)

UNIDAD 1 **Introducción a las reacciones orgánicas.**

OBETIVOS

- Al finalizar esta unidad el alumno deberá ser capaz de:
- Definir y clasificar las reacciones orgánicas.
 - Identificar los mecanismos de reacción.
 - Describir y aplicar la termodinámica y cinética de las reacciones orgánicas.
 - Describir los cambios de energía de las reacciones orgánicas.
 - Identificar los factores que influyen en la velocidad de las reacciones orgánicas.

CONTENIDO

- Introducción
- Definiciones:
 - Reactivos.
 - Sustrato o materia prima.
 - Intermediario.
 - Subproducto.
 - Productos principal y secundario.
 - Especies reactivas (carbocationes, carbaniones, radicales libres, carbenos, etc.)
 - Convención de flechas.
- Clasificación por:
 - Balance de materia.
 - Reactivo involucrado.
 - Mecanismo de reacción:
 - Sustitución nucleofílica en carbono sp^3 .
 - Sustitución nucleofílica en carbono sp^2 .
 - Sustitución electrofílica. (Compuestos aromáticos y alquenos)
 - Sustitución nucleofílica aromática (adición-eliminación)
 - Oxidaciones y reducciones
- Mecanismos, energía de reacción, cambios de energía en las reacciones endo y exotérmica.
- Reacciones intra e intermoleculares y los cambios de entropía.
- Factores que influyen en la velocidad de reacción.
- Velocidades de reacción y teoría del estado de transición, diagrama de energía libre.
- Reacción de un solo paso y de dos pasos.
- Termodinámica y cinética de las reacciones orgánicas.
- Producto controlado cinéticamente y producto controlado termodinámicamente.
- Alteraciones de la velocidad de reacción por variación en la estabilidad de reactivos y estados de transición.

UNIDAD 2 Sustitución nucleofílica en carbono saturado, usos de la sustitución nucleofílica en carbono saturado y eliminación.

OBJETIVOS

Al finalizar esta unidad el alumno deberá ser capaz de:

- Identificar los grupos funcionales más comunes que participan en las reacciones de sustitución nucleofílica sobre carbono saturado.
- Describir y aplicar la nomenclatura, clasificación, propiedades y uso de los términos más importantes.
- Caracterizar las reacciones de sustitución nucleofílica S_N1 y S_N2 .
- Correlacionar la estructura del sustrato con los cambios estereoquímicos asociados con las reacciones de S_N1 y S_N2 .
- Analizar la influencia de la temperatura, concentración, disolvente, etc. sobre la velocidad de reacción.
- Correlacionar la estructura del sustrato con las condiciones del medio de reacción para determinar el grado de sustitución y de reacciones competitivas (eliminación y transposición)
- Caracterizar las reacciones de sustitución por radicales libres sobre carbono saturado.
- Identificar los pasos de las reacciones de sustitución por radicales libres.
- Correlacionar la estructura del sustrato con la estabilidad de los radicales libres formados.
- Correlacionar la estructura del sustrato con los cambios estereoquímicos asociados en la reacción de sustitución por radicales libres.
- Representar gráficamente las reacciones de sustitución nucleofílica en carbono saturado por medio de ecuaciones químicas en la interconversión de grupos funcionales.

- Seleccionar y aplicar la reacción de sustitución nucleofílica en carbono saturado para la formación de grupos funcionales y para alargar el esqueleto carbonado.
- Describir la nomenclatura, propiedades y usos de los compuestos representativos de cada grupo funcional que se prepara por reacciones de sustitución nucleofílica en carbono saturado.
- Identificar los grupos funcionales más comunes, que participan en las reacciones de eliminación.
- Representar gráficamente todas las especies que participan, así como los mecanismos involucrados.
- Correlacionar la estructura del sustrato con las condiciones del medio de reacción para determinar la estereoquímica, orientación, grado de eliminación y sustitución de la reacción.

CONTENIDO

- Sustitución nucleofílica en carbono saturado, reacción general.
- Importancia de la reacción de sustitución nucleofílica.
- Sustratos que experimentan la reacción de sustitución nucleofílica:
 - Nomenclatura (halogenuros de alquilo, alcoholes, ésteres sulfónicos, etc.)
 - Clasificación.
 - Propiedades y usos de los términos más importantes.
- Mecanismos S_N1 y S_N2 :
 - Diagrama de energía.
 - Cambios energéticos.
 - Especies involucradas.
 - Estereoquímica de la reacción.
- Nucleófilos y grupos salientes. Características e influencia sobre la velocidad de reacción.
- Influencia de disolventes (próticos y apróticos), temperatura, concentración, etc., sobre la velocidad y mecanismo de reacción.
- Variaciones estructurales del sustrato en el carbono que sufre la sustitución: sustitución contra eliminación y transposición.
- Sustitución por radicales libres en carbono saturado, reacción general.
- Estabilidad de radicales libres.

- Mecanismo de sustitución por radicales libres:
 - Diagrama de energía.
 - Cambios energéticos.
 - Especies involucradas.
 - Estereoquímica de la reacción.
- Ínterconversión de grupos funcionales y alargamiento de cadenas carbonadas.
- Formación del enlace C-O.
 - Nomenclatura, propiedades físicas y espectroscópicas y usos de los términos más importantes:
 - Alcoholes.
 - Éteres.
 - Ésteres.
- Formación del enlace C-Z. (Z=X,S,N,P).
 - Nomenclatura, propiedades físicas y espectroscópicas y usos de los términos más importantes:
 - Halogenuros de alquilo.
 - Tioéteres.
 - Aminas.
 - Sales de fosfonio.
 - Alcanos.
- Formación del enlace C-C.
 - Nomenclatura, propiedades físicas y espectroscópicas y usos de los términos más importantes:
 - Nitrilos.
 - Alquinos.
 - Productos de condensación de enolatos.
- Introducción: importancia de la reacción de eliminación.
- Mecanismo E1 y E2
- Dirección de la eliminación.
 - Regla de Saytzeff.
 - Regla de Hofmann.
- Eliminación contra la sustitución.
- Formación de alquenos y alquinos y otros dobles y triples enlaces.

UNIDAD 3**QUÍMICA DE COMPUESTOS
CARBONÍLICOS Y GRUPOS
RELACIONADOS I
(Reacciones de adición nucleofílica.)****OBJETIVOS**

Al finalizar esta unidad, los alumnos:

- Describirán al grupo carbonilo y grupos relacionados en términos de orbitales atómicos y moleculares de los átomos involucrados como responsables de la polaridad.
- Correlacionarán los anteriores junto con los efectos electrónicos y estéricos de los constituyentes, con la reactividad hacia nucleófilos y electrófilos.
- Describirán la nomenclatura, propiedades y usos de los aldehídos y cetonas.
- Identificarán las reacciones de adición nucleofílica a grupos carbonilo (aldehídos y cetonas) y grupos análogos (iminas y nitrilos)
- Sobre la base de la estructura, definirán y representarán gráficamente los diferentes tipos de compuestos que se forman por reacciones de adición nucleofílica a compuestos con grupos carbonilo.
- Identificarán y clasificarán las reacciones más comunes en que participan los enolatos y carbaniones.
- Describirán y analizarán la estabilidad y las propiedades químicas de los enolatos y carbaniones sobre la base de su estructura.
- Describirán e identificarán los requerimientos estructurales de los compuestos para generar enolatos y carbaniones.
- Representarán gráficamente los mecanismos de reacción, especies involucradas y productos de transformación en que participan los enolatos y carbaniones.
- Utilizarán adecuadamente a los enolatos y carbaniones en la formación de algunos grupos funcionales.

CONTENIDO:

- Introducción.
- Importancia de la reacción de adición nucleofílica a grupos carbonilo.
- El grupo carbonilo:
 - Orbitales atómicos y moleculares.
 - Estructuras de resonancia, polaridad, reactividad, hacia nucleófilos y electrófilos, efecto estérico y electrónico de los sustituyentes que modifican la reactividad, estereoquímica.
- Estudio de los mecanismos generales de las reacciones de los grupos carbonilo y grupos análogos: adición y adición-eliminación.
- Aldehídos y cetonas más comunes: propiedades físicas y espectroscópicas, usos.
- Reacciones de adición nucleofílica:
 - Reacción con agua, alcoholes y tioles.
 - Reacción con carbaniones: nitrilos, acetiluros, reactivo de Grignard.
 - Adición de hidruros.
- Reacciones de adición-eliminación:
 - Reacción con amoníaco y aminas.
 - Reacción con hidrazina y compuestos relacionados.
 - Condensación aldólica y reacciones relacionadas.
 - Reacción de Wittig.
- Importancia de las reacciones de los enolatos y carbaniones.
 - Acidez de los hidrógenos.
 - Alquilación del éster malónico.
 - Alquilación del éster acetoacético.
 - Alquilación y acilación de enaminas.
 - Condensaciones aldólicas y reacciones relacionadas.
 - Reacción de Cannizzaro.
 - Condensación de ésteres.

- Adición vinílica a compuestos carbonílicos, insaturados.
- Usos de los enolatos y carbaniones en la formación de algunos grupos funcionales.

UNIDAD 4

QUÍMICA DE COMPUESTOS CARBONÍlicos Y GRUPOS RELACIONADOS II (Sustitución nucleofílica)

OBJETIVOS

Al finalizar esta unidad, los alumnos:

- Representarán gráficamente las reacciones de sustitución nucleofílica de los ácidos carboxílicos y de sus derivados.
- Describirán la nomenclatura, propiedades y usos de los ácidos carboxílicos y derivados más comunes.
- Correlacionarán la estructura de los diferentes ácidos carboxílicos y sus derivados con la reactividad química.
- Representarán gráficamente todas las especies que participan y los mecanismos involucrados.
- Sobre la base de la estructura los definirán y representarán gráficamente los diferentes tipos de compuestos que se forman por reacciones de sustitución nucleofílica en los ácidos carboxílicos y sus derivados.

CONTENIDO

- Introducción.
- Importancia de la reacción.
- Reacción general.
- Ácidos carboxílicos y derivados más comunes:
 - Nomenclatura, propiedades físicas y espectroscópicas, usos.

- Derivados de ácidos carboxílicos: Reacción con alcoholes, agua y tioles; amidas, preparación.
- Hidruro como nucleófilo.
- Carbaniones.
- Reacción de Claisen.
- Fragmentación de compuestos dicarbonílicos, descarboxilación.
- Sustitución nucleofílica en derivados del ácido sulfúrico y fosfórico.

UNIDAD 5

CARBOHIDRATOS

OBJETIVOS:

Al finalizar esta unidad, los alumnos:

- Definirán los compuestos mono, di y polisacáridos.
- Predecirán sus reacciones y mecanismos de transformación.

CONTENIDO

- Clasificación de los carbohidratos.
- Nomenclatura y Estereoquímica de los monosacáridos.
- Estructuras cíclicas.
 - Formación de Hemiacetales.
 - Proyecciones de Fischer y Haworth de las estructuras Piranosa y Furanosa.
 - Anómeros.
- Mutarrotación.
- Glicósidos.
- Reacciones químicas de Monosacáridos.
 - Oxidación.
 - Obtención de ácido Aldónico, Aldárico.

- Oxidación con el reactivo de Tollens, Fehling y Benedict.
- Oxidación con HIO_4
- Adición Nucleofílica.
 - Obtención de Osazonas, Fenilhidrazonas, Cianohidrinás.
- Alargamiento de la cadena.
- Disminución de la cadena.
- Determinación del tamaño del anillo.
- Monosacáridos de interés biológico.

REGLAMENTO DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

- 1.- Es obligatorio el uso de bata y lentes de seguridad (personal)
- 2.- Para cada experimento a realizar, el alumno deberá informarse de las medidas de seguridad, sobre el manejo y toxicidad de los reactivos, así como las recomendaciones específicas para su realización.
- 3.- Es preciso identificar el lugar de los extinguidores y la ubicación de las salidas del laboratorio.
- 4.- Queda prohibido fumar e ingerir alimentos y bebidas dentro del laboratorio.
- 5.- Considerando que algunas sustancias químicas son irritantes (sólidos, líquidos y gas) a la piel y mucosas, debe evitarse; a) el contacto directo de productos en manos y cara; b) la inhalación directa de gases. Para hacer la inhalación es conveniente formar una ligera corriente de aire con la mano, sobre la boca de los recipientes hacia la nariz.
- 6.- Los remanentes de reactivos utilizados no deben regresarse a los envases originales, y deben manejarse con pipetas y espátulas limpias y secas.
- 7.- La transferencia de un líquido con pipeta nunca ha de realizarse succionando con la boca, sino que deberá utilizarse una perilla de hule, una perilla de seguridad, o una jeringa.
- 8.- Cuando se efectúa una reacción química en un tubo de ensayo, debe cuidarse que la boca de éste no se dirija hacia un compañero o hacia sí mismo, ya que puede haber proyecciones.
- 9.- Un accidente (por pequeño que sea) debe comunicarse de inmediato al maestro responsable en el laboratorio.

- 10.- La gran mayoría de los disolventes orgánicos son volátiles e inflamables. Al trabajar con ellos deberá hacerse en lugares ventilados y nunca cerca de una flama. Los recipientes que los contienen deben mantenerse cerrados, en lugares frescos y secos.
- 11.- Queda prohibida la visita de personas ajenas a la práctica que se realiza.
- 12.- Cualquier quemadura con ácido, base o fuego, requiere que se ponga la parte afectada bajo el chorro de agua fría durante 15 minutos.

TABLA DE PROPIEDADES FÍSICAS

REACTIVOS	Fórmula estructural	PM.	Densidad	Edo. Físico y Color	p.eb./p.f.	Solubilidad	Toxicidad
2,4-Dinitrofenilhidrazina							
2-Butanona							
Acetato de etilo							
Acetofenona							
Acetona							
Acetona destilada de KMNO ₄							
Ácido acético glacial							
Ácido clorhídrico conc.							
Ácido malónico							
Ácido monocloroacético							
Ácido nítrico conc							
Ácido sulfúrico conc.							
Agua destilada							
Alcohol terbutílico							
Alcohol etílico 96							
Alcohol etílico 96 RA							
Alcohol isoamílico							
Alcohol n-butílico							
Bencilo							
Benzaldehído							
Benzofenona							

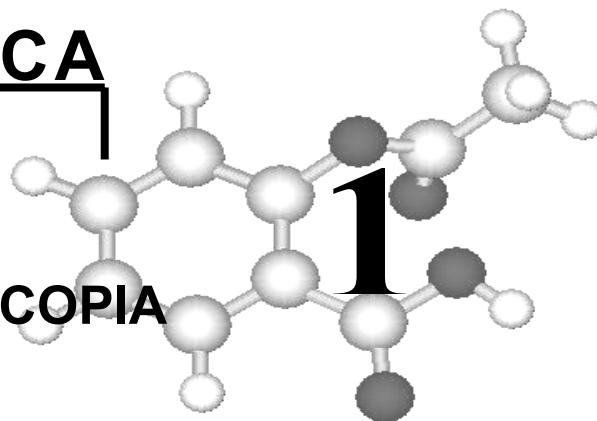
Bicarbonato de sodio							
Bisulfito de sodio							
Bromo							
Bromuro de sodio							
Carbonato de sodio							
Carbón activado							
Ciclohexanol							
Ciclohexanona							
Citrato de sodio							
Cloruro de benzoilo							
Cloruro de calcio anh.							
Cloruro de sodio Q.P.							
Cloruro de sodio técn.							
Dicromato de potasio							
Dioxano							
Éter etílico							
Fenilhidrazina							
Fenol							
Formaldehído							
Fructosa							
Gel de sílice para cromatografía							
Glucosa							
Hexano							

Hidróxido de sodio							
Hidróxido de potasio							
Hidróxido de amonio 5 %							
Hidróxido de amonio al 8% en etanol							
Hidróxido de sodio 0.05N							
Manosa							
Nitrato de plata al 5 %							
Permanganato de potasio							
Propionaldehído							
Sacarosa							
Sulfato de cobre							
Sulfato de sodio anh.							
Tartrato de sodio y potasio							
Tetracloruro de carbono							
Trióxido de cromo							
Yodo							
Yoduro de potasio							
PRODUCTOS							
2,4-Dinitrofenilhidrazona de acetona							
2,4-Dinitrofenilhidrazona de butanona							
2,4-Dinitrofenilhidrazona de acetofenona							
2,4-Dinitrofenilhidrazona de ciclohexanona							

2,4-Dinitrofenilhidrazona de formaldehído							
2,4-Dinitrofenilhidrazona de propionaldehído							
2,4-Dinitrofenilhidrazona del benzaldehído							
2,4-Dinitrofenilhidrazona del butiraldehído							
Acetato de isoamilo							
Ácido bencílico recristalizado							
Ácido cinámico							
Ácido fenoxiacético							
Benzoato de fenilo							
Bromuro de n-butilo							
Butiraldehído							
Ciclohexeno							
Cloruro de ciclohexilo							
Cloruro de t-butilo							
Dibenzalacetona recristalizada							
Osazona de la fructuosa							
Osazona de la glucosa							

PRÁCTICA

TALLER DE ESPECTROSCOPIA



I. OBJETIVOS

- A) Conocer los principios fundamentales que rigen la interacción energía-materia (radiación electromagnética-moléculas) en uno de los métodos espectroscópicos más comunes en Química Orgánica: Infrarrojo (I.R.)
- B) Comprender la información contenida en los espectros correspondientes, a fin de identificar los grupos funcionales más comunes.
- C) Manejar las tablas de absorción correspondientes con el fin de resolver ejemplos sencillos de elucidación estructural de algunos compuestos orgánicos.

II. MATERIAL

Colección de espectros de Infrarrojo.

III. INFORMACIÓN

La espectroscopia es el estudio de la interacción de la radiación con la materia. La radiación electromagnética es una amplia gama de diferentes contenidos energéticos y comprende valores que van desde los rayos cósmicos (10^{14} cal/mol) hasta la radiofrecuencia (10^{-6} cal/mol).

Toda onda electromagnética está constituida por una onda eléctrica y una onda magnética. Cada onda electromagnética posee un valor de energía (E), así como de frecuencia (ν), longitud de onda (λ) y un número de ondas (ν); los que se relacionan entre sí a través de las siguientes expresiones:

$$E = h \nu \quad \nu = c/\lambda \quad E = h(c/\lambda) \quad \nu = 1/\lambda \quad (\text{en cm}^{-1})$$

Por otro lado, la energía total de un sistema molecular está dada por:

$$E_T = E_{\text{trans}} + E_{\text{rot}} + E_{\text{vibr}} + E_{\text{electr}}$$

Donde:

E_{trans} = Energía de translación, que es la energía cinética que posee una molécula debido a su movimiento de translación en el espacio.

E_{rot} = Energía de rotación, que es la energía cinética que posee debido a la rotación alrededor de sus ejes que convergen en su centro de masa.

E_{vibr} = Energía de vibración, que es la energía potencial y la energía cinética que posee debido al movimiento vibracional de sus enlaces.

E_{electr} = Energía electrónica, que es la energía potencial y energía cinética de sus electrones.

ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO

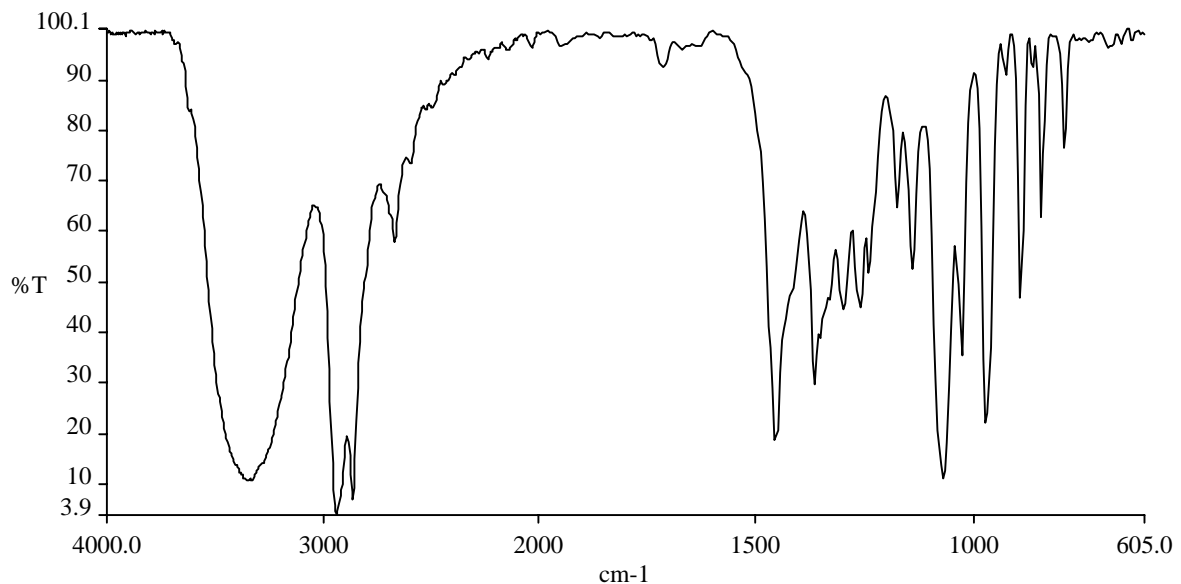
Es una técnica analítica instrumental que permite conocer los principales grupos funcionales de la estructura molecular de un compuesto.

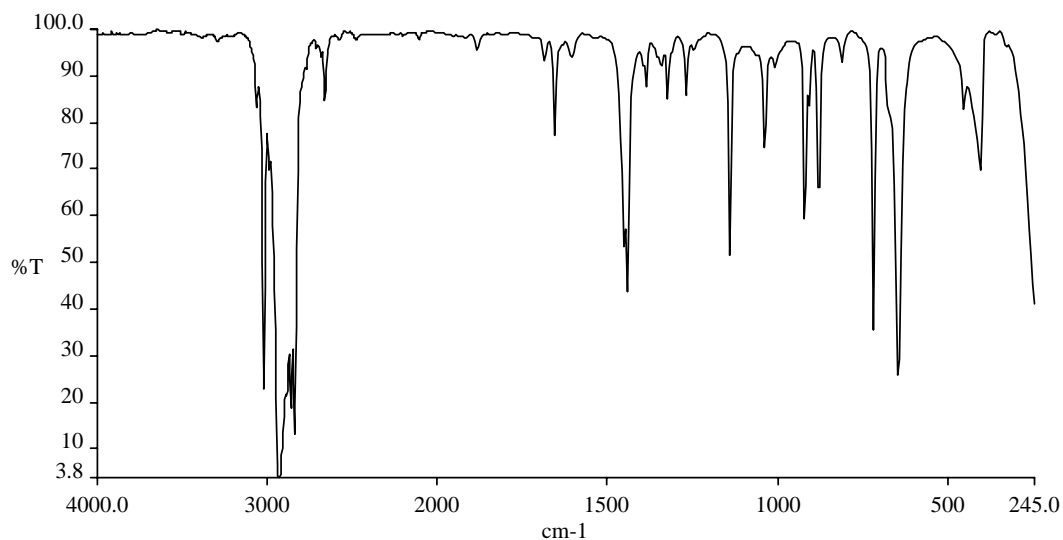
Esta información se obtiene a partir del espectro de absorción de dicho compuesto al haberlo sometido a la acción de la radiación infrarroja en el espectrofotómetro.

La región del espectro IR normal queda comprendida entre 2.5μ a 15μ , medido en unidades de longitud de onda, que corresponde a 4000 cm^{-1} y 666 cm^{-1} respectivamente si se expresa en número de onda (que es el inverso de la longitud de onda, cm^{-1})

Características de un espectro.- El espectro de infrarrojo de un compuesto es una representación gráfica de los valores de onda (μ) o de frecuencia (cm^{-1}) ante los valores de % de transmitancia (%T).

La absorción de radiación IR por un compuesto a una longitud de onda dada, origina un descenso en el %T, lo que se pone de manifiesto en el espectro en forma de un pico o banda de absorción.





VIBRACION MOLECULAR

Las moléculas poseen movimiento vibracional continuo. Las vibraciones suceden a valores cuantizados de energía.

Las frecuencias de vibración de los diferentes enlaces en una molécula dependen de la masa de los átomos involucrados y de la fuerza de unión entre ellos.

En términos generales las vibraciones pueden ser de dos tipos: stretching (estiramiento) y bending (flexión).

Las vibraciones stretching son aquellas en las que los átomos de un enlace oscilan alargando y acortando la distancia del mismo sin modificar el eje ni el ángulo de enlace.

Las vibraciones bending son aquellas que modifican continuamente el ángulo de enlace.



Simétrica



Asimétrica

vibraciones de estiramiento



Tijera
vibraciones de deformación en el plano

Sacudida
vibraciones de deformación en el plano

Balanceo
vibraciones de deformación fuera del plano

Torsión
vibraciones de deformación fuera del plano

Nota: + y - se refieren a vibraciones perpendiculares al plano del papel.

ABSORCION DE ENERGIA

Para que sea posible la absorción de la energía infrarroja por parte de una sustancia, es necesario que la energía que incide sobre ella, sea del mismo valor que la energía de vibración que poseen las moléculas de esa sustancia. Ya que en una molécula existen diferentes átomos que forman distintos enlaces, en el espectro de infrarrojo aparecerán bandas de absorción a distintos valores de frecuencia y de longitud de onda. La región situada ente 1400 y 4000 cm^{-1} , es de especial utilidad para la identificación de la mayoría de los grupos funcionales presentes en las moléculas orgánicas.

Las absorciones que aparecen en esta zona, proceden fundamentalmente de las vibraciones de estiramiento.

La zona situada a la derecha de 1400 cm^{-1} , es por lo general, compleja, debido a que en ella aparecen vibraciones de alargamiento como de flexión. Cada compuesto tiene una absorción característica en esta región, esta parte del espectro se denomina como la región de las huellas dactilares.

ABSORCIONES DE GRUPOS FUNCIONALES EN EL I.R.

HIDROCARBUROS

La absorción por alargamiento (stretching) carbono-hidrógeno (C-H), está relacionada con la hibridación del carbono.

C_{sp^3} _____ H (-CH, alcanos): 2800-3000 cm^{-1}

C_{sp^2} _____ H (=CH, alquenos): 3000-3300 cm^{-1}

C_{sp^2} _____ H (=CH, aromático): 3030 cm^{-1}

C_{sp} _____ H (=CH, alquinos): 3300 cm^{-1}

ALCANOS

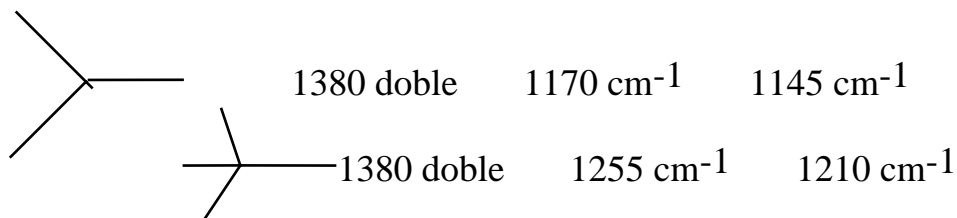
C-H Vibración de alargamiento 3000 cm^{-1} (3.33 μ)

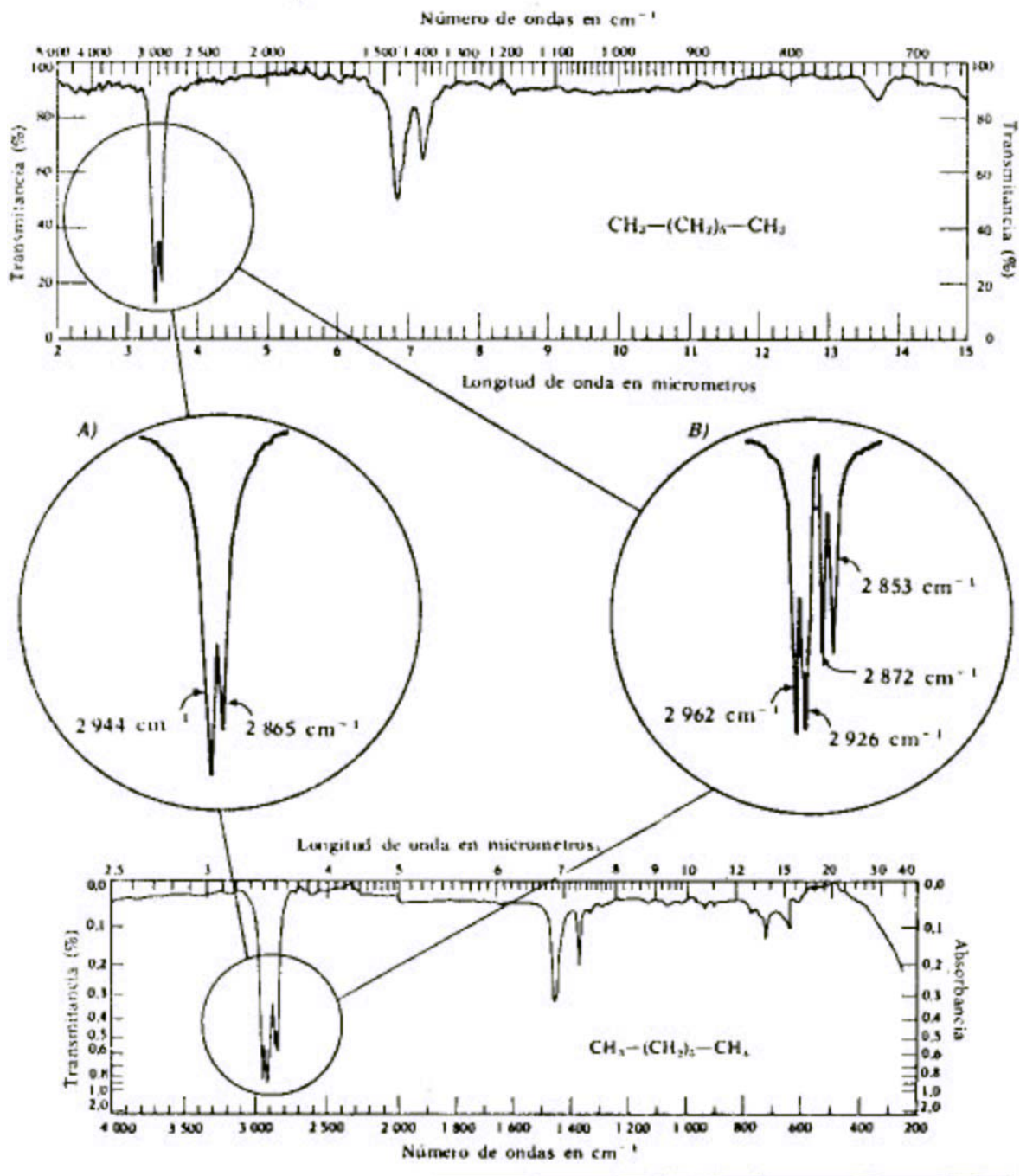
- En alcanos la absorción ocurre a la derecha de 3000 cm^{-1} .
- Si un compuesto tiene hidrógenos vinílicos, aromáticos o acetilénicos, la absorción del **-CH** es a la izquierda de 3000 cm^{-1}

CH₂ Los metilenos tienen una absorción característica de 1450-1485 cm^{-1} (flexión) La banda de 720 cm^{-1} se presenta cuando hay más de 4 metilenos juntos.

CH₃ Los metilos tienen una absorción característica de 1375-1380 cm^{-1} .

La banda de 1380 cm^{-1} , característica de metilos se dobletea cuando hay isopropilos o terbutilos, apareciendo también las siguientes señales:





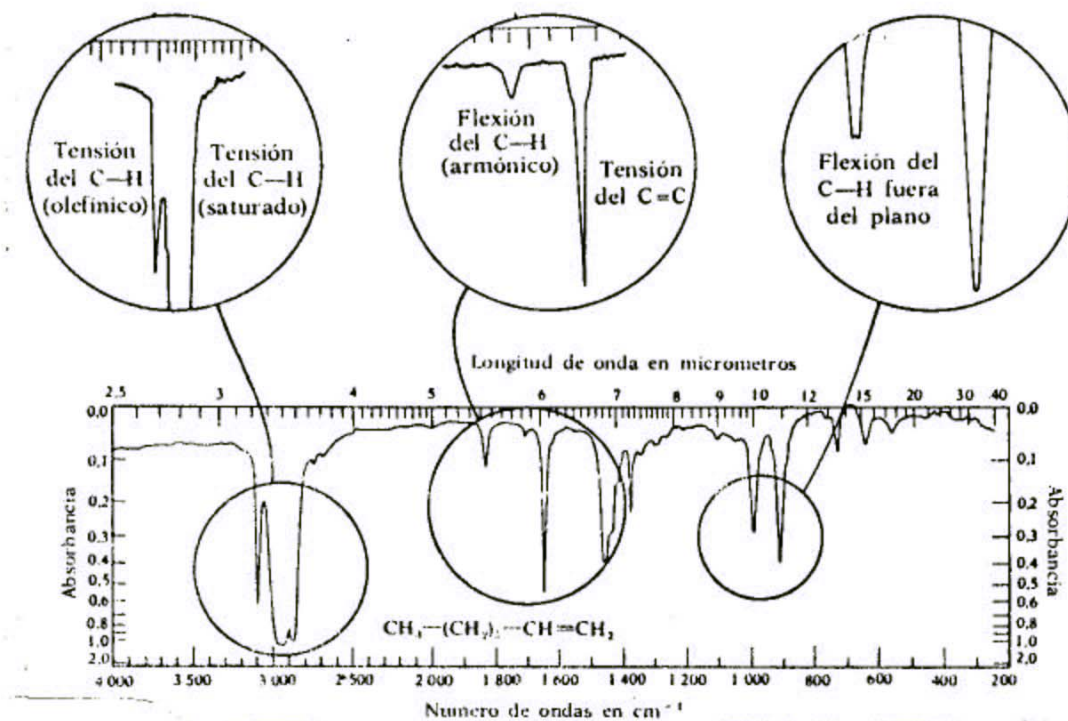
Espectro del heptano mostrando las vibraciones de tensión

ALQUENOS

=C-H Vibración de alargamiento (stretching), ocurre a $3000-3300\text{ cm}^{-1}$.

C=C Vibración de alargamiento (stretching), en la región de $1600-1675\text{ cm}^{-1}$, a menudo son bandas débiles.

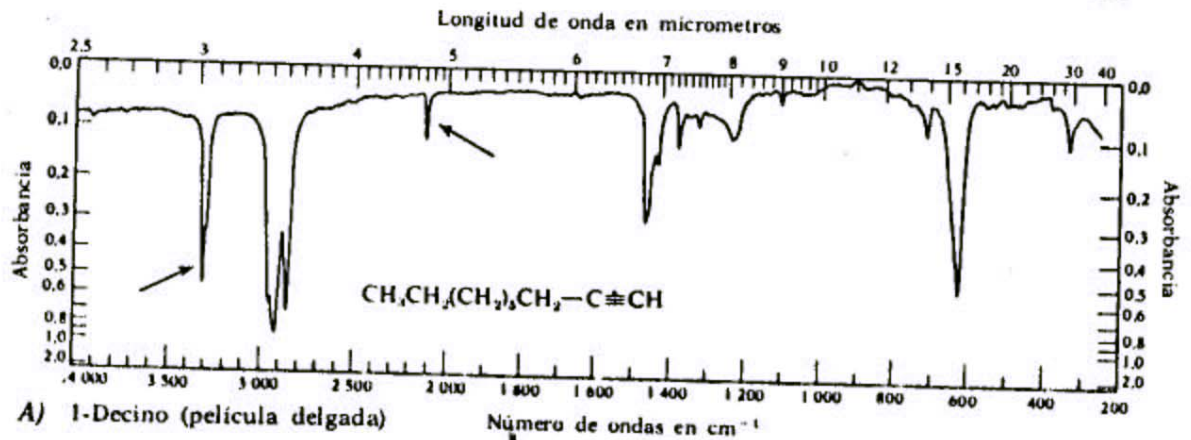
=C-H Vibración de flexión (bending) fuera del plano en la región de $1000-650\text{ cm}^{-1}$ ($10\text{ a }15\mu$)



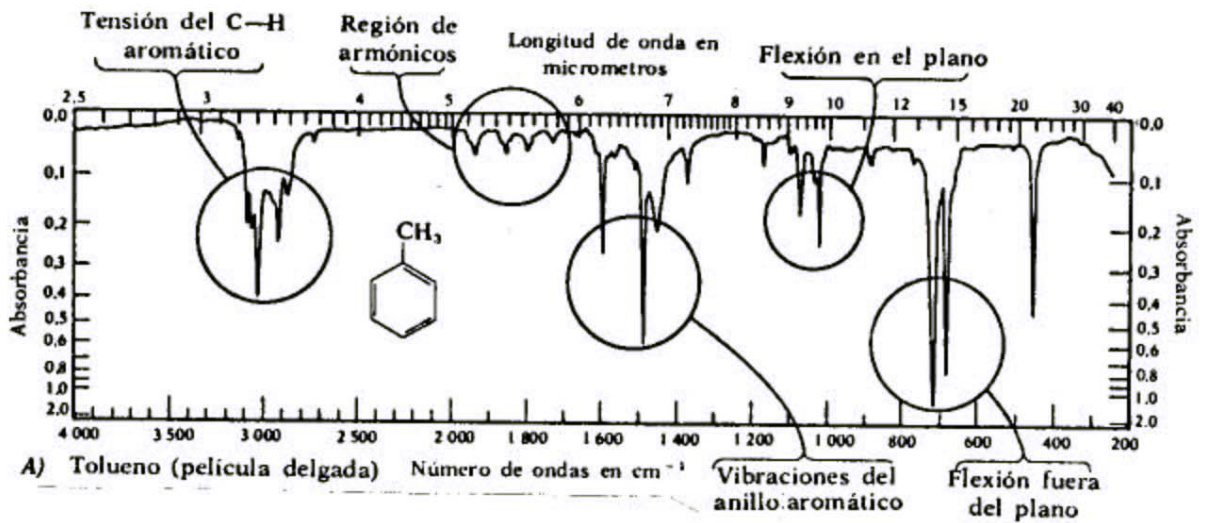
Espectro de 1 -Octeno

ALQUINOS

- ≡C-H Vibración de alargamiento ocurre a 3300 cm^{-1} .
- $\text{C}\equiv\text{C}$ Vibración de alargamiento cerca de 2150 cm^{-1} .
- La conjugación desplaza el alargamiento C-C a la derecha.



Espectro del 1-decino

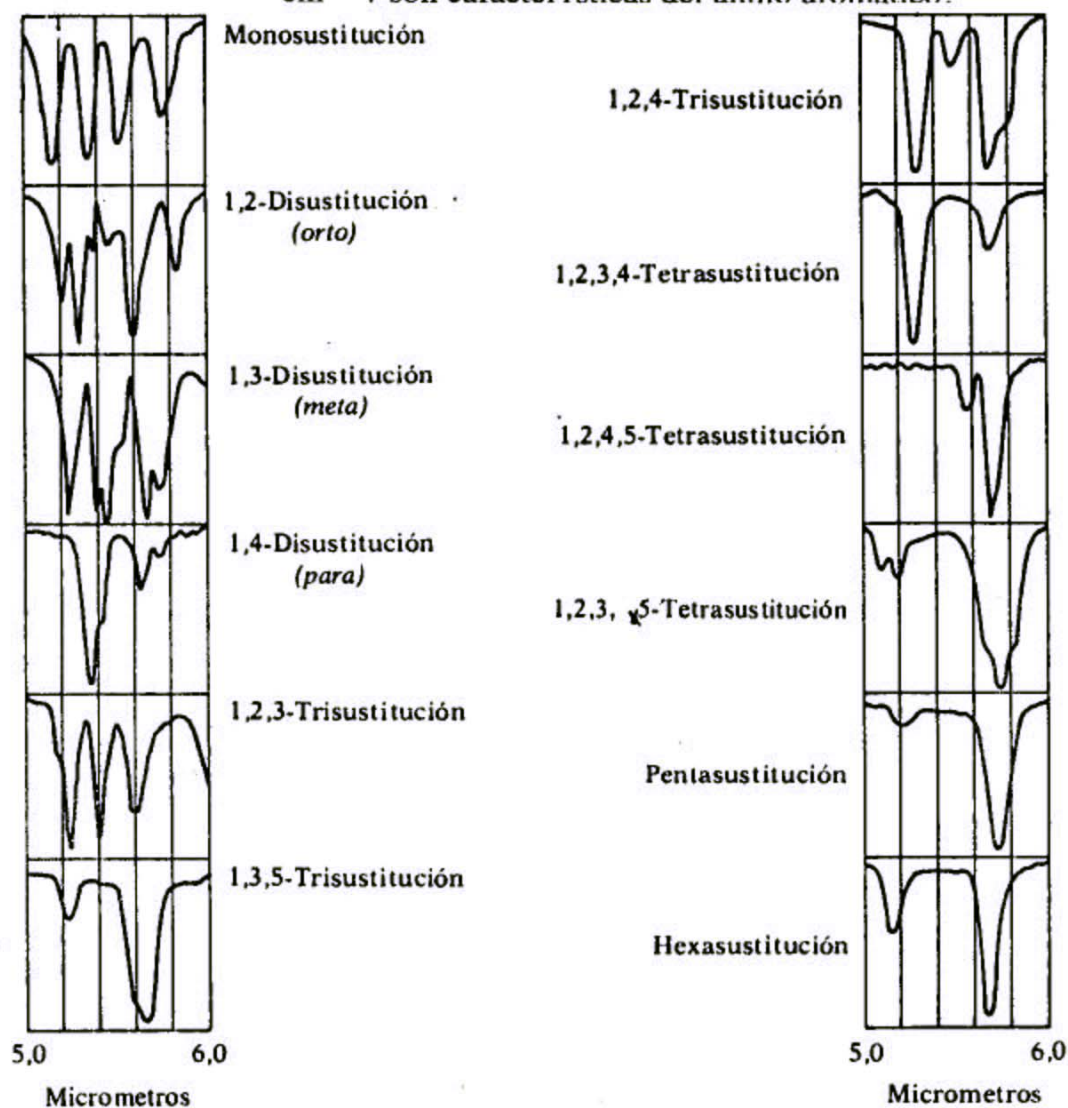


AROMÁTICOS

=C-H La absorción por alargamiento es a la izquierda de 3000 cm^{-1} , (3.33μ)

C-H Flexión fuera del plano en la región de $690\text{-}900\text{ cm}^{-1}$ ($11.0 - 14.5$), este tipo de absorción permite determinar el tipo de sustitución en el anillo. *Ver tabla.*

C=C Existen absorciones que ocurren en pares a 1600 cm^{-1} y 1450 cm^{-1} y son características del anillo aromático.



Correlaciones espectro-estructura de las sustituciones del anillo benzenico en la región de $2000\text{ a }1667\text{ cm}^{-1}$ ($5\text{ a }6\text{ }\mu\text{m}$).

Flexión C-H fuera del plano en la región 690-900 cm^{-1}

Monosustitución	770-730	1,3,5-Trisustitución	840
	710-690	1,2,4-Trisustitución	825-805
1,2-Disustitución	770-735		885-870
1,3-Disustitución	810-750	1,2,3,4-Tetrasustitución	810-800
	710-690	1,2,4,5-Tetrasustitución	870-855
1,4-Disustitución	840-810	1,2,3,5-Tetrasustitución	850-840
1,2,3-Trisustitución	780-760	Pentasustitución	870
	745-705		

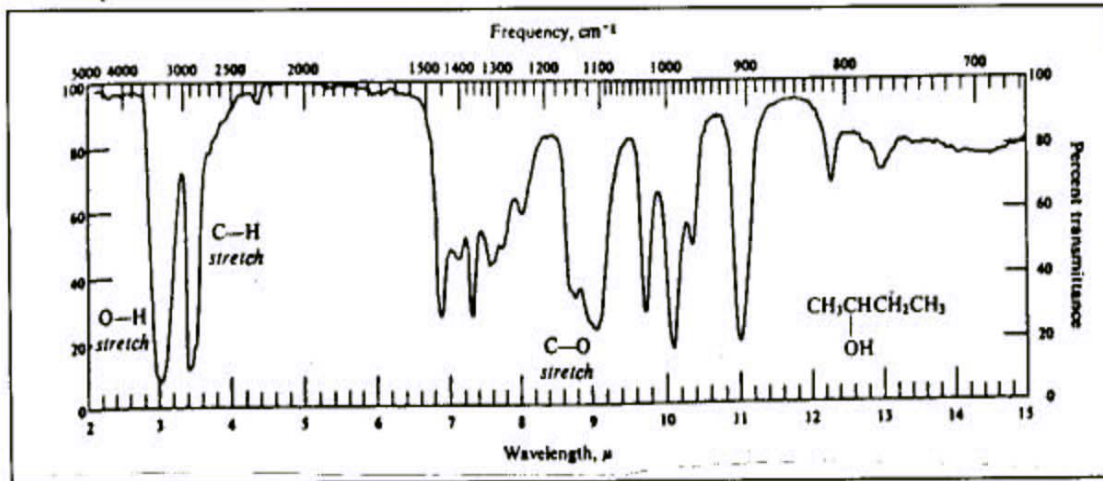
ALCOHOLES

-OH Vibración de alargamiento. Para un alcohol asociado la característica es una banda intensa y ancha en la región de 3000-3700 cm^{-1} . Un alcohol monomérico da una banda aguda en 3610-3640 cm^{-1}

C-O Vibración de alargamiento localizada en 1000-1200 cm^{-1} .

C-OH Flexión en el plano en 1200-1500 cm^{-1} .

C-OH Flexión fuera del plano en 250-650 cm^{-1}



Espectro infrarrojo del alcohol sec-butílico.

AMINAS

N-H Bandas de alargamiento en la zona de $3300-3500\text{ cm}^{-1}$.

Las aminas primarias tienen dos bandas.

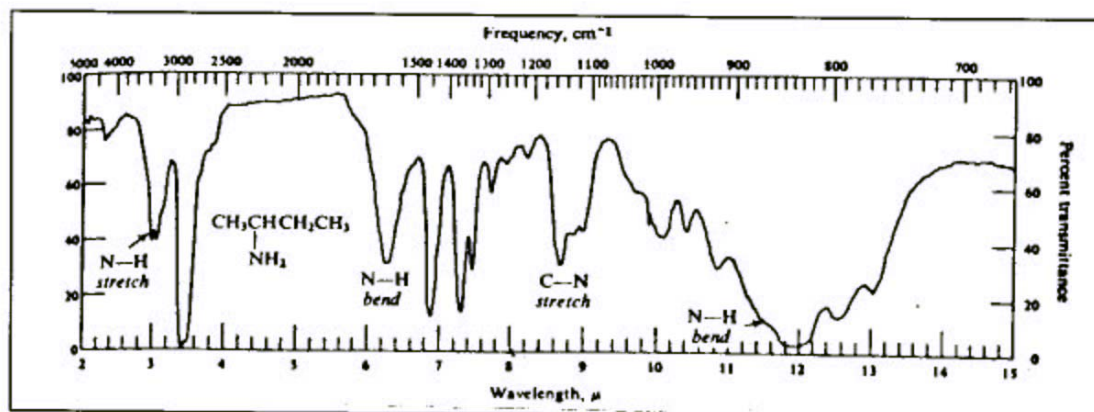
Las aminas secundarias tienen una banda, a menudo débil.

Las aminas terciarias no tienen banda de alargamiento N-H.

C-N La banda de alargamiento es débil y se observa en la zona de $1000-1350\text{ cm}^{-1}$.

N-H Banda de flexión (tijera) se observa en la zona de $1640-1560\text{ cm}^{-1}$, banda ancha.

N-H Banda de flexión fuera del plano, que se observa en la zona de $650-900\text{ cm}^{-1}$.



Espectro infrarrojo de sec-butilamina.

COMPUESTOS CARBONILICOS

Los aldehídos, las cetonas, los ácidos carboxílicos y sus derivados, dan la banda del carbonilo, este grupo es uno de los que absorben con una alta intensidad en la región del infrarrojo en la zona de $1850-1650\text{ cm}^{-1}$.

Vibraciones de alargamiento de compuestos carbonílicos.

Tipo de compuesto	Posición de la absorción	
	cm ⁻¹	μm
Aldehído, RCHO	1720-1740	5.75-5.80
Cetona, RCOR	1705-1750	5.70-5.87
Ácido Carboxílico, RCOOH	1700-1725	5.80-5.88
Éster, RCOOR	1735-1750	5.71-5.76

R= grupo saturado y alifático

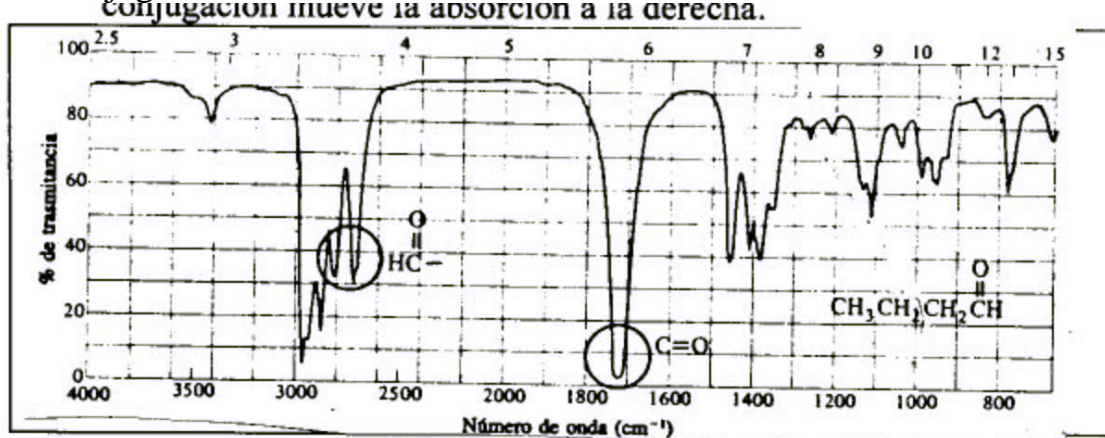
ALDEHÍDOS

C=O Banda de alargamiento en 1725 cm⁻¹. La conjugación con dobles ligaduras mueve la absorción a la derecha.

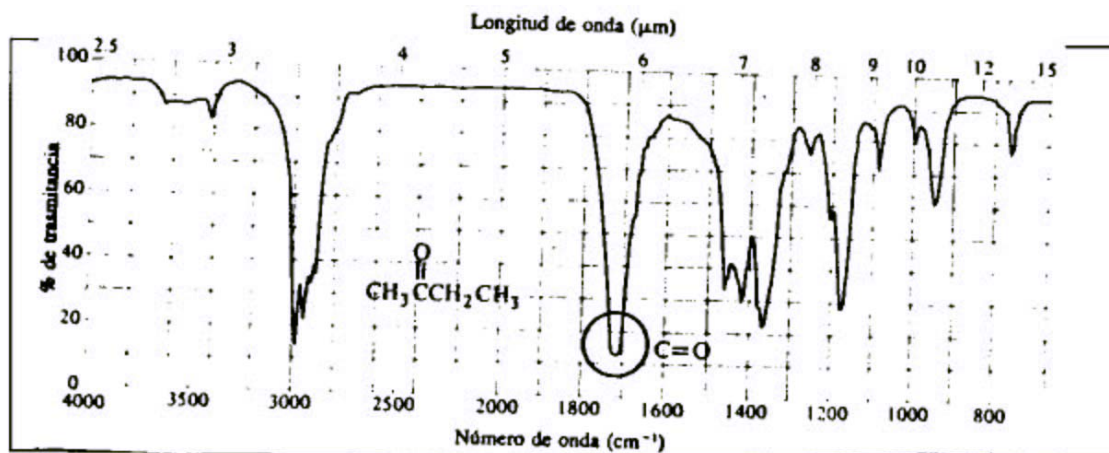
C-H Banda de alargamiento del hidrógeno aldehídico en 2750 cm⁻¹ y 2850 cm⁻¹.

CETONAS

C=O Banda de alargamiento aproximadamente a 1715 cm⁻¹. La conjugación mueve la absorción a la derecha.



Espectro infrarrojo del butiraldehído



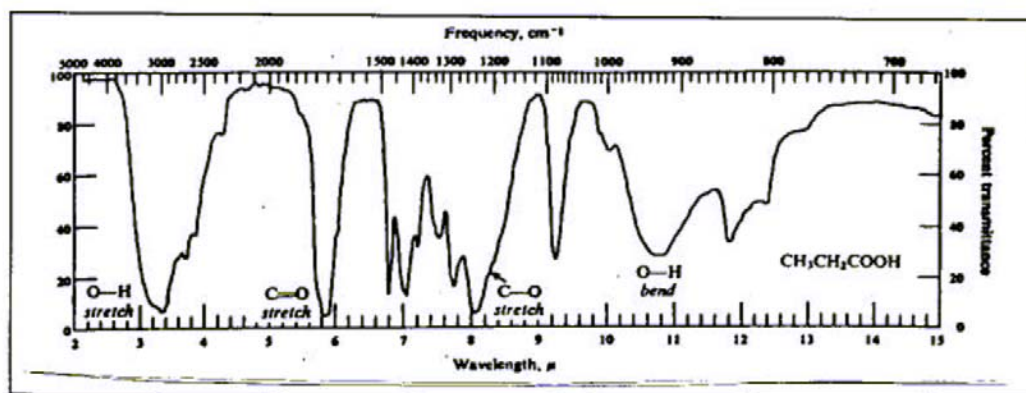
Espectro infrarrojo de la butanona

ÁCIDOS

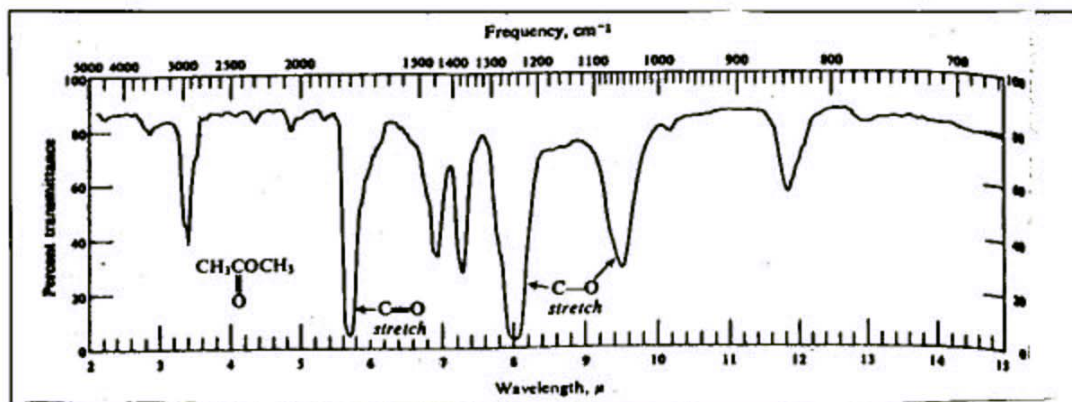
- O-H** Banda de estiramiento, generalmente muy ancha (debido a la asociación por puente de hidrógeno) en la zona de 3000- 2500 cm^{-1} , a menudo interfiere con la absorción del C-H.
- C=O** Banda de estiramiento, ancha, en la zona de 1730-1700 cm^{-1} .
- C-O** Banda de estiramiento, fuerte, en la zona de 1320-1210 cm^{-1} .

ÉSTERES

- C=O** Banda de estiramiento cercana a 1735 cm^{-1}
- C-O** Banda de estiramiento, aparecen 2 bandas o más, una más fuerte que las otras, en la zona de 1300-1000 cm^{-1} .



Espectro infrarrojo de ácido propiónico



Espectro infrarrojo de acetato de metilo

IV PROCEDIMIENTO

En la serie de espectros de infrarrojo que se presentan al final de cada práctica señale las bandas de absorción características que le darán la pauta para identificar un compuesto, señale además el tipo de vibración que corresponde a la banda.

V. ANTECEDENTES.

Estructura molecular de alcanos, alquenos, alquinos, compuestos aromáticos, alcoholes, aldehídos, cetonas, aminas, ácidos carboxílicos y ésteres.

VI. CUESTIONARIO

- 1) ¿Cuáles son las principales bandas de absorción para un alcano en un espectro de IR?
- 2) ¿Cómo distingue un grupo isopropilo de un grupo terbutilo en un espectro de IR?
- 3) Cuando un alcano tiene más de 4 metilenos en una cadena lineal, ¿cómo se le distingue en un espectro de IR?
- 4) ¿Cómo distingue un alcano, un alqueno y un alquino en un espectro de IR?

- 5) ¿Cómo distingue un aldehído de una cetona en un espectro de IR?
- 6) ¿Qué vibraciones características presenta un ácido carboxílico para localizarlo en un espectro de IR?
- 7) ¿Qué bandas le dan la pauta para diferenciar un éster de una cetona? ¿A qué vibración corresponde cada una de ellas?
- 8) ¿Cómo distingue una amina primaria de una secundaria en un espectro de IR?

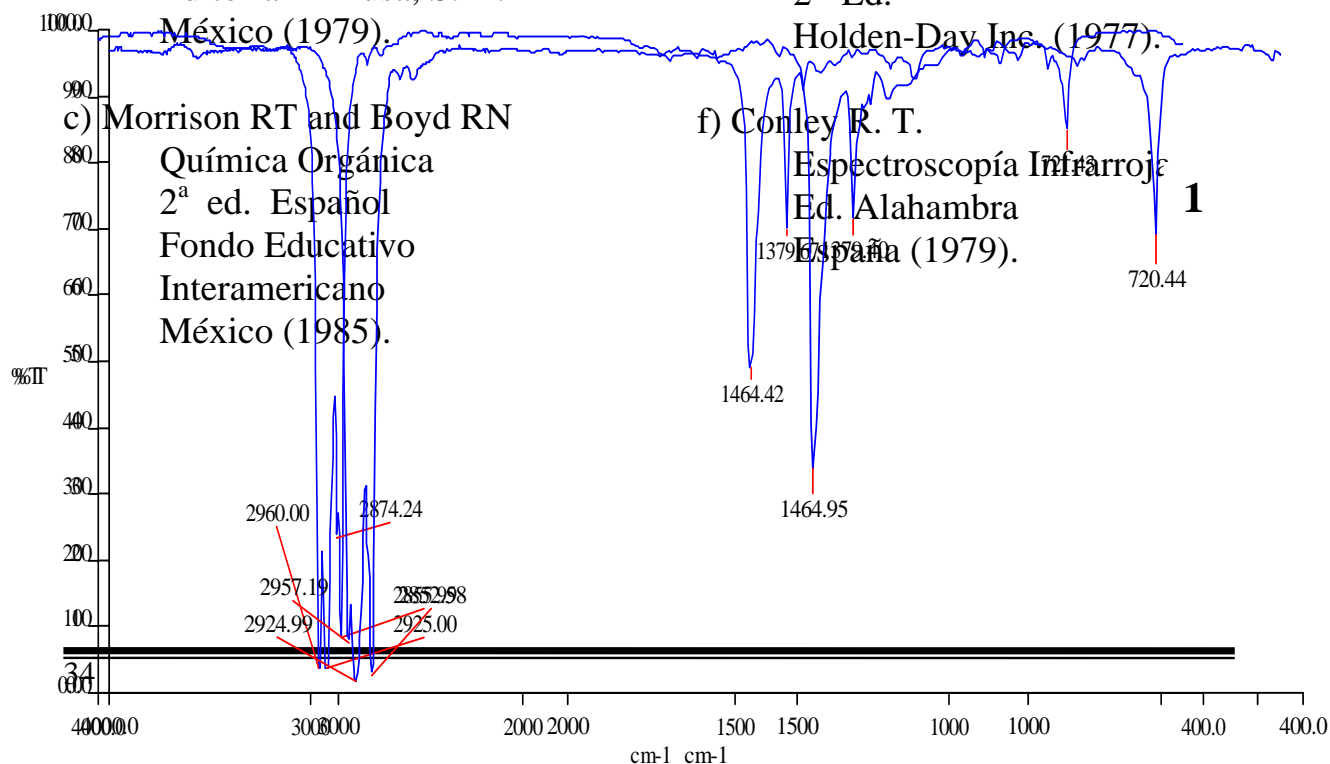
VII BIBLIOGRAFIA

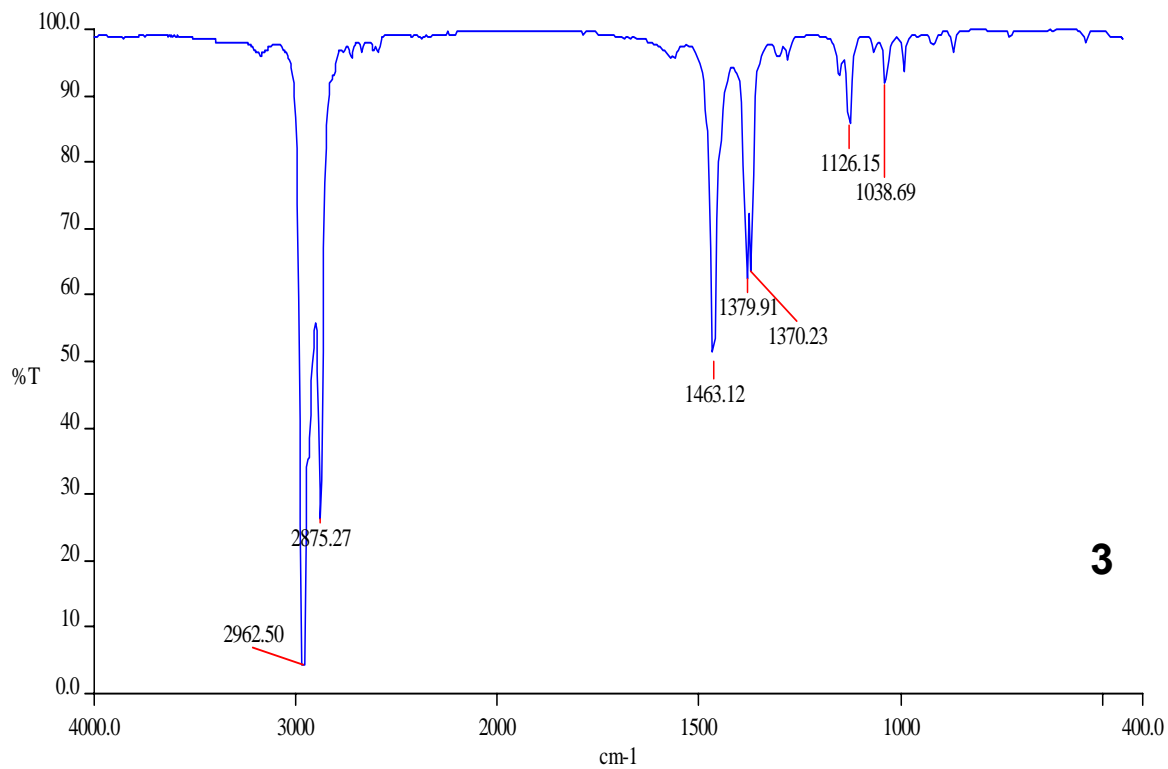
a) Fessenden R.J., Fessenden J.S.
Química Orgánica
2ª edición.
1 Grupo Ed. Iberoamérica.
México (1982).

d) Dyer, John R.
Application of Absorption
Spectroscopy of Organic
Compounds.
Prentice-Hall
Inc, Inglewood Cliffe, N.J.
(1965).

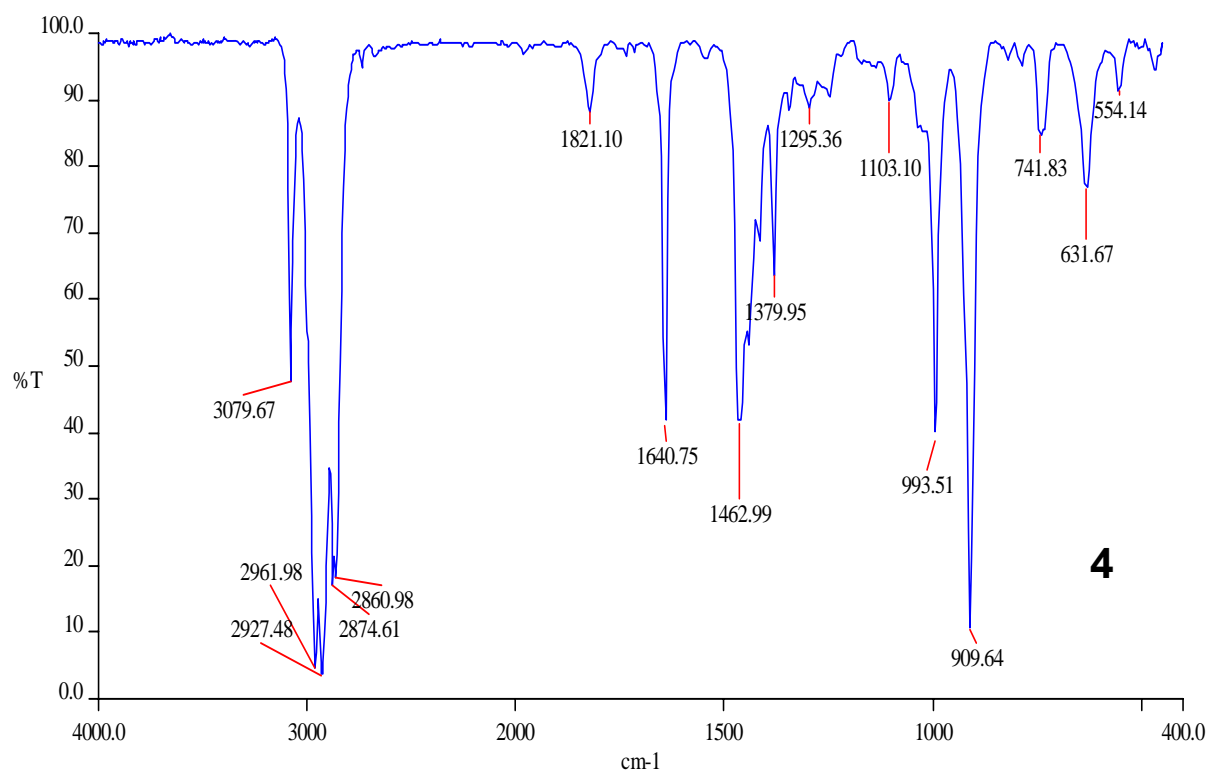
b) Solomons TWG
Química Orgánica
1ª ed.
Editorial Limusa, S. A.
México (1979).

e) Nakanishi K, Solomon P.H.
Infrared Absorption Spectroscopy
2ª ed.
Holden-Day Inc. (1977).

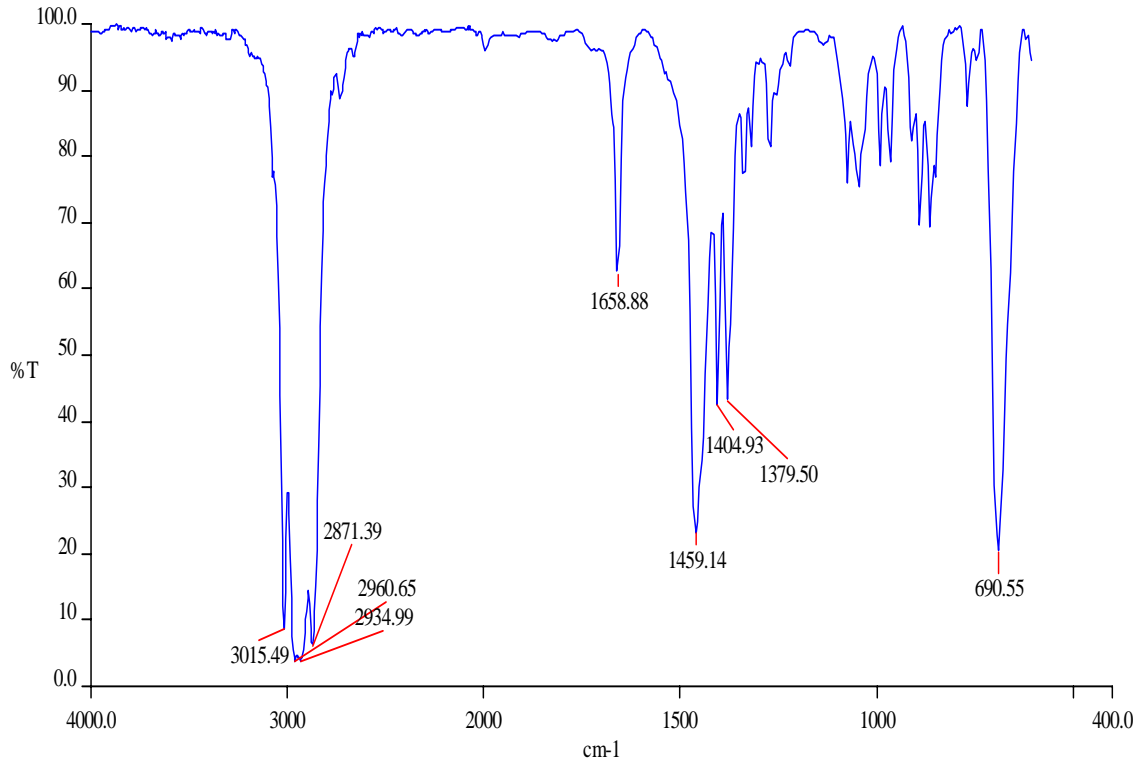




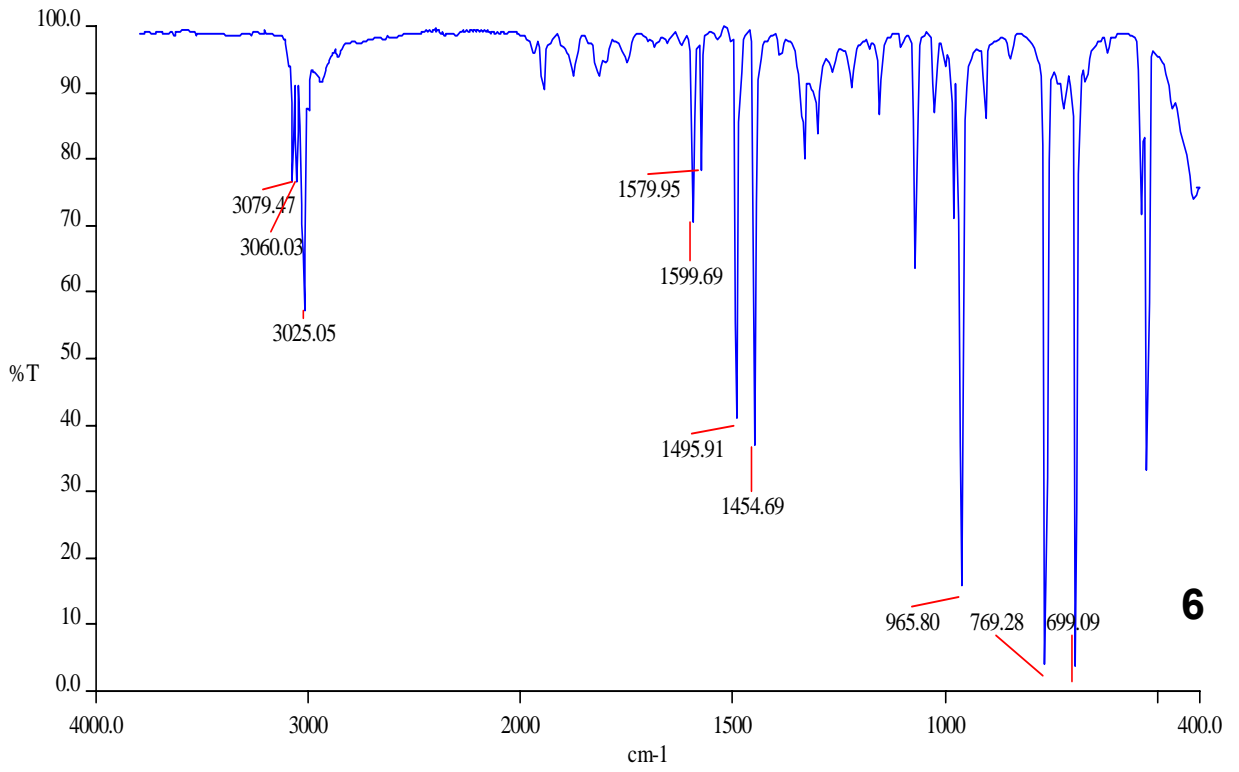
3



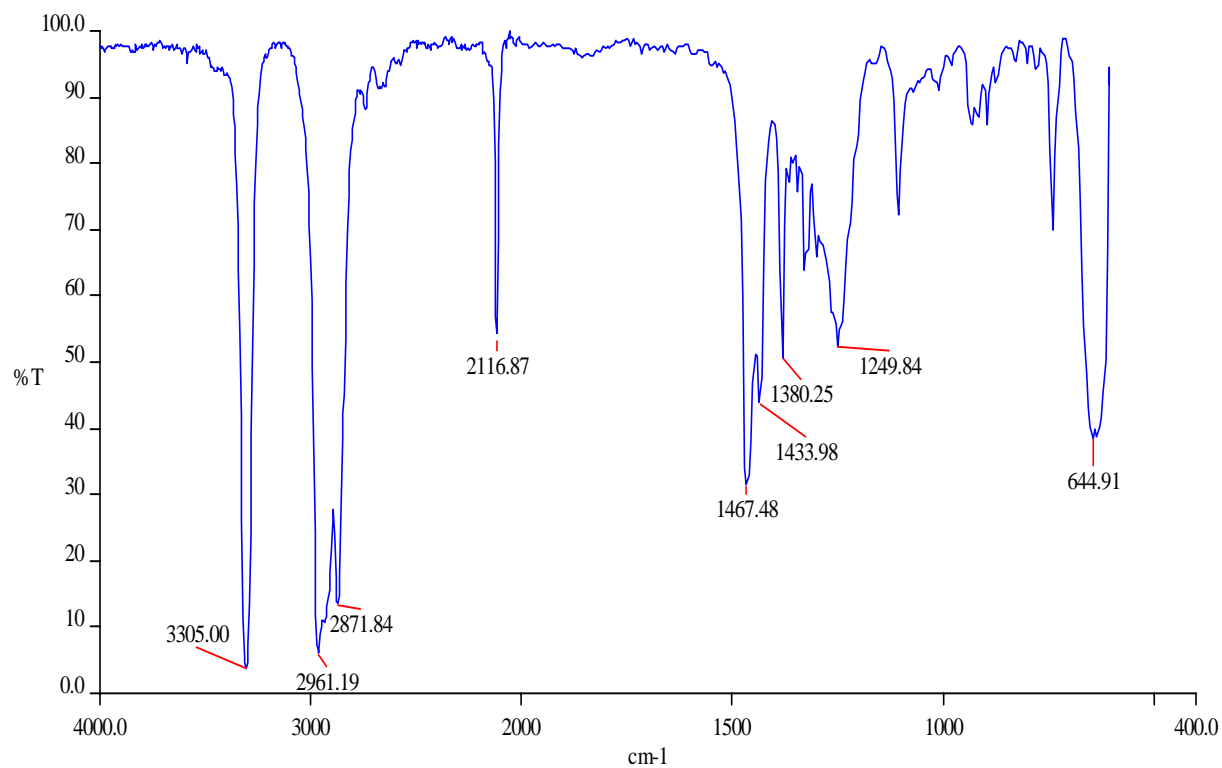
4



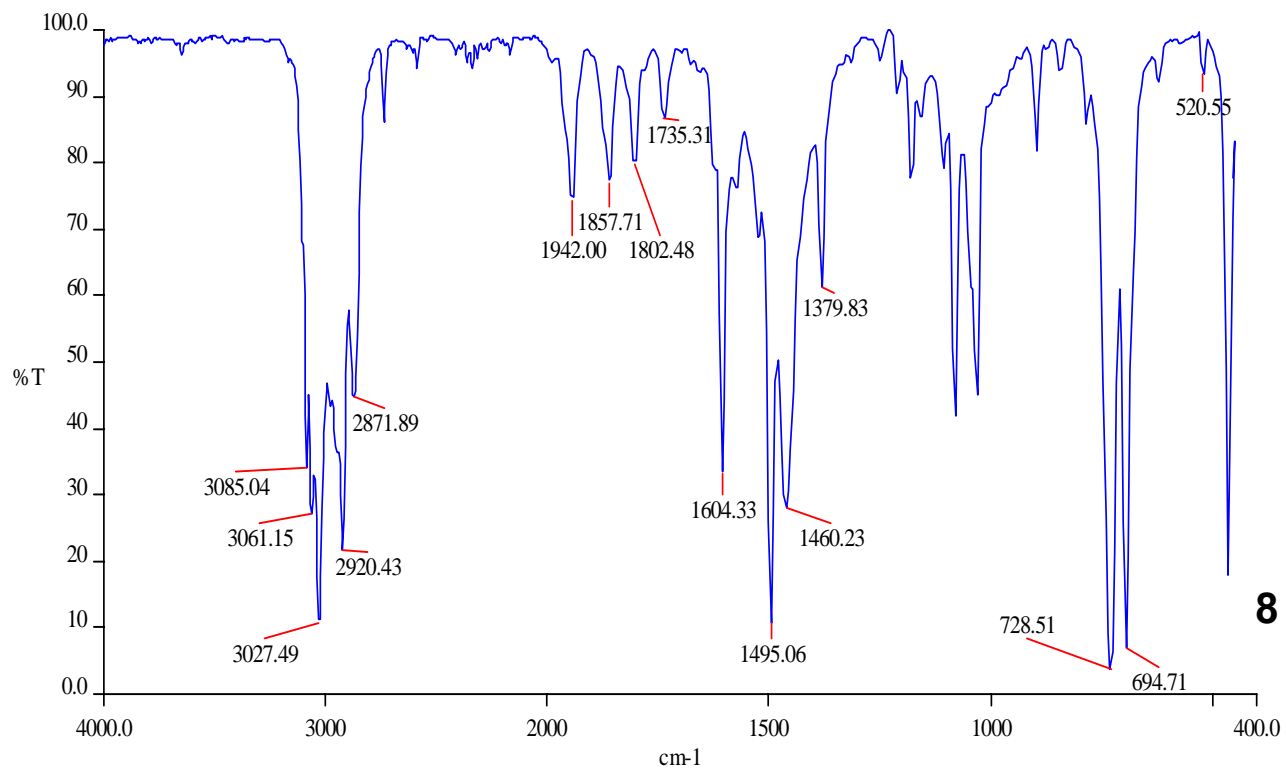
5



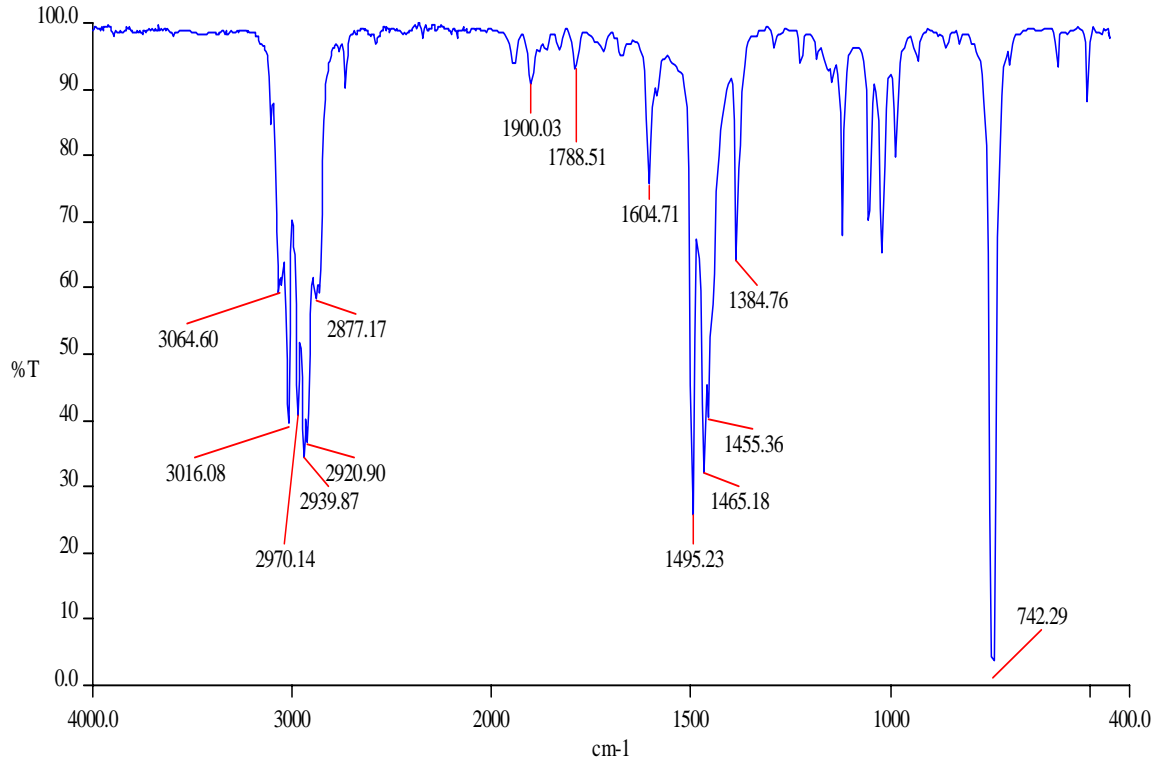
6



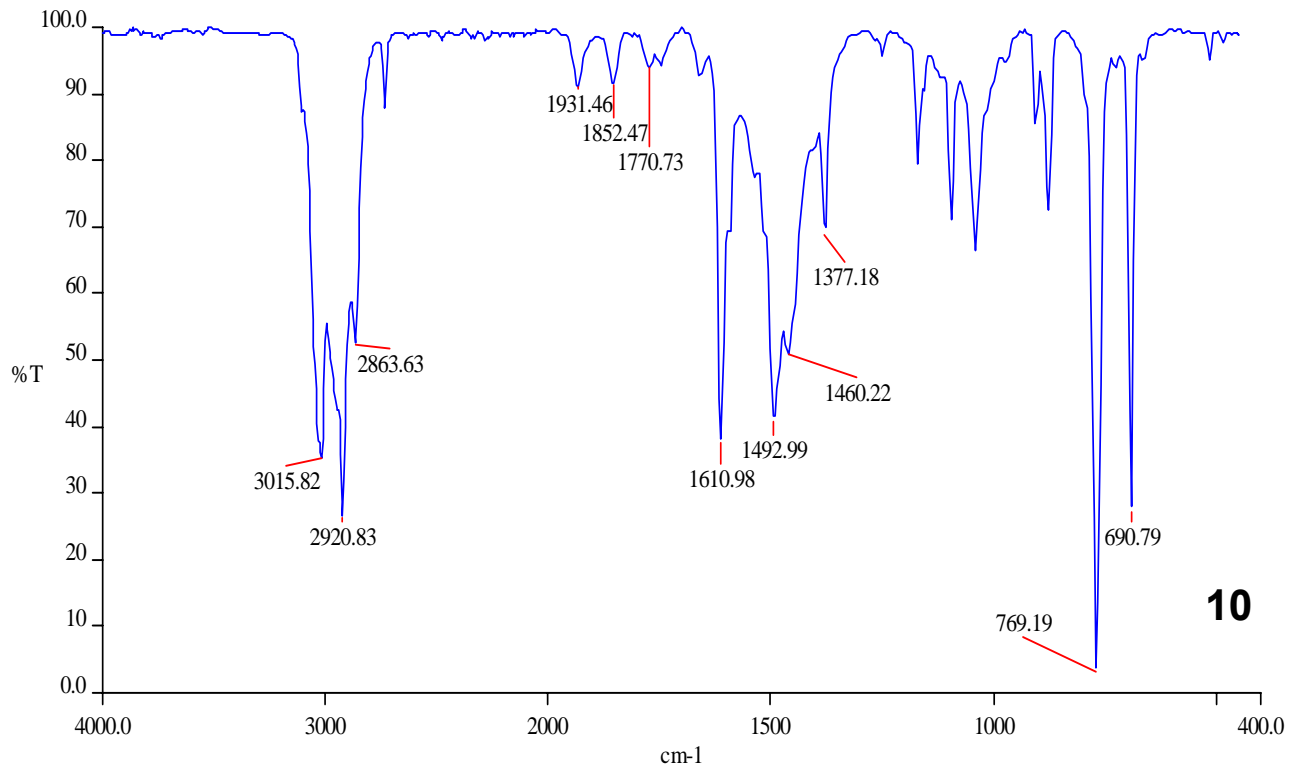
7



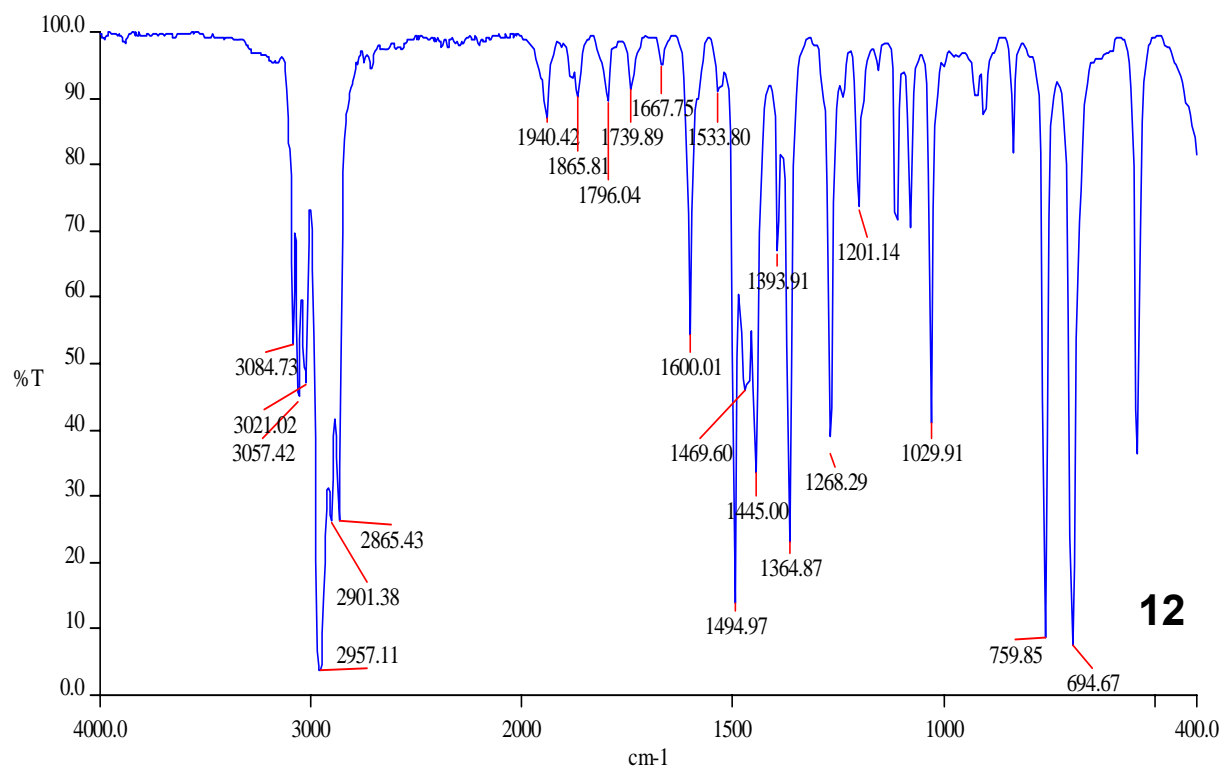
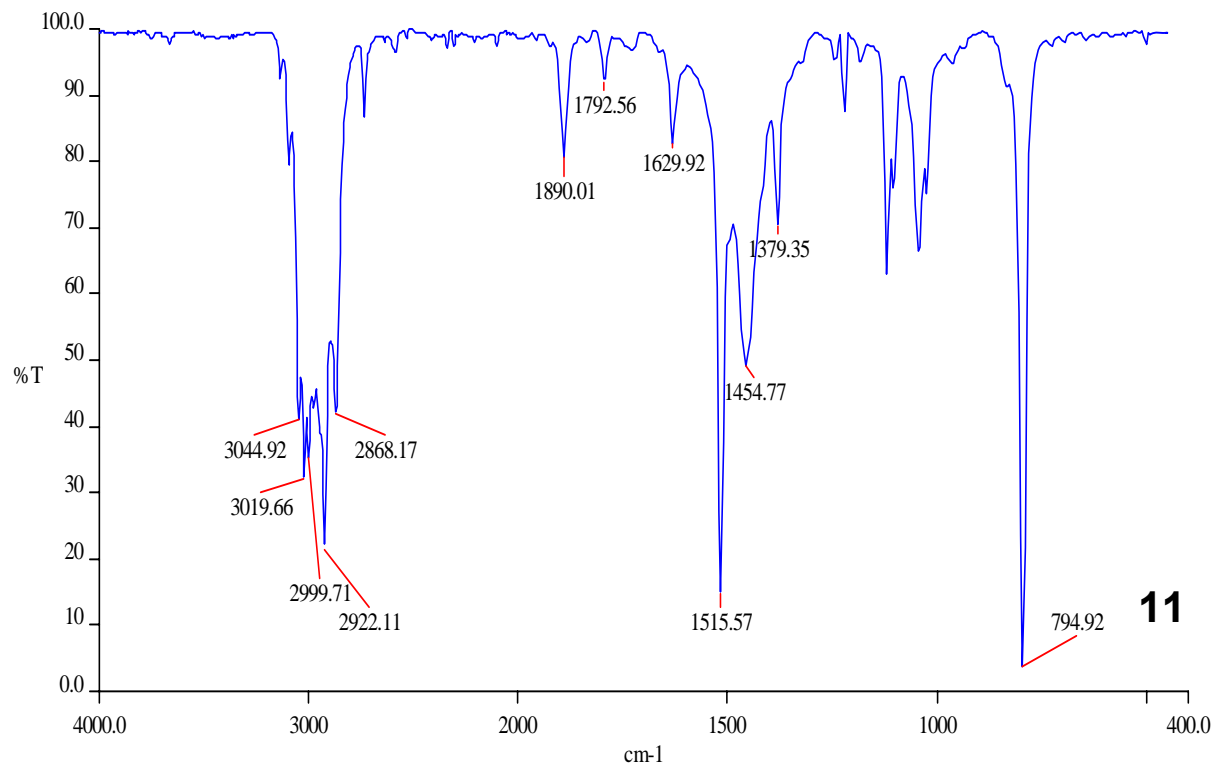
8

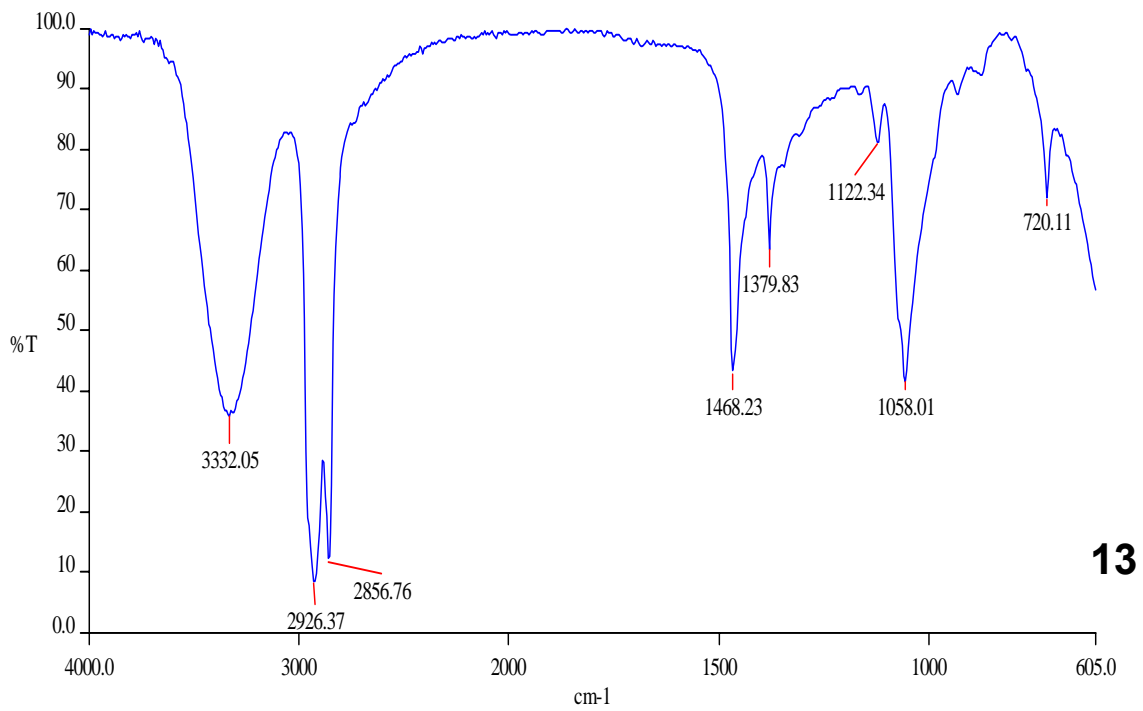


9

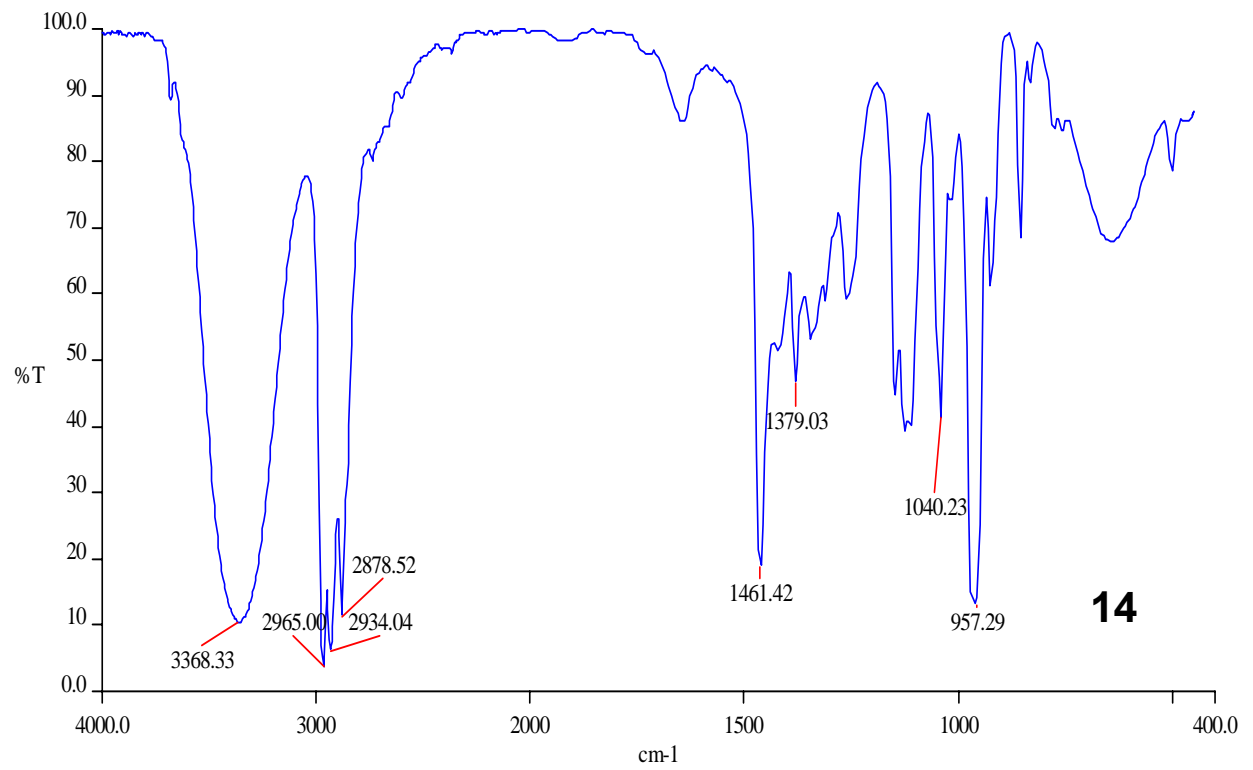


10

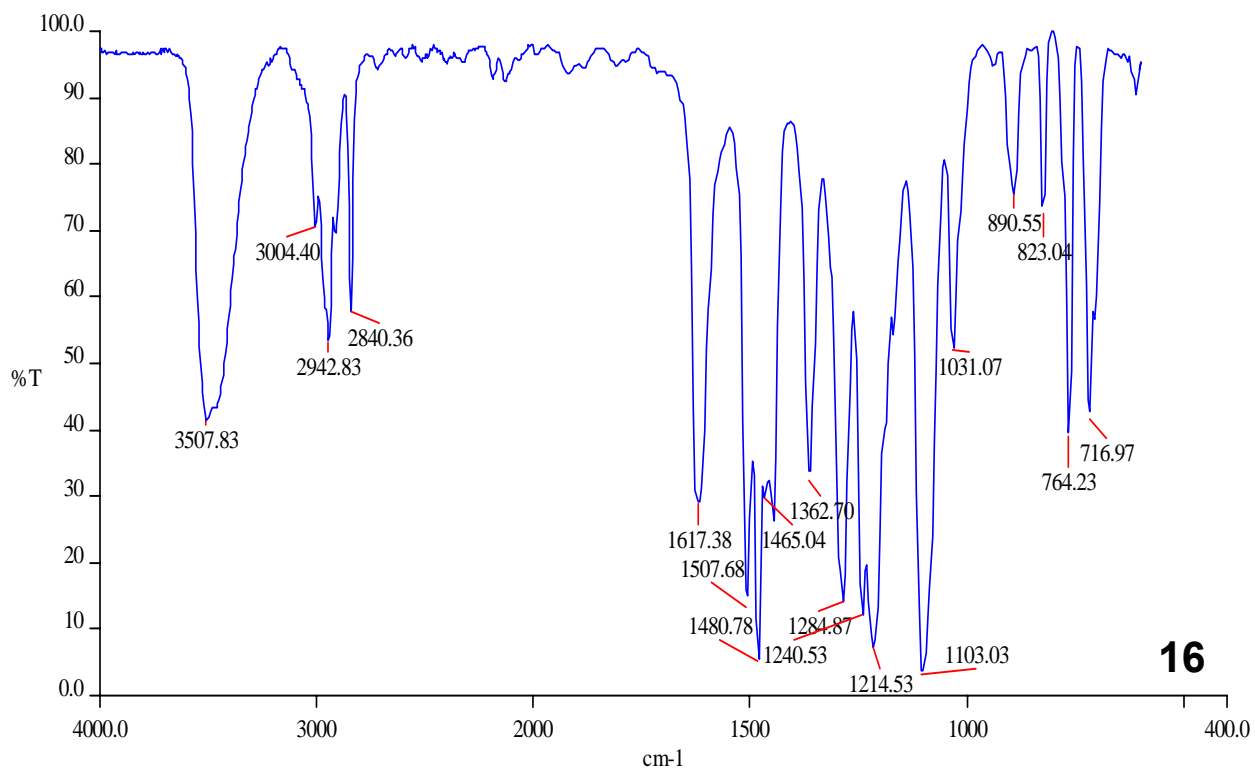
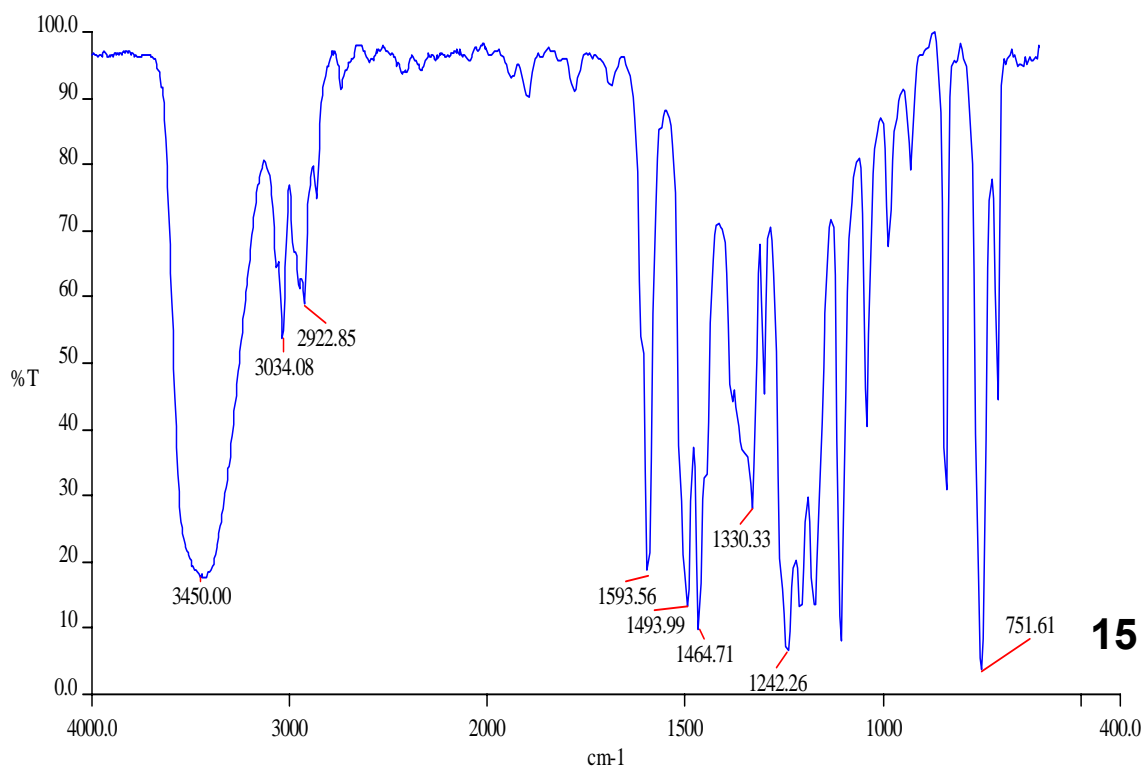


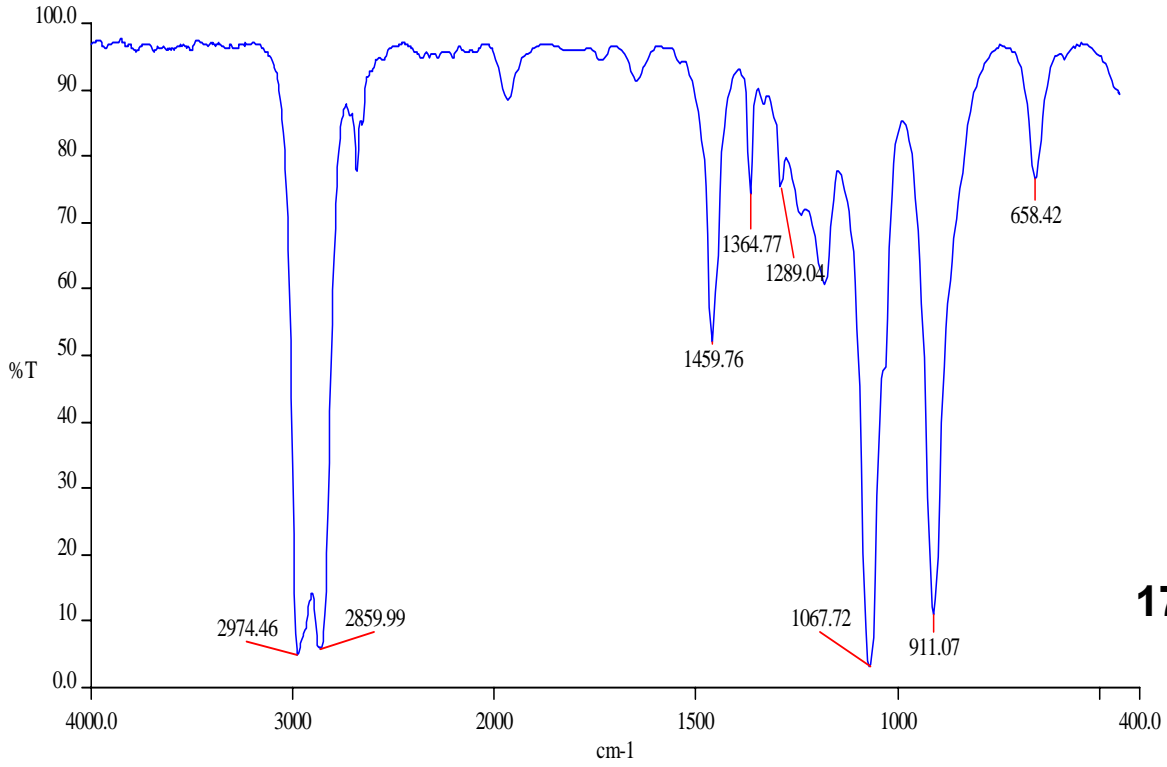


13

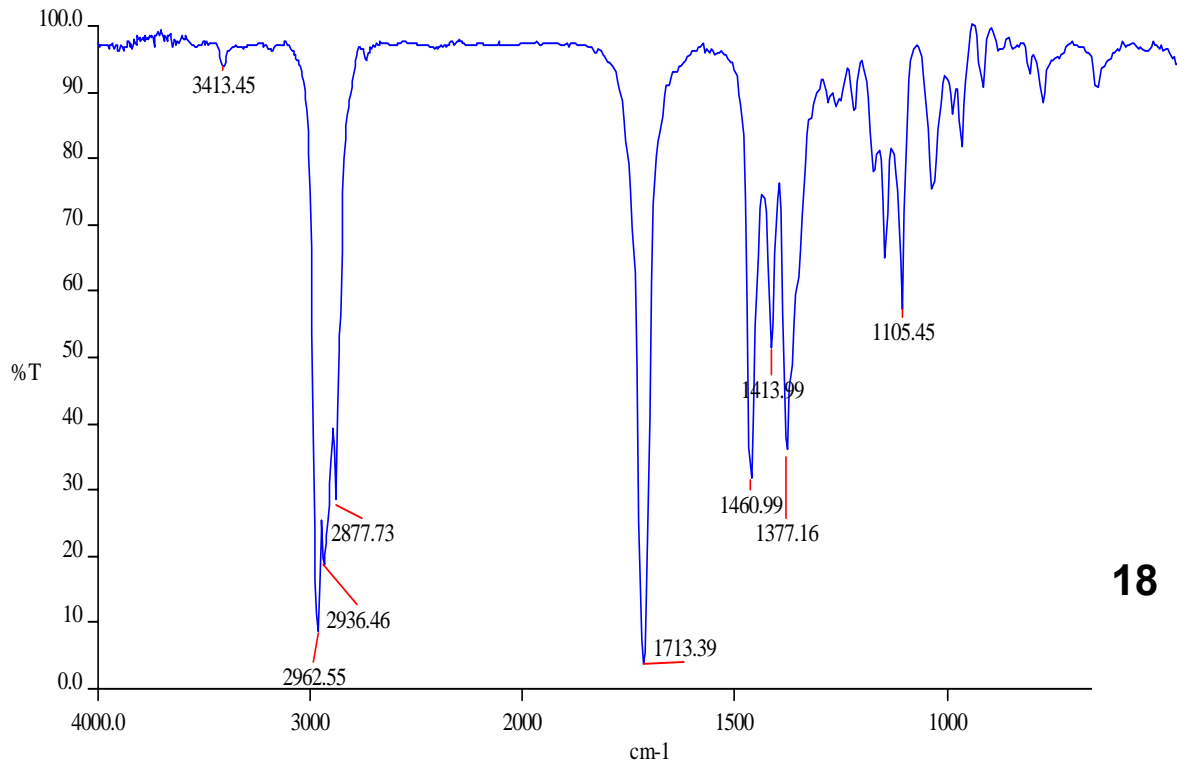


14

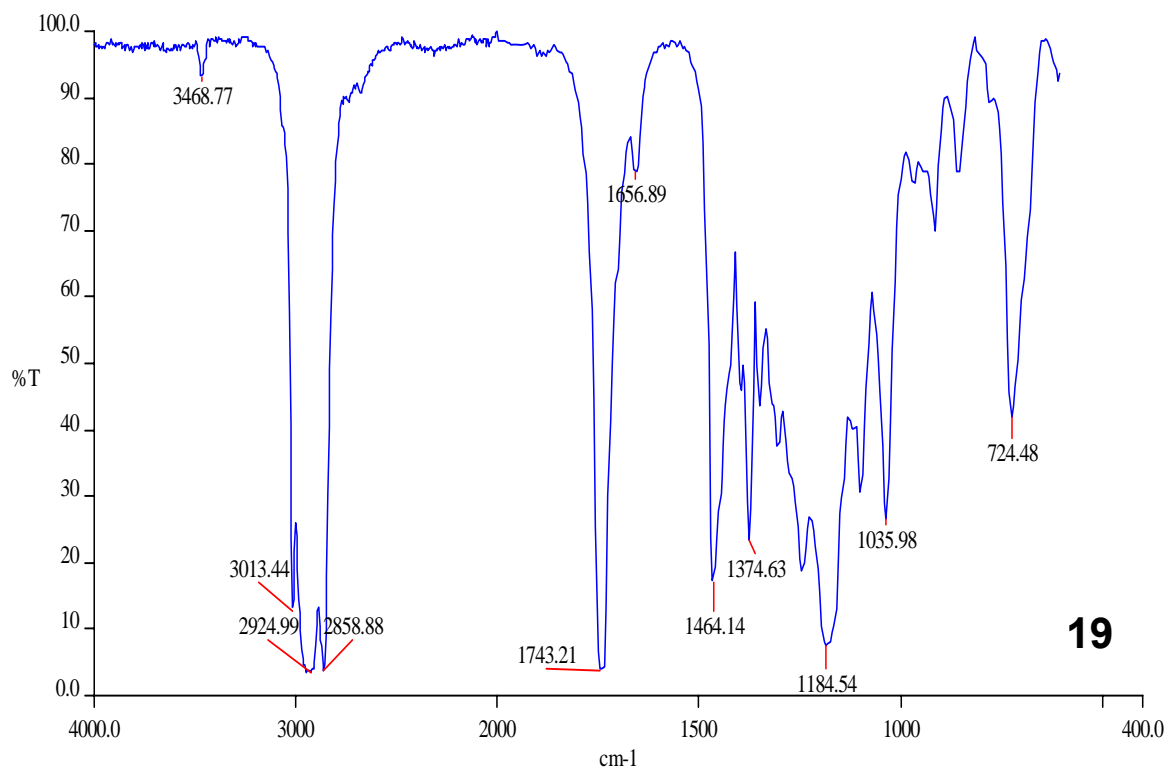




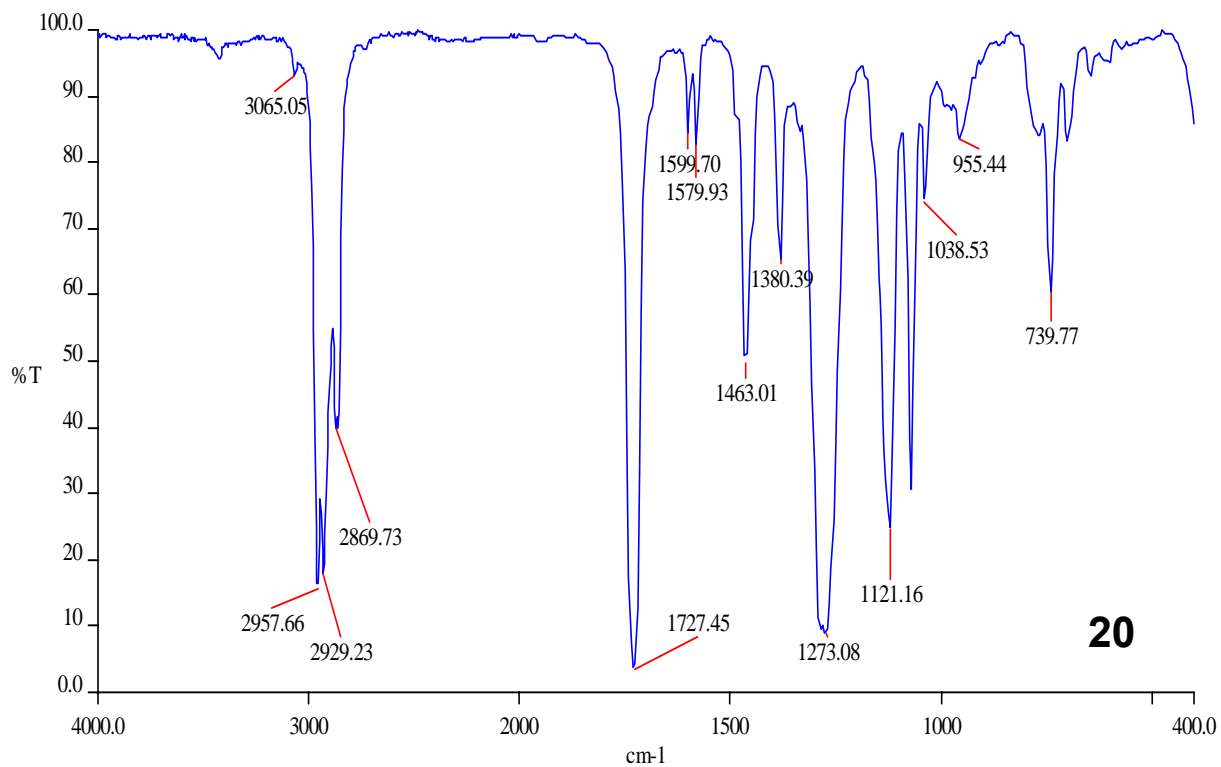
17



18



19



20

PRÁCTICA

2A

DERIVADOS HALOGENADOS

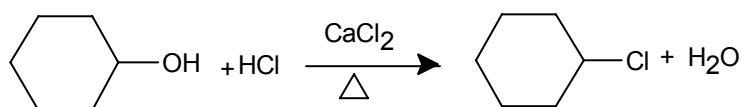
OBTENCIÓN DE CLORURO DE CICLOHEXILO

I. OBJETIVOS

A) Conocer la preparación de un halogenuro de alquilo secundario a partir del alcohol correspondiente, mediante una reacción de sustitución nucleofílica.

B) Preparar el cloruro de ciclohexilo por la reacción de ciclohexanol con ácido clorhídrico concentrado en presencia de cloruro de calcio anhidro, aislar y purificar por destilación el producto de la reacción.

REACCIÓN:



V= 6 ml
 ρ = 0.963 g/ml
m= 5.778 g
PM= 100.16 g/mol
n= 0.057 mol
p. eb.= 160-161 °C

V= 6.7 ml
 ρ = 1.000 g/ml
m=6.761 g
PM= 118.61 g/mol
n= 0.057 mol
p. eb.= 142 °C

II. MATERIAL

• Agitador de vidrio	1	• Porta-termómetro	1
• Anillo metálico	1	• Probeta graduada 25 ml	1
• Colector	1	• Refrigerante c/mangueras	1
• Embudo de filtración rápida	1	• "T" de destilación	1
• Embudo de separación c/tapón	1	• Tapón de corcho mono-hordado	1
• Espátula	1	• Tela alambre c/asbesto	1
• Matraz Erlenmeyer 125 ml	1	• Termómetro -10 a 400° C.	1
• Matraz Erlenmeyer 50 ml	2	• Trampa para humedad	1
• Matraz pera de una boca 50 ml	1	• Tubo de goma 30 cm de largo	1
• Mechero con manguera	1	• Tubo de vidrio c/tapón de hule	1
• Pinzas de tres dedos c/nuez	3	• Vaso de precipitados 400 ml	1
• Vidrio de reloj	1	• Vaso de precipitados 250 ml	1

III. SUSTANCIAS

• Ciclohexanol	6.0 ml	• Sol. saturada de NaCl técnico	10.0 ml
• Ácido clorhídrico conc.	18.0 ml	• Sol. saturada de NaHCO ₃	10.0 ml
• Cloruro de calcio anh.	5.0 g	• Hidróxido de sodio	2.0 g

IV. INFORMACIÓN

La conversión de alcoholes en cloruros de alquilo se puede efectuar por varios procedimientos. Con alcoholes primarios y secundarios se usan frecuentemente cloruro de tionilo y halogenuros de fósforo; también se pueden obtener calentando el alcohol con ácido clorhídrico concentrado y cloruro de zinc anhídrido. Los alcoholes terciarios se convierten al halogenuro de alquilo con ácido clorhídrico solo y en algunos casos sin calentamiento.

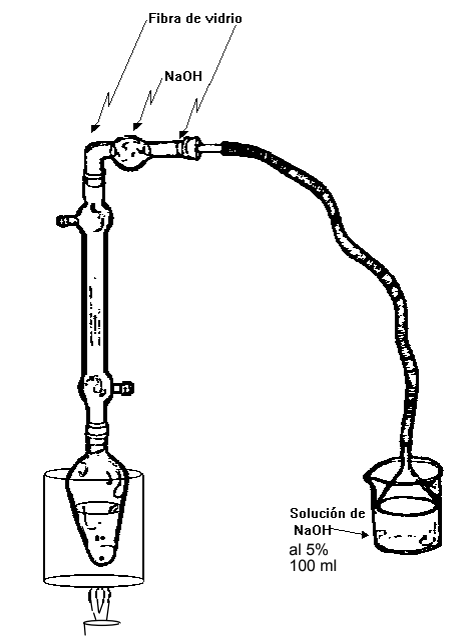
El ciclohexanol es algo especial en su reactividad. Es un alcohol secundario y se convierte al cloruro cuando se calienta en presencia de ácido clorhídrico concentrado y cloruro de calcio anhídrido.

V. PROCEDIMIENTO

En un matraz pera de 50 ml, de una boca, coloque 6 ml de ciclohexanol, agregue 18 ml de ácido clorhídrico concentrado y 4.0 g de cloruro de calcio anhidro. Agregue varios cuerpos de ebullición y conecte al matraz un refrigerante de agua en posición de reflujo.

A la salida del refrigerante coloque una trampa de gases como se indica en la figura. Caliente la mezcla a través de una tela de asbesto, usando un baño de aire y lleve a un reflujo suave por un período de 60 minutos. Enfríe la mezcla de reacción a temperatura ambiente y transfírela a un embudo de separación.

Deje que se separe la mezcla en dos fases y deseche la fase inferior acuosa. Lave la fase orgánica sucesivamente con:



a) 10 ml de solución saturada de cloruro de sodio,

b) 10 ml de solución saturada de bicarbonato de sodio y,

c) 10 ml de solución saturada de cloruro de sodio.

Seque la fase orgánica con cloruro de calcio anhidro. Coloque la fase orgánica seca en un matraz de destilación, ensamble un sistema de destilación simple, destile y colecte la fracción con punto de

ebullición 128-130^o C. Registre sus resultados y calcule el rendimiento del producto puro.

VI. ANTECEDENTES

1. -Obtención de halogenuros de alquilo.

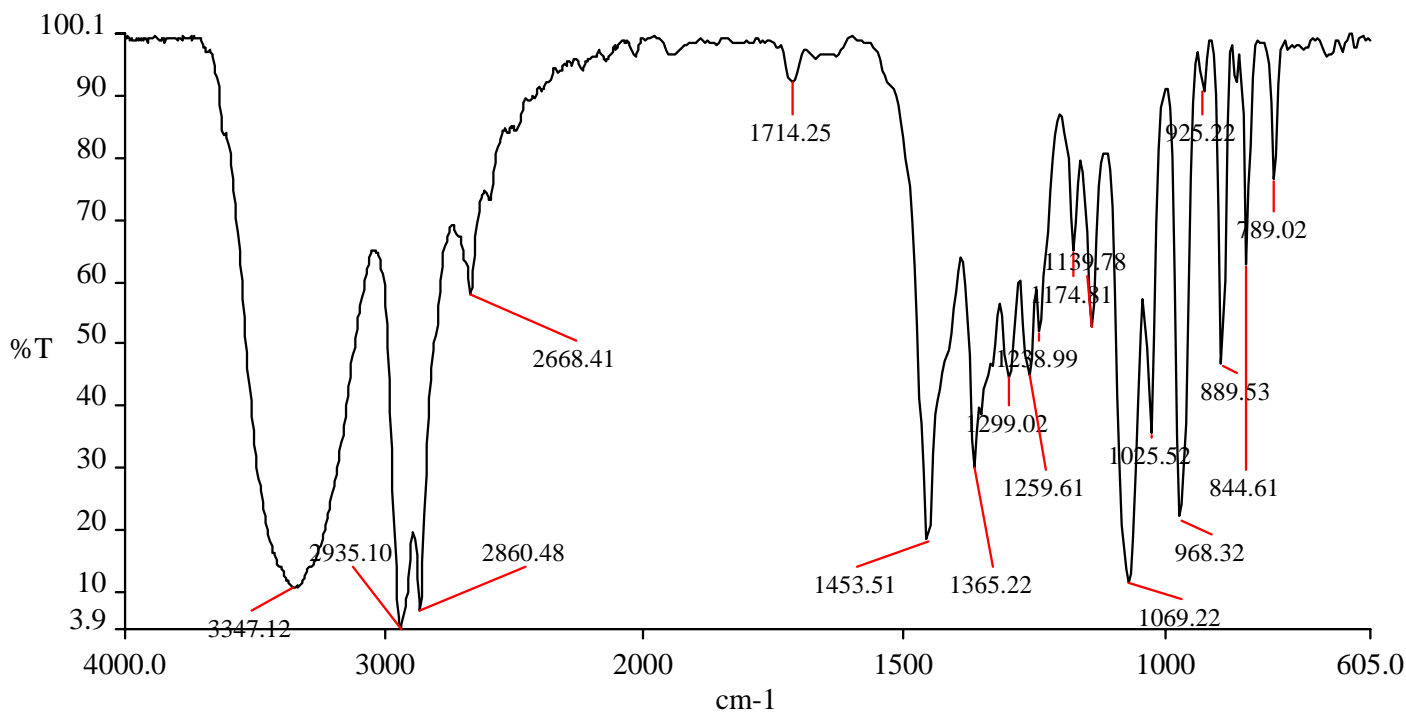
- 2.- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y productos.
- 3.- Mecanismo de S_N1 .
- 4.- Mecanismo de S_N2
- 5.- Comparación de los mecanismos de S_N1 y S_N2 .
- 6.- Estudio de las reacciones de equilibrio.

CUESTIONARIO

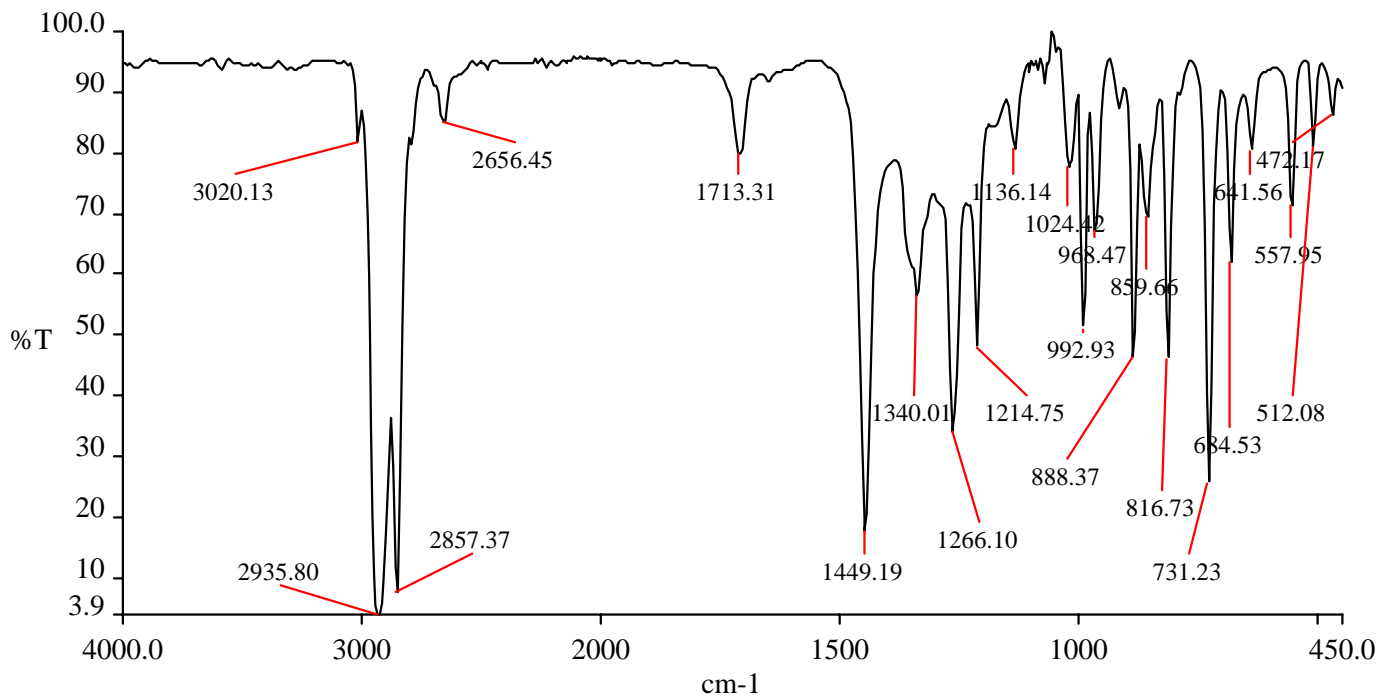
1. -¿Qué tratamiento aplicaría a los residuos de la reacción?
2. -¿Cuál procedimiento químico se debe realizar para eliminar el hidróxido de sodio en solución que se encuentra en la trampa?
3. -¿Se le podrá dar utilidad a las lentejas de hidróxido de sodio que quedan en la trampa de humedad?
4. - Asigne las bandas principales presentes en los espectros de I.R. a los grupos funcionales de reactivos y productos

Espectros de I.R.

a) Ciclohexanol



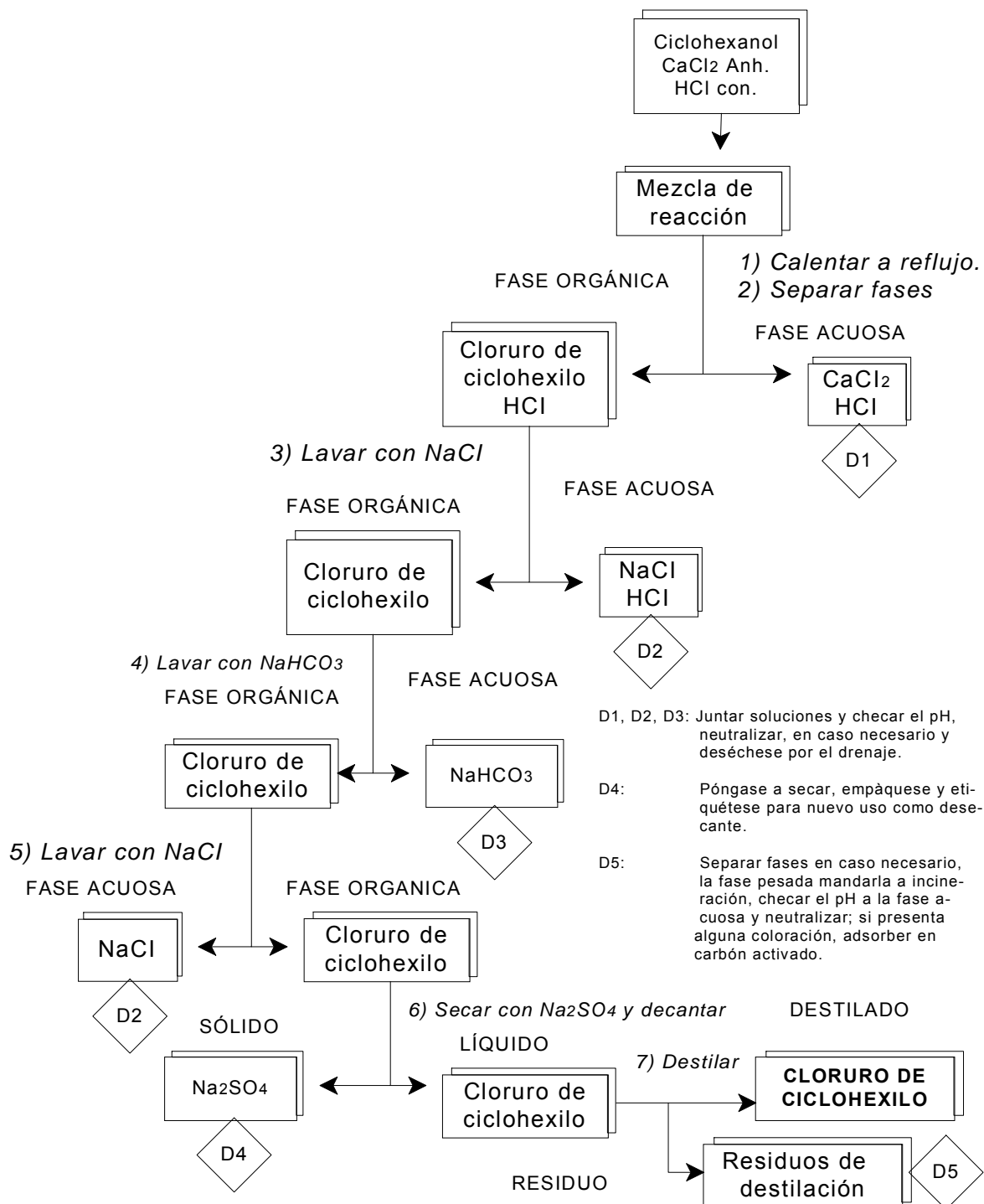
b) cloruro de ciclohexilo



VII. BIBLIOGRAFIA

- a) D. Pavia, G.M. Lampmann y G.S. Kriz.
Introduction to Organic Laboratory
Techniques, W.B. Saunders Co.
Philadelphia U.S.A. (1976),
- b) Vogel, A.I.
A textbook of Practical Organic Chemistry.
5^a. Edición, Longmans Scientific and
Technical, NY, (1989).
- c) R.Q. Brewster y C.A. Vander Werf.
Curso Práctico de Química Orgánica.
2^a. Edición Ed. Alambra, España (1970).
- d) J.D. Roberts y M.C. Caserio.
Modern Organic Chemistry.
W.A. Benjamin Inc., U.S.A. (1967)
- e) N.L. Allinger et al.
Química Orgánica, Editorial Reverté S.A.
España (1975).
- f) R.T. Morrison y R.N. Boyd.
Química Orgánica, 2^a Edición
Fondo Educativo Interamericano.
México (1985).
- g) Lehman, J.W.
Operational Organic Chemistry
3^{er} edition, Prentice Hall
New Jersey (USA) 1999.
- h) Mohring, J.R., Hammond, C.N.,
Morril, T.C., Neckers, D.C.
Experimental Organic Chemistry
W.H. Freeman and Company NY 1997.

Obtención de cloruro de ciclohexilo



PRÁCTICA

2B

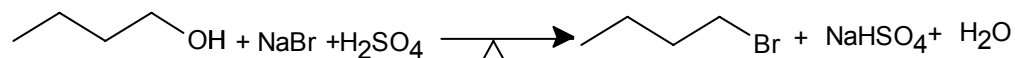
DERIVADOS HALOGENADOS

OBTENCIÓN DE BROMURO DE N-BUTILO

I. OBJETIVOS

- Obtención de un halogenuro de alquilo primario a partir de un alcohol primario mediante una reacción de sustitución nucleofílica.
- Investigar el mecanismo y las reacciones competitivas que ocurren durante la reacción.

REACCIÓN:



V= 10 ml
 ρ = 0.810 g/ml
 m= 8.10 g
 PM= 74.12 g/mol
 n= 0.1093 mol
 p. eb.= 117.7 °C

V= 11.73 ml
 ρ = 1.276 g/ml
 m= 14.977 g
 PM= 137.03 g/mol
 n= 0.1093 mol
 p. eb.= 100-104 °C

II. MATERIAL

- | | | | |
|-----------------------------|---|----------------------------|---|
| • Agitador de vidrio | 1 | • Porta-termómetro | 1 |
| • Anillo metálico | 1 | • Probeta graduada 25 ml | 1 |
| • Columna Vigreux | 1 | • Recipiente de peltre | 1 |
| • Embudo de adición c/tapón | 1 | • Refrigerante c/mangueras | 1 |

• Espátula	1	• "T" de destilación	1
• Manguera de hule p/conexión	1	• Tapón p/Erlenmeyer 50 ml	1
• Matraz Kitazato	1	• Tela alambre c/asbesto	1
• Matraz Erlenmeyer 50 ml	2	• Termómetro -10 a 400° C.	1
• Matraz Erlenmeyer 125 ml	1	• Tubo de vidrio 20 cm	1
• Matraz de bola QF 25 ml	1	• Vaso de precipitados 250 ml	1
• Matraz pera de dos bocas 50 ml	1	• Vaso de precipitados 400 ml	1
• Mechero c/manguera	1	• "T" de vacío	1
• Pinzas de tres dedos c/nuez	4	• Colector	1
• Vidrio de reloj	1		

III. SUSTANCIAS

• Bromuro de Sodio	14.0 g	• Hidróxido de sodio	20.0 g
• Solución de NaOH al 5%	10.0 ml	• Alcohol n-butílico	10.0 ml
• Ácido sulfúrico conc.	10.0 ml	• Sulfato de sodio anhidro	10.0 g

IV. INFORMACIÓN

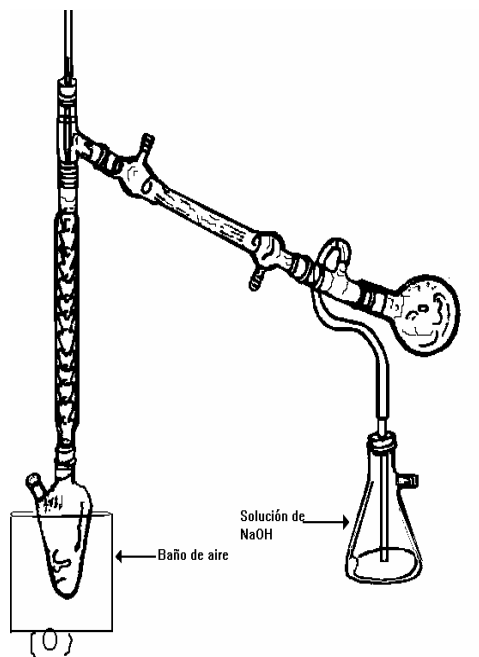
La conversión de alcoholes en haluros de alquilo se puede efectuar por varios procedimientos. Con alcoholes primarios y secundarios se usan frecuentemente cloruro de tionilo o halogenuros de fósforo; también se pueden obtener calentando el alcohol con ácido clorhídrico concentrado y cloruro de zinc anhidro, o usando ácido sulfúrico concentrado y bromuro de sodio. Los alcoholes terciarios se convierten al halogenuro de alquilo correspondiente con ácido clorhídrico solo y en algunos casos sin necesidad de calentar.

V. PROCEDIMIENTO

En un matraz pera de dos bocas de 50 ml coloque 10 ml de agua, añada 14 g de bromuro de sodio, agite, y adicione 10 ml de n-butanol. Mezcle perfectamente, añada cuerpos de ebullición y adapte un sistema de destilación fraccionada como lo indica la figura.

Enfríe el matraz en un baño de hielo y pasados unos minutos adicione por la boca lateral del matraz 10 ml de ácido sulfúrico

concentrado, mediante un embudo de adición, en porciones de aprox. 2 ml cada vez (*Nota 1*). Terminada la adición, retire el baño de hielo y el embudo de adición y tape la boca lateral del matraz de pera con el tapón esmerilado. Adapte una trampa de solución de sosa (25 ml), según lo indica la figura.



Caliente la mezcla de reacción suavemente empleando un baño de aire. Se empieza a notar el progreso de la reacción por la aparición de dos fases, siendo la fase inferior la que contiene el bromuro de n-butilo. Reciba el destilado en un recipiente enfriado en un baño de hielo (*Nota 2*). Continúe el calentamiento hasta que el destilado es claro y no contiene gotas aceitosas. (*Nota 3*)

Pase el destilado al embudo de separación y lave este con 5 ml de agua (el bromuro es la capa inferior), agite vigorosamente. Verifique que el pH no sea ácido (en caso necesario haga otro lavado con 5 ml de agua). Transfiera el bromuro de n-butilo húmedo a un matraz Erlenmeyer y seque con sulfato de sodio anhidro. Decante al matraz de pera y destile por destilación simple, colectándose la fracción que destila entre 75-80°C en un recipiente previamente pesado.

NOTAS

- 1) **¡CUIDADO!** el ácido sulfúrico causa severas quemaduras. Use lentes de seguridad y agite después de cada adición.
- 2) En el condensador se forma una mezcla aceitosa de agua con bromuro de n-butilo.

- 3) Analice cuidadosamente cada uno de los pasos involucrados en este procedimiento; trabaje con ventilación adecuada ya que puede haber desprendimientos de HBr.

VI. ANTECEDENTES

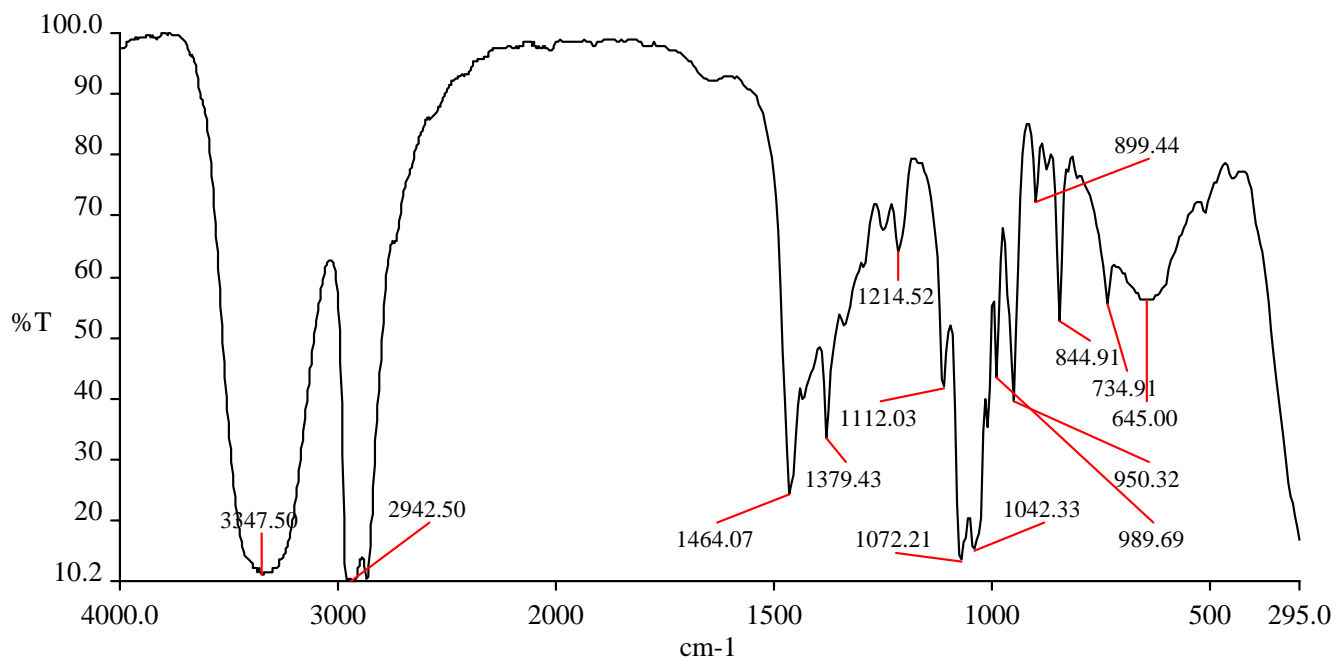
- 1.- Obtención de halogenuros de alquilo.
- 2.- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y productos.
- 3.- Mecanismo de S_N1 .
- 4.- Mecanismo de S_N2 .
- 5.- Comparación de los mecanismos de S_N1 y S_N2 .
- 6.- Estudio de las reacciones de equilibrio.

CUESTIONARIO

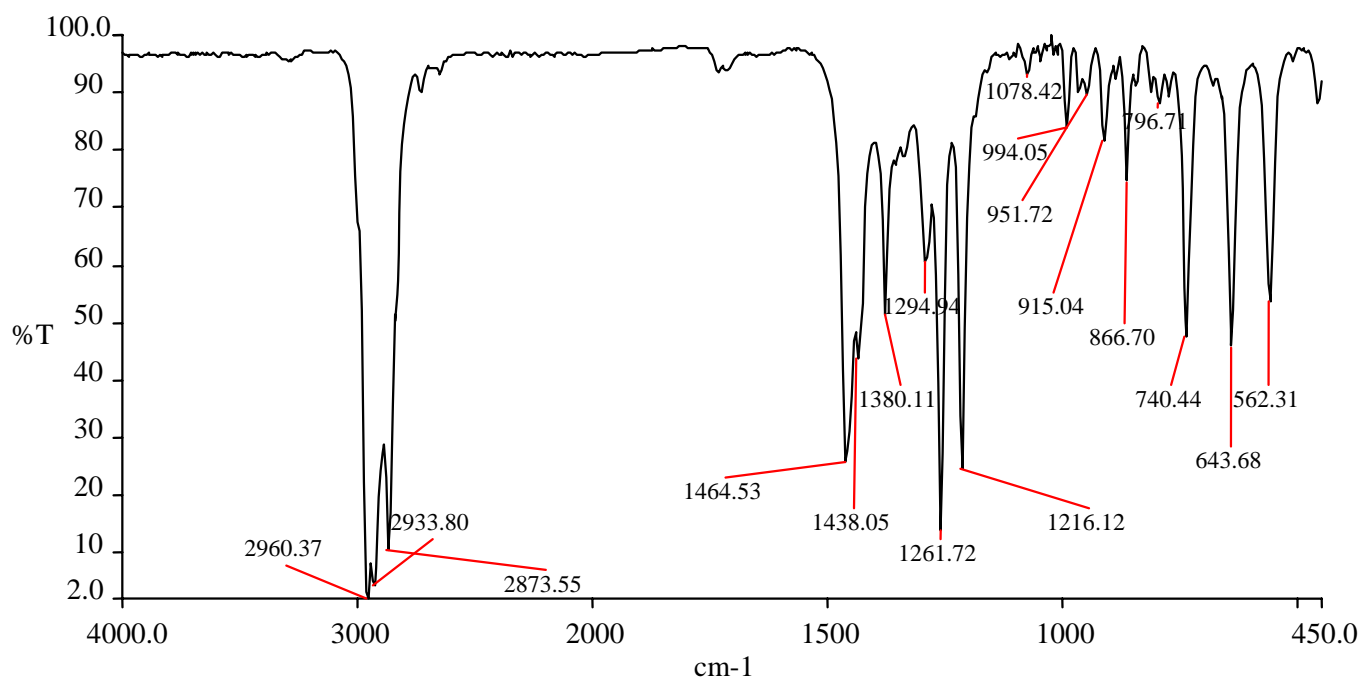
- 1.- Considerando los residuos de la mezcla de reacción, ¿cuál procedimiento químico realizaría antes de desecharla?
2. - ¿Cómo eliminaría los residuos de la solución de hidróxido de sodio y de ácido sulfúrico concentrado?
3. - Asigne las bandas principales presentes en los espectros de I.R. a los grupos funcionales de reactivos y productos.

Espectros de I.R.

a) *n*-butanol



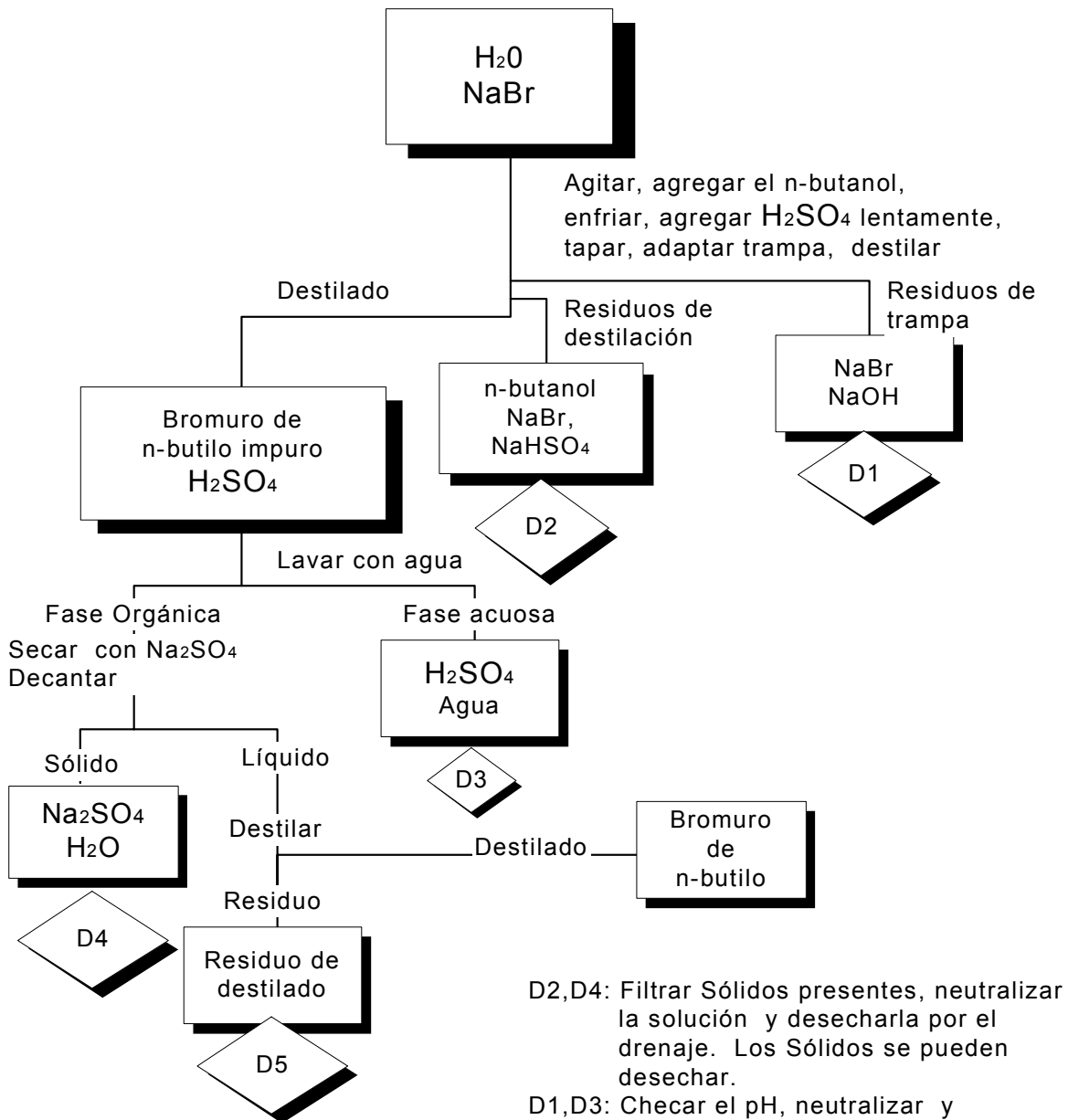
b) Bromuro de n-butilo



VII. BIBLIOGRAFIA

- a) D. Pavia, G.M. Lampmann y G.S. Kriz. Jr. Introduction to Organic Laboratory Techniques.
W.B. Saunders Co.
Philadelphia U.S.A. (1976)
- b) Vogel, A.I.
A textbook of Practical Organic Chemistry.
5^a. Edición , Longmans Scientific and Technical, NY, (1989).
- c) R.Q. Brewster y C.A. Vander Werf.
Curso Práctico de Química Orgánica.
2a. Edición Edit. Alhambra.
España (1970).
- d) J.D. Roberts y M.C. Caserio.
Modern Organic Chemistry.
W.A. Benjamin Inc.
U.S.A. (1967)
- e) N.L. Allinger et al.
Química Orgánica.
Editorial Reverté S.A.
España (1975).
- f) Lehman, J.W.
Operational Organic Chemistry
3^{er} edition
Prentice Hall
New Jersey, USA (1999).
- g) Mohring, J.R., Hammond, C.N.,
Morril, T.C., Neckers, D.C.
Experimental Organic Chemistry
W.H. Freeman and Company
New York, USA (1997).

OBTENCIÓN DE BROMURO DE n-BUTILO



D2,D4: Filtrar Sólidos presentes, neutralizar la solución y desecharla por el drenaje. Los Sólidos se pueden desechar.

D1,D3: Checar el pH, neutralizar y desechar por el drenaje.

D5: Mandar a incineración.

PRÁCTICA 3

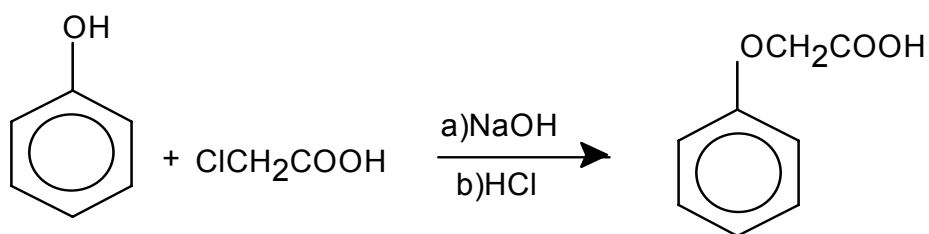
SÍNTESIS DE WILLIAMSON

OBTENCIÓN DE ÁCIDO FENOXIACÉTICO

I. OBJETIVOS

- Preparar mediante una reacción de sustitución nucleofílica bimolecular un éter (Síntesis de Williamson).
- Purificar el producto obtenido por el método de extracción selectiva.
- Distinguir las propiedades ácidas de fenoles y ácidos carboxílicos.

REACCIÓN :



m= 0.5 g
 PM= 94 g/mol
 n= 5.31×10^{-3} mol
 p. f.= 40-42 °C
 REACTIVO
 LIMITANTE

m= 0.75 g
 PM= 94.45 g/mol
 n= 7.94×10^{-3} mol
 p. f.= 62-64 °C

m= 0.807 g
 PM= 152 g/mol
 n= 5.31×10^{-3} mol
 p. f.= 98-100 °C

II. MATERIAL

• Recipiente de peltre	1	• Matraz Erlenmeyer 50 ml. c/corcho	1
• Resistencia eléctrica	1	• Vaso de precipitados 250 ml	1
• Agitador de vidrio	1	• Embudo Büchner c/alargadera	1
• Probeta graduada 25 ml	1	• Matraz Kitazato c/manguera	1
• Matraz Erlenmeyer 125 ml	1	• Embudo de separación c/tapón	1
• Pinzas de tres dedos c/nuez	1	• Espátula	1
• Vidrio de reloj	1	• Refrigerante con mangueras	1
• Pipeta de 10 ml.	1	• Matraz pera de una boca de 50 ml	1
• Vaso de precipitados 150 ml	1		

III. SUSTANCIAS

• Fenol	0.5 g	• Sol. de NaOH 33%	2.5 ml
• Ácido monocloroacético	0.75 g	• HCl concentrado	7.5 ml
• Eter etílico	15 ml	• Sol. de NaHCO ₃ 15%	7.5 ml

IV. INFORMACIÓN

- Los halogenuros de alquilo sufren reacciones de sustitución nucleofílica con alcoholes produciendo éteres.
- Los fenoles son nucleófilos con una baja reactividad pero sus sales (los fenóxidos) son nucleófilos muy reactivos.
- 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.

V. PROCEDIMIENTO

En un matraz de pera de 50 ml una boca disuelva 0.5 g de fenol (**PRECAUCION ¡Este es muy irritante!**) en 2.5 ml de NaOH al 33% (*Nota 1*), tape el matraz con un tapón de corcho y agite vigorosamente durante 5 min., Agregue 0.75 g de ácido monocloroacético, vuelva a tapar el matraz y continúe la

agitación por 5 minutos más. Si la mezcla se hace pastosa, puede agregar de 1 a 3 ml de agua (*Nota 2*). Quite el tapón y coloque el matraz sobre un baño María con un sistema de reflujo durante 40 min. Enfríe la solución y diluya con 5 ml de agua. Acidule con HCl concentrado hasta pH de 1 (*Nota 3*).

Coloque la mezcla en el embudo de separación y:

- A) Haga extracciones con éter etílico usando 3 porciones de 5 ml c/u.
- B) Junte los extractos orgánicos y colóquelos en el embudo de separación.
- C) Lave la fase orgánica 3 veces con 5 ml de agua cada vez (las fracciones acuosas se desechan) (*Nota 4*).
- D) La fracción orgánica se extrae con NaHCO₃ al 15% (3 porciones de 2.5 ml c/u.).
- E) El extracto acuoso alcalino (*Nota 5*) se acidula con HCl concentrado, ¡**PRECAUCION!** (*Nota 6*) sea cuidadoso porque se produce espuma hasta que precipita todo el producto.
- F) El producto se aísla por filtración y se seca al aire. Se determina rendimiento y punto de fusión.

NOTAS :

- 1) Comprobar la alcalinidad de la solución con papel pH.
- 2) Si se agrega exceso de agua, puede disolverse el producto.
- 3) Comprobar la acidez de la solución con papel pH.
- 4) Nunca deseche fracciones, hasta el final del experimento.
- 5) Comprobar la alcalinidad de la solución con papel pH.
- 6) La adición debe ser gota a gota.

VI. ANTECEDENTES

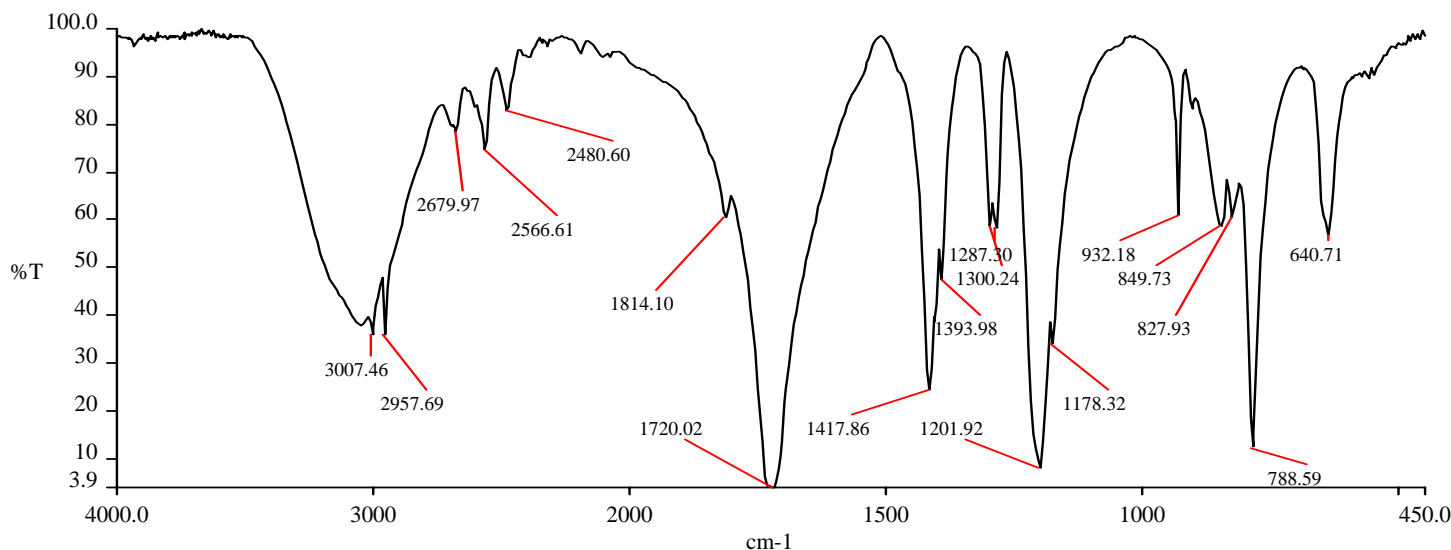
- A) Reacción de sustitución nucleofílica bimolecular.
- B) Diferentes métodos de obtención de éteres.
- C) Síntesis de Williamson, condiciones de reacción.
- D) Acidez de fenoles y de ácidos carboxílicos.
- E) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- F) Uso del ácido fenoxiacético.
- G) Extracción con disolventes activos.

VII. CUESTIONARIO

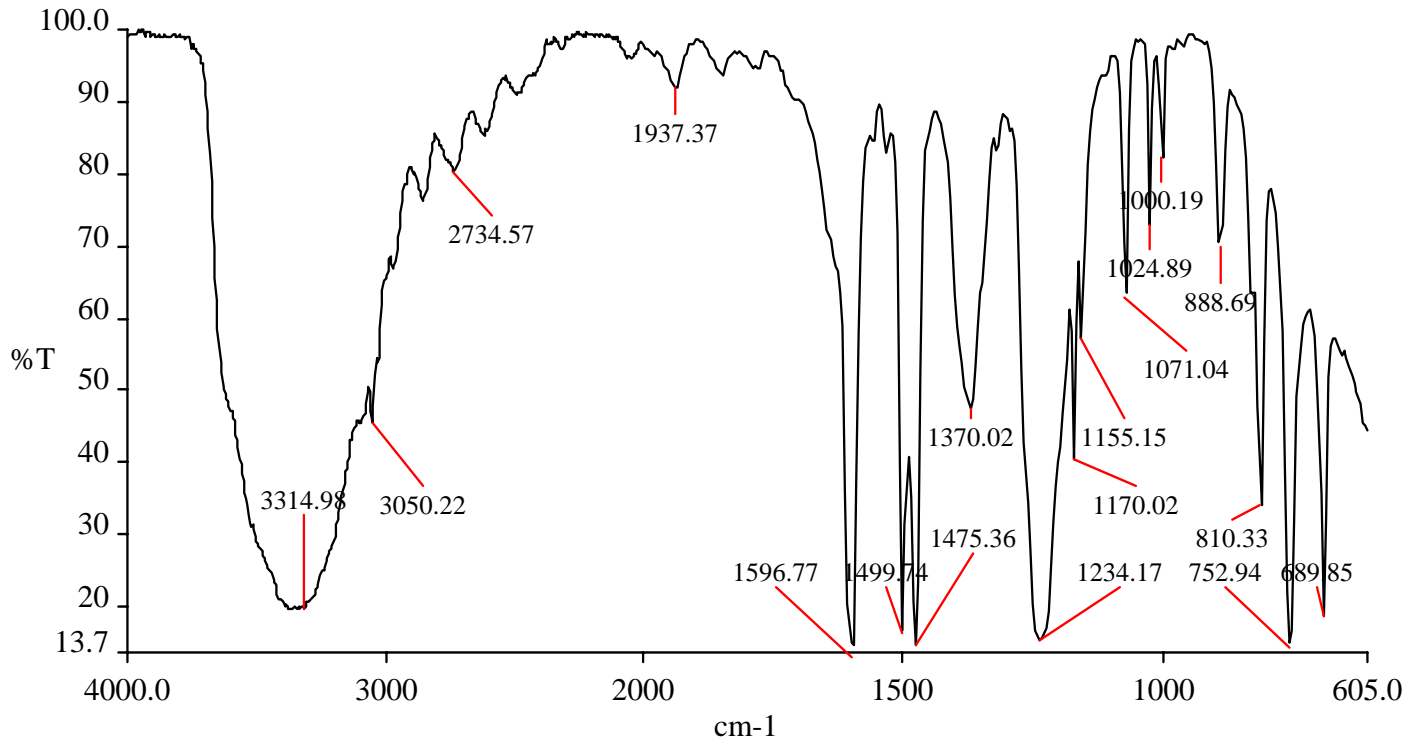
- 1) ¿Qué reacción ocurre entre el hidróxido de sodio y el fenol?
- 2) ¿Qué reacción ocurre entre el hidróxido de sodio y el ácido monocloroacético?
- 3) ¿Qué sucede si la mezcla de reacción no contiene la suficiente cantidad de hidróxido de sodio al iniciarse la reacción?
- 4) Escriba un diagrama de separación que nos indique el proceso de purificación del ácido fenoxiacético.
- 5) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de I.R. a los grupos funcionales de reactivos y productos

Espectros de I.R.

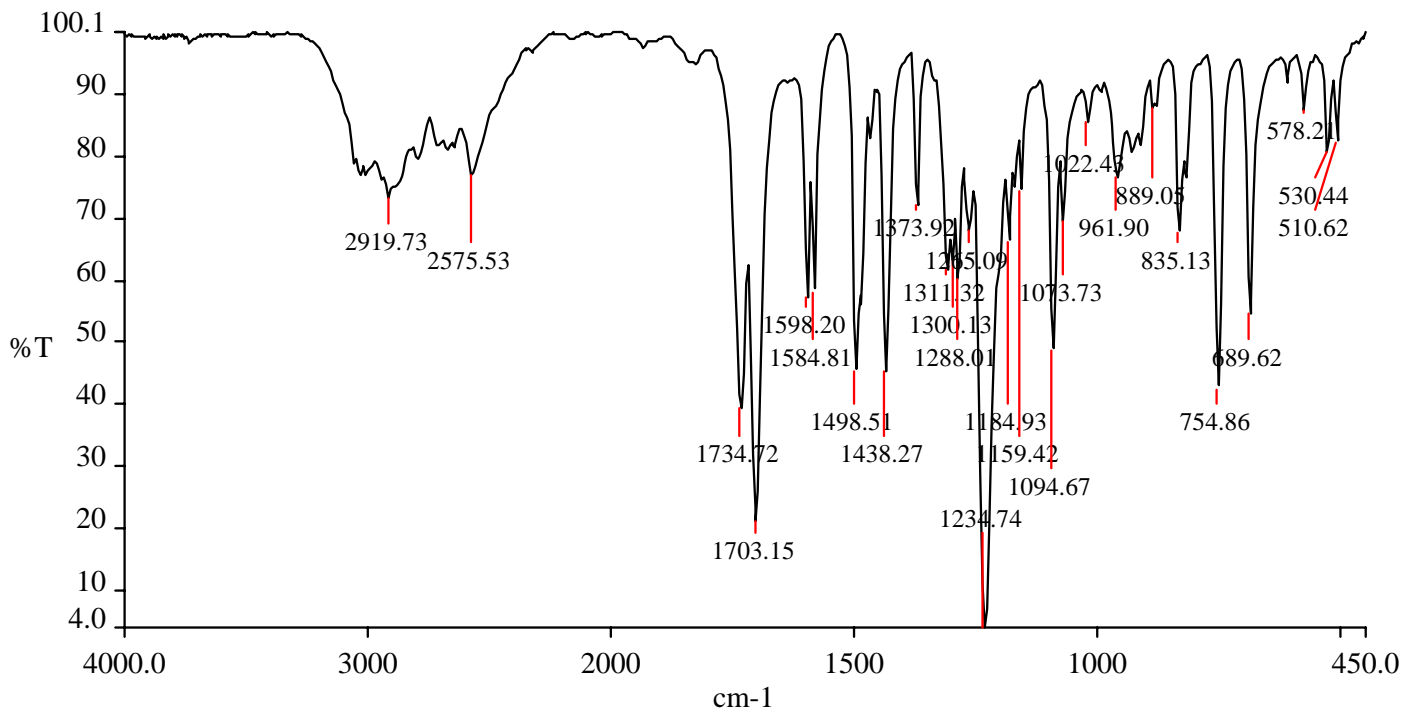
a) Ácido monocloroacético.



b) Fenol



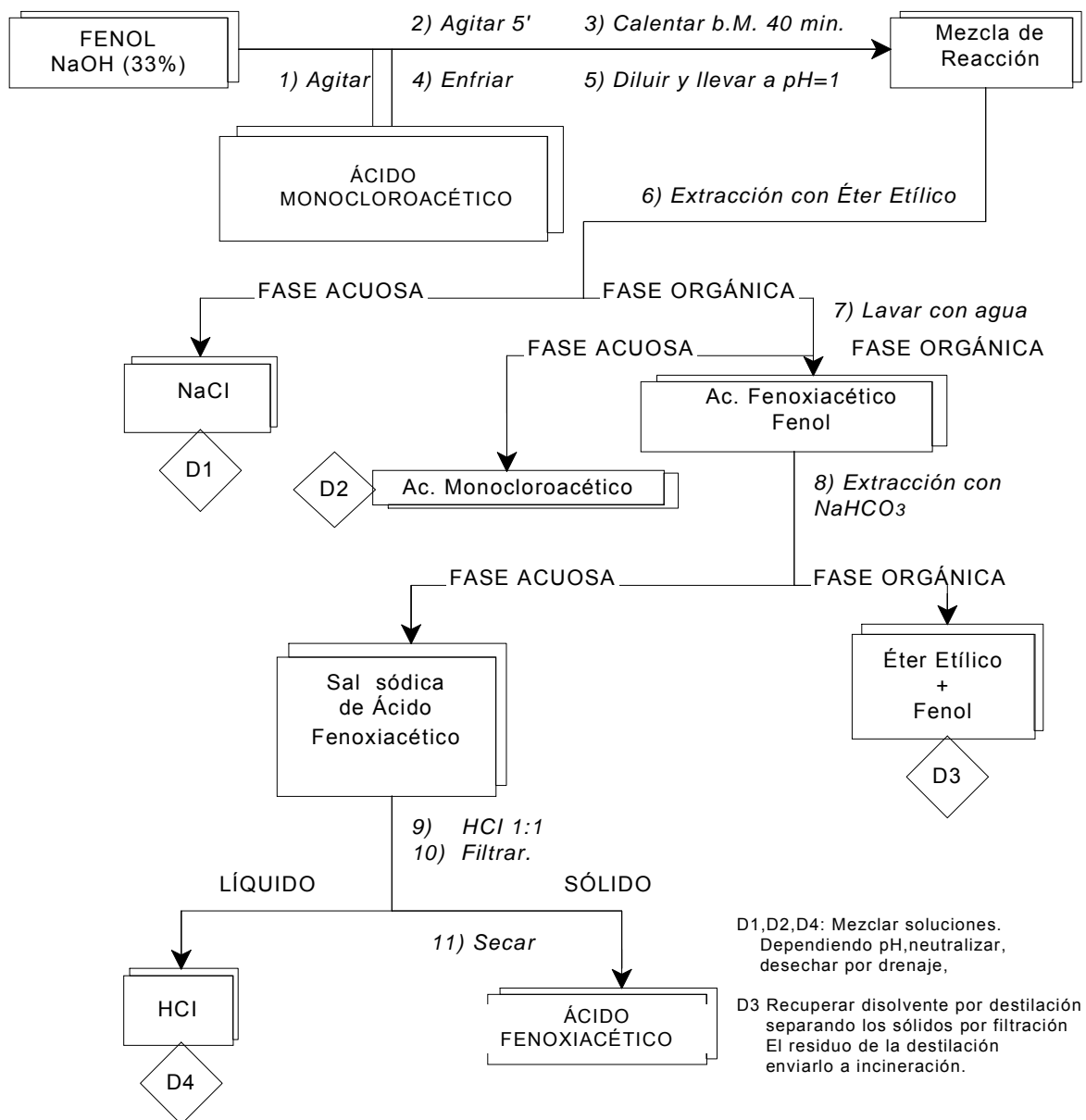
c) Ácido fenoxiacético



VIII. BIBLIOGRAFIA

- a) Brewster, R.Q. Vanderwerf, C.A. y Mc. Ewen, W.E.
Curso Práctico de Química Orgánica
3a. Edición
Ed. Alhambra S.A., Madrid (1979).
- b) Cremlyn, R.J.W. and Still, R.H..
Named and Miscellaneous Reactions in Practical Organic Chemistry
Heinmann Educational Books Ltd.
London (1967).
- c) Lehman, J.W.
Operational Organic Chemistry
3er edition
Prentice Hall
New Jersey, USA (1999).
- d) Mohring, J.R., Hammond, C.N., Morril, T.C., Neckers, D.C.
Experimental Organic Chemistry
W.H. Freeman and Company
New York, USA (1997).

**SÍNTESIS DE WILLIAMSON
OBTENCIÓN DE ACIDO FENOXIACÉTICO**



NOTAS:

PRÁCTICA

4

CINÉTICA QUÍMICA

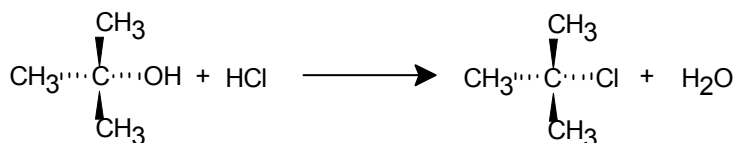
DETERMINACIÓN DE LA CONSTANTE DE VELOCIDAD DE REACCIÓN DE LA HIDRÓLISIS DEL CLORURO DE ter-BUTILO.

I. OBJETIVO

El alumno aprenderá a comprobar experimentalmente el mecanismo de una reacción S_N1 mediante la determinación gráfica del orden y la constante de velocidad de una ecuación de 1^{er} orden.

REACCIÓN

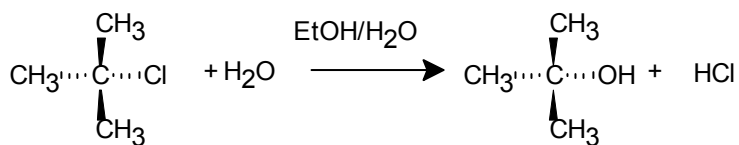
Obtención de cloruro de ter-butilo



V= 6 ml
 ρ = 0.786 g/ml
 m= 4.716 g
 PM= 74.12 g/mol
 n= 0.0636 mol
 p. eb.= 83 °C

V= 6.915 ml
 ρ = 0.851 g/ml
 m= 5.889 g
 PM= 92.57 g/mol
 n= 0.0636 mol
 p. eb.= 51-52 °C

Hidrólisis de cloruro de ter-butilo



II. MATERIAL

- | | | | |
|--------------------------------|---|-------------------------------------|---|
| • Embudo de separación c/tapón | 1 | • Matraz pera de una boca 50 ml | 1 |
| • Porta-termómetro | 1 | • "T" de destilación | 1 |
| • Recipiente de peltre | 1 | • Refrigerante c/mangueras | 1 |
| • Termómetro -10 a 400° C. | 1 | • Colector | 1 |
| • Vaso de precipitados 250 ml | 1 | • Probeta graduada 25 ml | 1 |
| • Matraz aforado 100 ml | 1 | • Matraz Erlenmeyer 50 ml | 1 |
| • Pipeta volumétrica 10 ml | 1 | • Pipeta volumétrica 1 ml | 1 |
| • Bureta graduada 50 ml | 1 | • Matraces Erlenmeyer 125 ml | 3 |
| • Embudo de filtración rápida | 1 | • Pinzas de tres dedos c/nuez | 3 |
| • Espátula | 1 | • Propipeta (adaptador con jeringa) | 1 |
| • Resistencia eléctrica | 1 | • Tapón de corcho (#5) | 1 |

III. SUSTANCIAS

- | | | | |
|-----------------------------|-------|------------------------------------|-------|
| • Alcohol terbutílico | 6 ml | • Sol de carbonato de sodio al 10% | 10 ml |
| • Etanol 96° R.A. | 70 ml | • Agua destilada | 40 ml |
| • Ácido clorhídrico conc. | 18 ml | • Sulfato de sodio anhidro | 1 g |
| • Fenofaleína | 0.1g | • Cloruro de calcio | 2 g |
| • Hidróxido de sodio 0.05 N | 10 ml | | |

IV. INFORMACIÓN

- a) Una reacción química comprende la conversión de reactivos a productos.
- b) Las reacciones pueden ser bimoleculares o unimoleculares.
- c) Un mecanismo de reacción es la descripción paso por paso, del proceso que ocurre cuando los reactivos se convierten a productos.
- d) La cinética de las reacciones se refiere al estudio detallado de la velocidad de las reacciones químicas. Permite estudiar un mecanismo, ya que proporciona una medida de las velocidades de reacción, y una indicación sobre el número y la

naturaleza de las moléculas que intervienen en la reacción. Los experimentos se llevan a cabo a temperaturas y concentraciones de reactivos controladas con precisión. Conforme transcurre la reacción se pueden determinar la disminución o el aumento de un reactivo o producto en función del tiempo transcurrido.

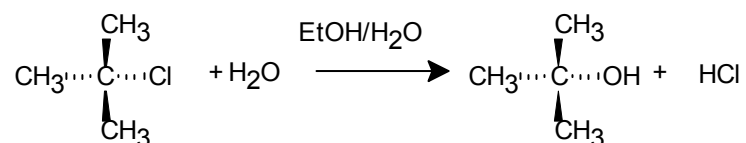
- e) La interpretación de los resultados experimentales, junto con una expresión matemática, conduce a una mejor comprensión de los mecanismos de reacción.

V. PROCEDIMIENTO

- a) Obtención de cloruro de *ter*-butilo.

Coloque en un matraz erlenmeyer de 125 ml con tapón: 6 ml de *ter*butanol, 18 ml de ácido clorhídrico, 2.0 g de cloruro de calcio y mézclelos con agitación vigorosa durante 15 minutos. Transfiera el contenido del matraz a un embudo de separación, deje reposar hasta la separación de fases, elimine la capa inferior (*Nota 1*), lave dos veces el cloruro de *ter*-butilo formado con una solución de carbonato de sodio al 10% (5 ml cada vez) (*Nota 2*). Seque el cloruro de *ter*-butilo con sulfato de sodio anhidro y purifíquelo por destilación simple (*Nota 3*). Recoja la fracción que destila entre 42-45° C.

- b) Determinación de la constante de velocidad de la hidrólisis del cloruro de *ter*-butilo.



Coloque 1 ml de cloruro de *ter*-butilo, recién destilado y seco, en un matraz aforado de 100 ml (*Nota 4*), afore con una mezcla de etanol / agua 77:33 (utilice alcohol de 96° y agua destilada, *nota 5*).

Mezcle y empiece a contar el tiempo (*Nota 6*). Espere dos minutos, tome una alícuota de 10 ml y titule con NaOH 0.05 N, use fenoftaleína como indicador (*Nota 7*). A los 12 minutos de haber hecho la mezcla, realice otra titulación, hasta hacer un total de 8-9 titulaciones. Anote los resultados en el siguiente cuadro:

Tiempo	Vol. de NaOH	x=Conc. de Cl de t-butilo mol/l	(a-x)	a/(a-x)	log a/(a-x)	K

VI. CALCULOS

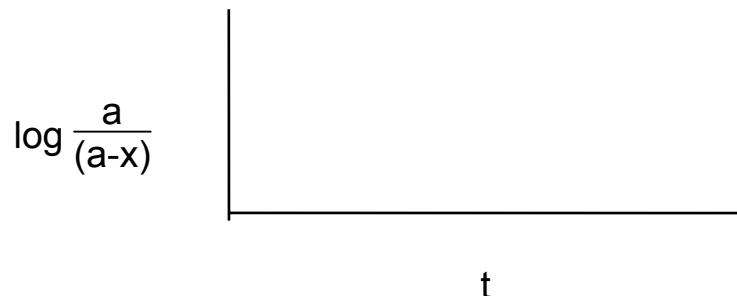
Calcule "K" para distintos valores de "t" con la siguiente formula:

$$K = 2.3 \log \frac{a}{(a-x)} \frac{1}{t}$$

a= concentración inicial de cloruro de *ter*-butilo en moles/l
 =1 ml x 0.85 (dens. t-BuCl) x 10/92.5 (PM t-BuCl)=0.092 mol/l

x= Vol. NaOH x Norm./10
 = mol/l de cloruro de *ter*-butilo transformado en el tiempo t.

Para encontrar el valor de "K" por el método gráfico, construya la siguiente gráfica, cuya pendiente es igual a $m=(Y_2-Y_1)/(X_2-X_1)$ y nos da el valor de $K= 2.3 m$.



Formule conclusiones de acuerdo a sus datos experimentales.

NOTAS

- 1.- La fase inferior corresponde al HCl residual.
- 2.- Durante los lavados el cloruro de ter-butilo queda en la fase superior. Consulte la densidad del cloruro de ter-butilo.
- 3.- Use un sistema de destilación sencilla, caliente el matraz sumergido en un baño maría. Reciba el destilado en un matraz con un baño de hielo.
- 4.- Para obtener datos correctos se necesita que el material empleado esté limpio y seco.
- 5.- Se usa esta proporción, porque cuando se mezcla el etanol con el agua, hay una contracción del volumen total.
- 6.- Desde el momento que agrega la mezcla de etanol-agua empiece a contar el tiempo de dos minutos para hacer la 1a. titulación.
- 7.- Utilice 1 ó 2 gotas de fenoftaleína. El punto final de la titulación es cuando se produce el vire al color rosa tenue y este persiste por un minuto.

VII. ANTECEDENTES

- 1.- Cinética Química
- 2.- Expresión de la velocidad de una reacción

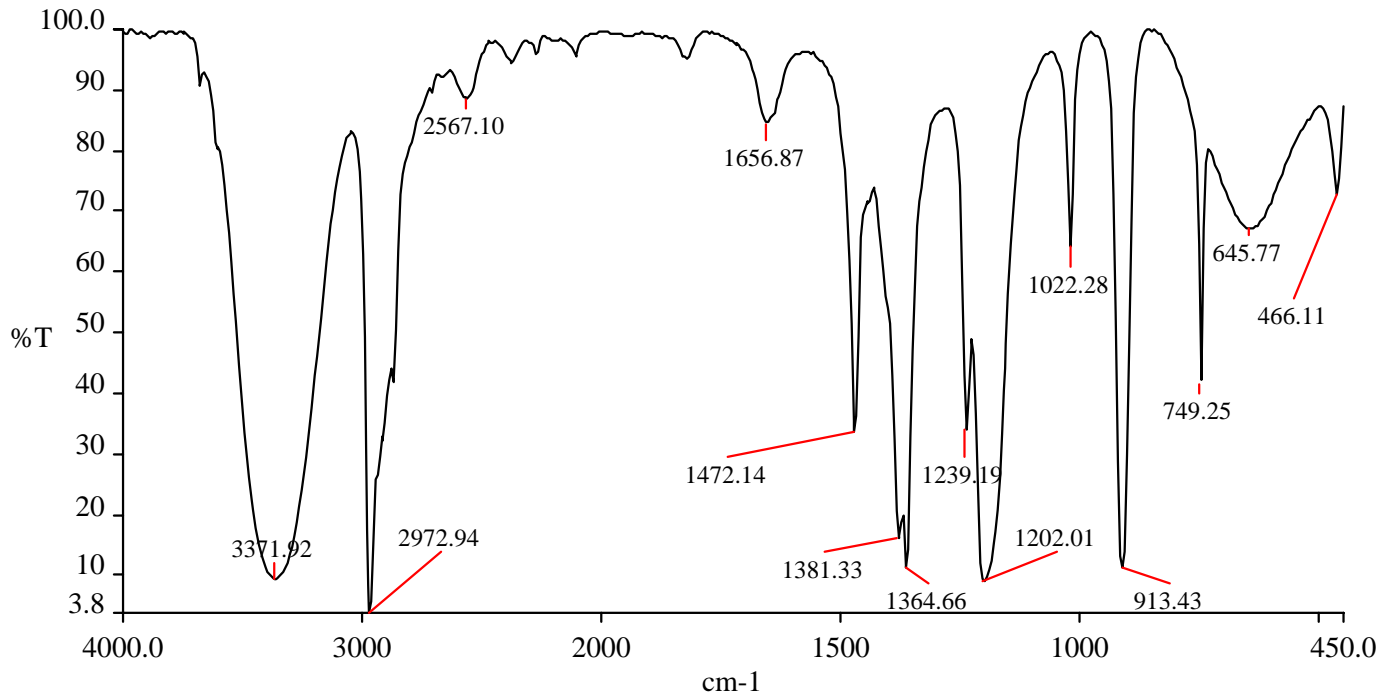
- 3.- Orden de reacción
- 4.- Influencia de la concentración de los reactivos en la velocidad de una reacción.
- 5.- Ecuación cinética para una reacción de 1er. orden.
- 6.- Determinación gráfica del orden y constante de la velocidad para una ecuación de primer orden.
- 7.- Efecto de la temperatura en la velocidad de una reacción.
- 8.- Teoría de la colisión, del estado de transición.
- 9.- Mecanismo de obtención de cloruro de ter-butilo.
- 10.- Ecuación S_N1 : Mecanismo y cinética de la hidrólisis del cloruro de ter-butilo.
- 11.- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.

VII. CUESTIONARIO

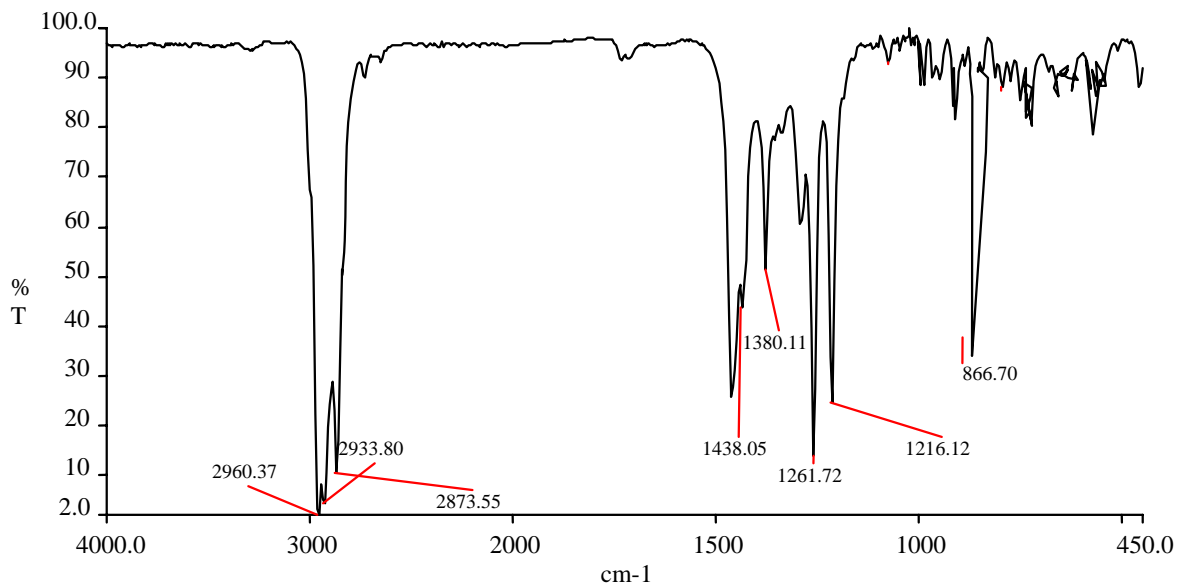
- 1.- Con base a los datos experimentales ¿cuál es el orden de la reacción?
- 2.- De acuerdo a este orden; ¿cuál es el mecanismo de la reacción de hidrólisis?
- 3- ¿Qué será necesario hacer antes de desechar al drenaje los residuos de la reacción de obtención del cloruro de ter-butilo que contienen agua, cloruro de calcio y ter-butanol?
- 4- ¿Qué precauciones debe tener al trabajar con ácido clorhídrico concentrado?
- 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) *Ter*-butanol



b) Cloruro de *ter*-butilo



IX. BIBLIOGRAFÍA

- 1.-Laidler K.J.
Cinética de reacciones. Vol 1
Edit. Alhambra.
Madrid, España (1971).

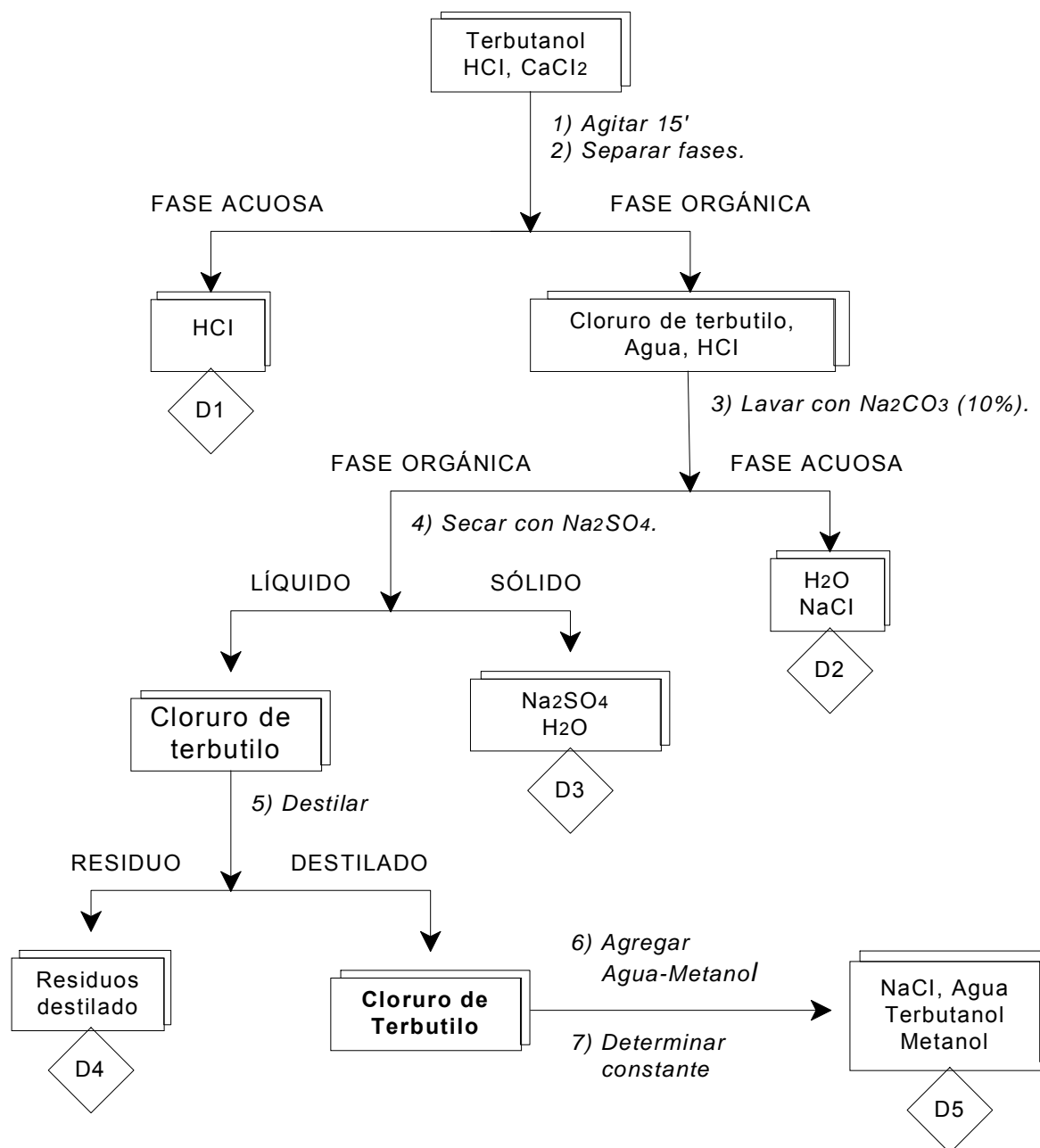
- 2.-Morrison R.T. y Boyd R.N.
Química Orgánica.
2ª Edición
Fondo Educativo Interamericano.
México (1985).

- 3.-Brewster R.Q. y Vander Werf C.A.
Curso Práctico de Química Orgánica. 2a ed.
Edit. Alhambra.
Madrid, España (1970).

- 4.-Moore A.J. y Dalrymple D.L.
Experimental Methods in Organic Chemistry. 2a ed.
W.B. Saunders Company.
U.S.A. (1976).

NOTAS:

OBTENCIÓN DE CLORURO DE TERBUTILO



D1, D3: Checar PH, neutralizar y desechar por el drenaje.

D2: Si contiene terbutanol, destilar el agua y mandar a incineración el residuo.

D4: Mandar a incineración.

D5: Recuperar metanol por destilación. Neutralizar el residuo y desecharlo por el drenaje.

PRÁCTICA

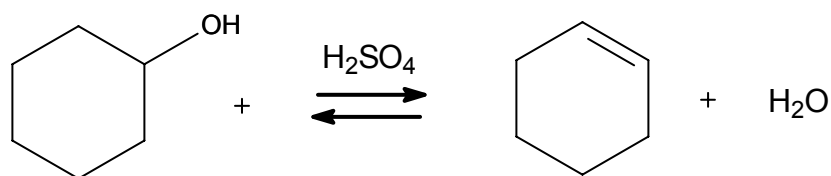
5

PREPARACION DE CICLOHEXENO

I. OBJETIVOS

- Preparar ciclohexeno por deshidratación catalítica de ciclohexanol.
- Comprender la influencia de factores experimentales que modifican una reacción reversible.

REACCIÓN



V= 10 ml
 ρ = 0.962 g/ml
m= 9.62 g
PM= 100.16 g/mol
n= 0.096 mol
p. eb.= 160-161 °C

V= 9.7243 ml
 ρ = 0.811 g/ml
m= 7.886 g
PM= 82.15 g/mol
n= 0.096 mol
p. eb.= 83 °C

II. MATERIAL

• Agitador de vidrio	1	• Probeta graduada 25 ml	1
• Anillo metálico	1	• Pipeta graduada 5 ml	1
• Colector	1	• Refrigerante c/mangueras	1
• Columna Vigreux	1	• Tubo de vidrio 20 cm	1
• Embudo de separación c/tapón	1	• Tela alambre c/asbesto	1
• Matraces Erlenmeyer 50 ml	2	• Termómetro -10 a 400° C.	1
• Matraz Kitazato	1	• Matraz pera de una boca de 50 ml	1
• Matraz bola QF 25 ml	1	• Pinzas de tres dedos c/nuez	3
• Mechero c/manguera	1	• Porta-termómetro	1
• "T" de destilación	1	• Tubos de ensayo	2
• Vaso de precipitados 250 ml	2	• Tubo de goma 30 cm	1
• "T" de vacío	1	• Tapón monohoradado	1

III. SUSTANCIAS

• Ciclohexanol	10.0 ml	• Tetracloruro de carbono	5.0 ml
• Ácido sulfúrico conc.	0.5 ml	• Sol. de KMnO_4 al 0.2%	25 ml
• Sol. de NaHCO_3 al 5%	15 ml	• Sol. de Bromo en CCl_4	1 ml
• Sulfato de sodio anh.	2.0 g	• Cloruro de sodio Q.P.	2.0 g
• Bicarbonato de sodio	2.0 g	• Sol. Sat. de NaHCO_3	15 ml

IV. INFORMACIÓN

a) La reacción para obtener ciclohexeno a partir de ciclohexanol es reversible.

b) La reversibilidad de una reacción se puede evitar:

i) Si se elimina el producto del medio de reacción a medida que ésta sucede.

ii) Si se aumenta la concentración de uno o varios de los reactivos.

iii) Si se aumenta o disminuye la temperatura en el sentido que se favorezca la reacción directa, etc.

C) Por lo tanto, las condiciones experimentales en las que se efectúa una reacción determinan los resultados de ésta, en cuanto a calidad y cantidad del producto obtenido.

V. PROCEDIMIENTO

Preparar el ciclohexeno a partir de ciclohexanol por dos procedimientos diferentes (**Método A y Método B**) y comparar los resultados obtenidos en cuanto a calidad y cantidad del producto, con el fin de determinar que método es más eficiente.

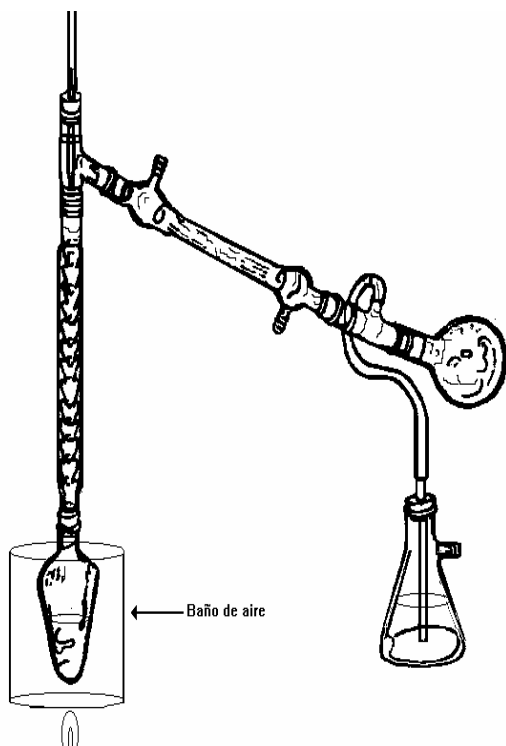
Luego se comprobará a través de reacciones específicas de identificación, la presencia de dobles enlaces $C=C$ en el ciclohexeno obtenido (pruebas de insaturación).

Método A. Por destilación fraccionada.

Monte un equipo de destilación fraccionada (*Nota 1*).

En el matraz pera de una boca de 50 ml coloque 10 ml de ciclohexanol, agregue gota a gota y agitando 0.5 ml de ácido sulfúrico concentrado, agregue cuerpos de ebullición y adapte el resto del equipo. Posteriormente vierta en la trampa 25 ml de la solución de permanganato de potasio.

Emplee un baño de aire y caliente moderadamente el vaso de pp con el mechero, a través de la tela de asbesto. Reciba el



destilado en el matraz de bola y colecte todo lo que destile entre $80-85^{\circ}\text{C}$ enfriando con un baño de hielo.

Suspenda el calentamiento cuando solo quede un pequeño residuo en el matraz o bien empiecen a aparecer vapores blancos de SO_2 . (*Nota 2*)

Sature el destilado con cloruro de sodio y decántelo en el embudo

de separación, lávelo 3 veces con una solución de bicarbonato de sodio al 5% empleando porciones de 5 ml cada vez.

Coloque, la fase orgánica en un vaso de precipitados y séquela con sulfato de sodio anhidro. Esta fase orgánica debe ser ciclohexeno, el cual deberá purificar por destilación simple, empleando un baño de aire (*Nota 3*). Colecte la fracción que destila a la temperatura de ebullición del ciclohexeno (*Nota 4*).

La cabeza y la cola de la destilación pueden utilizarse para hacer las pruebas de insaturación, que se indican al final de este procedimiento.

Mida el volumen obtenido y entréguelo al profesor. Calcule el rendimiento de la reacción.

Método B. Por reflujo directo.

La realización de este método tiene por objetivo establecer una comparación con el anterior en cuanto a los resultados que se obtengan. Por esta razón, sólo un alumno pondrá en práctica este método en tanto los demás deberán tomar en cuenta este resultado para hacer la comparación respectiva.

Monte un equipo de reflujo directo. En el matraz pera de una boca coloque 10 ml de ciclohexanol, agregue gota a gota y agitando 0.5 ml de ácido sulfúrico concentrado, agregue cuerpos de ebullición y adapte el resto del equipo.

Caliente el sistema con el mechero a través de la tela de alambre con asbesto, empleando un baño de aire, durante 45 minutos.

Luego déjelo enfriar un poco y vierta la mezcla de reacción en una suspensión de 2 g de bicarbonato de sodio en 10 ml de agua. Separe entonces la fase orgánica, lávela con 3 porciones de 5 ml de una solución saturada de bicarbonato de sodio y séquela con sulfato de sodio anhidro. Purifique por destilación simple, empleando un baño de aire, el ciclohexeno obtenido.

Mida el volumen obtenido y entréguelo al profesor. Calcule el rendimiento de la reacción.

REALICE LAS SIGUIENTES PRUEBAS DE INSATURACIÓN.

1) Reacción con Br_2/CCl_4 .

En un tubo de ensayo coloque 1 ml de solución de bromo en tetracloruro de carbono, agregue 1 ml de ciclohexeno y agite. Observe e interprete los resultados. Escriba la reacción que se lleva a cabo.

2) Reacción con KMnO_4 .

En un tubo de ensayo coloque 1 ml de solución de permanganato de potasio (acidule a pH 2 ó 3), agregue 1 ml de ciclohexeno y agite. Observe e interprete los resultados. Escriba la reacción que se lleva a cabo.

Resuma en el siguiente cuadro los datos experimentales de los dos métodos de obtención del ciclohexeno.

Métodos	Condiciones Experimentales	Temperatura de la destilación	Volumen del destilado (ml)	% de la reacción
A				
B				

NOTAS

- 1) Para aumentar el gradiente de temperatura en la columna cúbrala exteriormente con fibra de vidrio.
- 2) Enfríe muy bien el aparato antes de desmontar y coloque el matraz de bola *con su tapón* en un baño de hielo.
- 3) Tenga cuidado de utilizar el material bien limpio y seco.
- 4) El punto de ebullición del ciclohexeno es de 83-84° C. a 760 mm Hg y como la presión atmosférica en la Ciudad Universitaria D.F. es de 570-590 mmHg, el punto de ebullición del ciclohexeno es de 71-74°C.

VI. ANTECEDENTES

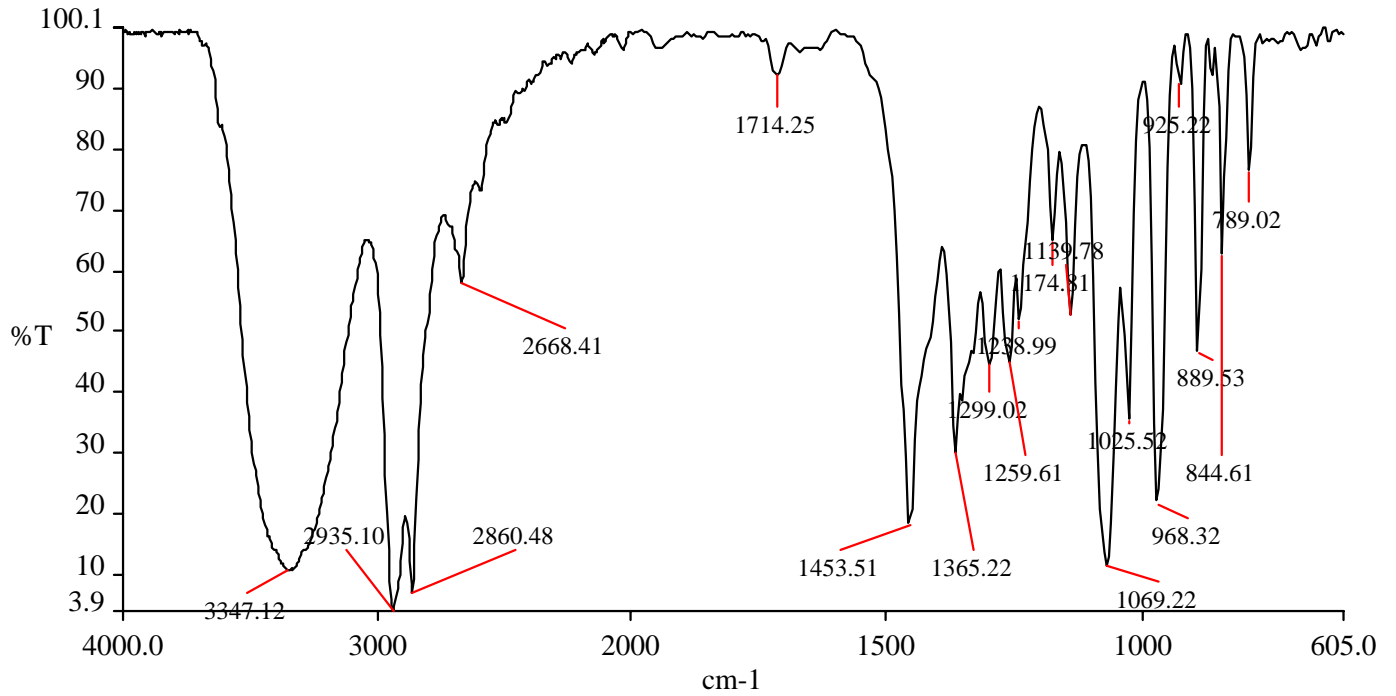
- a) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- b) Deshidratación catalítica de alcoholes para obtener alquenos. Mecanismo de reacción.
- c) Influencia de las condiciones experimentales en la reversibilidad de una reacción.
- d) Reacciones de adición a dobles ligaduras.

VII. CUESTIONARIO

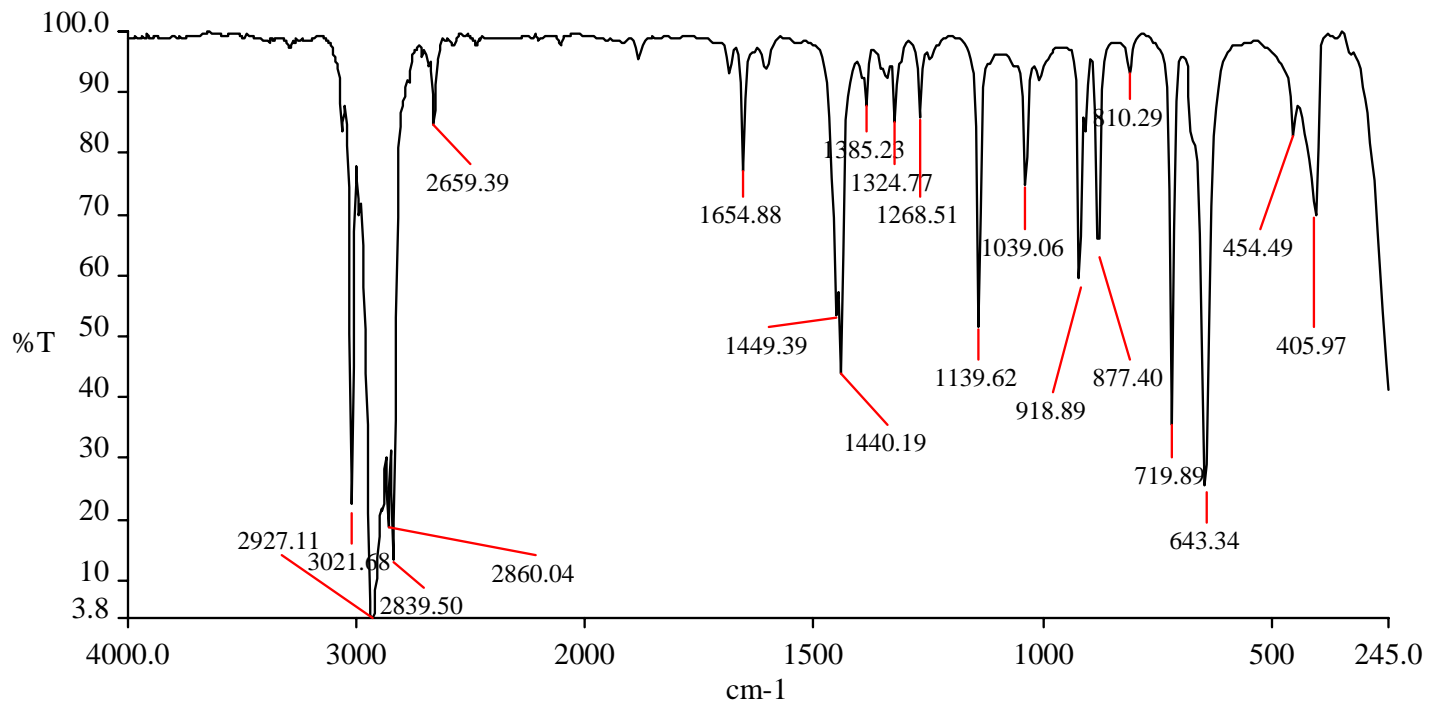
1. - Con base en los resultados obtenidos, ¿cuál de los dos métodos es el más eficiente para obtener ciclohexeno? Explique.
2. - a) ¿Qué es una reacción reversible?
b) ¿Qué es una reacción irreversible?
c) ¿Qué es una reacción en equilibrio?
3. - ¿Cuáles fueron los principales factores experimentales que se controlaron en esta práctica.
4. - ¿Qué debe hacer con los residuos de la reacción depositados en la pera o matraz antes de desecharlos por el drenaje?
5. - ¿Cuál es la toxicidad de los productos que se forman al realizar las pruebas de insaturación
6. - Asigne las bandas principales presentes en los espectros de I.R. a los grupos funcionales de reactivos y productos.

Espectros de I.R.

a) Ciclohexanol



b)Ciclohexeno

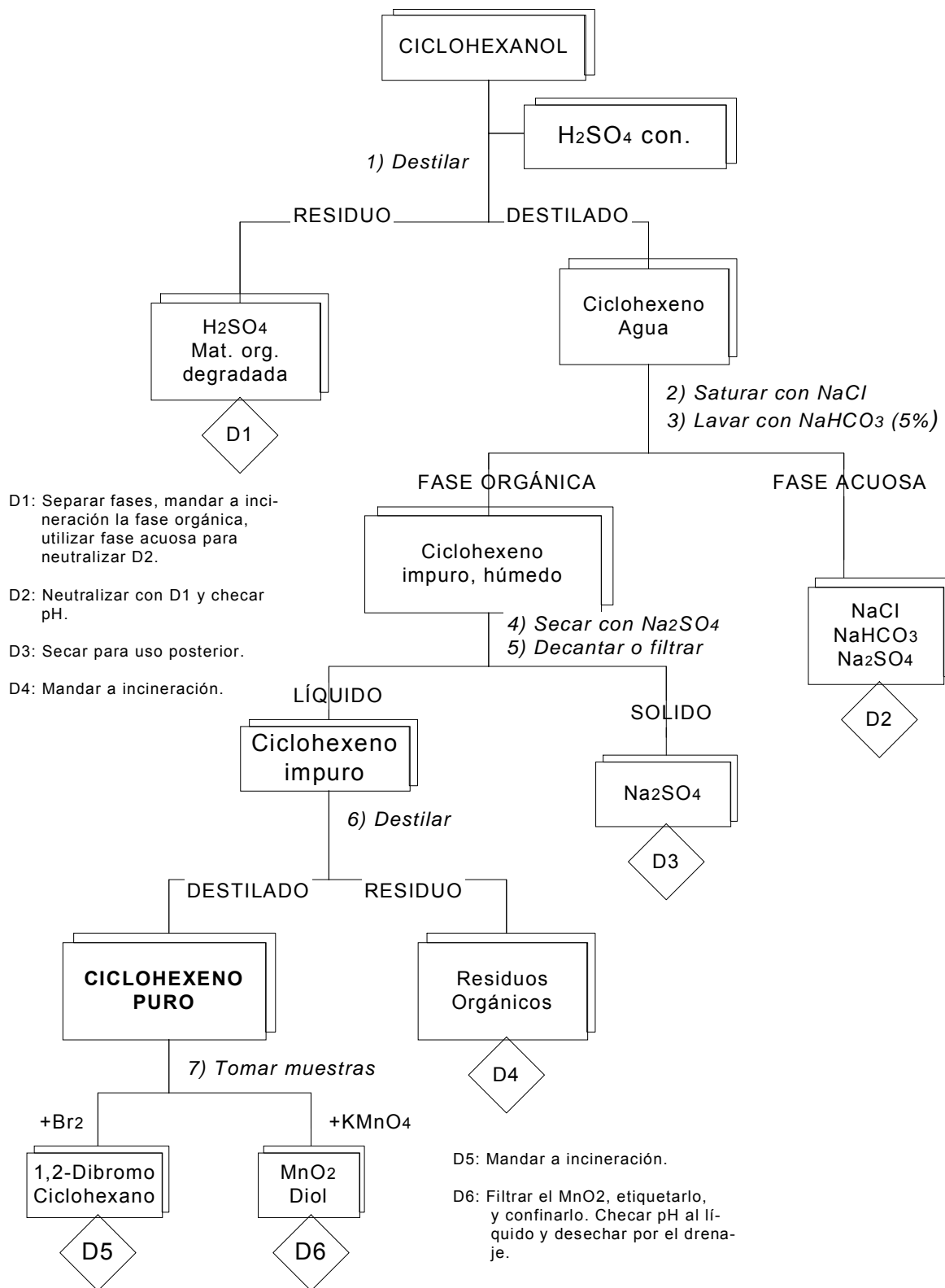


VIII. BIBLIOGRAFÍA

- a) Brewster R.Q., Vander Werf C.A. y Mc. Ewen W.E.
Curso Práctico de Química Orgánica,
2a. Edición
Alhambra
Madrid, (1979).
- b) Vogel, A.I.
A textbook of Practical Organic Chemistry.
5^a. Edición , Longmans Scientific and Technical, NY, (1989).
- c) Pavia D.L., Lampman G.M. y Kriz G.S.
Introduction to Organic Laboratory Techniques.
W.B. Saunders Co.
Philadelphia, (1976).
- d) Lehman, J.W.
Operational Organic Chemistry
3er edition
Prentice Hall
New Jersey, USA (1999).
- e) Mohring, J.R., Hammond, C.N., Morril, T.C., Neckers, D.C.
Experimental Organic Chemistry
W.H. Freeman and Company
New York, USA (1997).

Notas:

OBTENCIÓN DE CICLOHEXENO



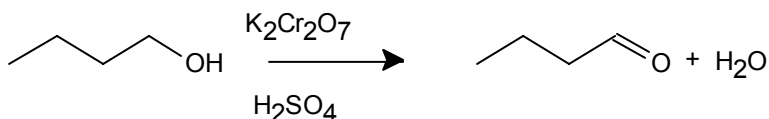
PRÁCTICA 6

OXIDACION DE *n*-BUTANOL A *n*-BUTIRALDEHÍDO

I. OBJETIVOS

- Ejemplificar un método para obtener aldehídos alifáticos mediante la oxidación de alcoholes.
- Formar un derivado sencillo del aldehído obtenido para caracterizarlo.

REACCIÓN



V= 1.6 ml
 ρ= 0.810 g/ml
 m= 1.296 g
 PM= 74.12 g/mol
 n= 0.0175 mol
 p. eb.= 117.7 °C

V= 1.57 ml
 ρ= 0.800 g/ml
 m= 1.2619 g
 PM= 72.11 g/mol
 n= 0.0175 mol
 p. eb.= 75 °C

II. MATERIAL

• Matraz pera de dos bocas de 50 ml	1	• Matraz Erlenmeyer 50 ml	1
• Refrigerante c/mangueras	1	• Matraz Kitazato c/manguera	1
• Embudo de filtración rápida	1	• Mechero Bunsen	1
• Embudo de separación c/tapón	1	• Tela alambre c/asbesto	1
• Anillo metálico	1	• "T" de destilación	1
• Espátula	1	• Colector	1
• Tubos de ensayo	2	• Porta-termómetro	1

• Pinzas de tres dedos c/nuez	3	• Probeta graduada 25 ml	1
• Pinzas para tubo de ensayo	1	• Termómetro -10 a 400° C.	1
• Vidrio de reloj	1		
• Recipiente de peltre	1	• Vaso de precipitados 150 ml	1
• Matraz Erlenmeyer 125 ml	1	• Vaso de precipitados 250 ml	1
• Embudo Büchner c/alargadera	1	• Columna Vigreux	1
• Pipeta graduada 5 ml	2	• Resistencia eléctrica	1

III. SUSTANCIAS

• Dicromato de potasio	1.9 g	• Ácido sulfúrico conc.	2.0 ml
• Solución de	2	• Etanol	2.0 ml
4- dinitrofenilhidrazina	0.5 ml	• <i>n</i> -butanol	1.6 ml

IV. INFORMACIÓN

- a) La oxidación de alcoholes a aldehídos o cetonas es una reacción muy útil. El ácido crómico y diversos complejos de CrO₃ son los reactivos más útiles en los procesos de oxidación en el laboratorio.
- b) En el mecanismo de eliminación con ácido crómico se forma inicialmente un ester crómico el cual experimenta después una eliminación 1,2 produciendo el doble enlace del grupo carbonilo.
- c) Los aldehídos son compuestos con punto de ebullición menor que el de los alcoholes y de los ácidos carboxílicos con peso molecular semejantes.

V. PROCEDIMIENTO

A un matraz pera de dos bocas de 50 ml de capacidad adapte por una de ellas, un embudo de adición y por la otra un sistema de destilación fraccionada con una columna Vigreux.

En un vaso de precipitados disuelva 1.9 g de dicromato de potasio dihidratado en 12.5 ml de agua, añada cuidadosamente y con agitación 1.3 ml de ácido sulfúrico concentrado (*Nota 1*)

Adicione 1.6 ml de *n*-butanol al matraz pera, en el embudo de separación coloque la solución de dicromato de potasio-ácido sulfúrico. Caliente a ebullición el *n*-butanol con flama suave usando un baño de aire, de manera que los vapores del alcohol lleguen a la columna de fraccionamiento. Agregue entonces, gota a gota, la solución de dicromato de potasio-ácido sulfúrico en un lapso de 15 minutos (*Nota 2*), de manera que la temperatura en la parte superior de la columna no exceda de 80-85°C (*Nota 3*)

Cuando se ha añadido todo el agente oxidante continúe calentando la mezcla suavemente por 15 min. más y colecte la fracción que destila abajo de los 90°C (*Nota 4*)

Pase el destilado a un embudo de separación (limpio), decante la fase acuosa y mida el volumen de butiraldehído obtenido para calcular el rendimiento.

Agregue dos gotas del producto a 0.5 ml de una solución de 2,4-dinitrofenilhidrazina en un tubo de ensayo y agite vigorosamente; al dejar reposar precipita el derivado del aldehído el cual puede purificar por cristalización de etanol-agua. El punto de fusión reportado para la 2,4-dinitrofenilhidrazona del butiraldehído es de 122°C.

NOTAS

- 1) **¡PRECAUCION!** La reacción es exotérmica. Cuando se enfría la solución, el dicromato cristaliza, de ser así, caliente suavemente con flama y pásela al embudo de separación en caliente. Continúe con la técnica.
- 2) Más o menos dos gotas por segundo.
- 3) La oxidación del alcohol se efectúa con producción de calor, pero puede ser necesario calentar la mezcla de vez en cuando para que la temperatura no baje de 75°C.

- 4) La probeta en la que reciba el destilado debe estar en baño de hielo.

VI. ANTECEDENTES

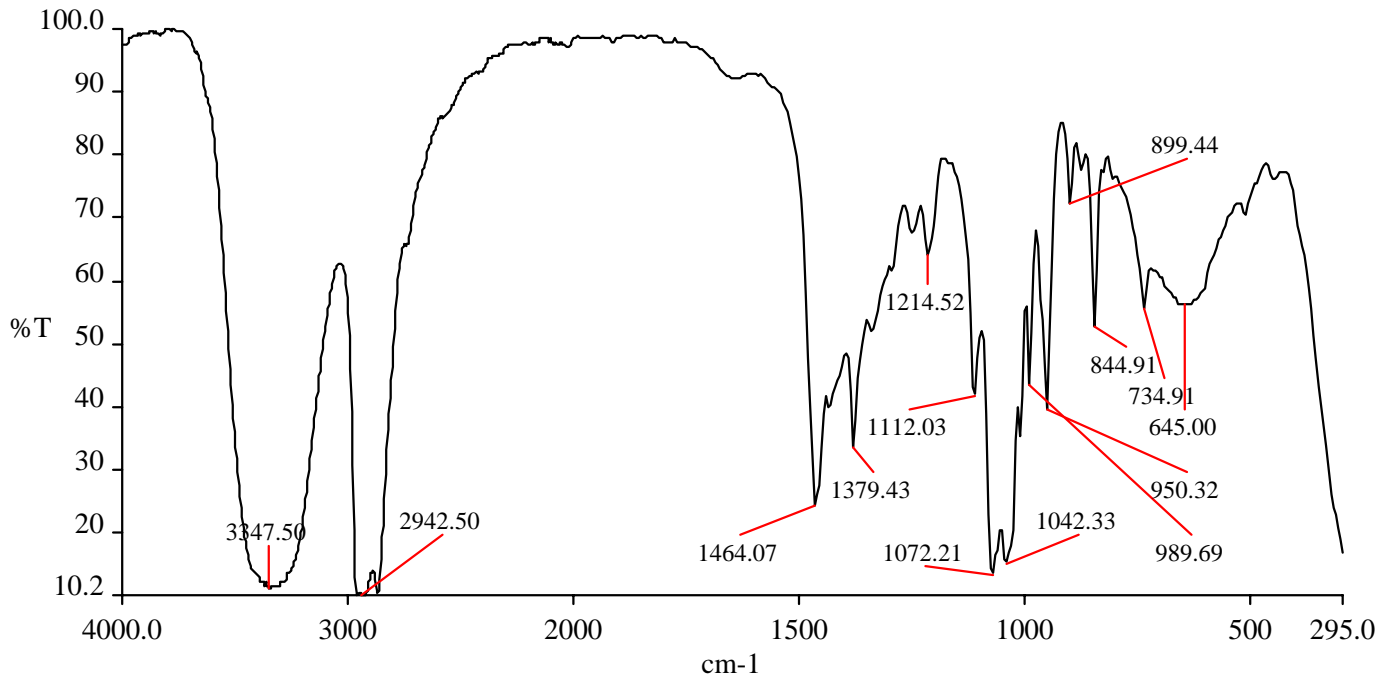
- a) Oxidación. Diferentes agentes oxidantes. Acción sobre alcoholes y grupo carbonilo de aldehídos y cetonas.
- b) Métodos de obtención de aldehídos y cetonas.
- c) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y productos.
- d) Principales derivados de aldehídos y cetonas usados para su caracterización (reactivos y reacciones).

VII. CUESTIONARIO

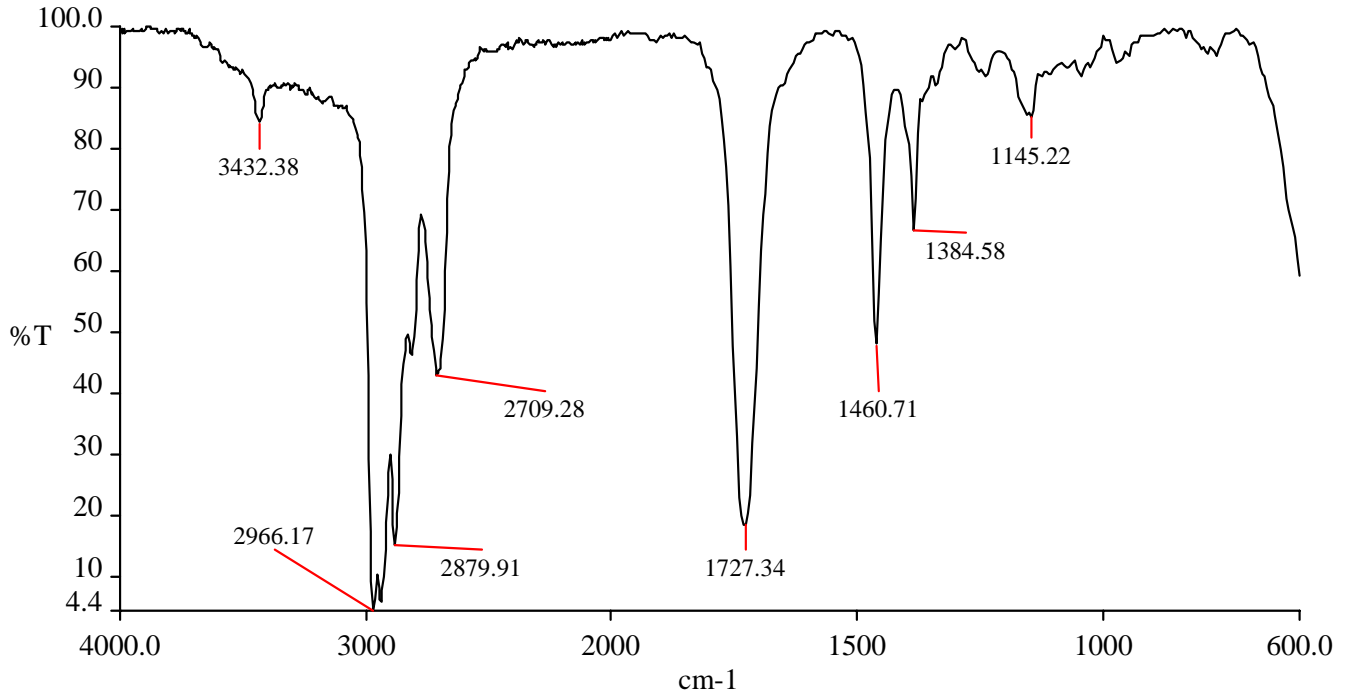
- 1) ¿Cuál es la finalidad de hacer la mezcla de dicromato de potasio, agua y ácido sulfúrico?
- 2) Explique como evita que el butiraldehído obtenido en la práctica se oxide al ácido butírico.
- 3) ¿Cómo puede comprobar que obtuvo butiraldehído en la práctica?
- 4) ¿Cómo deben desecharse los residuos de sales de cromo?
- 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) n-butanol



b) butiraldehído



VII. BIBLIOGRAFÍA

a) Vogel, A.I.

A textbook of Practical Organic Chemistry.

5^a. Edición , Longmans Scientific and Technical, NY, (1989).

b) R.T. Morrison y R.N. Boyd.

Química Orgánica

2^a. Edición

Fondo Educativo Interamericano S.A.

México (1985).

c) Brieger, G.

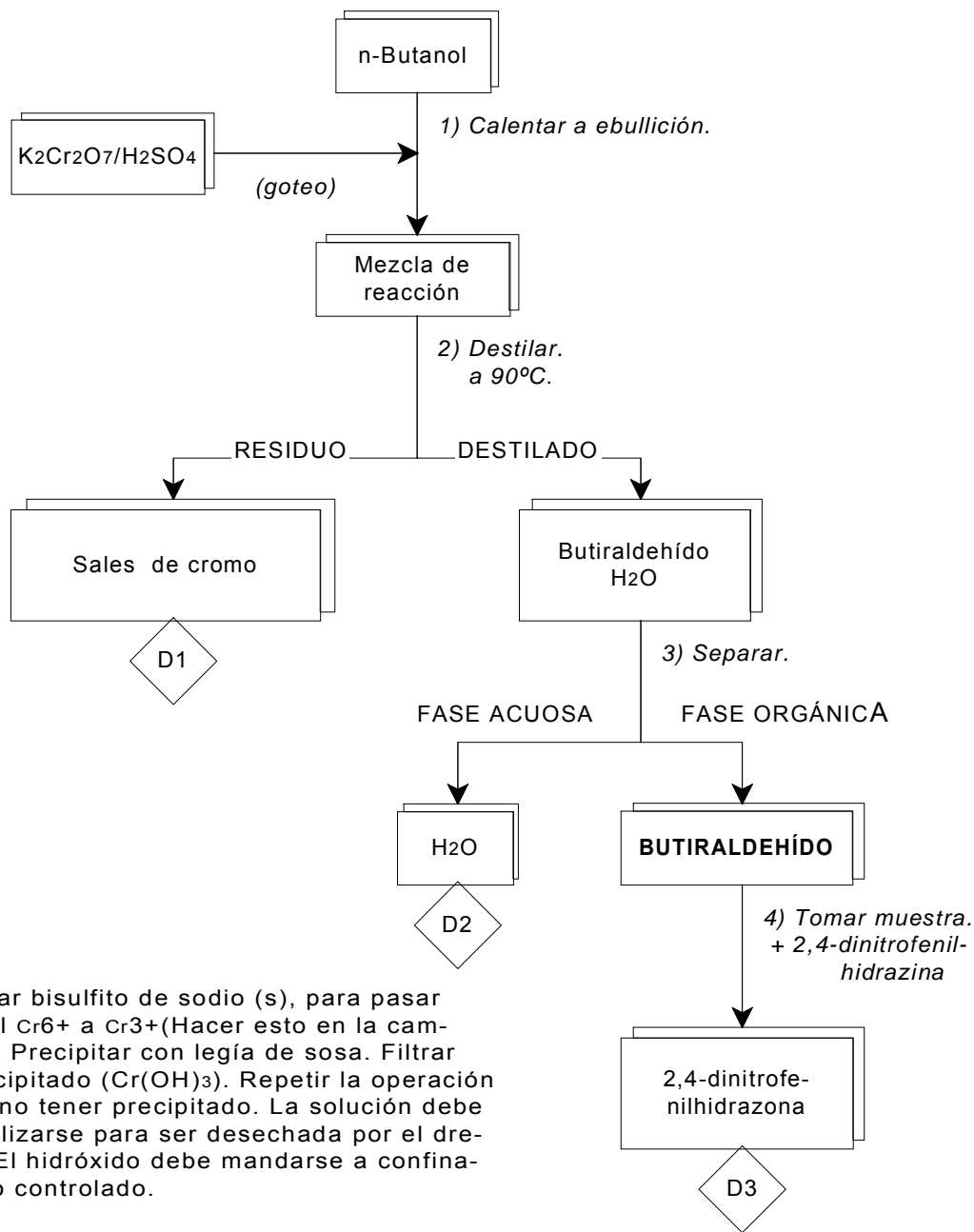
Química Orgánica Moderna

Curso Práctico de Laboratorio

Ediciones del Castillo, S.A.

Madrid (1970).

OXIDACIÓN DE n-BUTANOL A n-BUTIRALDEHIDO



D1: Agregar bisulfito de sodio (s), para pasar todo el Cr6+ a Cr3+(Hacer esto en la campana). Precipitar con legía de sosa. Filtrar el precipitado (Cr(OH)3). Repetir la operación hasta no tener precipitado. La solución debe neutralizarse para ser desechada por el drenaje. El hidróxido debe mandarse a confinamiento controlado.

D2: Desechese por el drenaje.

D3: Filtrar. Mandar sólidos a incinerar. Tratar el líquido con carbón activado hasta la eliminación del color naranja.

NOTAS:

PRÁCTICA

7

IDENTIFICACIÓN DE ALDEHÍDOS Y CETONAS

I. OBJETIVOS

- Identificar el grupo carbonilo de aldehídos y cetonas.
- Distinguir entre un aldehído y una cetona por medio de reacciones características y fáciles de llevarse a cabo en el laboratorio.

II. MATERIAL

- | | | | |
|-----------------------------|----|------------------------------|---|
| • Matraz Erlenmeyer 50 ml | 1 | • Büchner c/alargadera | 1 |
| • Vaso de pp. de 150 ml | 1 | • Agitador de vidrio | 1 |
| • Probeta graduada | 1 | • Matraz Kitazato c/manguera | 1 |
| • Pinza de 3 dedos con nuez | 1 | • Pinzas para tubo de ensayo | 1 |
| • Pipeta 10 ml | 1 | • Embudo de vidrio | 1 |
| • Resistencia eléctrica | 1 | • Vidrio de reloj | 1 |
| • Tubos de ensayo | 18 | • Recipiente de peltre | 1 |
| • Espátula | 1 | | |
| • Gradilla | 1 | | |

III. SUSTANCIAS

- | | | | |
|----------------------------------|-------|--|------|
| • Sol. 2,4-Dinitrofenilhidrazina | 10 ml | • Sol. de AgNO ₃ 5% | 2 ml |
| • Etanol 96° | 20 ml | • NH ₄ OH 5% | 5 ml |
| • Sol. de NaOH 10% | 10 ml | • H ₂ SO ₄ conc. | 5 ml |
| • HNO ₃ conc. | 5 ml | • Dioxano | 3 ml |
| • Sol. de Ácido crómico | 1 ml | • Benzaldehído | 1 ml |
| • Sol. de Yodo/Yoduro de K | 15 ml | • Propionaldehído | 1 ml |

- 2-Butanona 1 g • Formaldehído 1 ml
- Acetona destilada de KMnO_4 1 ml
- Acetofenona 1 g

IV. INFORMACIÓN

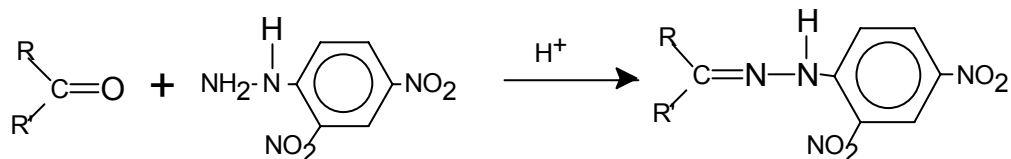
- A) El grupo carbonilo en aldehídos y cetonas reacciona con derivados del amoníaco produciendo compuestos sólidos de punto de fusión definido.
- B) El punto de fusión de los derivados de aldehídos y cetonas permiten caracterizarlos cualitativamente.
- C) El grupo carbonilo de aldehídos se oxida fácilmente y el de cetonas no se oxida.
- D) Las α -hidroxicetonas, así como los azúcares reductores, reaccionan de manera semejante a los aldehídos.
- E) Las metil-cetonas, los metil-alcoholes y el acetaldehído dan una reacción positiva en la prueba del haloformo.

V. PROCEDIMIENTOS

Cada alumno debe elegir para trabajar un aldehído aromático, un aldehído alifático, una cetona aromática y una cetona alifática de entre las muestras patrón que se colocarán en la campana y debe de realizar todas las pruebas a cada sustancia. Posteriormente se recibirá una muestra problema.

a) Reacción de identificación de grupo carbonilo.

Preparación de 2,4--dinitrofenilhidrazonas de aldehídos y cetonas

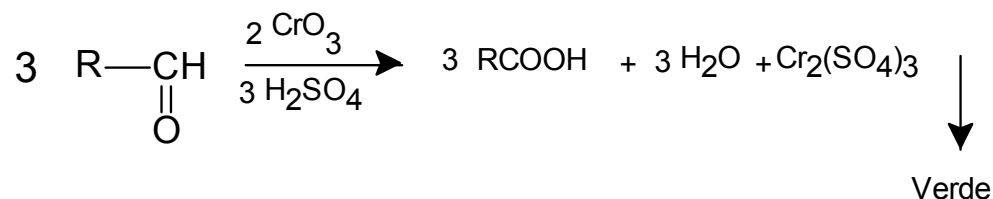


Procedimiento para la reacción de identificación de grupo carbonilo.

Disuelva 0.2 g o 0.2 ml (4 gotas) del compuesto en 2 ml de etanol, adicione 2 ml de solución de 2,4-dinitrofenilhidrazina y caliente en baño de agua durante 5 minutos, deje enfriar e induzca la cristalización agregando una gota de agua y enfriando sobre hielo. La aparición de un precipitado indica prueba positiva y confirma la presencia de un grupo carbonilo. Filtre el precipitado y recristalice de etanol o etanol-agua. Determine punto de fusión o descomposición y consulte las tablas de derivados.

b) Ensayo con ácido crómico.

Reacción positiva con aldehídos e hidroxicetonas y negativa para cetonas.

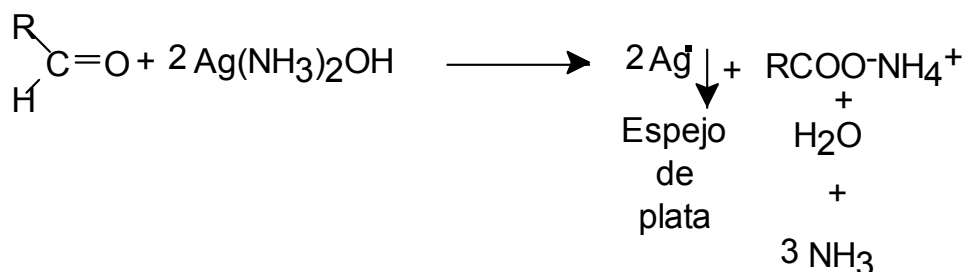


Procedimiento para la reacción de identificación.

Disuelva 3 gotas o 150 mg de aldehído en 1 ml de acetona (*Nota 1*), añada 0.5 ml de la solución de ácido crómico recién preparada. Un resultado positivo será indicado por la formación de un precipitado verde o azul de sales cromosas.

Con los aldehídos alifáticos, la solución se vuelve turbia en 5 segundos y aparece un precipitado verde oscuro en unos 30 segundos. Los aldehídos aromáticos requieren por lo general de 30 a 90 segundos para la formación del precipitado.

C) Reacción de Tollens para identificación de aldehídos.



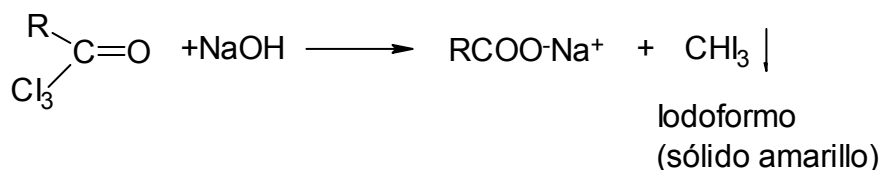
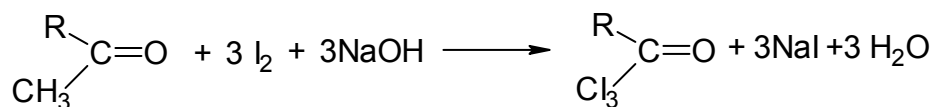
Reacción positiva para aldehídos, negativa para cetonas.
SE EFECTUA SOLAMENTE EN CASO DE OBTENER PRUEBA POSITIVA CON ÁCIDO CRÓMICO PARA EVITAR FALSAS POSITIVAS.

Procedimiento para la reacción de identificación.

Preparación del reactivo de hidróxido de plata amoniacal.

En un tubo de ensayo limpio coloque 2 gotas de solución de nitrato de plata al 5%, una a dos gotas de sosa al 10% y gota a gota, con agitación, una solución de hidróxido de amonio al 5%, justo hasta el punto en que se disuelva el óxido de plata que precipitó, evitando cualquier exceso. Este reactivo debe usarse recién preparado por cada alumno.

Al reactivo recién preparado agregue 0.1 g o 2 gotas de la sustancia, agite y caliente en baño de agua brevemente. La aparición de un espejo de plata indica prueba positiva. Una vez terminada la prueba, el tubo de ensayo deberá limpiarse con ácido nítrico.

d) Prueba del Yodoformo.

Reacción positiva para metilcetonas y alcoholes precursores del tipo estructural R-CH(OH)-CH₃, (R=H, alquilo o arilo) El único aldehído que da prueba positiva es el acetaldehído.

Procedimiento para la reacción de identificación.

En un tubo de ensayo coloque 0.1 g o 2 a 3 gotas de la muestra, agregue 2 ml de agua y si la muestra no es soluble en ella adicione 3 ml de dioxano. Añada 1 ml de solución de NaOH al 10% y después agregue gota a gota (4 a 5 ml) y con agitación, una solución de yodo-yoduro de potasio justo hasta que el color café oscuro del yodo persista.

Caliente la mezcla en baño de agua durante dos minutos, si durante este tiempo el color café desaparece, agregue unas gotas más de la solución yodo-yoduro de potasio hasta lograr que el color no desaparezca después de dos minutos de calentamiento.

Decolore la solución agregando 3 a 4 gotas de sosa al 10%, diluya con agua hasta casi llenar el tubo. Deje reposar en baño de hielo. La formación de un precipitado amarillo correspondiente al Yodoformo indica que la prueba es positiva. (Nota 2)

Indicaciones de importancia

1. - Es importante que antes de llevar a cabo cada prueba, los tubos de ensaye y el material a emplear estén limpios.
2. - Deberá tener cuidado de no contaminar los reactivos al utilizarlos.
3. - El alumno deberá usar las cantidades de reactivos y problemas especificados en cada prueba, pues un exceso lo puede llevar a una interpretación falsa.

NOTAS

1. - La acetona que se usa debe ser pura para análisis, o de preferencia acetona que ha sido destilada sobre permanganato de potasio.
2. - El precipitado se filtrará y se determinará punto de fusión (119°C) solo en caso de prueba dudosa.

ANTECEDENTES

- 1.- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- 2.- Formación de derivados para caracterización de aldehídos y cetonas.
- 3.- Reacciones de identificación de aldehídos.
- 4.- Reacciones de identificación de cetonas.

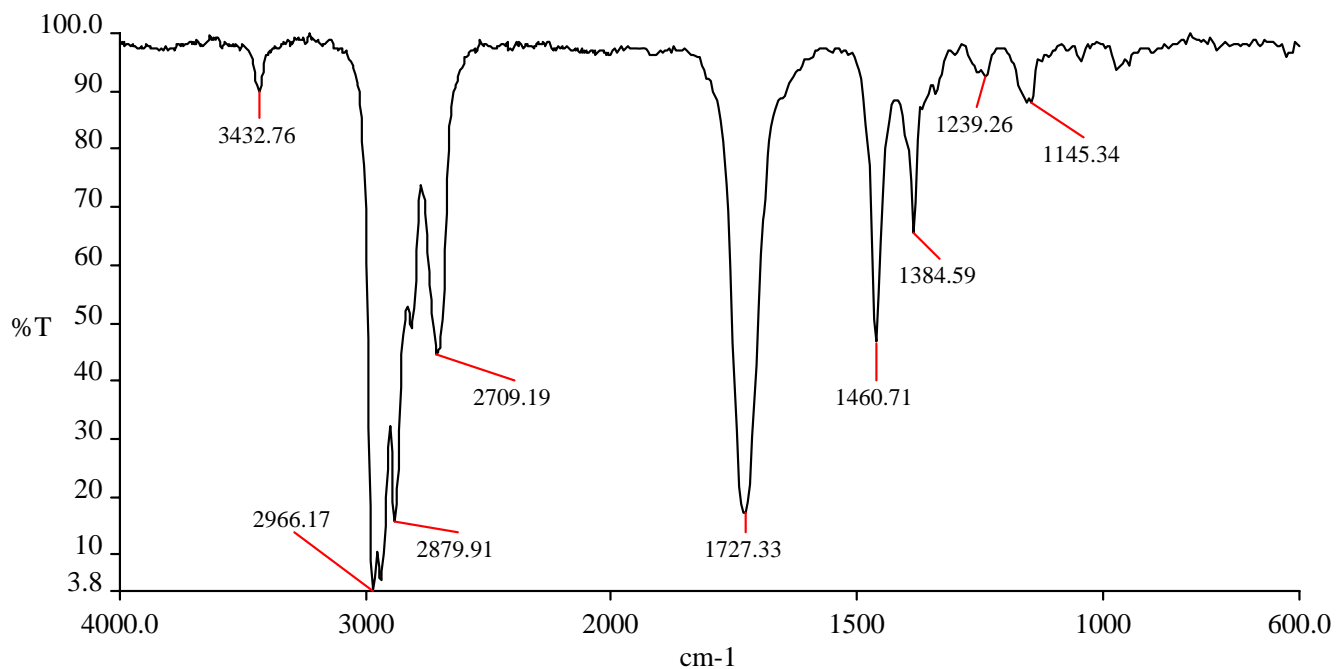
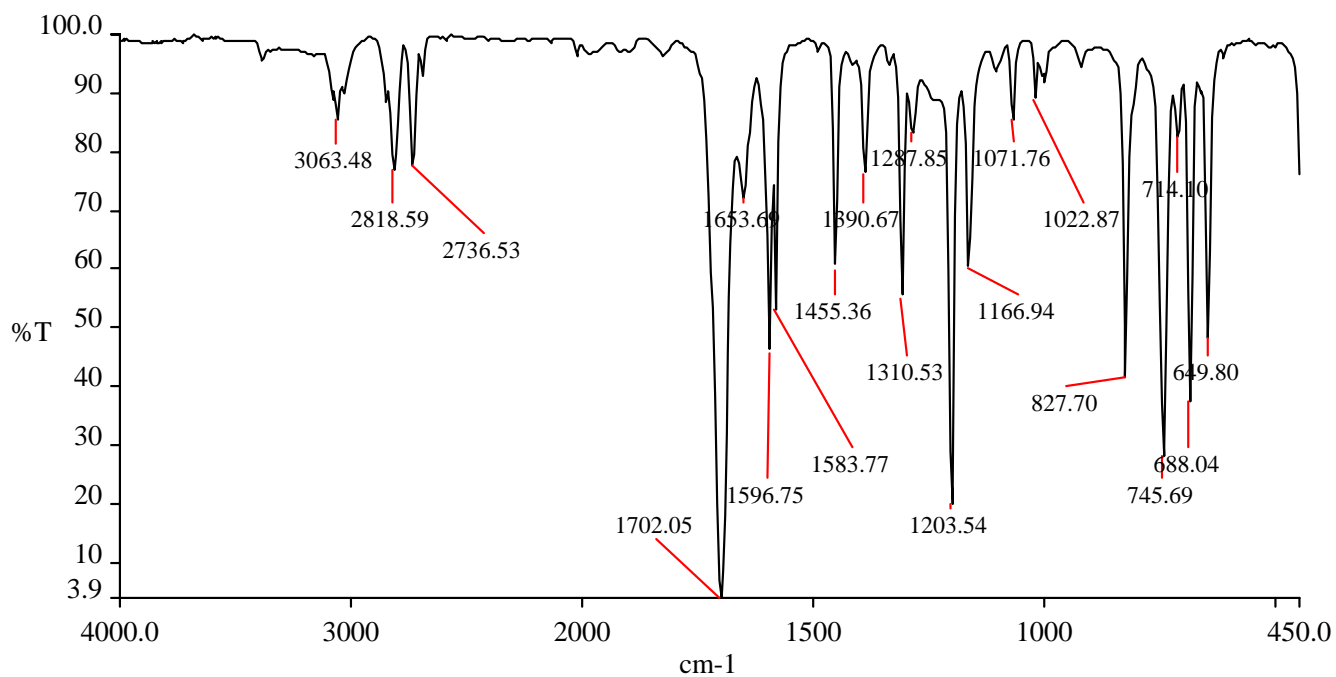
VI. CUESTIONARIO

- 1) ¿Cómo identificó el grupo carbonilo en aldehídos y cetonas?

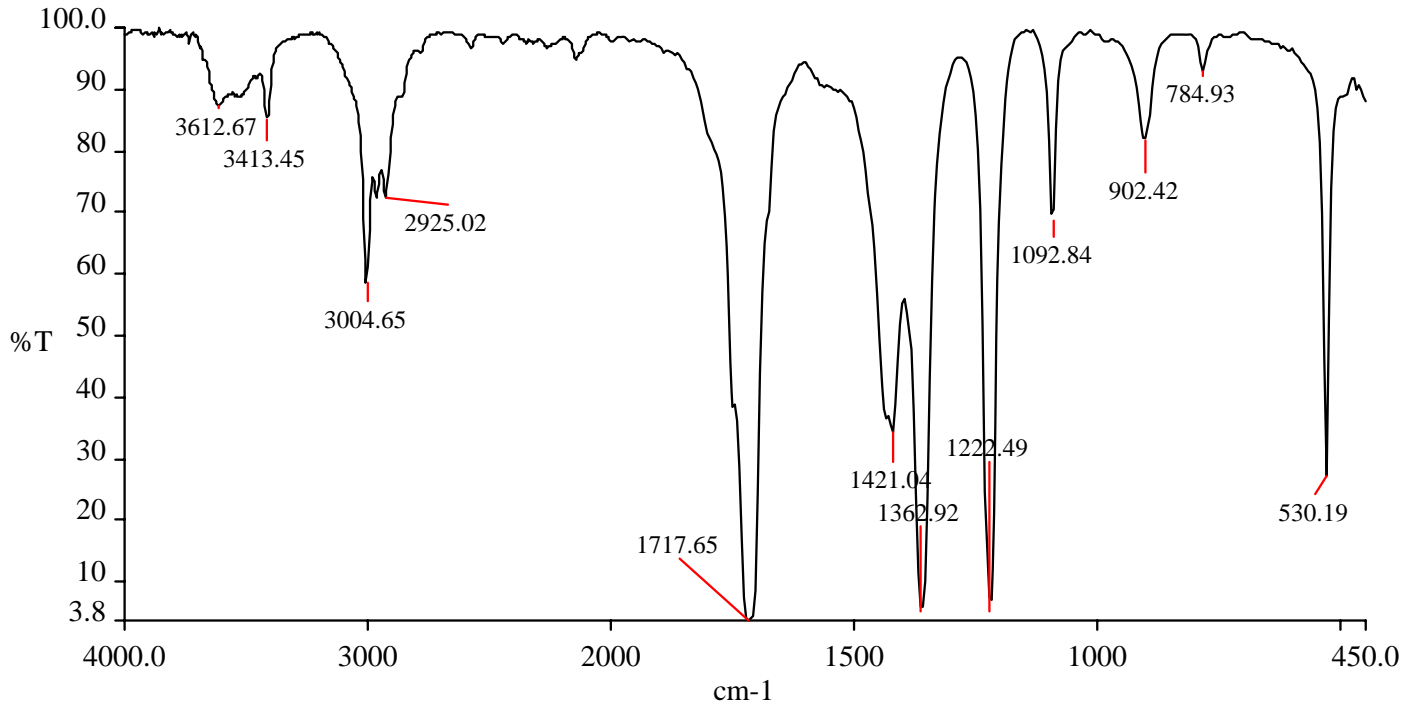
- 2) Escriba la reacción que permitió hacer dicha identificación.
- 3) ¿Cómo diferenció a un aldehído de una cetona?
- 4) Escriba la (o las) reaccion(es) que le permitieron diferenciar uno de otro.
- 5) ¿En que consiste la reacción de haloformo y en qué casos se lleva a cabo?
- 6) Escriba la reacción anterior.
- 7) Complete el siguiente cuadro, indicando sus resultados:

	Reacción con 2,4-dinitro- fenilhidrazina	Reacción con ácido crómico	Reacción de Tollens	Reacción del Yodoformo
	pf del derivado			
Aldehído Alifático				
Aldehído Aromático				
Cetona Alifática				
Cetona Aromática				
Problema				

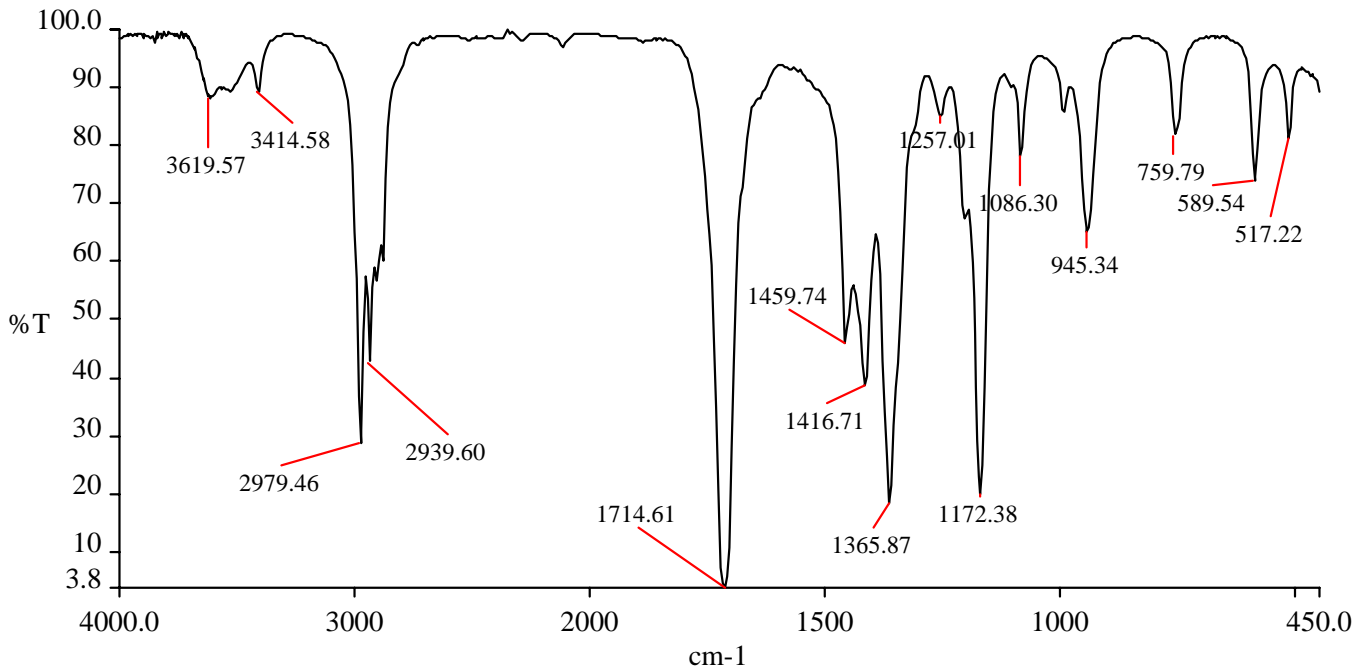
- 8) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de I.R. a los grupos funcionales de reactivos y productos.

Espectros de I.R.**a) Propionaldehído****b) Benzaldehído**

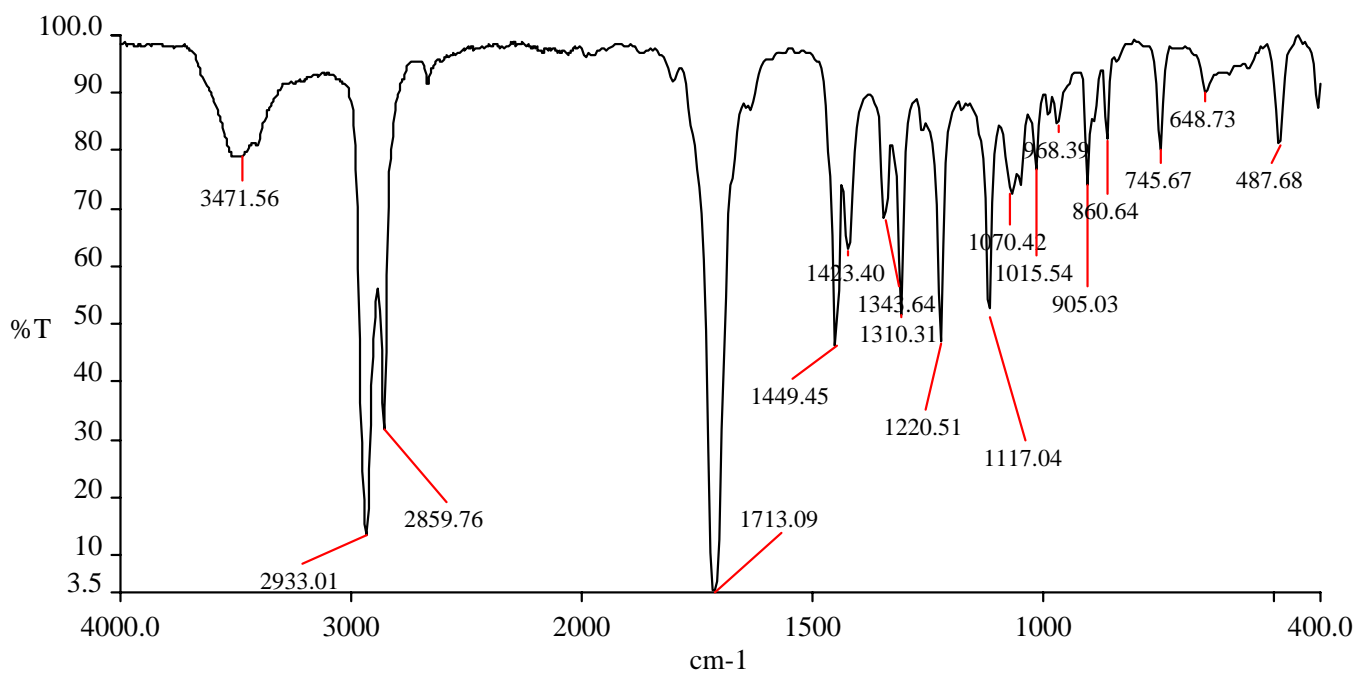
d) Acetona



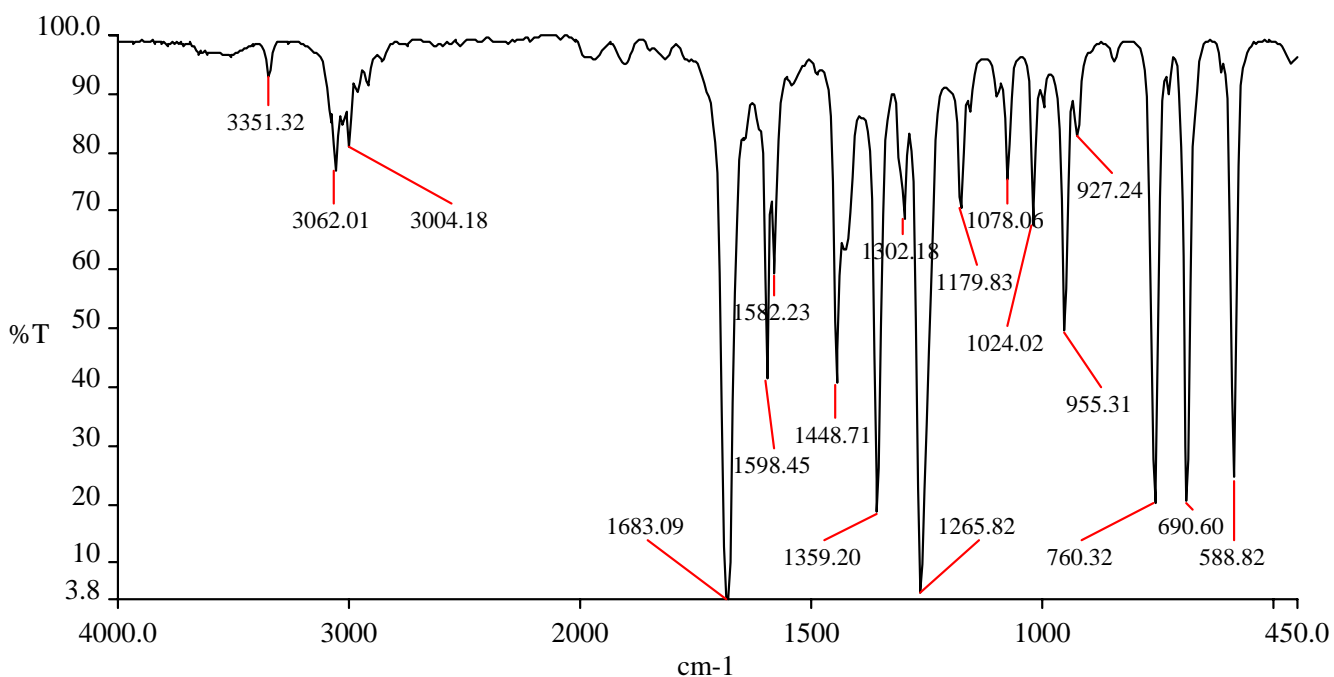
2) Butanona



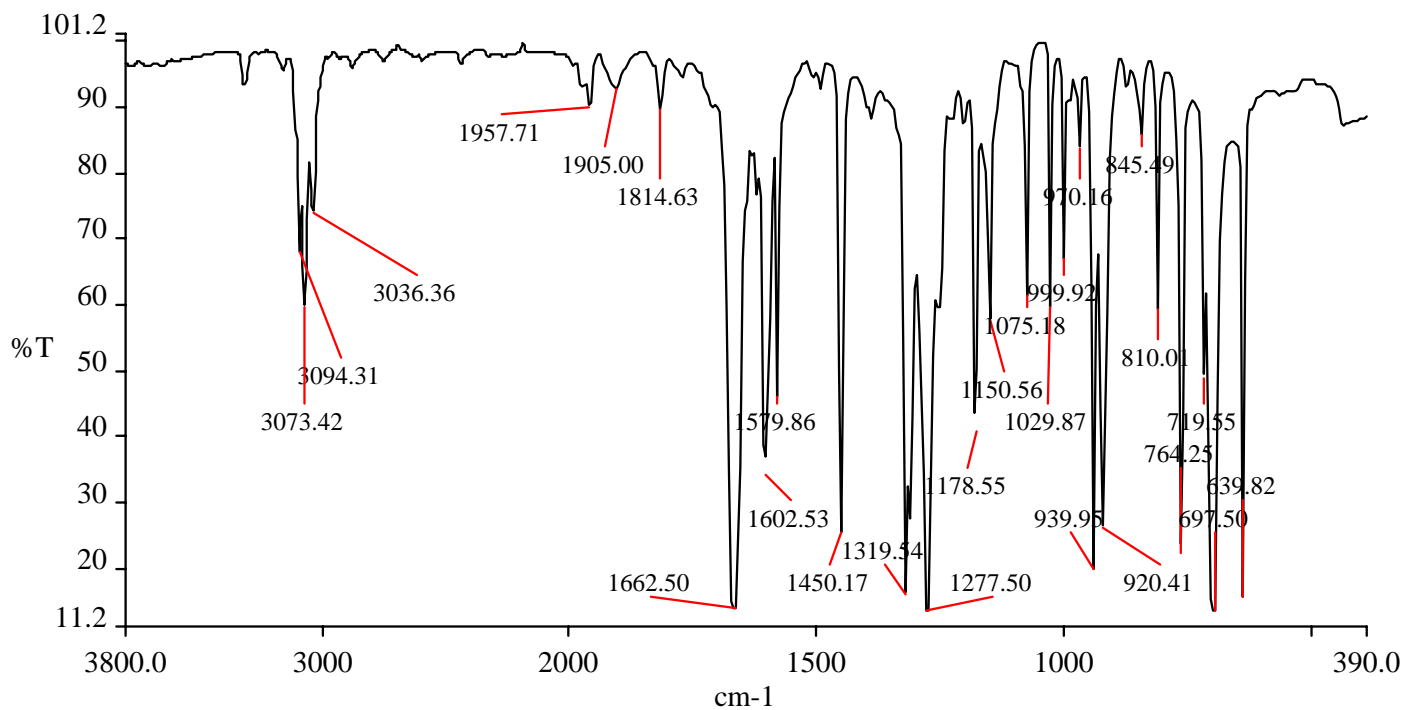
f) Ciclohexanona



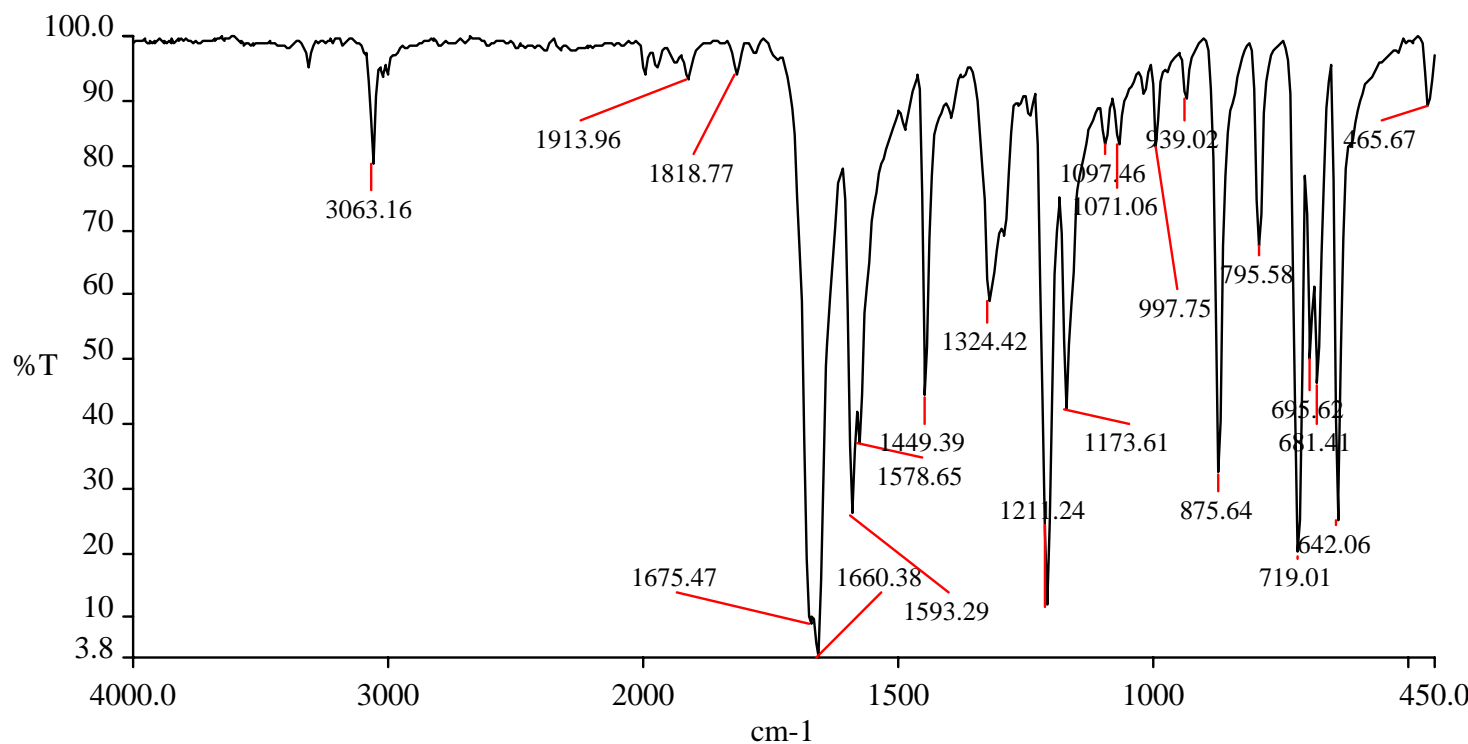
g) Acetofenona



g) Benzofenona



h) bencilo

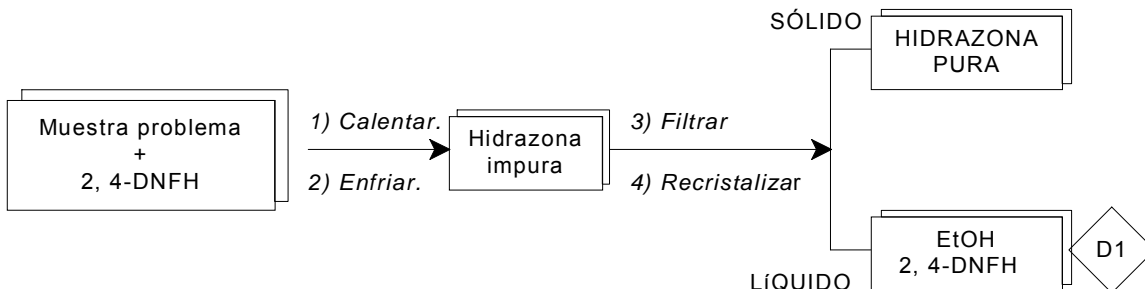


VIII. BIBLIOGRAFIA

- a) Vogel, A.I.
A textbook of Practical Organic Chemistry.
5^a. Edición , Longmans
Scientifical and Technical, NY,
(1989).
- b) Pasto D.J. y Johnson C.R.
Determinación de Estructuras Orgánicas
Edit. Reverté S.A.
México (1974).
- c) Shriner R.L. Fuson R.C.y
Curtin D.Y.
Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos
Editorial Limusa-Wiley
México (1973).
- d) Morrison R.T. y Boyd R.N.
Organic Chemistry
5^a. Ed.
Addison-Wesley
Iberoamericana
U.S.A. (1990).
- e) Allinger N.L. et al
Química Orgánica
Edit. Reverté S.A.
España (1975.)
- f) Daniels, Rush, Baver
J. Chem. ED. 1960, 37, 203.
- g) Fiegl F. y Anger V.
Pruebas a la gota en el Análisis Orgánico
Edit. El Manual Moderno
México (1978).
- h) Lehman, J.W.
Operational Organic Chemistry
3er edition
Prentice Hall
New Jersey, USA (1999).
- i) Mohring, J.R., Hammond, C.N., Morril, T.C., Neckers, D.C.
Experimental Organic Chemistry
W.H. Freeman and Company
New York, USA (1997).

IDENTIFICACIÓN DE ALDEHÍDOS Y CETONAS

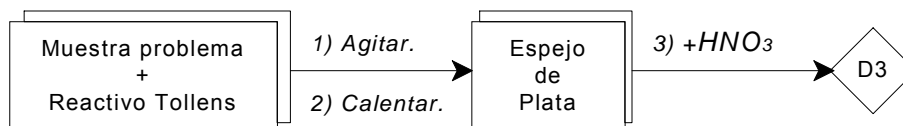
a) Identificación de grupo carbonilo.



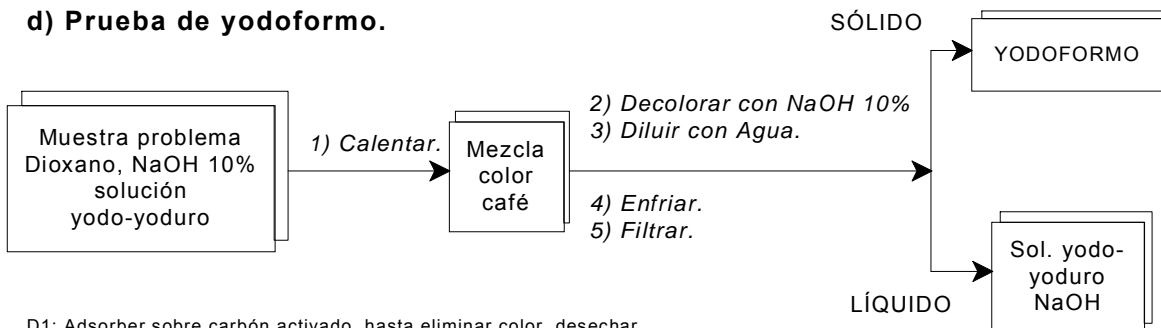
b) Ensayo con ácido crómico.



c) Prueba de Tollen's.



d) Prueba de yodoformo.



D1: Adsorber sobre carbón activado, hasta eliminar color, desechar la solución por el drenaje. Enviar a incineración el carbón utilizado.

D2: Seguir mismo tratamiento que para D1 de obtención de n-butiraldehído.

D3: Guardar para posterior recuperación de la plata.

D4: Filtrar el sólido y mandarlo a incineración. Adsorber la solución sobre carbón activado, neutralizar y desechar por el drenaje. Enviar a incineración el carbón utilizado.

NOTAS:

PRÁCTICA

8

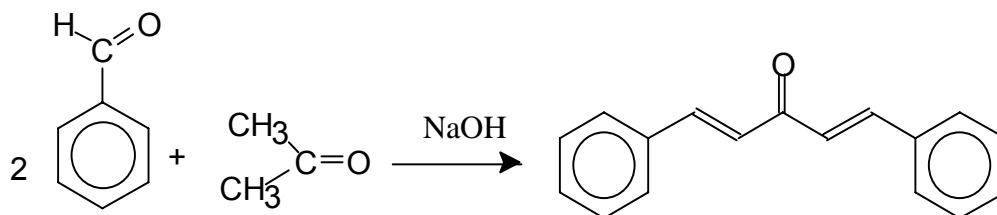
CONDENSACIÓN DE CLAISEN-SCHMIDT

OBTENCIÓN DE DIBENZALACETONA

I. OBJETIVOS

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

REACCIÓN



$V = 1.25 \text{ ml}$
 $\rho = 1.044 \text{ g/ml}$
 $m = 1.305 \text{ g}$
 $PM = 106.12 \text{ g/mol}$
 $n = 0.01229 \text{ mol}$
 $p. \text{ eb.} = 178-179 \text{ }^\circ\text{C}$

$V = 0.5 \text{ ml}$
 $\rho = 0.791 \text{ g/ml}$
 $m = 0.395 \text{ g}$
 $PM = 58.08 \text{ g/mol}$
 $n = 0.0068 \text{ mol}$
 $p. \text{ eb.} = 56 \text{ }^\circ\text{C}$

$m = 1.4406 \text{ g}$
 $PM = 234.30 \text{ g/mol}$
 $n = 6.148 \times 10^{-3} \text{ mol}$
 $p. \text{ f.} = 104-107 \text{ }^\circ\text{C}$

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

- A) Los aldehídos y las cetonas con hidrógenos en el carbono alfa al carbonilo sufren reacciones de condensación aldólica.
- B) Los hidrógenos en el carbono alfa al carbonilo son hidrógenos ácidos.
- C) 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° 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/Acetona 3:1

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

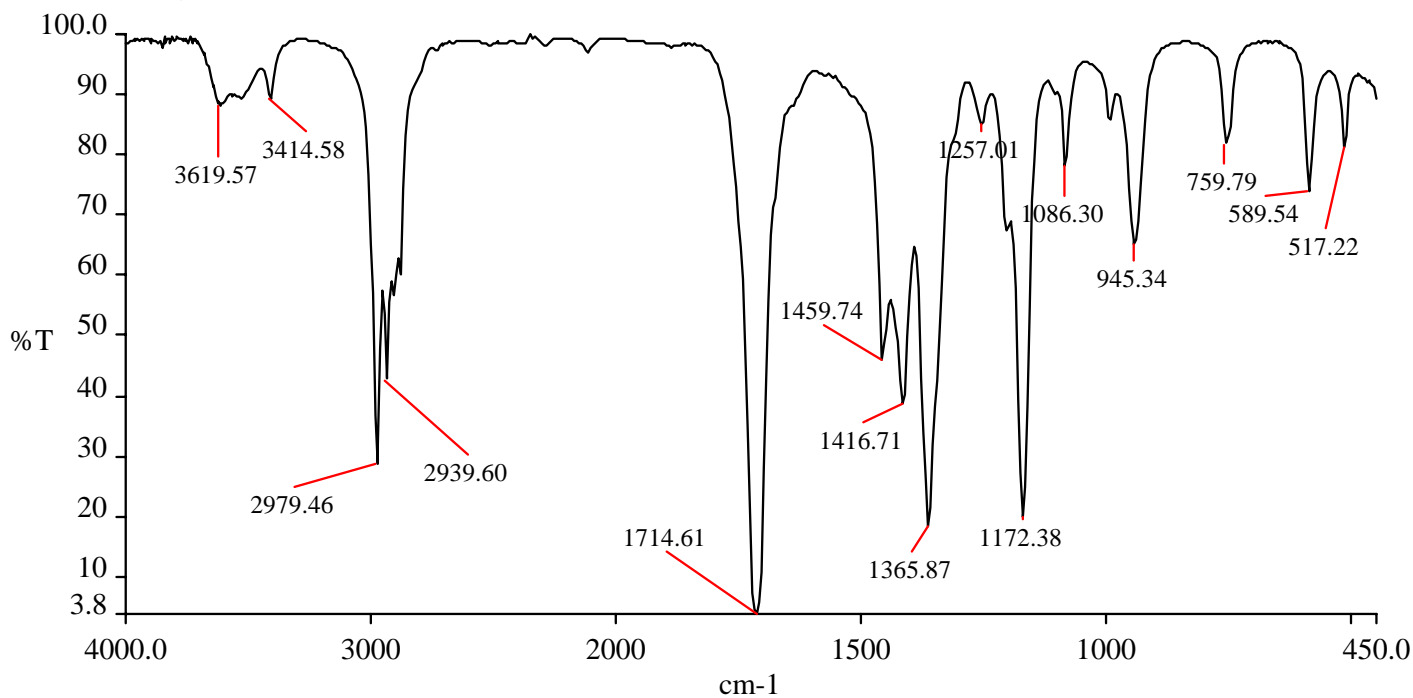
- a) Reacciones de condensación aldólica.
- b) Reacciones de condensación aldólica cruzada.
- c) Otros ejemplos de reacciones de condensación de Claisen-Schmidt (condensación aldólica cruzada dirigida).
- d) Usos de la dibenzalacetona
- e) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de los reactivos y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

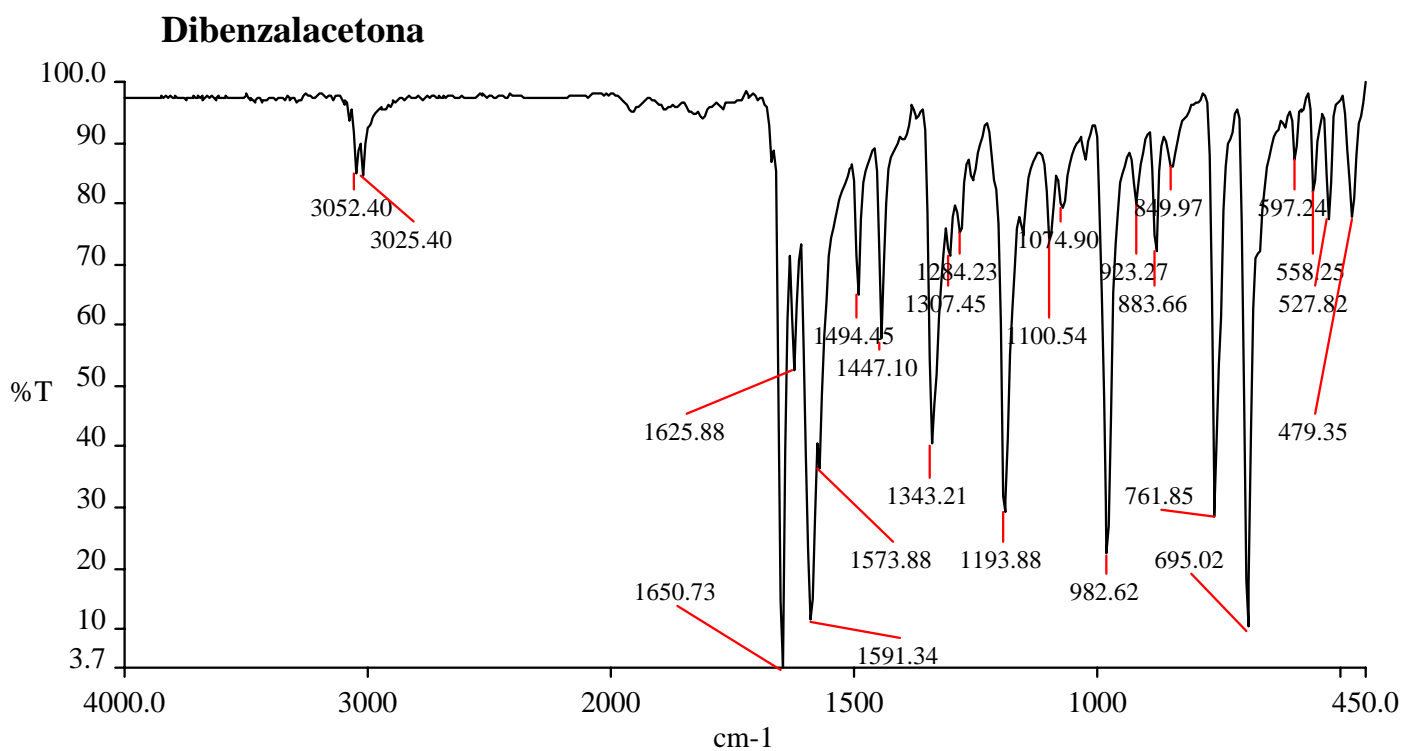
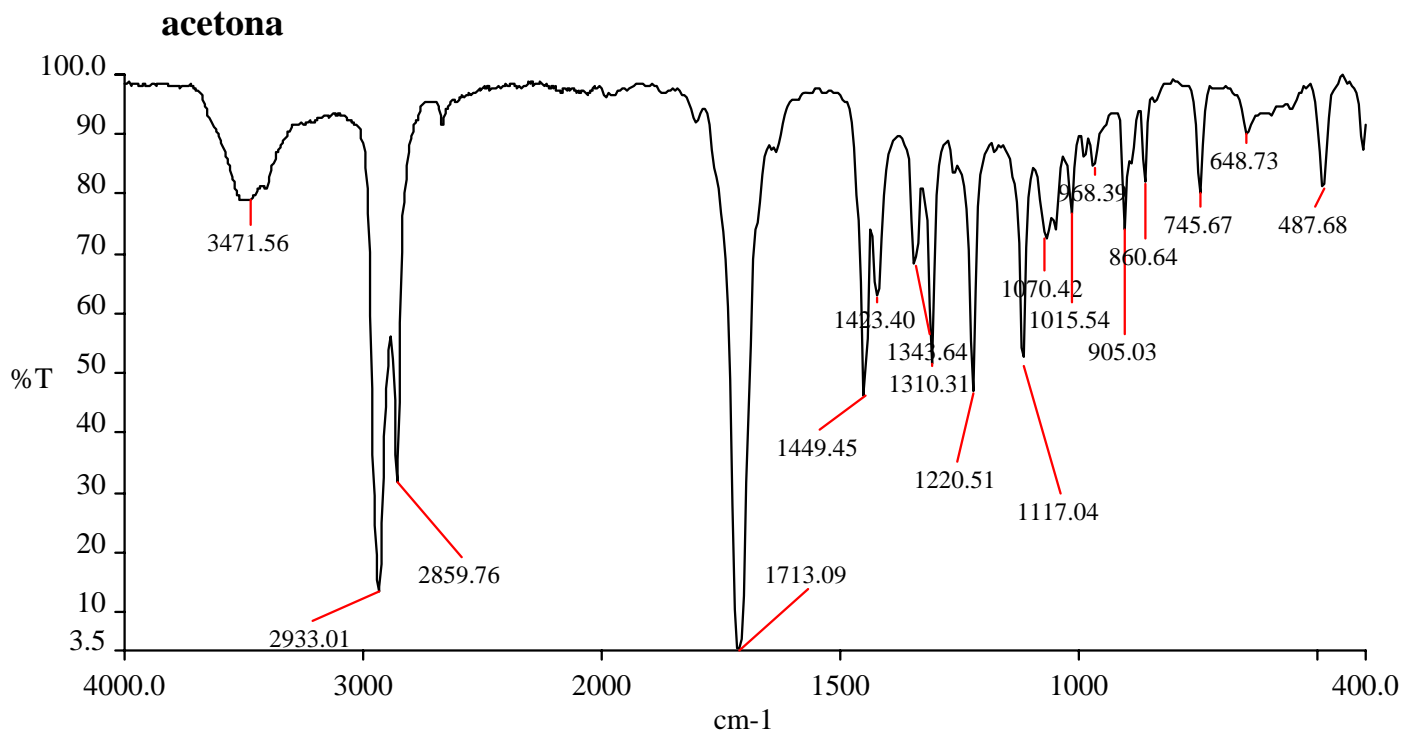
VII. CUESTIONARIO.

- 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 Scientifical and Technical, NY, (1989).

- b) Conar, C.R. and Dolliver, M.A.
Org. Syn. Coll, 2,167 (1943)
John Wiley and Sons Inc.

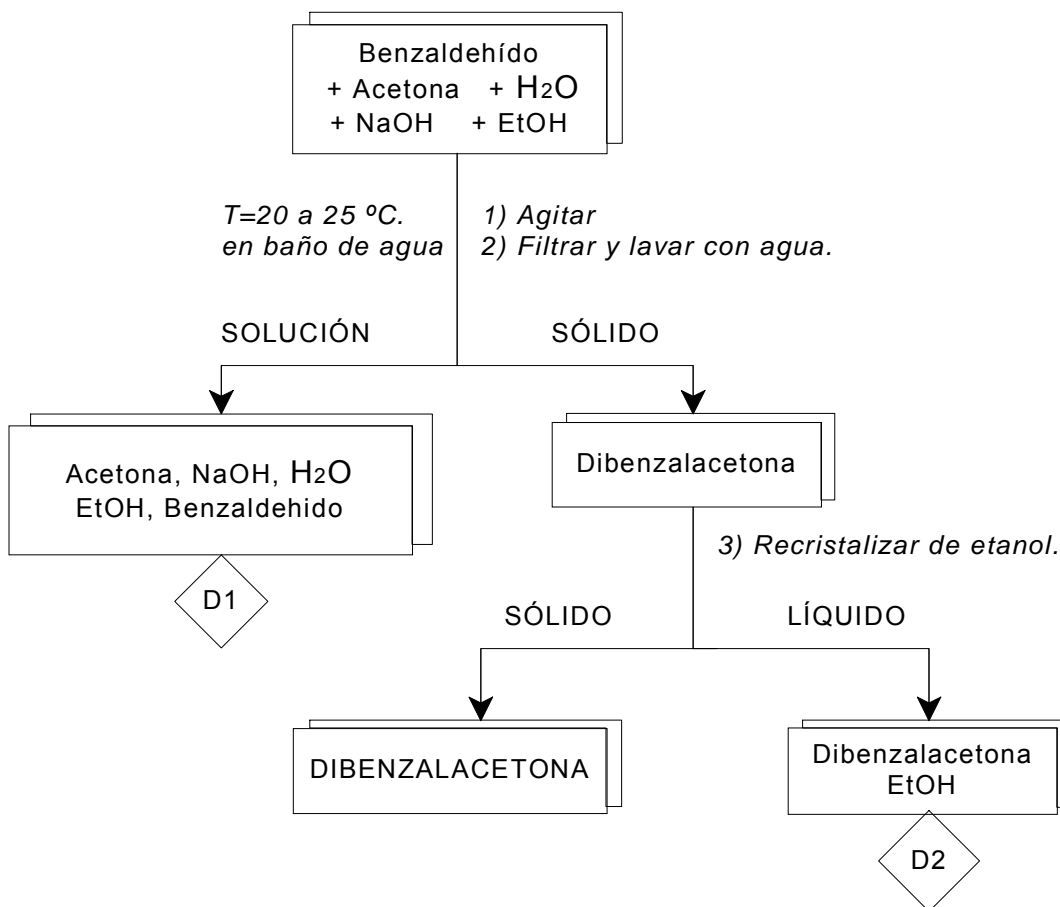
- c) Cremlyn, R.J.W. and Still, R.H.
Named and Miscellaneous Reactions in Organic Chemistry
Heinman Educational Books Ltd
London (1967)

- 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., Morril, 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.

NOTAS:

PRÁCTICA 9

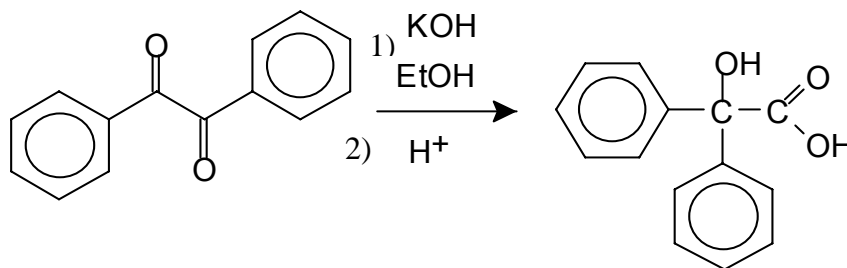
TRANSPOSICIÓN BENCÍLICA

OBTENCIÓN DE ÁCIDO BENCÍLICO

I. OBJETIVO

- Que el alumno efectúe una transposición bencílica.
- Que el alumno obtenga ácido bencílico a partir de bencilo.

REACCIÓN



$m = 2.5 \text{ g}$
 $PM = 210.23 \text{ g/mol}$
 $n = 0.0119 \text{ mol}$
 $p. f. = 94-95 \text{ }^\circ\text{C}$

$m = 2.716 \text{ g}$
 $PM = 228.25 \text{ g/mol}$
 $n = 0.0119 \text{ mol}$
 $p. f. = 150-153 \text{ }^\circ\text{C}$

II. MATERIAL

- | | | | |
|--------------------------------------|---|-------------------------|---|
| • Matraz pera de 1 boca de 50 ml | 1 | • Vidrio de reloj | 1 |
| • Refrigerante de agua con mangueras | 1 | • Espátula cromo-níquel | 1 |
| • Vaso de precipitados de 250 ml | 2 | • Agitador de vidrio | 1 |
| • Matraz Erlenmeyer de 125 ml | 2 | • Mechero con manguera | 1 |
| • Probeta graduada de 25 ml | 1 | • Anillo metálico | 1 |
| • Büchner con alargadera | 1 | • Tela de asbesto | 1 |

• Matraz Kitazato de 250 ml c/manguera	1	• Pinzas de tres dedos con nuez	2
• Portaobjetos	2	• Recipiente de peltre	1
• Embudo de vidrio	1	• Colector	1
• T de destilación	1	• Tapón esmerilado	1
• Resistencia eléctrica	1		

III. SUSTANCIAS

• Bencilo	2.5 g	• Etanol	12.5 ml
• KOH	2.5 g	• HCl concentrado	5 ml

IV. INFORMACIÓN

- a) Las dicetonas reaccionan con bases fuertes produciendo alfa hidroxiaácidos.
- b) Esta reacción se conoce como transposición bencílica, pues la más común es la que produce el ácido bencílico.

V. PROCEDIMIENTO

Disuelva 2.5 g de bencilo en 7.5 ml de etanol en un matraz de pera de una boca de 50 ml de capacidad y agregue una solución de 2.5 g de KOH en 5 ml de agua. Coloque el condensador en posición de reflujo y caliente la mezcla en baño maría durante 30 minutos. Destile el etanol. Transfiera el residuo a un vaso de precipitados y adicione 40 ml de agua caliente, someta a ebullición durante 3-5 minutos agitando vigorosamente, filtre y lave el precipitado con otros 10 ml de agua caliente los cuales se juntan con el filtrado anterior. Acidule el filtrado (50 ml) con HCl concentrado hasta pH 2 (aprox. 3-4 ml) enfriando en baño de hielo. Filtre el producto precipitado y lave con agua helada.

Recristalice el producto crudo de agua caliente (*Nota 1*).
Determine punto de fusión.

NOTA

1. - Pueden quedar residuos de bencilo sin reaccionar por lo que es necesario filtrar en caliente para eliminarlo.

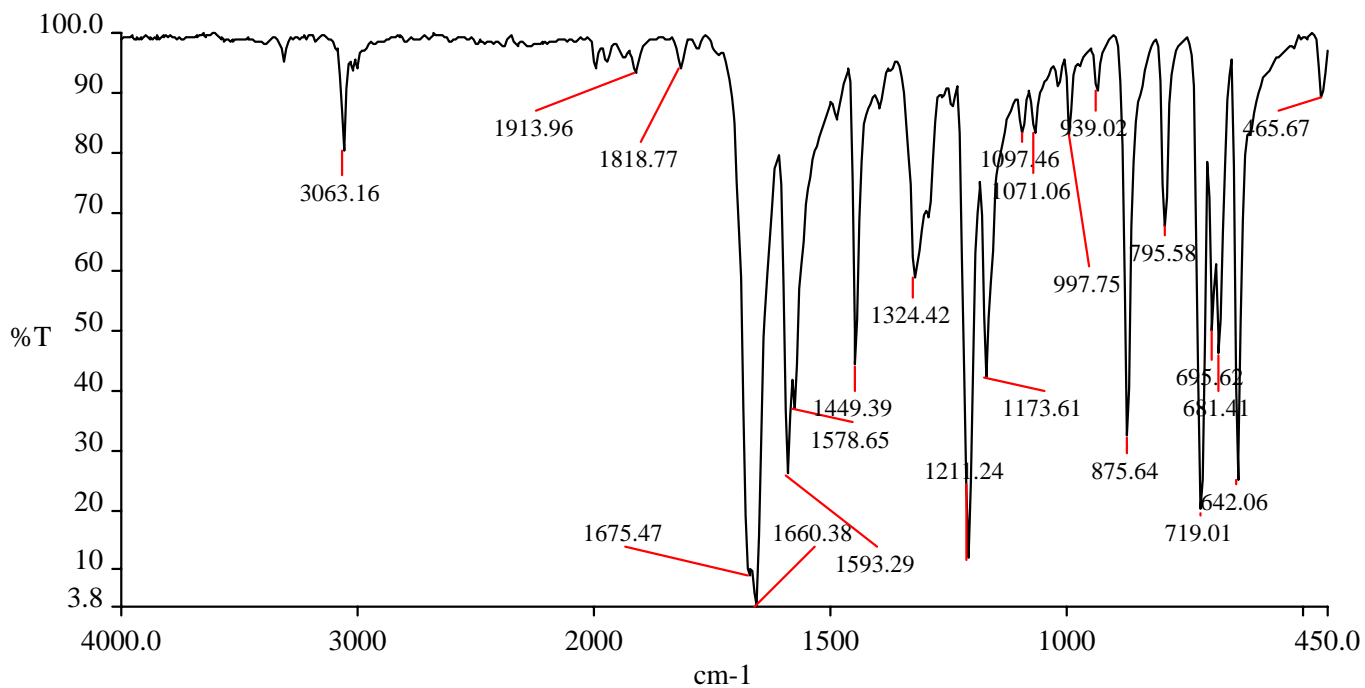
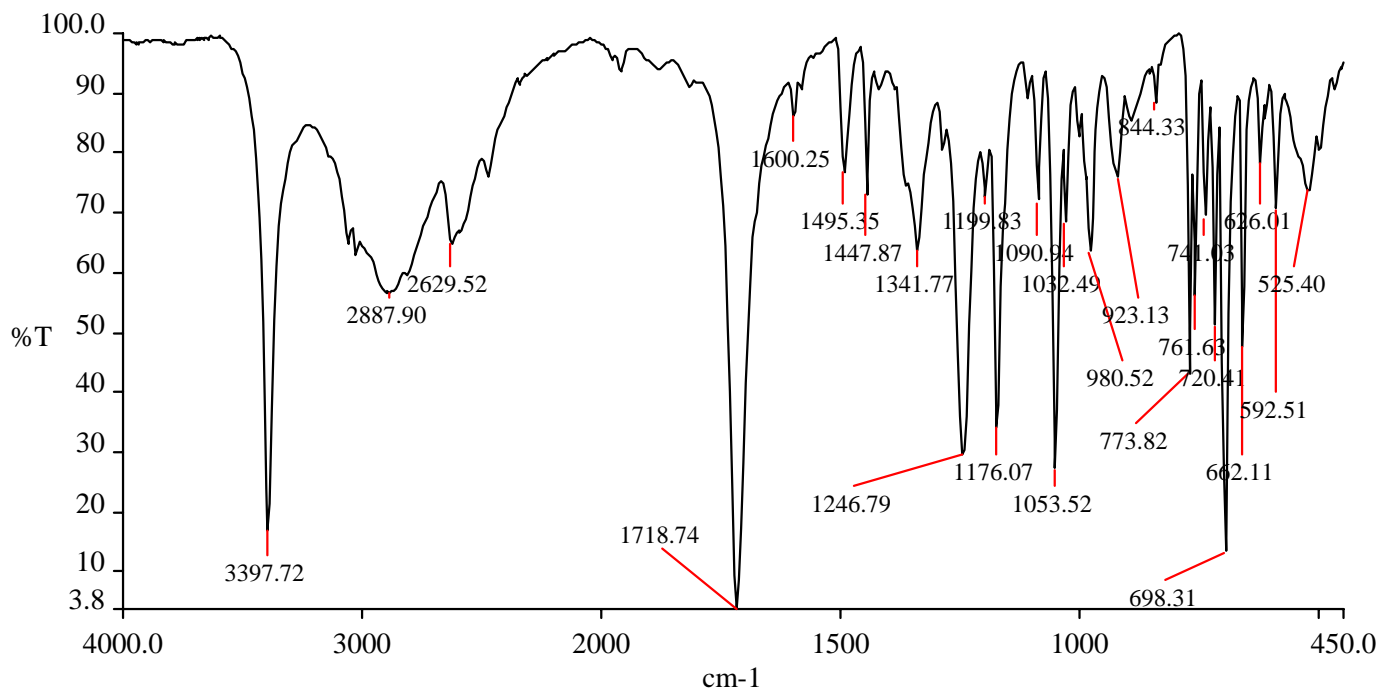
VII. ANTECEDENTES

- a) Reacción de transposición bencílica.
- b) Reacción de Cannizzaro y su relación con esta práctica.
- c) Características estructurales de los aldehídos que sufren la reacción de Cannizzaro.
- d) Propiedades de ácidos carboxílicos.
- e) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.

VI. CUESTIONARIO.

- 1) Diga porqué se debe destilar el exceso de etanol.
- 2) ¿Qué sustancias se disuelven en el agua caliente?
- 3) ¿Qué producto quedó en el papel filtro?
- 4) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de I.R. a los grupos funcionales de reactivos y productos.

Espectros de I.R.

a) Bencilo**b) Ácido Bencílico**

VIII. BIBLIOGRAFÍA

- 1) Adams, R., Johnson, J.R. and Wilcox, C.
Laboratory Experiments in Organic Chemistry
6th Edition
Mc Millan Co., London (1970).

- 2) Ballard, D.A. and Dhen, W.M.
Org. Syn. Coll., 89(1941), 2nd. Edition
J.Wiley Sons Inc. N.Y.
Edited by H. Gillman.

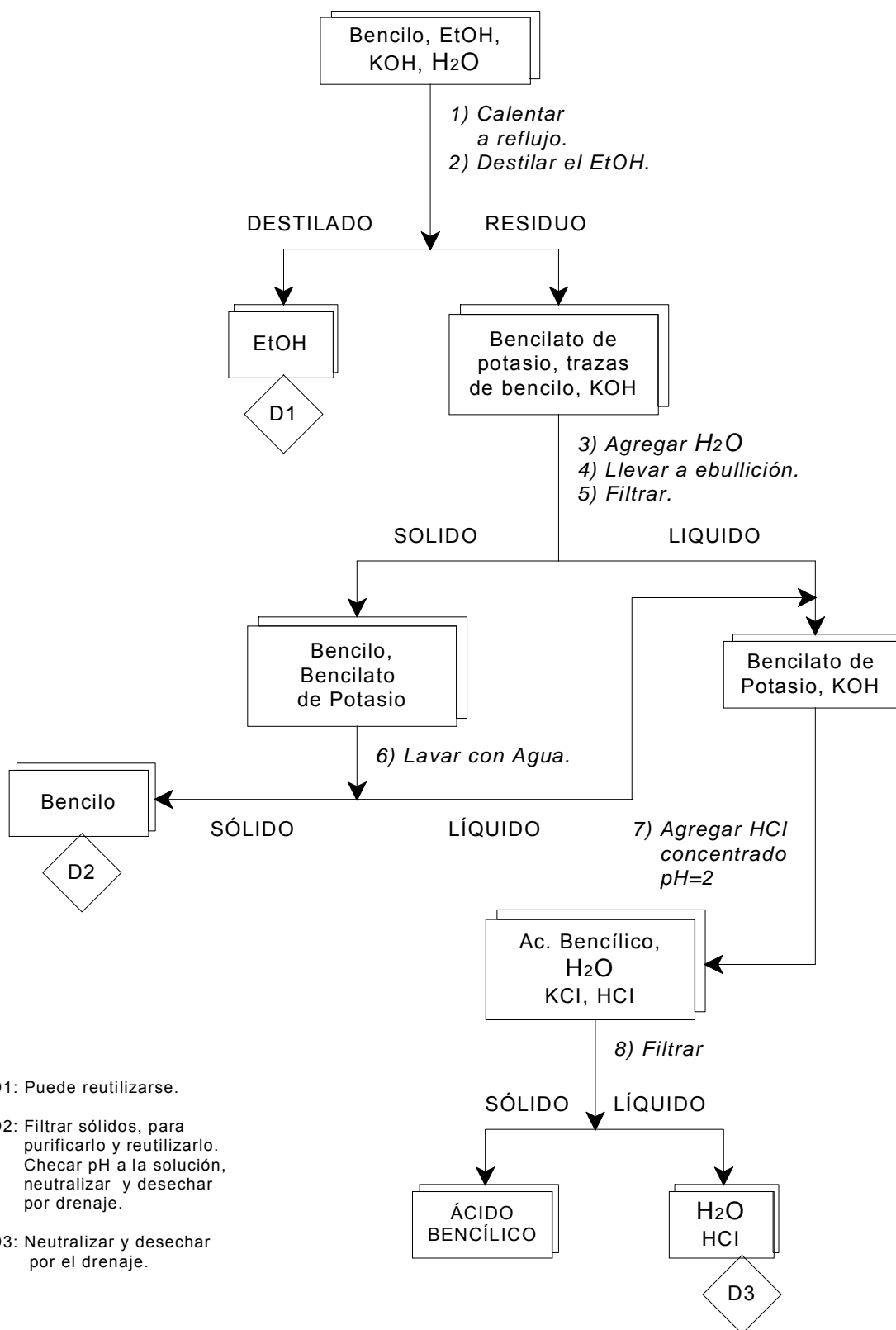
- 3) Vogel, A.I.
A textbook of Practical Organic Chemistry.
5^a. Edición , Longmans Scientifical and Technical, NY, (1989).

- 4) Roberts, J.D. and Caserio, M.C.
Basic Principles of Organic Chemistry
W.A. Benjamin Inc.
USA. (1964).

- 5) Lehman, J.W.
Operational Organic Chemistry
3er edition
Prentice Hall
New Jersey, USA (1999).

- 6) Mohring,J.R., Hammond, C.N., Morril, T.C., Neckers,D.C.
Experimental Organic Chemistry
W.H. Freeman and Company
New York, USA (1997).

OBTENCION DE ACIDO BENCÍLICO



PRÁCTICA 10A

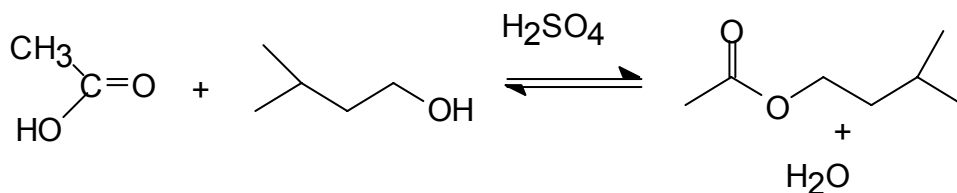
OBTENCIÓN DE ACETATO DE ISOAMILO

(ACEITE DE PLATANO)

I. OBJETIVO

- Preparar un éster a partir de un alcohol y un ácido carboxílico.
- Aplicar algunas técnicas de laboratorio ya conocidas como son calentamiento a reflujo, extracción y destilación simple.

REACCIÓN



V= 6 ml
 $\rho = 1.049 \text{ g/ml}$
 m= 6.294 g
 PM= 60.0 g/mol
 n= 0.1048 mol
 p. eb.= 116-118 °C

V= 4 ml
 $\rho = 0.809 \text{ g/ml}$
 m= 3.236 g
 PM= 88.15 g/mol
 n= 0.037 mol
 p. eb.= 130 °C

V= 5.5 ml
 $\rho = 0.876 \text{ g/ml}$
 m= 4.817 g
 PM= 130.19 g/mol
 n= 0.037 mol
 p. eb.= 142 °C/756 mm

II. MATERIAL

- | | | | |
|------------------------------------|---|-------------------------------|---|
| • Matraz pera de una boca de 50 ml | 1 | • Porta-termómetro | 1 |
| • Probeta graduada 25 ml | 1 | • Colector de destilación | 1 |
| • Refrigerante c/mangueras | 1 | • Vaso de precipitados 250 ml | 1 |
| • Anillo metálico | 1 | • Vaso de precipitados 100 ml | 1 |

- | | | | |
|--------------------------|---|--------------------------------|---|
| • Tela alambre c/asbesto | 1 | • Matraz Erlenmeyer 250 ml | 1 |
| • Mechero c/manguera | 1 | • Embudo de separación c/tapón | 1 |
| • "T" de destilación | 1 | • Termómetro -10 a 400° C. | 1 |
| • Pinzas de tres dedos | 2 | • Espátula | 1 |
| • Agitador de vidrio | 1 | | |

III. SUSTANCIAS

- | | | | |
|-------------------------|--------|-------------------------------------|---------|
| • Alcohol isoamílico | 4.5 ml | • Sol de NaHCO ₃ al 5% | 22.5 ml |
| • Ácido acético glacial | 6 ml | • Sol. saturada de cloruro de sodio | 2.5 g |
| • Ácido sulfúrico conc. | 1 ml | • Sulfato de sodio anhidro | 1 g |

IV. INFORMACIÓN

La reacción de un ácido carboxílico con un alcohol en presencia de un catalizador ácido es uno de los métodos habituales para la preparación de ésteres.

Tanto la esterificación como la reacción inversa, la hidrólisis de ésteres, han sido muy estudiadas con el fin de elucidar el mecanismo de este proceso reversible.

V. PROCEDIMIENTO

Coloque en un matraz pera de 50 ml de una boca 4.0 ml de alcohol isoamílico, 6 ml de ácido acético glacial y añada agitando cuidadosamente 1 ml de ácido sulfúrico conc. (*Nota 1*), agregue núcleos porosos para regular la ebullición y conecte el condensador en posición de reflujo.

Caliente la mezcla de reacción en baño de aire manteniendo el reflujo durante una hora. Pasado este tiempo suspenda el calentamiento, retire el baño de aire y enfríe la mezcla de reacción a temperatura ambiente.

Pase la mezcla fría a un embudo de separación y agregue cuidadosamente 14 ml de agua fría, lave el matraz de reacción con 2.5 ml de agua y pase al embudo de separación. Agite

varias veces, separe la fase acuosa y deséchela. La fase orgánica contiene el éster y un poco de ácido acético, el cual puede ser removido por dos lavados sucesivos con 7.5 ml de una solución de bicarbonato de sodio al 5% (*Nota 2*) Lave la capa orgánica con 6 ml de agua mezclados con 1.5 ml de una solución saturada de cloruro de sodio. Deseche la capa acuosa, vierta la fase orgánica en un vaso de precipitados y seque con un gramo de sulfato de sodio anhidro (*Nota 3*)

Monte un aparato de destilación simple (*Nota 4*), decante la fase orgánica al matraz pera de 50 ml, agregue núcleos porosos para regular la ebullición y destile.

El recipiente que reciba el destilado deberá estar en un baño de hielo. Colecte la fracción que destila entre 132-134^o C y calcule rendimiento

NOTAS

- 1) Hágalo cuidadosamente y con agitación constante.
- 2) **¡PRECAUCION!** Se produce CO₂. Este procedimiento se repite hasta que la capa orgánica esté alcalina. Verifique pH.
- 3) Se necesitan casi 15 minutos para que el secado sea completo, si después de este tiempo la solución sigue turbia, decante la solución y añada otro gramo de agente desecante.
- 4) El material debe de estar limpio y seco.

VI. ANTECEDENTES

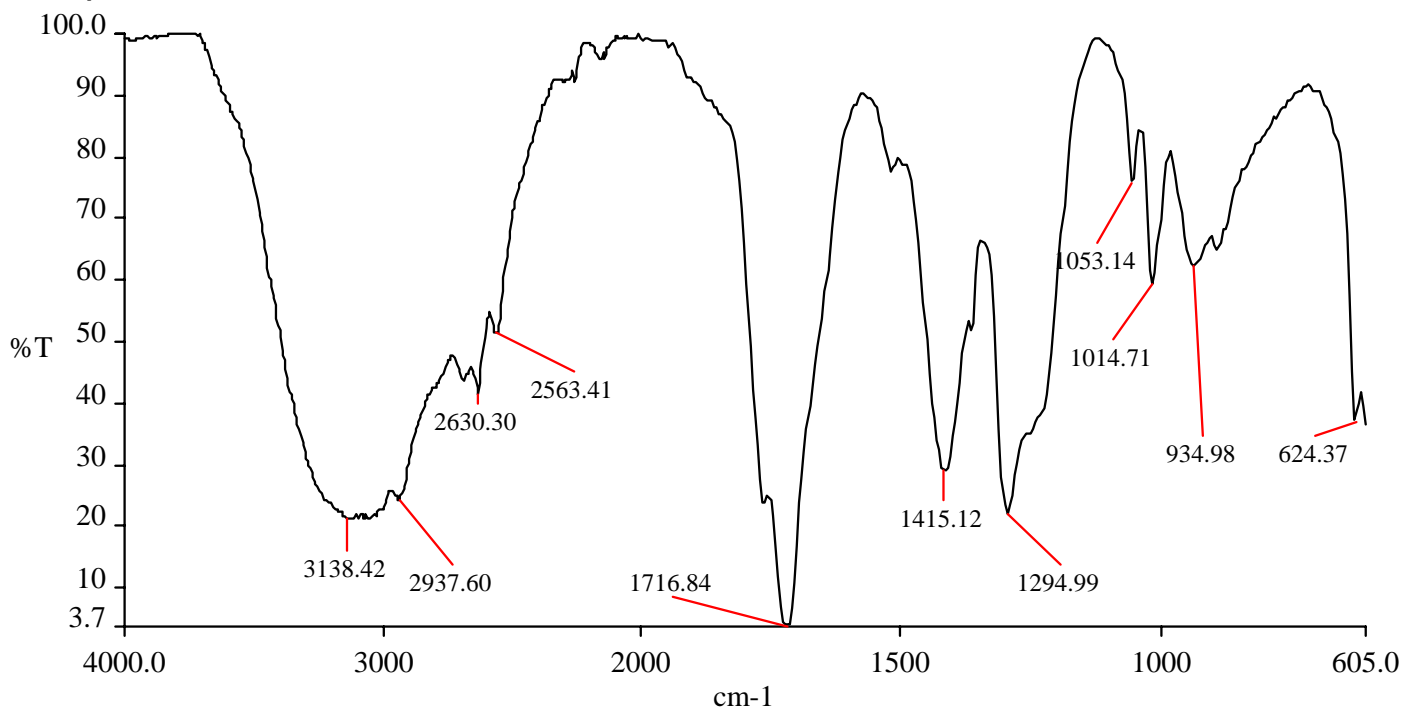
1. - Métodos de obtención de ésteres.
2. - Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.

VII. CUESTIONARIO

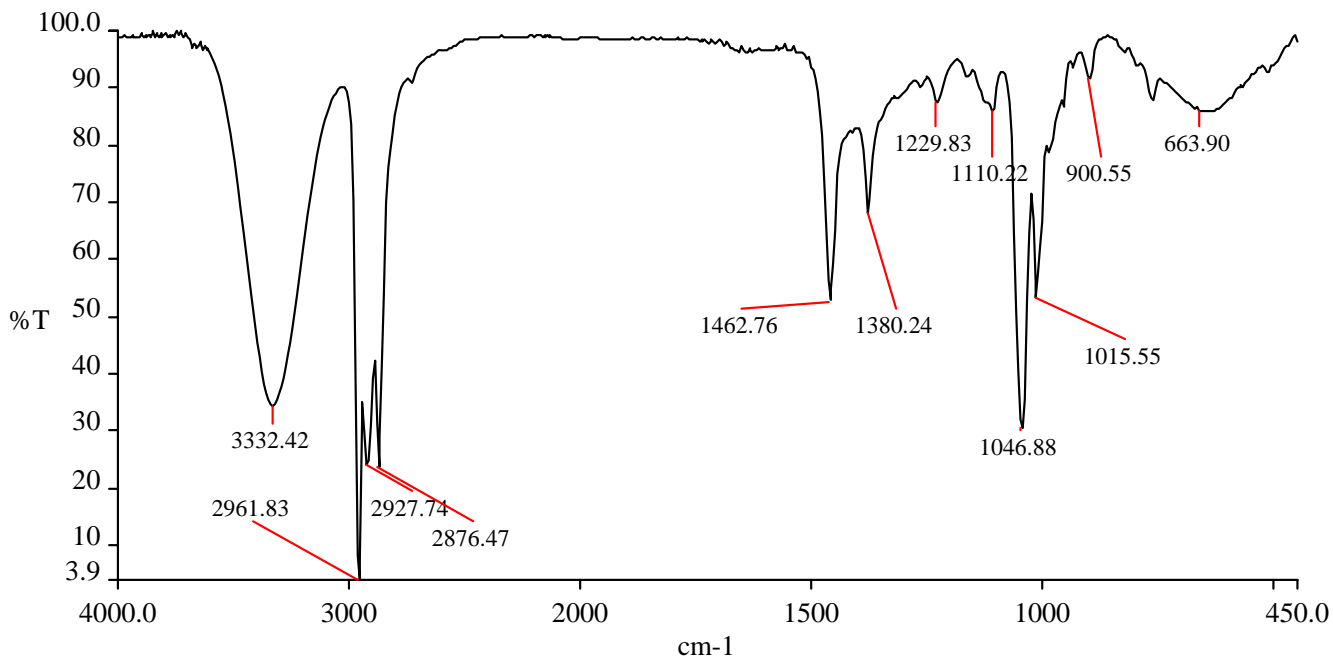
1. - Escriba un mecanismo razonable para la formación del acetato de isoamilo.
2. - Un método para favorecer la formación del éster, es añadir un exceso de ácido acético. Sugiera otro método que permita desplazar la reacción hacia la formación del éster.
3. - Haga un esquema de la separación del acetato de isoamilo de la mezcla de reacción.
4. - Explique cuáles son los usos de los ésteres.
5. - Asigne las bandas principales presentes en los espectros de I.R. a los grupos funcionales de reactivos y productos

Espectros de I.R.

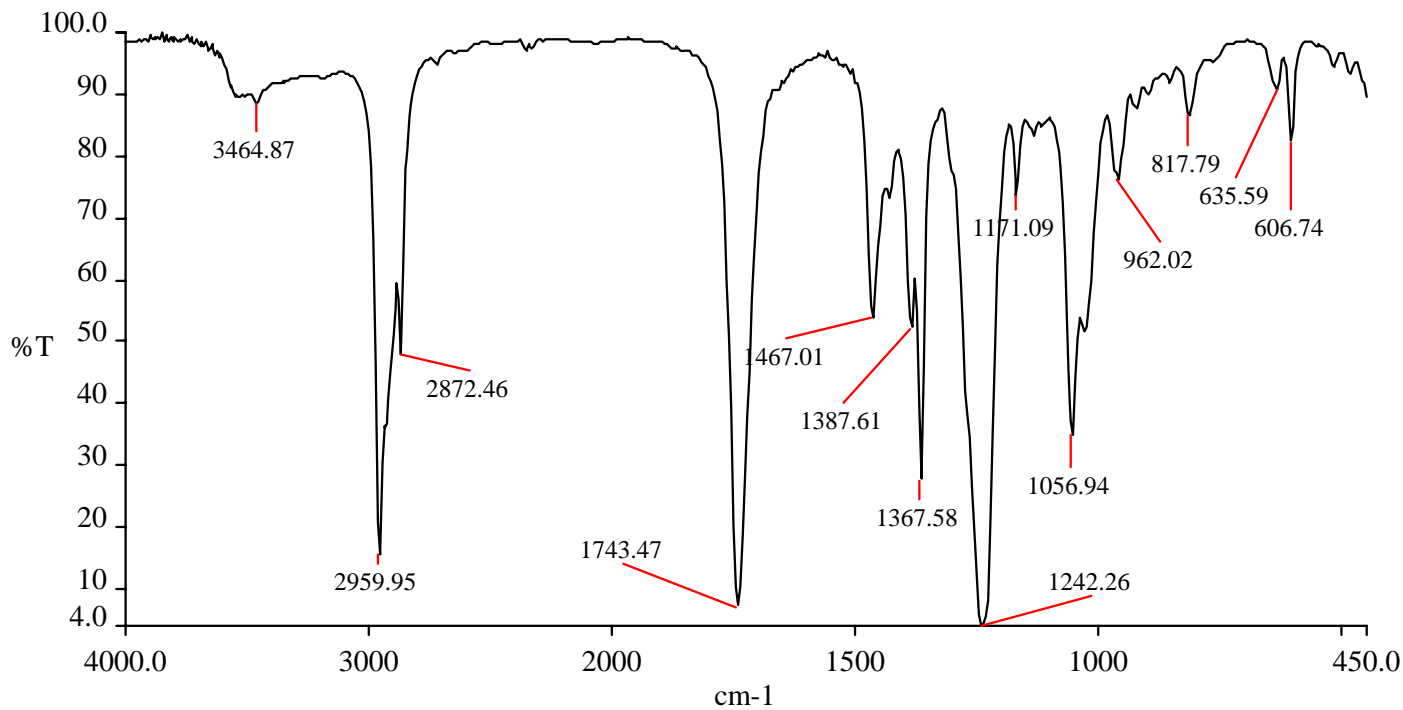
a) Ácido acético



b) Alcohol isoamílico



c) Acetato de isoamilo



VIII. BIBLIOGRAFÍA

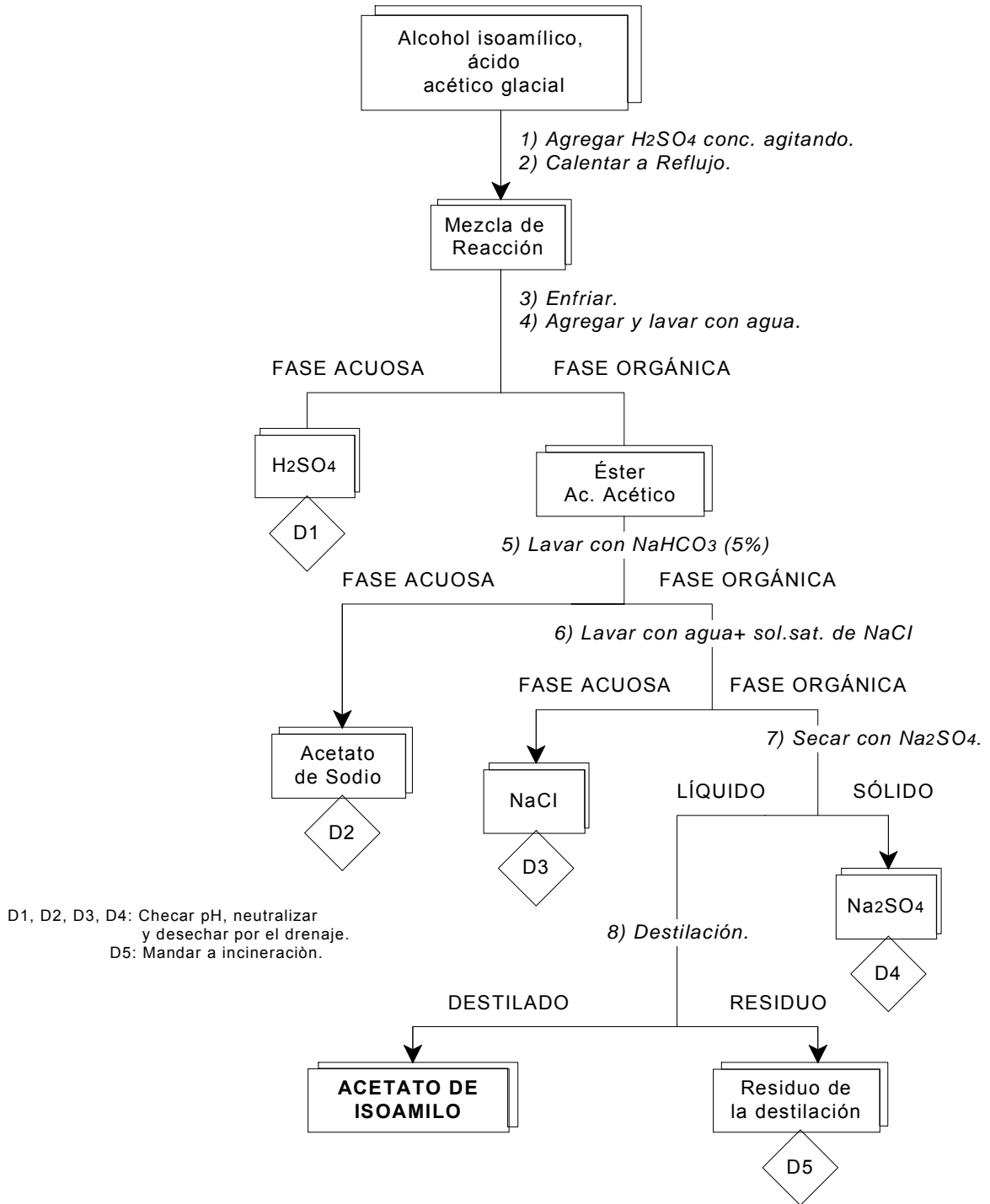
- a) Pavia, D., Lampman, G.M. y Kriz, G.S. Jr.
Introduction to Organic Laboratory Techniques.
W.S. Saunders Co.
Philadelphia, USA (1976).

- b) Solomons, T.W.G.
Química Orgánica
Edit. Limusa (1979).

- c) Lehman, J.W.
Operational Organic Chemistry
3^{er} edition
Prentice Hall
New Jersey, USA (1999).

- d) Mohring, J.R., Hammond, C.N., Morril, T.C., Neckers, D.C.
Experimental Organic Chemistry
W.H. Freeman and Company
New York, USA (1997).

**OBTENCION DE ACETATO DE ISOAMILO
(Aceite de plátano)**



NOTAS:

PRÁCTICA

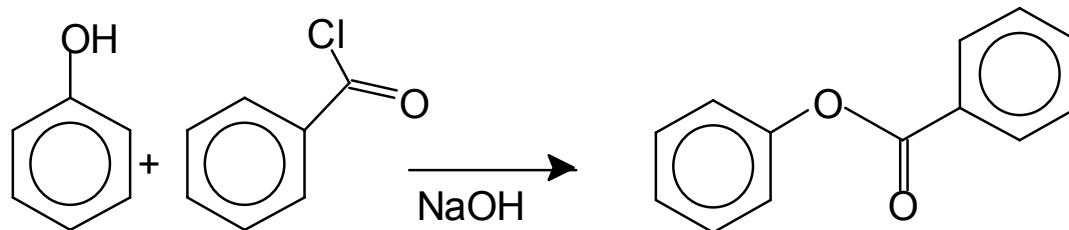
10B

REACCIÓN DE SCHOTTEN-BAUMANN OBTENCIÓN DE BENZOATO DE FENILO

I. OBJETIVO

Efectuar una esterificación del fenol como ejemplo de la reacción de Schotten- Baumann.

REACCIÓN:



m= 0.5 g
PM= 94.11 g/mol
n= 5.3×10^{-3} mol

p. f.= 40-42 °C

V= 1 ml
 ρ = 1.211 g/ml
m= 1.211 g
PM= 140.57 g/mol
n= 8.6×10^{-3} mol
p. eb.= 198 °C

m= 1.0505 g
PM= 198.22 g/mol
n= 5.3×10^{-3} mol

p. f.= 69-72 °C

II. MATERIAL

- | | | | |
|---------------------------|---|-------------------------------|---|
| • Matraz Erlenmeyer 50 ml | 1 | • Espátula | 1 |
| • Probeta graduada 25 ml | 1 | • Vaso de pp de 250 ml | 1 |
| • Agitador mecánico | 1 | • Embudo de filtración rápida | 1 |
| • Barra de agitación | 1 | • Recipiente de peltre | 1 |
| • Pipeta graduada 10 ml | 1 | • Buchner c/alargadera | 1 |

- | | | | |
|------------------------|---|----------------------------|---|
| • Vidrio de reloj | 1 | • Matraz Erlenmeyer 125 ml | 1 |
| • Kitazato c/manguera | 1 | con tapon de corcho | |
| • Pinzas de tres dedos | 1 | • Agitador magnético | 1 |
| • Barra para agitación | 1 | • Resistencia eléctrica | 1 |

III. SUSTANCIAS

- | | | | |
|------------------------|--------|-----------------------|------|
| • Fenol | 1 g | • Cloruro de benzoilo | 2 ml |
| • Sol. de NaOH al 10 % | 7.5 ml | • Etanol | 5 ml |

IV INFORMACION

La reacción entre un cloruro de acilo y un alcohol produce un éster. Cuando un cloruro de acilo aromático es uno de los reactivos, suele agregarse alguna base para eliminar el ácido clorhídrico a medida que se forma. La base generalmente es una solución de hidróxido de sodio diluido, trietilamina o piridina (las última dos son bases orgánicas débiles) y tal procedimiento se conoce como el método de Schotten-Baumann

V. PROCEDIMIENTO

Disuelva 0.5 g de fenol en 7.5 ml de solución de sosa al 10% en un matraz Erlenmeyer de 125 ml. Adicione 1 ml de cloruro de benzoilo (*Nota 1*), agite la mezcla de reacción por 15 minutos mediante un agitador magnético, el matr az deber a estar tapado por un tap on de corcho que se quitar a de vez en cuando para evitar que la presi on lo levante. Al final de este periodo la reacci on debe haberse llevado al cabo y separado un producto s olido, filtre el s olido al vac o, lave con agua y seque por succi on. Recrystalice el producto crudo de etanol y seque. Calcule el rendimiento y determine el punto de fusi on (*Nota 2*).

NOTAS

- 1) La adici on del cloruro de benzoilo debe hacerse en la campana.
- 2) El punto de fusi on del producto puro es de 70  C.

VI. ANTECEDENTES

- a) Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.
- b) Métodos de esterificación de fenoles.
- c) Reacción de Schotten Baumann
- d) Propiedades químicas de los fenoles.
- e) Propiedades químicas de los cloruros de ácido.
- f) Manejo adecuado de los reactivos, productos y subproductos durante la experimentación.

VII. CUESTIONARIO

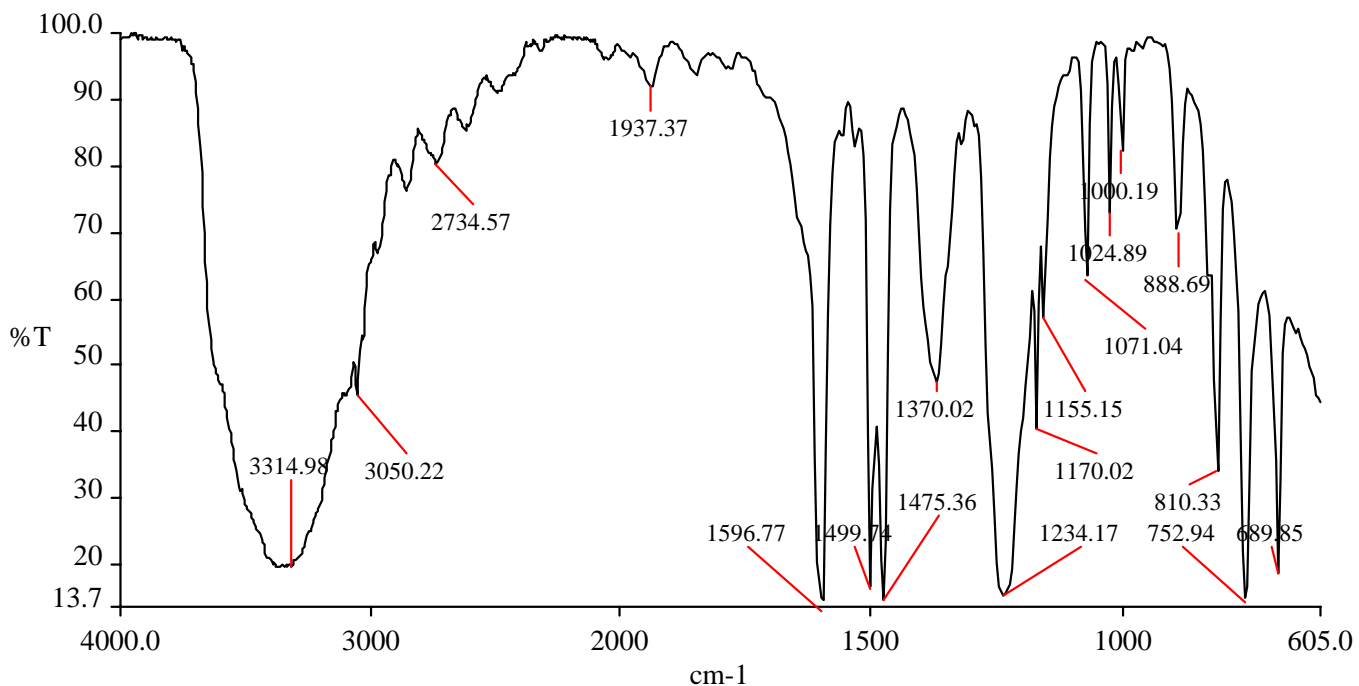
- 1) Escriba un mecanismo razonable para la obtención de benzoato de fenilo.
- 2) Haga un esquema de separación de benzoato de fenilo de la mezcla de reacción.
- 3) Asigne las bandas principales a los grupos funcionales presentes en los espectros de I.R. de reactivos y productos.

VIII. Bibliografía

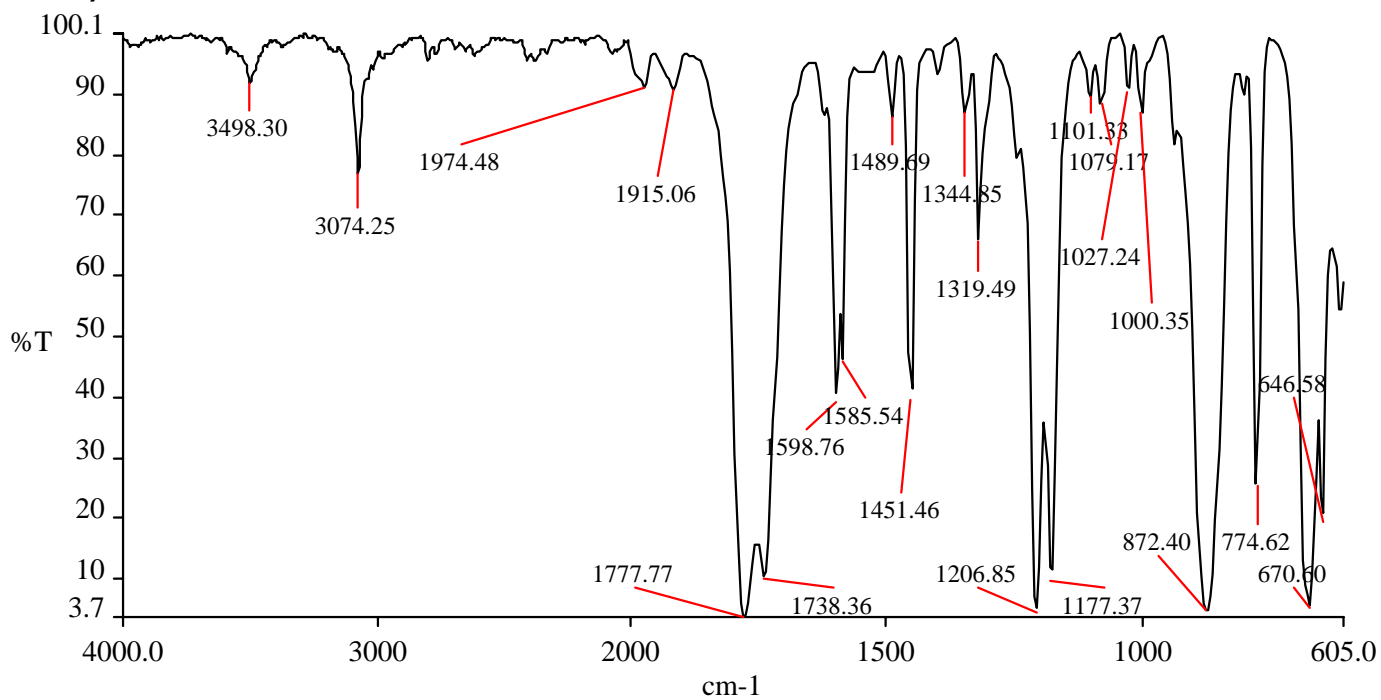
- a) Wingrove A., Caret R., Química Orgánica, Editorial Harla, México (1984).
- b) McMurry, J., Química Orgánica. 3a. ed. Grupo Editorial Iberoamérica, S.A. de C.V., México D.F. (1994).

Espectros de I.R.

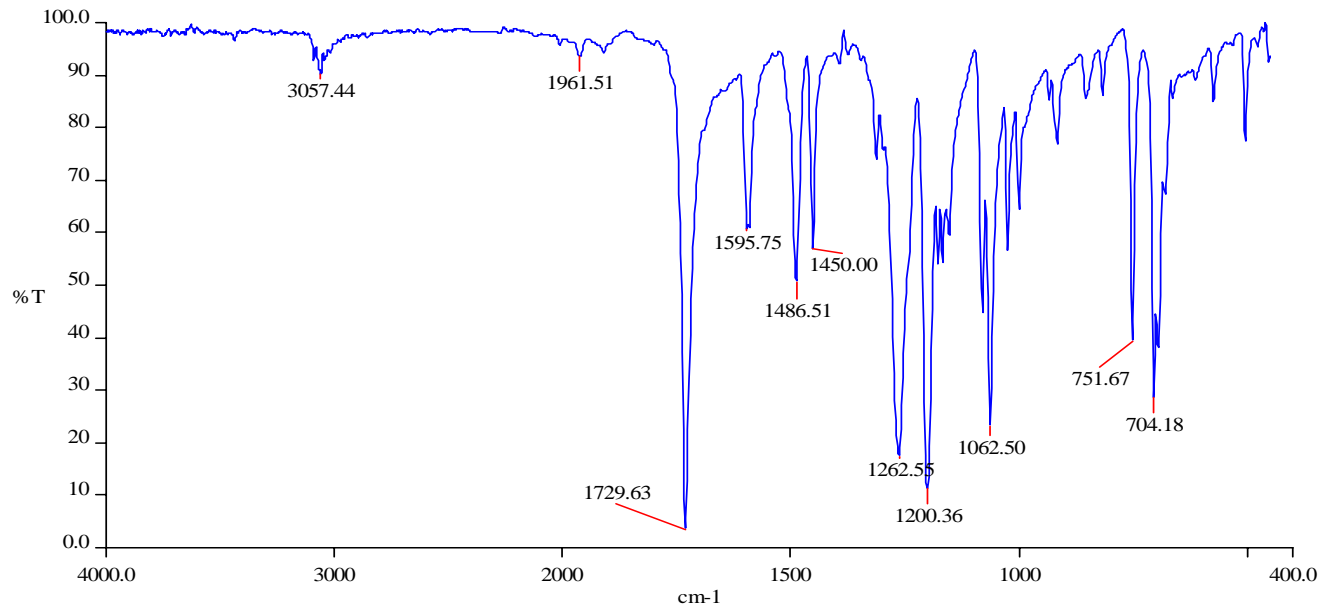
a) Fenol



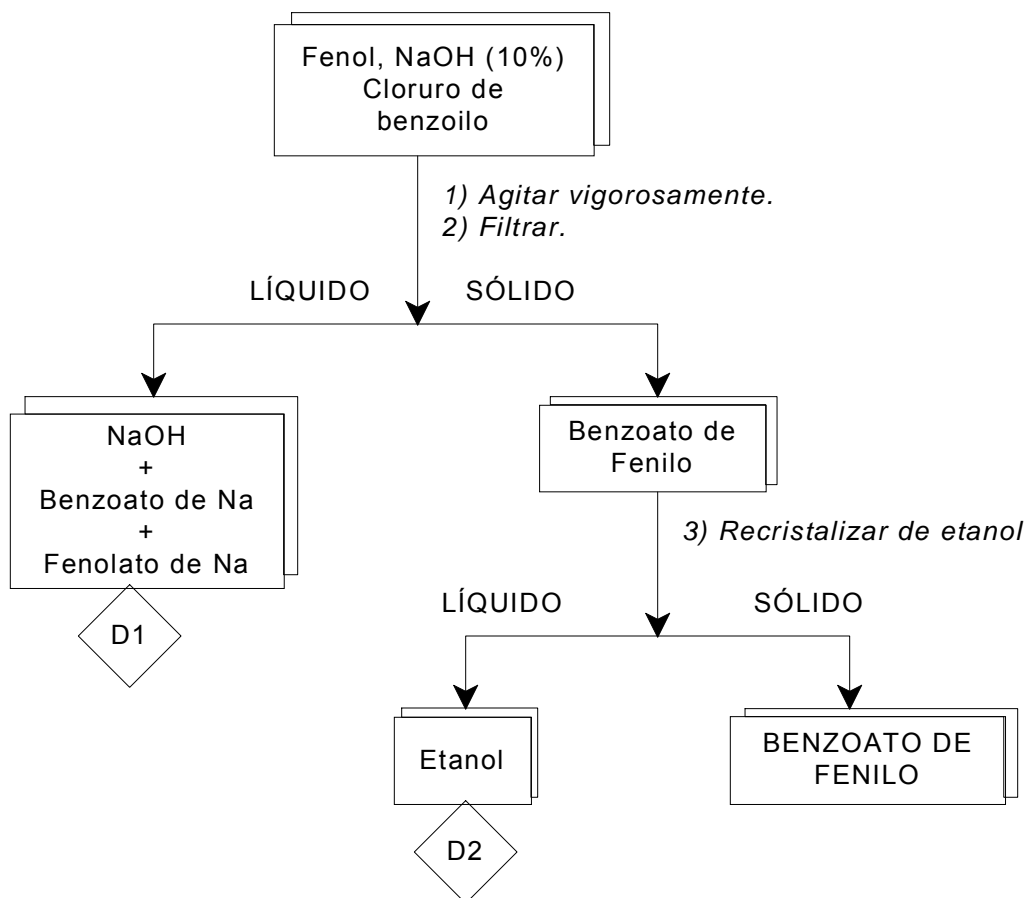
b) Cloruro de benzoílo



c) Benzoato de
fenilo



OBTENCIÓN DE BENZOATO DE FENILO REACCIÓN DE SCHOTTEN-BAUMANN



D1: Adsorber sobre carbón activado, verificar pH, neutralizar y desechar por el drenaje.

D2: Recuperar el disolvente por destilación.

PRÁCTICA 11

REACCIONES DE CARBOHIDRATOS



I. OBJETIVOS

- Realizar diferentes pruebas de oxidación para la determinación de azúcares reductores.
- Formación de osazonas de algunos monosacáridos.

II. MATERIAL

- | | | | |
|---------------------------------------|---|------------------------------|---|
| • Tubos de ensayo | 8 | • Resistencia eléctrica | 1 |
| • Vaso de pp de 250 ml | 1 | • Pinzas para tubo de ensayo | 1 |
| • Espátula | 1 | • Vidrio de reloj | 1 |
| • Embudo Büchner c/alargadera | 1 | • Matraz Erlenmeyer 125 ml | 1 |
| • Matraz Kitazato 250 ml con manguera | 1 | • Microscopio | 1 |
| • Pinzas de tres dedos c/nuez | 1 | • Portaobjetos | 2 |

III. SUSTANCIAS

- | | | | |
|-------------------------------------|-------|------------------------------|-------|
| • Sol. de AgNO ₃ al 2.5% | 5 ml | • Soluciones al 5% de: | |
| • Sol. de NaOH 5% | 10 ml | • Glucosa | 10 ml |
| • Hidróxido de amonio 5% | 1 ml | • Fructosa | 10 ml |
| • Reactivo A de Fehling | 10 ml | • Manosa | 10 ml |
| • Reactivo B de Fehling | 10 ml | • Sacarosa | 10 ml |
| • Ácido Nítrico conc. | 5 ml | • Reactivo de Fenilhidrazina | 15 ml |
| • Reactivo de Benedict | 5 ml | | |

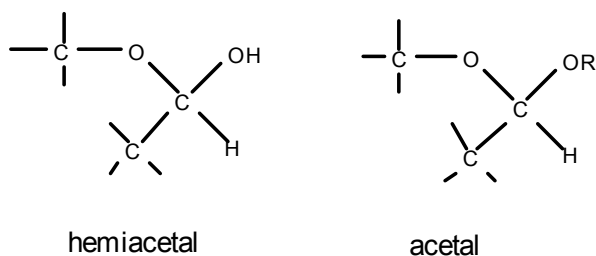
IV. INFORMACIÓN

Los azúcares o carbohidratos pueden ser monosacáridos, disacáridos, trisacáridos, oligosacáridos y polisacáridos.

Los monosacáridos reaccionan de acuerdo a los grupos hidroxilo y carbonilo que poseen.

Los disacáridos y los polisacáridos se pueden hidrolizar para producir monosacáridos.

Los azúcares que dan resultados positivos con las soluciones de Tollens, Benedict ó Fehling se conocen como azúcares reductores, y todos los azúcares que contienen un grupo hemiacetal dan pruebas positivas. Los carbohidratos que solo contienen grupos acetal no dan pruebas positivas con estas soluciones y se llaman azúcares no reductores.

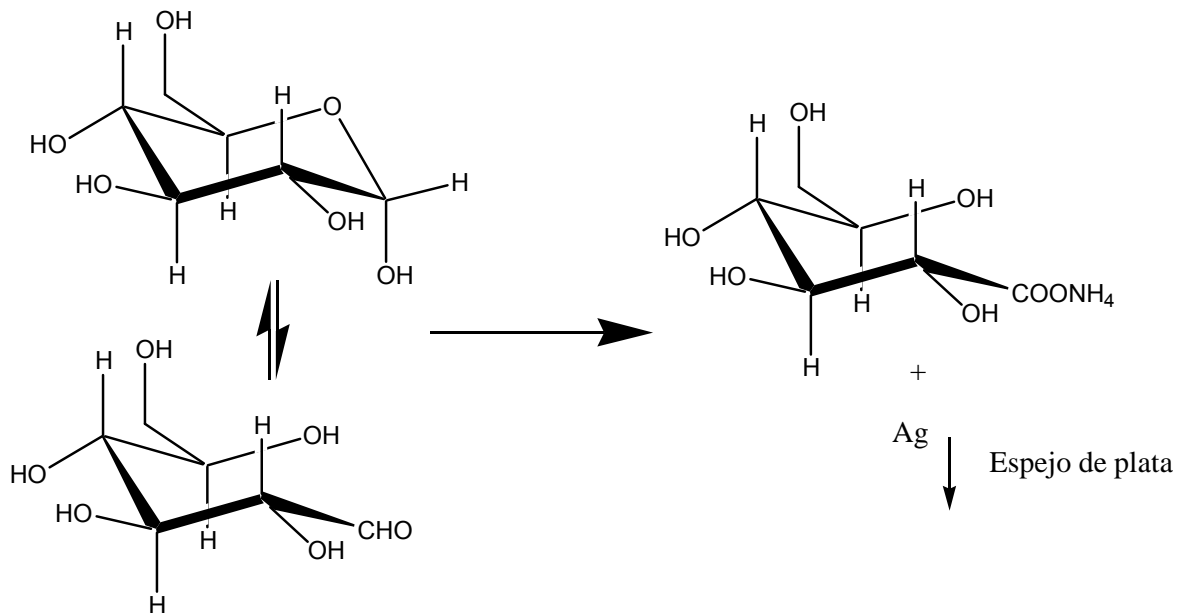


La solución de Benedict se utiliza en la determinación cuantitativa de glucosa en la sangre.

Las osazonas de los mono y disacáridos son compuestos amarillos, que cristalizan en formas características de la solución en que se producen. Tienen puntos de fusión característicos. Todos los azúcares epímeros, que difieren en la configuración del C-2, forman la misma osazona. Los monosacáridos forman precipitados en caliente y los disacáridos no. La glucosazona precipita en 2-3 minutos. En una suspensión del producto de reacción se observan con el microscopio haces de cristales amarillos. El campo de la xilosazona se ve como cristales largos amontonados. La arabinosazona se presenta como cristales amarillos agrupados en roseta.

V. PROCEDIMIENTO

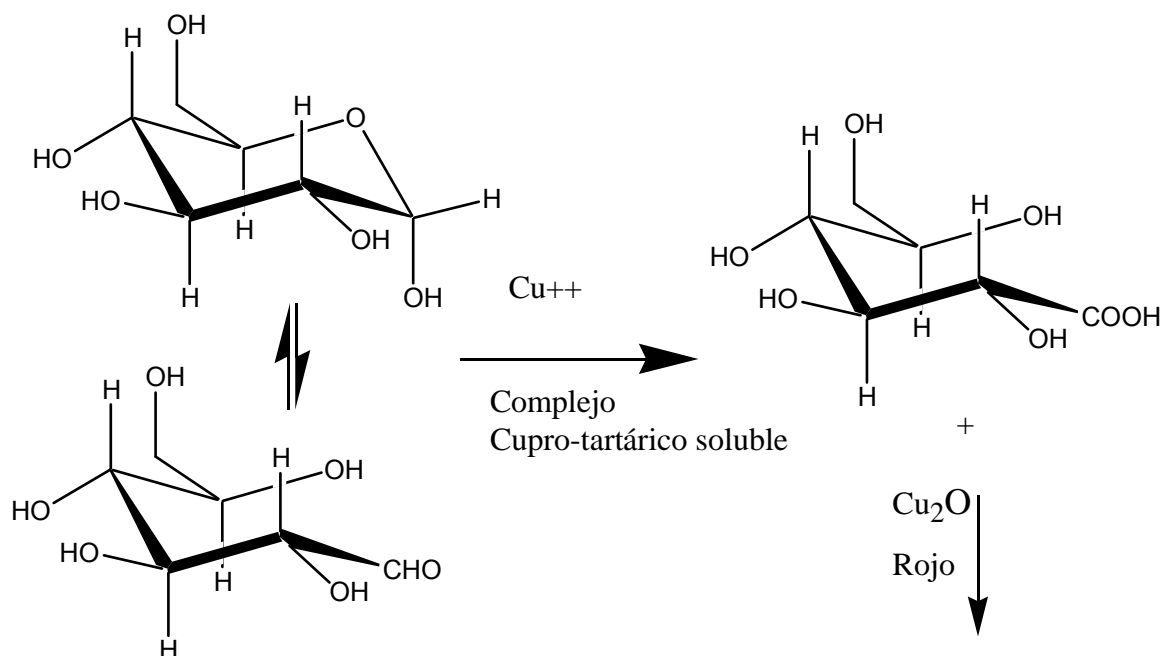
PRUEBA DE TOLLENS.



Procedimiento

Coloque en un tubo de ensayo limpio 1 ml de solución de nitrato de plata al 2.5%, agregue una gota de hidróxido de sodio al 5% y después gota a gota y con agitación una solución de hidróxido de amonio al 5% justo hasta que se disuelva el óxido de plata que precipitó, evitando cualquier exceso de NH_4OH . Este reactivo debe usarse recién preparado y debe destruirse con un exceso de ácido nítrico al terminar de utilizarlo, ya que forma compuestos explosivos.

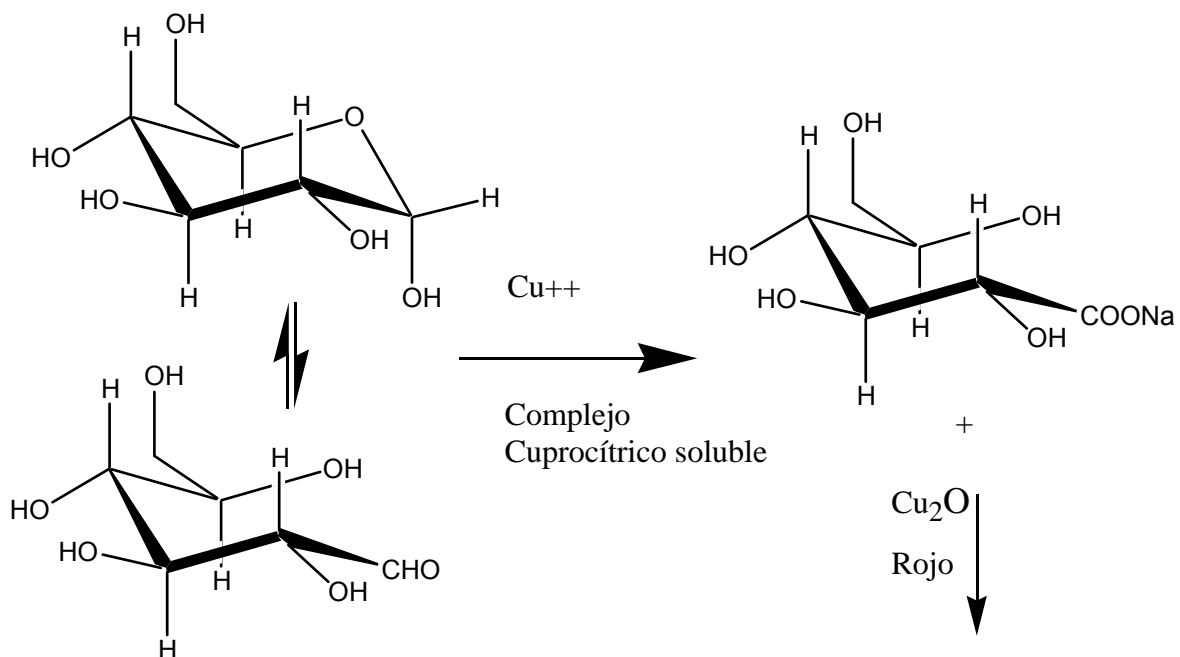
Agregue al reactivo recién preparado 5 a 10 gotas de solución del azúcar, agite y caliente brevemente en baño maría, sin dejar de agitar durante el calentamiento. La aparición de un espejo de plata indica prueba positiva para azúcar reductor. Una vez terminada la prueba el tubo de ensayo se deberá limpiar con ácido nítrico para destruir el espejo de plata.

PRUEBA DE FEHLING.**Procedimiento**

Mezcle 1 ml de solución A y 1 ml de solución B, agregue dos o tres gotas de la solución del azúcar, caliente a ebullición.

La formación de un precipitado rojo y la decoloración de la solución indica prueba positiva para azúcar reductor.

PRUEBA DE BENEDICT.



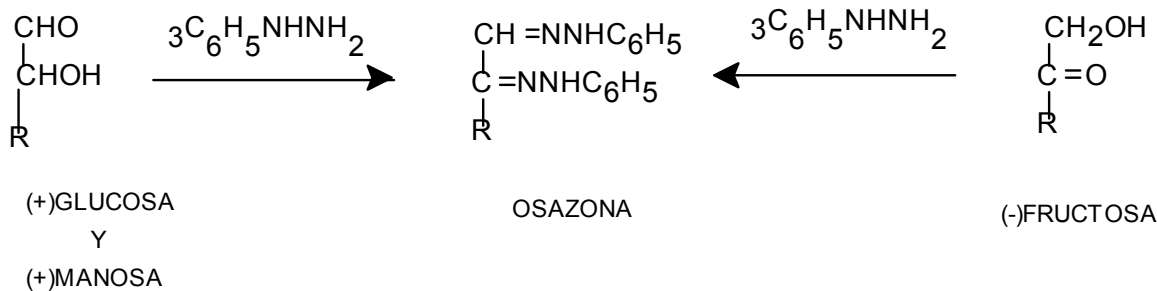
Procedimiento.

Coloque en un tubo de ensayo 1 ml del reactivo de Benedict y cuatro o cinco gotas de la solución del azúcar. Caliente a ebullición y deje enfriar a temperatura ambiente. Un precipitado cuya coloración varía desde amarillo hasta rojo, con decoloración de la solución, indica prueba positiva.

Anote los resultados en el siguiente cuadro:

	Reacción de Tollens	Reacción de Fehling	Reacción de Benedict
Glucosa			
Fructosa			
Manosa			
Sacarosa			

FORMACIÓN DE OSAZONAS.



Procedimiento

Coloque en un tubo de ensayo limpio 10 gotas de la solución del azúcar y agregue 1.5 ml de la solución de fenilhidrazina. Caliente la mezcla en baño de agua durante 10-20 minutos.

Filtre los cristales, obsérvelos en un microscopio de bajo poder y determine su punto de fusión. El tiempo de formación de la osazona y la apariencia de los cristales será diferente para los distintos azúcares, excepto para los epímeros en C-2

Anote los resultados en el cuadro siguiente:

	Tiempo de formación	Apariencia de los cristales en el microscopio	Punto de fusión
Glucosa			
Fructosa			
Manosa			

VI. ANTECEDENTES

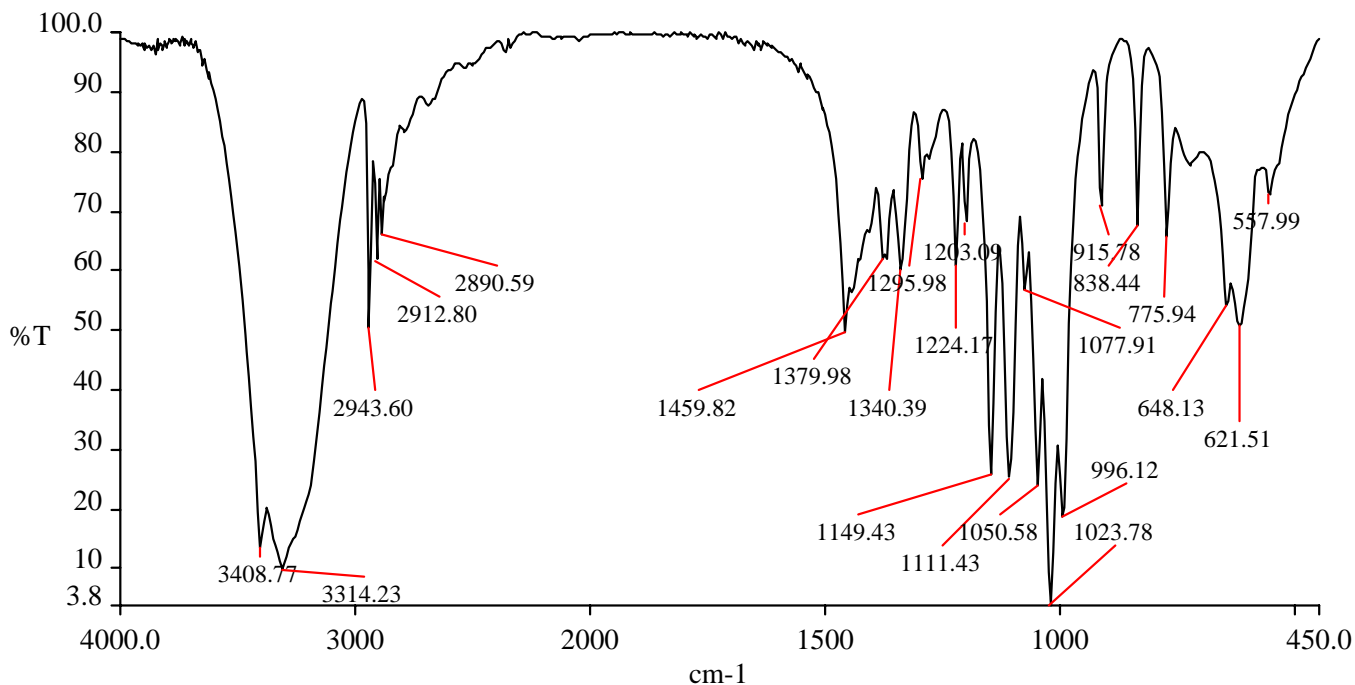
- Estructuras de los principales monosacáridos.
- Reacciones de oxidación de los monosacáridos.
- Reacción de los monosacáridos con fenilhidrazina (osazonas)
- Caracterización indirecta de azúcares a través de la formación de osazonas.
- ¿Que se entiende por epímero?
- Propiedades físicas, químicas y toxicidad de reactivos y productos.

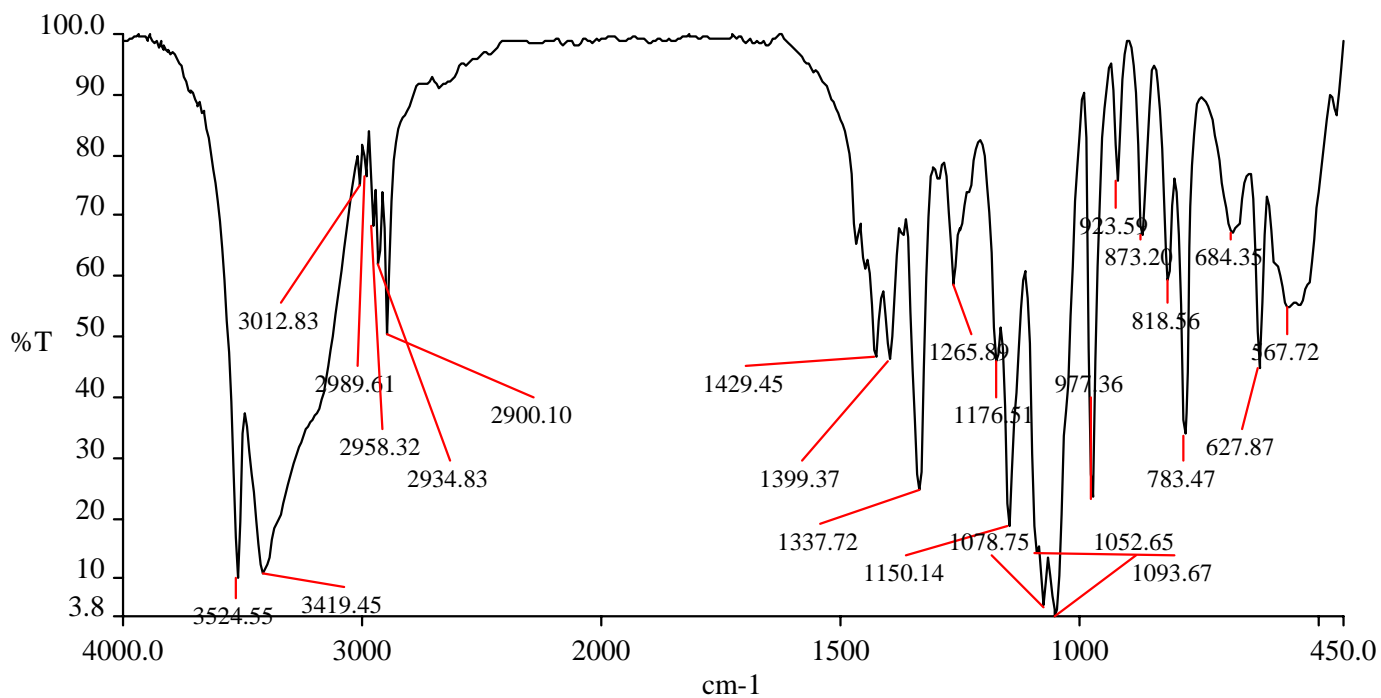
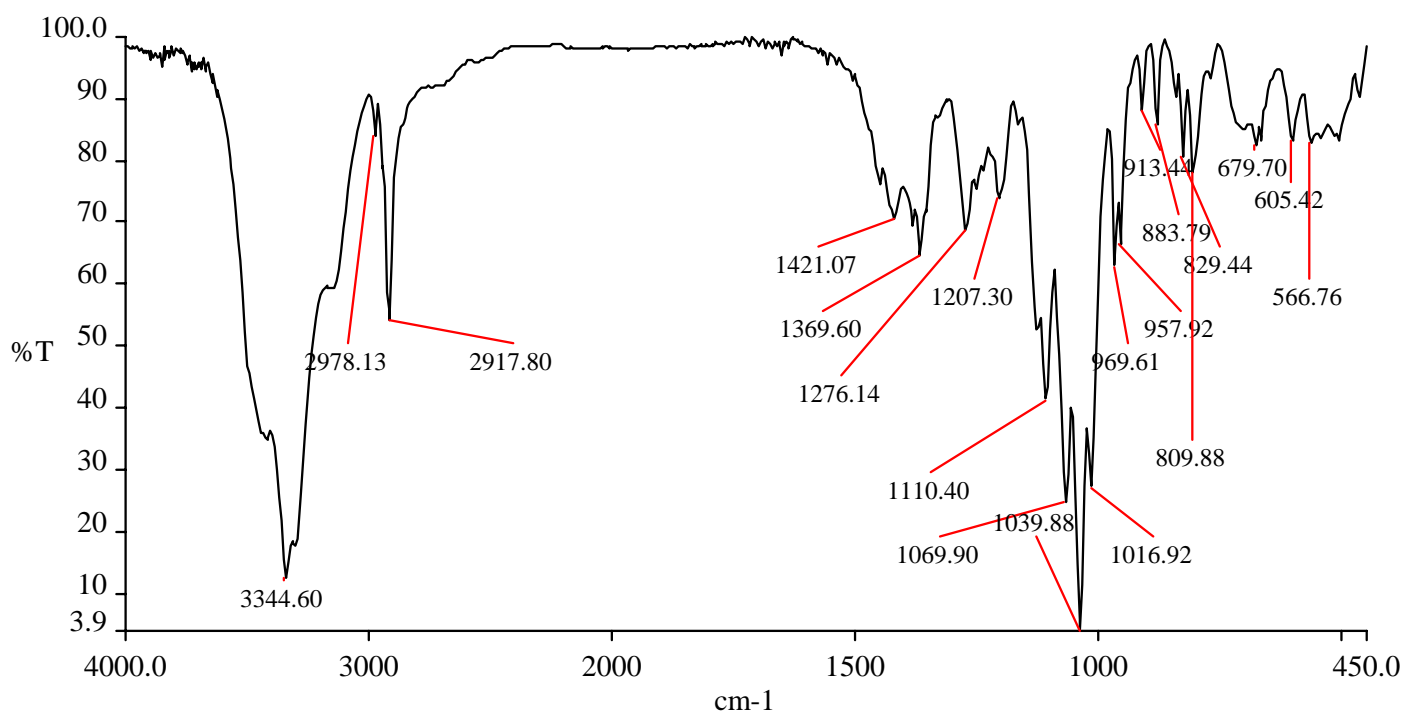
VII. CUESTIONARIO

- 1) ¿Por qué se considera reductor a un azúcar?
- 2) ¿En que consisten las pruebas que nos permiten saber si un azúcar es reductor?
- 3) Escriba la reacción de cada una de las pruebas efectuadas en la práctica.
- 4) ¿Se puede desechar libremente en el drenaje los efluentes líquidos obtenidos en cada prueba? Diga que tratamiento se les deberá dar en cada caso para desecharlos al drenaje.
- 5) ¿Porqué no se debe tirar las sales de plata al drenaje?
- 6) Asigne las bandas principales presentes en los espectros de I.R. a los grupos funcionales de reactivos y productos

ESPECTROS DE I.R.

A) GLUCOSA



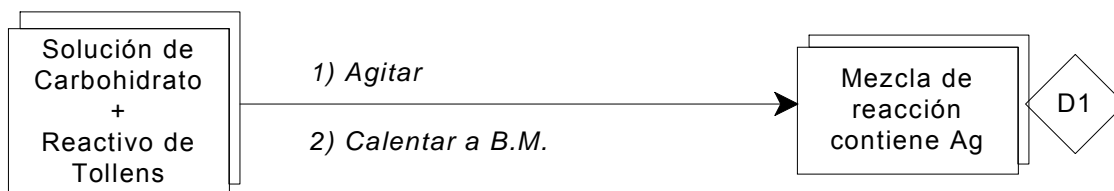
B) FRUCTOSA**C) MANOSA**

VIII. BIBLIOGRAFÍA

- a) Moore, J.A. y Dalrymple D.L.
Experimental Methods in Organic
Chemistry
5^a. Edition
W.B. Saunders Co.
U.S.A. (1976)
- b) Jacobs T.L., Truce W.E. y Robertson, G.
Ross
Laboratory Practice of Organic Chemistry
5^a. Ed.
MacMilla Pub. Co. Inc.
U.S.A. (1974)
- c) Hudlicky M.
Laboratory Experiments in Organic
Chemistry
3^a. Ed.
Avery Publishing Group Inc.
U.S.A. (1985)
- d) Daniels, Rush, Baver
J. Chem. Ed. 1960, 37, 203.
- e) Streitwieser, A., Heathcock, H.C.
Introduction to Organic Chemistry
Macmillan Pub. Co. Inc.
U.S.A. (1976)
- f) Domínguez, Xorge A.
Métodos de Investigación Fitoquímica
Editorial Limusa
México, (1973)
- g) Lehman, J.W.
Operational Organic Chemistry
3^{er} edition
Prentice Hall
New Jersey USA (1999).
- h) Mohring, J.R., Hammond, C.N.,
Morris, T.C., Neckers, D.C.
Experimental Organic Chemistry
W.H. Freeman and Company
New York, USA (1997).

Reacciones de Carbohidratos

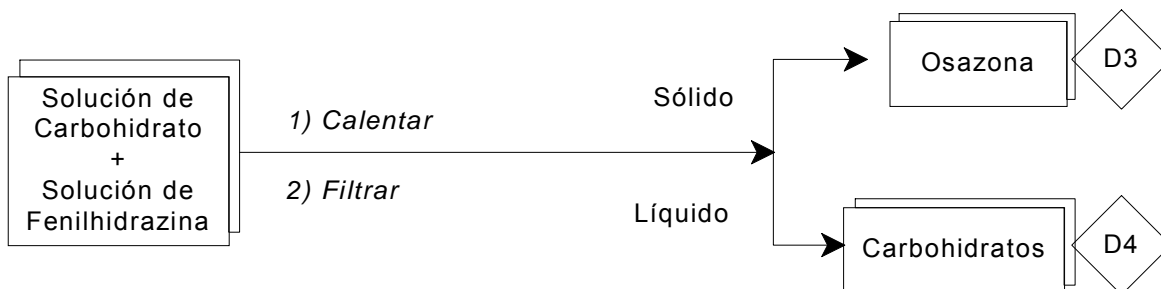
PRUEBA DE TOLLENS



Prueba de Fehling y de Benedict



Formación de Osazonas



D1: Agregar HNO₃ diluido y guardarse, para su posterior recuperación.

D2: El Cu₂O deberá guardarse para enviar a confinamiento controlado; o para inducir precipitados de Cu₂O.

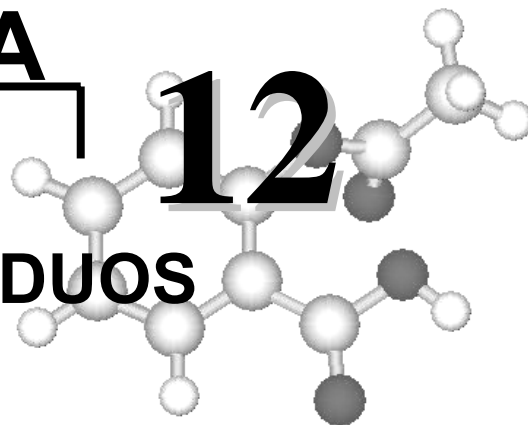
D3: Debera guardarse para su incineración.

D4: Si la solución es incolora, checar pH y desechar por el drenaje con agua en abundancia.

PRÁCTICA

12

TRATAMIENTO DE RESIDUOS



I.- OBJETIVOS

- a) Concientizar a los alumnos de la importancia del adecuado tratamiento de residuos.
- b) Conocer las técnicas utilizadas para el tratamiento de los residuos generados durante las prácticas efectuadas durante el curso.
- c) Fomentar el control de contaminantes en los experimentos.

II.- MATERIAL

• Matraz Erlenmeyer 250ml	3	• Resistencia eléctrica	1
• Vasos de precipitados 250 ml	2	• Pinzas de 3 dedos con nuez	2
• Probeta graduada 25 ml	1	• Matraz de pera de una boca de 50 ml de capacidad	1
• Embudo de filtración rápida	1	• Refrigerante c/manguera	1
• Matraz Kitazato de 250 ml c/manguera	1	• "T" de destilación	1
• Espátula	1	• Termómetro de -10 a 400°C	1
• Agitador	1	• Embudo Büchner con alargadera	1
• Porta-termómetro	1	• Vidrio de reloj	1
• Colector	1		

III.- SUSTANCIAS

• NaOH	2 g	• H ₂ SO ₄	3 ml
• HCl	3 ml	• Bisulfito de Sodio	3 g
• Carbón Activado	5g		

IV.- INFORMACIÓN

- a) La recuperación de productos y subproductos en la Industria Química es cada vez más importante para controlar la contaminación.
- b) El análisis cuidadoso del diagrama de flujo de la reacción estudiada, nos permite detectar cuales son los productos, los subproductos y las posibles corrientes con contaminantes para decidir sobre su mejor tratamiento y control.
- c) El tratamiento de corrientes acuosas con sustancias inorgánicas no tóxicas se lleva a cabo por neutralización ácida o básica, según se requiera.
- d) Las sustancias tóxicas requerirán un tratamiento específico para su desecho y disposición, tales como; cianuros, cromatos, hidrazinas, metales pesados, etc.
- e) El tratamiento de los residuos orgánicos se lleva cabo por purificación para su posterior reutilización, o por incineración, en el caso que no se puedan recuperar.

V.- PROCEDIMIENTO

A cada alumno se le entregará una alícuota de alguno de los residuos obtenidos durante las prácticas efectuadas. El tratamiento está indicado en los diagramas correspondientes a cada práctica. De acuerdo al tratamiento propuesto se diseñará el material a utilizar.

VI.- ANTECEDENTES

1. - Métodos generales para el tratamiento de residuos tóxicos
2. - Uso de carbón activado para el tratamiento de efluentes.

3. - Incineración de compuestos orgánicos.

4. - Incineración de organoclorados.

VII CUESTIONARIO

1. -¿Qué sustancias contenía el residuo tratado?
2. - Escriba las reacciones químicas involucradas en el tratamiento.
3. - ¿Se realizó alguna modificación al tratamiento propuesto?
4. - Comente la importancia del control de residuos y el nuevo enfoque del Laboratorio de Química Orgánica.

VIII. BIBLIOGRAFÍA

- a) Dreisbach R. H., Robertson, W.O.
The Merck Index
Merck & Co. Inc.
New Jersey USA (1976).
- b) Manual de Toxicología Clínica
Ed. El Manual Moderno S.A. de C.V.
México (1988).
- c) Pruden, Practices for Disposal of Chemicals from Laboratory
National Academy Press
Washington D.C. USA (1983).
- d) Porteous Andrew
Hazardous Waste. Management Handbook
Ed. Butterworth & Co.
Great Britain 1985
- e) Shriner- Fuson-Curtin
Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos
Ed. Limusa

México (1982).

f) Muir, G.P.
Hazards in the Chemical Laboratory
Second Edition
Ed. The Chemical Society
Great Britain (1977).

g) Aldrich Catalog Handbook of Fine Chemicals
Aldrich Chemical Co.
Wisconsin USA

h) Feigl F., Anger V.
Pruebas a la gota en Análisis Orgánico
Ed. El Manual Moderno S.A.
México (1978).

i) Wahl G.H.
Reduction of Hazardous Waste
Department of Chemistry
North Carolina State University, USA

PRÁCTICA

13

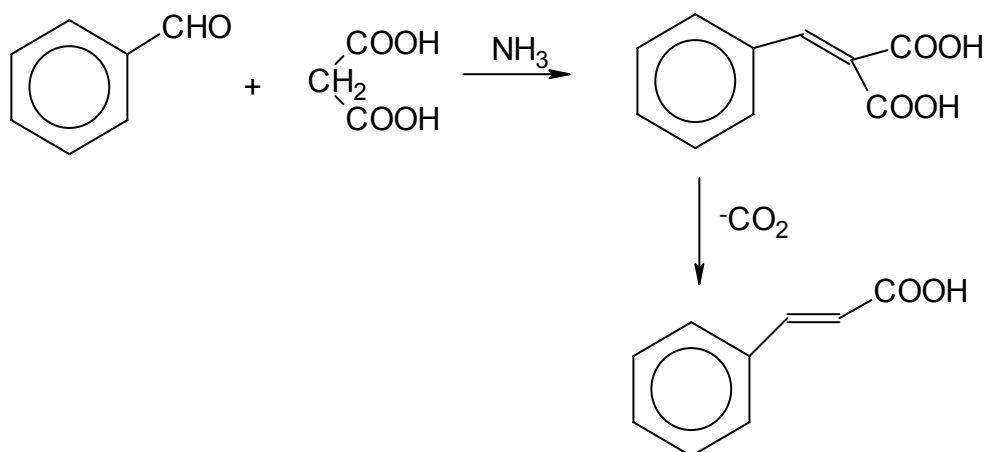
REACCIÓN DE KNOEVENAGEL

OBTENCIÓN DEL ÁCIDO CINAMICO

I. OBJETIVO

Obtener un ácido carboxílico α,β -insaturado mediante una reacción de condensación.

II. REACCIÓN



V= 2.5 ml
 ρ = 1.044 g/ml
 m= 2.61 g
 PM= 106.12 g/mol
 n= 0.024 mol
 p. eb.= 178-179 °C

m= 2.5 g
 PM= 104.06 g/mol
 n= 0.024 mol
 p. f.= 135-137 °C

m= 3.558 g
 PM= 148.16 g/mol
 n= 0.024 mol
 p. f.= 133-134 °C

III. MATERIAL

- | | | | |
|----------------------------------|---|-------------------------------|---|
| • Matraz pera de 1 boca de 50 ml | 1 | • Anillo metálico | 1 |
| • Probeta graduada de 25 ml | 1 | • Pinza de 3 dedos c/nuez | 2 |
| • Agitador de vidrio | 1 | • Vaso de precipitados 250 ml | 1 |

• Espátula	1	• Embudo Büchner c/alargadera	1
• Refrigerante p/agua c/manguera	1	• Matraz Kitazato 250 ml c/manguera	1
• Matraz Erlenmeyer 125 ml	1	• Matraz Erlenmeyer 50 ml	1
• Vidrio de reloj	1	• Embudo de filtración rápida	1
• Colector	1	• T de destilación	1
• Mechero c/manguera	1	• Tela de alambre	1

IV. SUSTANCIAS

• Ácido masónico	2.5 g	• Ácido clorhídrico 1:1	6 ml
• Sol de NH ₄ OH en EtOH al 8%	10 ml	• Benzaldehído	2.5 ml

V. INFORMACIÓN

Los compuestos con metilenos activos producen reacciones de condensación con aldehídos y cetonas que se conocen como condensaciones de Knoevenagel. Estas condensaciones son catalizadas por bases muy débiles. La reacción produce compuestos α,β -insaturados.

VI. PROCEDIMIENTO

Coloque en el matraz pera de una boca de 50 ml, 2.5 g de ácido malónico, 10 ml de solución de hidróxido de amonio en etanol al 8%. Agregue 2.5 ml de benzaldehído y ponga el refrigerante en posición de reflujo, (*Nota 1*). Caliente la mezcla mediante un baño de aire hasta la obtención de una solución clara. Elimine el etanol por destilación (*Nota 2*), quite el sistema de destilación y continúe el calentamiento a 130-150°C hasta que cese la producción de dióxido de carbono. Enfrié la mezcla a temperatura ambiente, transfiera el residuo a un vaso de precipitados usando tres porciones de 25 ml de agua caliente (*Nota 3*). Filtre en caliente y acidule el filtrado con HCl 1:1 hasta pH 2. Enfríe en baño de hielo, agite fuertemente para que cristalice el ácido (*Nota 4*). Filtre, lave con agua helada y recristalice de agua caliente (*Nota 5*). Pese, calcule rendimiento y determine punto de fusión.

NOTAS

- 1) Aproximadamente por 10 min.
- 2) Debe de destilar unos 8.5 ml de etanol
- 3) Si no se disuelve completamente calentar con flama pequeña
- 4) Si al enfriar no cristaliza, debe agregarse mayor cantidad de HCl.
- 5) Para la recristalización se requiere un volumen considerable de agua.

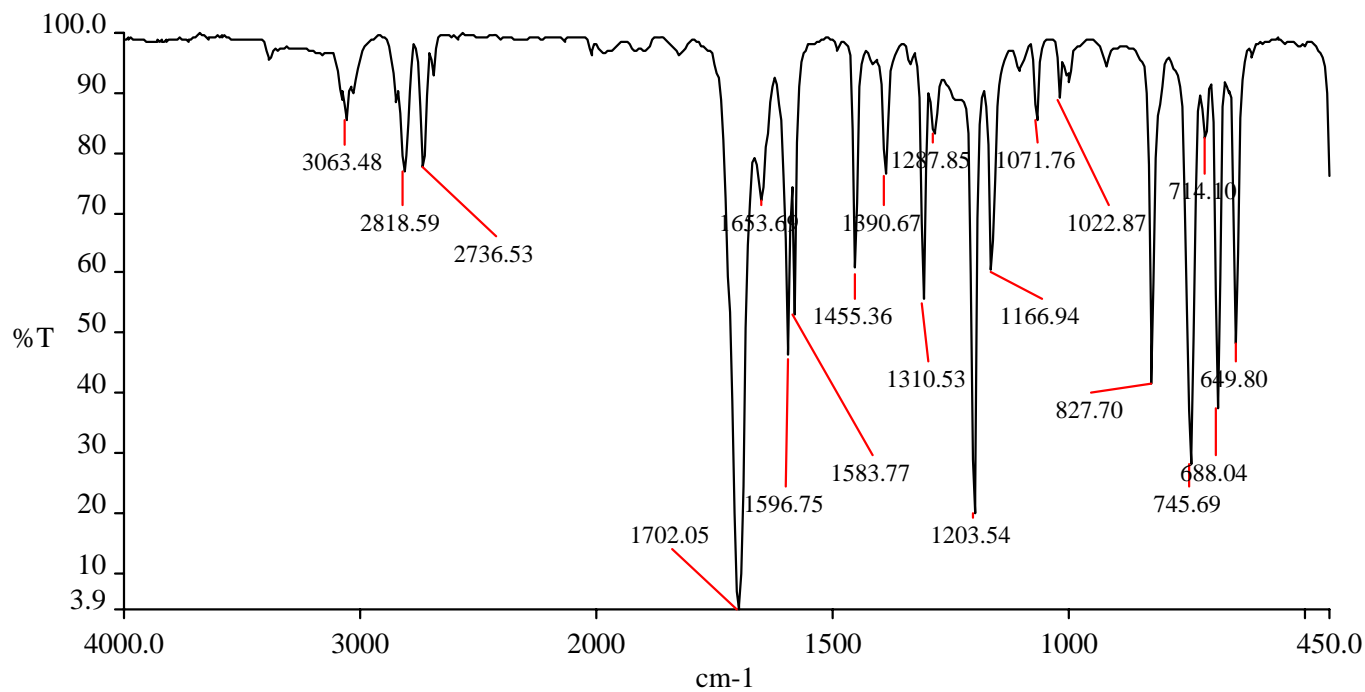
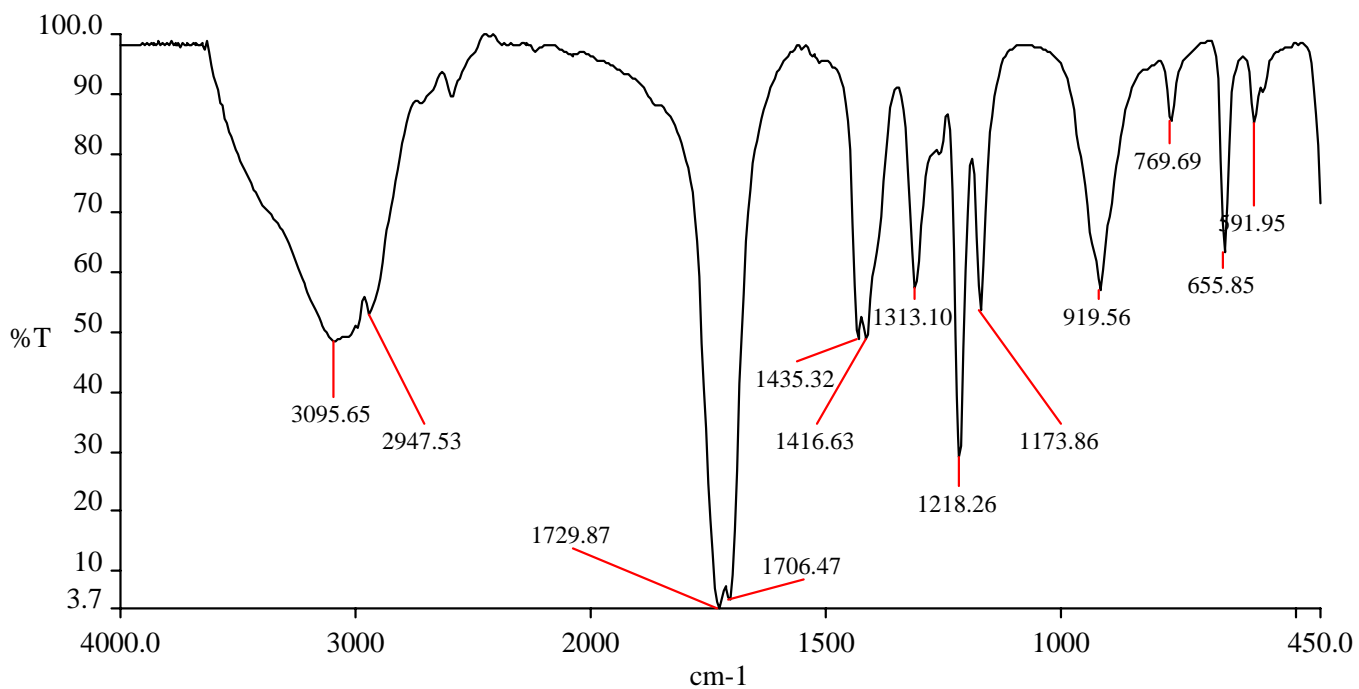
VII. ANTECEDENTES

- a) Diferentes tipos de bases utilizadas en estas reacciones de condensación.
- b) Otras reacciones de condensación de aldehídos aromáticos.
- c) Ventajas y desventajas del uso de la piridina y la piperidina.
- d) Propiedades físicas químicas y toxicidad de reactivos y productos.

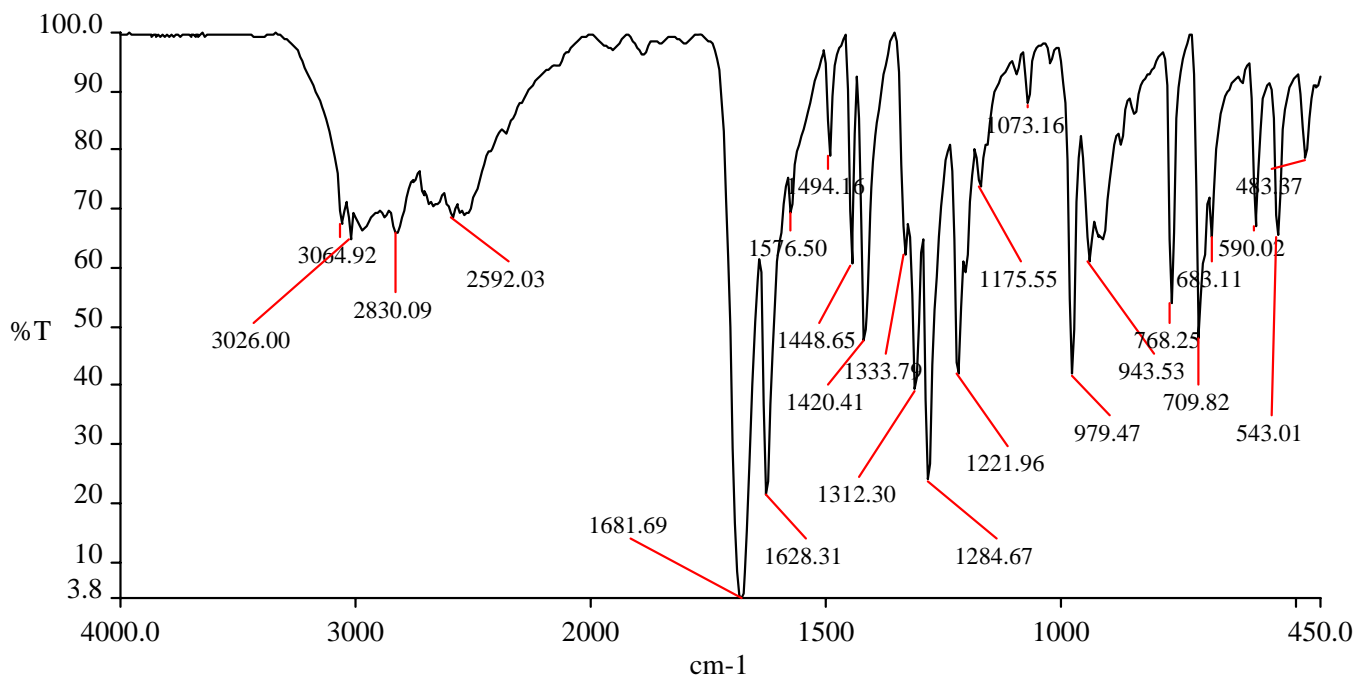
VIII. CUESTIONARIO

- 1) Explique por que se efectúan este tipo de condensaciones.
- 2) ¿Por que se usa el hidróxido de amonio?
- 3) ¿Para qué debe agregar ácido clorhídrico hasta pH ácido?
- 4) Asigne a los grupos funcionales presentes en reactivos y productos las bandas correspondientes en los espectros de I.R

Espectros de I.R.

a) Benzaldehído**b) Ácido malónico**

c) Ácido cinámico



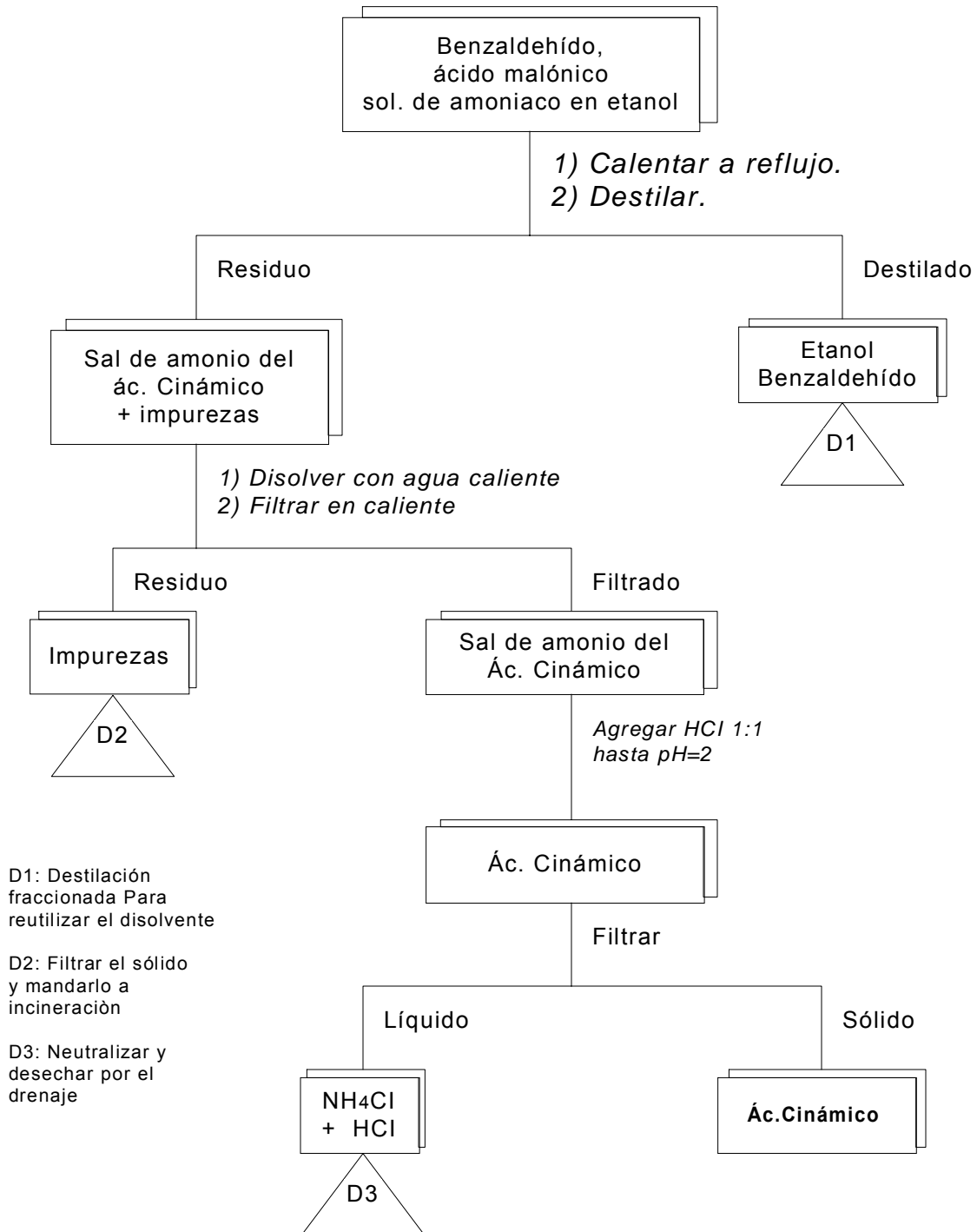
IX. BIBLIOGRAFÍA

- 1) R.J. Cremlyn y R.H. Still.
Named and Miscellaneous Reactions in Practical Organic Chemistry
John Wiley and Sons, Inc., New York (1967).
- 2) J.A. Moore y D.L. Dalrymple
Experimental Methods in Organic Chemistry
2^a. Ed.
W.B. Saunders Co.
Philadelphia (1976).
- 3) R.T. Morrison y R.N. Boyd
Organic Chemistry
2nd. Ed.
Fondo Educativo Interamericano S.A.
México (1985).
- 4) Lehman, J.W.
Operational Organic Chemistry
3^{er} edition

Prentice Hall
New Jersey USA (1999).

- 5) Mohring, J.R., Hammond, C.N., Morril, T.C., Neckers, D.C.
Experimental Organic Chemistry
W.H. Freeman and Company
New York USA ((1997).

Obtención del ácido cinámico



PREPARACIÓN DE REACTIVOS

Solución saturada de Cloruro de Sodio.

Disolver 26 g. de cloruro de sodio en 100 ml de agua destilada.

Solución de carbonato de sodio al 15 %

Pesar 150 g de carbonato de sodio en un matraz y aforar a un litro con agua destilada.

Solución saturada de bicarbonato de sodio

A 1 litro de agua adicionar 85 g de bicarbonato de sodio.

Solución de bicarbonato de sodio al 5%

Pesar 50 g de bicarbonato de sodio en un matraz y aforar con agua destilada a 1 litro.

Solución de hidróxido de sodio al 33%

A 750 ml de agua destilada adicionar en porciones 330 g de hidróxido de sodio en lentejas (¡PRECAUCIÓN!, la disolución es exotérmica). Aforar a 1 litro.

Solución de hidróxido de sodio al 10 %

A 750 ml de agua destilada adicionar en porciones 100 g de hidróxido de sodio en lentejas (¡PRECAUCIÓN!, la disolución es exotérmica). Aforar a 1 litro.

Solución de hidróxido de sodio al 5%

A 750 ml de agua destilada adicionar en porciones 50 g de hidróxido de sodio en lentejas (¡PRECAUCION!, la disolución es exotérmica). Aforar a 1 litro.

Solución de KMnO_4 al 0.2%

A 1 litro de agua destilada adicionar 2 g de permanganato de potasio.

Solución de bromo en tetracloruro de carbono.

Disolver 2 g de bromo en 100 ml de tetracloruro de carbono. (¡PRECAUCIÓN!, el bromo produce graves quemaduras).

Solución de Yodo/yoduro de potasio.

Adicionar 200 g de yoduro de potasio y 100 g de yodo a 800 ml de agua destilada, agitar hasta solubilizar los reactivos.

Solución de nitrato de plata al 5%

Pesar 5 g de nitrato de plata y aforarlo a 100 ml con agua destilada.

Hidróxido de amonio al 5%

Adicionar 150 ml de hidróxido de amonio concentrado en un matraz aforado y aforar con agua destilada a 1 litro.

Hidróxido de amonio al 8% en etanol

Adicionar 240 ml de hidróxido de amonio concentrado en un matraz aforado y aforar con etanol a 1 litro.

Ácido clorhídrico 1:1

Adicionar 500 ml de ácido clorhídrico concentrado a un matraz aforado y aforar con agua destilada a 1 litro.

Preparación del reactivo de 2,4-dinitrofenilhidrazina.

En un matraz de 50 ml se colocan 0.4 g de 2,4-dinitrofenilhidrazina, 2 ml de ácido sulfúrico concentrado y gota a gota con precaución, 3 ml de agua hasta disolución. A esta solución se agregan 12 ml de etanol, agitando cuidadosamente hasta homogeneización.

Preparación de ácido crómico

Disolver 1 g de anhídrido crómico (trióxido de cromo) en 1 ml de ácido sulfúrico concentrado, diluir con 3 ml de agua. (El reactivo debe prepararse el mismo día de la práctica. **¡PRECAUCION!** reacción exotérmica, puede haber proyecciones).

Preparación del reactivo Fehling

Sol. A. Solución al 3% de sulfato cúprico cristalizado.

Pesar en un matraz aforado 30 g de sulfato cúprico y aforar a 1 litro con agua destilada.

Sol. B. Solución al 15% de sal de Rochelle (Tartrato de sodio y potasio) en solución acuosa al 5% de NaOH.
Preparar un litro de hidróxido de sodio al 5%, y agregarle 150 g de tartrato de sodio y potasio

Preparación del reactivo de Benedict.

Disolver 100 g de Na_2CO_3 , 175 g de citrato de sodio, 17.3 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en un litro de agua destilada.

Preparación del reactivo de fenilhidrazina.

Opción 1. Mezcle 55 ml de fenilhidrazina, 55 ml de ácido acético glacial y 500 ml de agua. Si la solución no es clara, filtre con carbón activado.

Opción 2. Mezcle 2 g de clorhidrato de fenilhidrazina, 3 g de acetato de sodio y 15 ml de agua destilada. Filtre con la ayuda de carbón activado.

Nota: El reactivo deberá prepararse en el momento del experimento por cualquiera de los dos métodos arriba señalados. No usar más de la cantidad indicada en el procedimiento, la cual para la opción 1, deberá ajustarse al número de alumnos del grupo.

BIBLIOGRAFÍA

QUÍMICA ORGÁNICA TEÓRICA

Allinger, N.L. et al.
Química Orgánica
Editorial Reverté S.A.
España (1975)

Brown W. H.
Introduction to Organic Chemistry
Saunders College Publishing
USA (1997).

Fessenden , R.,J. y Fessenden, J.S.
Química Orgánica
Grupo Editorial Iberoamérica
Wadsworth Internacional
Iberoamérica (1983)

Fox, M.A., Whitesell, J. K.
Core Organic Chemistry
Jones and Bartlett Publishers
<http://www.jhpub.com>
MA (USA) 1997.

Groutas W.C.
Organic Reaction Mechanisms
John Willey & Sons, Inc.
NY (USA) 2000.

Mc.Murry J.
Química Orgánica, quinta edición
Thomson Editores
México 2000

Morrison, R.T. y Boyd, R.N.
Química Orgánica
2ª edición
Fondo Educativo Interamericano S.A.
México (1985).

Neckers, D.C y Doyle, M.P.

Química Orgánica
Vol 1 y 2
Compañía Editorial Continental S.A. de C.V.
México (1985)

Pine, S.H., Hendrickson, J.B., Cram, D.J., Hammond, G. S.
Química Orgánica
4° Ed. (2° en español)
McGraw-Hill
México (1988).

Roberts, J.D. and Caserio, M.C.
Modern Organic Chemistry
W.A. Benjamin, Inc
New York (1967).

Solomons, T.W. Grhaham.
Química Orgánica
Editorial Limusa
México (1979),

Streitwieser, A. Jr. y Heathcock, C.H.
Química Orgánica
Interamericana
México (1979).

Wade, L. G.
Química Orgánica, Segunda Edición
Prentice may
México 1993.

QUÍMICA ORGÁNICA EXPERIMENTAL

Ault A.
Techniques and Experiments for Organic Chemistry
Third Edition
Allyn and Bacon, Inc.
Boston (1979).

Cremlyn, R.J.W. and Still R.H.
Named and Miscellaneous Reactions in Practical Organic Chemistry
Heinemann Educational Books Lt.
London (1967).

Fessenden, R. J. y Fessenden, J.S.
Techniques and Experiments for Organic Chemistry.

Willard Grant Press
Boston (1983)

Merck & Co., Inc.
The Merck Index
Ninth Edition.
Rahway, N.J. USA (1980)

Lehman, J.W.
Operational Organic Chemistry
3rd edition
Prentice Hall
New Jersey (USA) 1999.

Mohring, J.R., Hammond, C.N., Morril, T.C., Neckers, D.C.
Experimental Organic Chemistry
W.H. Freeman and Company
New York (USA) 1997.

Pasto, D.J. and Johnson, C.R.
Organic Structure Determination
Prentice-Hall Inc.
USA (1969)

Pavia, D., Lampman, G.M. y Kriz G. S. Jr.
Introduction to Organic Laboratory Techniques.
3rd Edition
W.B. Saunders Co.
Philadelphia USA (1988)

Shriner, R.L., Fuson, R.C., Curtin, D. Y.
Identificación Sistemática de Compuestos Orgánicos
Editorial Limusa
México (1974).

Vogel, A.I.
A textbook of Practical Organic Chemistry.
5^a. Edición, Longmans Scientific and Technical, NY, (1989).

REGLAMENTO INTERNO DE HIGIENE Y SEGURIDAD PARA LABORATORIOS DE LA SECCIÓN DE QUÍMICA ORGÁNICA

ART. 1 El presente Reglamento es complementario del Reglamento de Higiene y Seguridad, para laboratorios de la Facultad de Química de la UNAM, aprobado por el H. Consejo Técnico el 28 de abril de 1994.

Es aplicable en todos aquellos lugares de la sección de Química Orgánica de la Facultad de Química, en donde se realice trabajo experimental, sea de docencia o de investigación:

Estos sitios, para efectos del presente Reglamento, serán denominados laboratorios. Se considerarán también como áreas de laboratorio aquellos anexos donde se lleven a cabo experimentos.

Su observancia es obligatoria para el personal académico, alumnos y trabajadores administrativos, y no excluye otra reglamentación que resulte aplicable.

ART 2 Los laboratorios deberán estar acondicionados, como mínimo, con lo siguiente:

- a) Un control maestro para energía eléctrica.
- b) Un botiquín de primeros auxilios.
- c) Extintores.
- d) Un sistema de ventilación adecuado.
- e) Agua corriente.
- f) Drenaje.
- g) Un control maestro para suministro de gas.
- h) Señalamientos de protección civil. Manta contra incendios.
- j) Guantes de neopreno.
- k) Mascarillas de seguridad.

ART. 3 Todas las actividades que se realicen en los laboratorios deberán estar supervisadas por un responsable. Los responsables nombrados en la Sección de Química Orgánica son:

- a) Responsable: Q. Ma. Reina Gómez Gómez
- b) Corresponsable: Q. F. B. Ma. Antonieta Rodríguez Argüello.
- c) Responsable por grupo: Profesores del área de Química Orgánica que se encuentren realizando trabajo Experimental en el que participen alumnos.

ART. 4 Al realizar actividades experimentales, nunca deberá estar una persona sola en los laboratorios. El mínimo de personas deberá ser, invariablemente de dos. En el caso de que uno de ellos sea alumno, deberá haber siempre un profesor como segunda persona.

- a) Profesor - profesor

- b) Profesor - alumno
- c) Profesor - laboratorista

ART. 5 El equipo de protección personal que será usado en los laboratorios y anexos de laboratorio donde se lleven a cabo trabajos de experimentación será:

ALUMNOS

- 1) Bata de algodón 100%
- 2) Lentes de seguridad (durante el tiempo que dure el experimento). En caso de lentes graduados, solicitar a los alumnos que sean de vidrio endurecidos e inastillables, y uso de protectores laterales.
- 3) El pelo recogido (en las prácticas en que se utilice mechero).
- 4) Guantes en caso de que el experimento lo exija a criterio del profesor.
- 5) Toalla o lienzo de algodón.
- 6) Gafete de laboratorio (El color dependerá del curso de Química Orgánica que se lleve).

PROFESORES

- 1) Bata de algodón 100%
- 2) Lentes de seguridad (durante el tiempo que dure el experimento). En caso de lentes graduados, deberán ser de vidrio endurecido e inastillables, y uso de protectores laterales.
- 3) El pelo recogido (en las prácticas en que se utilice mechero).

LABORATORISTAS

- 1) Bata de algodón 100%
- 2) Lentes de seguridad (durante el tiempo que estén en contacto con los reactivos). En caso de lentes graduados, deberán ser de vidrio endurecido e inastillables, y uso de protectores laterales.
- 3) Guantes, cuando se encuentre en contacto con los reactivos.

Ninguna persona podrá permanecer en el laboratorio si le falta alguno de los implementos antes descritos y no se admitirá a nadie que llegue extraoficialmente de visita.

ART. 6 En los laboratorios y anexos en donde se realicen experimentos, queda prohibido fumar, consumir alimentos o bebidas, el uso de lentes de contacto y el uso de zapatos abiertos (tipo guarache).

- ART. 7 Todas las sustancias, equipos, materiales, etc., deberán ser manejados con el máximo cuidado, atendiendo a las indicaciones de los manuales de uso o de los manuales de seguridad, según sea el caso.
- ART. 8 Las puertas de acceso y salidas de emergencia deberán estar siempre libres de obstáculos, accesibles y en posibilidad de ser utilizadas ante cualquier eventualidad. El responsable del área deberá verificar esto al menos una vez cada semana.
- ART. 9 Las regaderas deberán contar con el drenaje correspondiente, funcionar correctamente, estar lo más alejadas que sea posible de instalaciones o controles eléctricos y libres de todo obstáculo que impida su correcto uso. El responsable del área deberá verificar esto, al menos una vez cada semana.
- ART. 10 Los controles maestros de energía eléctrica y suministros de gas, agua y vacío, para cada laboratorio, deberán estar señalados adecuadamente, de manera tal que sean identificados fácilmente.
- ART. 11 En cada laboratorio, deberá existir al alcance de todas las personas que en él trabajen, un botiquín de primeros auxilios. El responsable del área deberá verificar, al menos una vez cada semana, el contenido del botiquín, para proceder a reponer los faltantes y o enriquecerlos a criterio de los jefes de laboratorio.
- ART. 12 Los extintores de incendio deberán ser de CO₂, o de polvo químico seco, según lo determine la subcomisión mixta de higiene y seguridad y/o el departamento de bomberos de la Universidad; deberán revisarse como mínimo una vez al semestre, y deberán recargarse cuando sea necesario, de conformidad con los resultados de la revisión o por haber sido utilizados. Durante el tiempo que el extintor esté vacío, deberá ser removido de su lugar para evitar confusiones en caso de necesitarlo. El responsable del área deberá hacer la solicitud correspondiente para que se cumpla con lo establecido en este artículo.
- ART. 13 Los sistemas de extracción de gases y campana deberán mantenerse siempre sin obstáculos que impidan cumplir con su función. Asimismo deberán ser accionados al inicio del trabajo experimental, para verificar su buen funcionamiento; en caso contrario, los responsables de cada área deberán avisar a la coordinación de mantenimiento y servicios técnicos, para que efectúen el mantenimiento preventivo o correctivo que se requiera.
- ART. 14 Los sistemas de suministro de agua corriente y drenaje deberán verificarse a fin de que estén en buen estado; en caso contrario, los responsables de cada área darán aviso a la coordinación de mantenimiento y servicios técnicos para recibir el mantenimiento preventivo o correctivo que se requiera.
- ART. 15 Los lugares en que se almacenen reactivos, disolventes, equipos, materiales, medios de cultivo y todo aquello relacionado o necesario para que el trabajo en los laboratorios se lleve a cabo, estarán sujetos a este Reglamento en su totalidad. En los anexos utilizados para guardar cosas personales de los profesores, sólo estará prohibido fumar.

ART. 16 Queda prohibido arrojar desechos de sustancias al drenaje o por cualquier otro medio, sin autorización del responsable del área correspondiente. Los manuales de prácticas correspondientes deberán incluir la forma correcta de desechar los residuos.

ART. 17 Para transferir líquidos con pipetas, deberá utilizarse la llenadora correspondiente. Queda prohibido pipetear con la boca.

ART. 18 Al finalizar las actividades en el laboratorio, el responsable del área, Profesor o Laboratorista (el último en salir del laboratorio), deberán verificar que queden cerradas las llaves de gas, agua, vacío, tanques de gases y aire. Según sea el caso, apagadas las bombas de vacío, circuitos eléctricos, luces, etc. En caso de requerir que algún equipo trabaje de manera continua, deberá dejarse en el interior y en el exterior del laboratorio correspondiente, en forma claramente visible y legible, la información acerca del tipo de reacción o proceso en desarrollo, las posibles fuentes de problema, la manera de controlar los eventuales accidentes y la forma de localizar al responsable del equipo.

ART. 19 Cuando se trabaje con sustancias tóxicas, deberá identificarse plenamente el área correspondiente. Nunca deberán tomarse frascos por la tapa o el asa lateral, siempre deberán tomarse con ambas manos, una en la base y la otra en la parte media. Además se deberá trabajar en el área con sistema de extracción y equipo de protección personal (según el manual correspondiente).

ART. 20 En cada laboratorio deberá existir, de manera clara, visible y legible, la información acerca de los teléfonos de emergencia a los cuales llamar en caso de requerido. Éstos son:

CENTRAL DE EMERGENCIAS	55
URGENCIAS MEDICAS	56-220202
SERVICIOS MÉDICOS	56-220140
INFORMACIÓN	56-220142
ANTIRRÁBICO	56-225864
	56-225865
	56-225866
	55-500731
BOMBEROS	56-1616500
	56-220565
	56-220566
PROTECCIÓN A LA COMUNIDAD	56-223703

Para activar el Servicio Médico de Urgencias:

- Identifíquese, proporcionando su nombre y puesto.
- Ubicación: Dé el mayor número de referencias posibles y las vías de acceso.
- Mecanismo de lesión.
- Número de lesionados.
- Apoyo. Especifique si requiere apoyo adicional de Vigilancia o Bomberos.

ART. 21 Todas aquellas situaciones que no estén específicamente señaladas en el presente Reglamento, deberán ser resueltas por la Dirección de la Facultad, con la opinión de la Coordinación de Seguridad, Prevención de Riesgos y Protección Civil de la misma.

ART. 22 El cumplimiento del presente Reglamento estará supervisado por los responsables de seguridad de las áreas correspondientes. el Jefe de Departamento y la Coordinación de Seguridad Prevención de Riesgos y Protección Civil.

ART.23 Cualquier alteración a las condiciones de seguridad o en el cumplimiento del presente reglamento deberá ser informado al responsable correspondiente.

ART.24 Las personas a quienes se sorprenda haciendo mal uso de equipos, materiales, instalaciones, etc., propias de los laboratorios. de todo aquello mencionado en el artículo 3 del presente Reglamento o de las señalizaciones instaladas para protección civil, serán sancionadas conforme a la Legislación Universitaria, según la gravedad de la falta cometida.

ART.25 En el caso de los alumnos, las sanciones aplicables serán las que decida el H. Consejo Técnico, conforme a las disposiciones de la Legislación Universitaria.

Este Reglamento será dado a conocer a todos los alumnos al inicio del semestre lectivo y una vez recabada su firma de enterado, estará en un lugar visible en cada laboratorio'.

ARTICULO TRANSITORIO ÚNICO

El presente Reglamento entrará en vigor al día siguiente de su aprobación por el H. Consejo Técnico de la Facultad.

REGLAMENTO PARA LOS ESTUDIANTES DE LOS CURSOS EXPERIMENTALES EN QUÍMICA ORGÁNICA

Para realizar en el laboratorio los experimentos de Química Orgánica, **los alumnos deberán observar las indicaciones siguientes:**

1.- ASISTENCIA

Asistir a la sesión íntegra del laboratorio que le corresponda, **con puntualidad o con una tolerancia de 15 minutos**, según sea el horario al cual se haya inscrito. **Después de estos 15 minutos no se le dará material.**

2.- SEGURIDAD E HIGIENE.

Conocer y observar en forma obligatoria el "REGLAMENTO DE HIGIENE Y SEGURIDAD PARA LOS LABORATORIOS DE LA SECCIÓN DE QUÍMICA ORGÁNICA (Firma de enterado).

Es necesario **entregar la fotocopia de la tira de materias y credencial** al maestro de laboratorio. **El trabajo de laboratorio quedará suspendido** en caso de que no se presente el profesor (15 minutos de tolerancia).

3.- SERVICIOS DE LABORATORIO Y MATERIAL

En **la primera semana** de clases **traer 2 fotografías** tamaño infantil **una para el gafete** y otra para **la credencial** de control de material, **ambas son obligatorias para poder trabajar** en el laboratorio.

Durante cada sesión de laboratorio, se deberá **utilizar el Manual actualizado del curso práctico de la Química Orgánica correspondiente**, junto con los y/o materiales que le hayan sido solicitados por su profesor.

La **entrega de material** se efectuará **exclusivamente**, durante la **primera media hora** del horario de entrada de cada sesión de laboratorio. **Los alumnos no podrán iniciar su trabajo práctico**, si no está presente el profesor. **De no presentarse el profesor** dentro de los **primeros 15 minutos** del horario de entrada de la sesión de laboratorio, **la práctica quedará suspendida** y el profesor responsable **deberá reponerla al final del semestre.**

Escuchar la explicación del maestro sobre el experimento correspondiente, **habiendo estudiado previamente** en la bibliografía indicada en el manual.

Solicitar al señor laboratorista el **material** para realizar el experimento, de acuerdo a la boleta de cada sesión y **REVISARLO CUIDADOSAMENTE EN SU**

PRESENCIA. Firmar de conformidad, si es el caso, **cuidando de anotar cualquier desperfecto del material.**

.Al final del experimento, **devolver el material LIMPIO** y en el mismo estado en que se recibió, y **no olvidar recoger la boleta firmada.**

4.- REPOSICIÓN DEL MATERIAL

En caso de haber roto material en forma irreparable, colocar los pedazos rotos en una bolsa adecuada y colocarla en los depósitos que para tal propósito estarán en las oficinas del departamento (**Anexos de laboratorios 2-A y 2-C**). Además **deberá llenar correctamente y firmar el vale correspondiente de adeudo de material.**

Para **reponer el material roto o extraviado**, el estudiante **deberá comprarlo de las mismas especificaciones y entregarlo, con la factura de compra**, en el ALMACÉN DE MATERIAL de la Sección de Química Orgánica (**Anexo 2A**).

Se **tendrán 15 días naturales para reponer debidamente el material de laboratorio** y si no lo cumple, no se le permitirá trabajar en el laboratorio.

Todos los **adeudos** deberán estar **pagados una semana antes del período "A"** de exámenes ordinarios, **en caso contrario, no tendrá calificación de Enseñanza Práctica, ni derecho a inscripción** en la Sría. Académica de **Asuntos Escolares para el semestre siguiente.**

EVALUACIÓN.

Entregar un informe escrito de acuerdo a las Indicaciones del profesor, sobre el trabajo experimental realizado en **cada sesión.**

El alumno deberá realizar el 100% de los experimentos (12 experimentos y aprobar el 80% (10 experimentos).

La calificación de la Enseñanza Experimental **deberá ser aprobatoria y representará el 40% de la calificación final del curso de QUÍMICA ORGÁNICA** (Teórico-práctico) de las **claves siguientes: 1335, 1345, 1435, 1445, 1535, 1635, 1645 y 1735.** Para las **claves: 1305, 1405 y 1545 representarán el 35%.**

Para **determinar si el alumno aprobó** un experimento, la calificación mínima del examen deberá ser de 2.5 y la del informe 3.5, cada una **tendrá como máximo 5 puntos.**

Actividad	Calificación Máxima	Calificación Mínima
Trabajo experimental	5.0	3.5
Exámen del experimento	5.0	2.5
Calificación Total	10	6.0

Para determinar la calificación final de la Enseñanza Experimental, se obtendrán por separado los promedios del trabajo experimental y de los exámenes. La suma de ambos promedios será la calificación final.

El experimento de reposición no supe a uno reprobado, por lo tanto el promedio se calculará sumando todas las calificaciones obtenidas y dividiendo entre el número total de experimentos.

MC José Manuel Méndez Stivalet
Jefe del Depto de Química Orgánica

INDICE

Programa teórico-práctico para la materia de Química Orgánica II.....	1
Programa del curso teórico de Química Orgánica II (1445).....	3
Medidas de seguridad en el laboratorio.....	12
Tabla de propiedades físicas de reactivos y productos.....	15
Práctica 1	
Taller de espectroscopía.....	19
Práctica 2-A	
Derivados halogenados	
Obtención de cloruro de ciclohexilo.....	45
Práctica 2-B	
Derivados halogenados	
Obtención de bromuro de <i>n</i> -butilo.....	51
Práctica 3	
Síntesis de Williamson	
Obtención de ácido fenoxiacético.....	59
Práctica 4	
Cinética química.....	67
Práctica 5	
Preparación de ciclohexeno.....	77

Práctica 6	
Oxidación de <i>n</i> -butanol a <i>n</i> -butiraldehído.....	87
Práctica 7	
Identificación de aldehídos y cetonas.....	95
Práctica 8	
Condensación de Claisen-Schmidt	
Obtención de dibenzalacetona.....	109
Práctica 9	
Transposición bencílica	
Obtención de ácido bencílico.....	117
Práctica 10-A	
Obtención de acetato de isoamilo (aceite de plátano).....	123
Práctica 10-B (PAPIME)	
Reacción de Schotten-Baumann	
Obtención de benzoato de fenilo.....	131
Práctica 11	
Reacciones de carbohidratos.....	137
Práctica 12	
Tratamiento de residuos.....	147
Práctica 13	
Reacción de Knoevenagel	
Obtención del ácido cinámico.....	151
Preparación de reactivos.....	158

Bibliografía.....	162
Reglamento Interno se Seguridad e Higiene.....	165
Reglamento de laboratorio para estudiantes.....	170