

EXPERIMENTO No. 9

FORMACIÓN DE CUMARINAS: OBTENCIÓN DE 7-HIDROXI-4-METILCUMARINA (β -METILUMBELIFERONA)

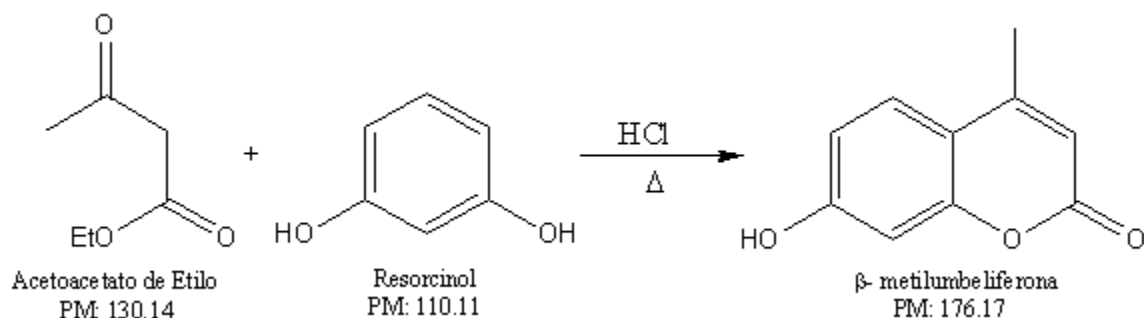
OBJETIVOS

- Efectuar la reacción de Pechmann-Duisberg con la condensación de compuestos 1,3-dicarbonílicos y fenoles en presencia de un catalizador ácido.
- Preparar β -metilumbeliferona según la reacción de Pechmann-Duisberg.
- Revisar la importancia biológica y farmacéutica de las cumarinas.

ANTECEDENTES

- Métodos generales de preparación de cumarinas.
- Mecanismo de la síntesis de Pechmann-Duisberg.
- Fundamento químico de la reacción de Pechmann-Duisberg.
- Busque el nombre y la estructura de 3 cumarinas de Interés biológico de las cumarinas.

REACCIÓN



MATERIAL

2	Matraz Erlenmeyer de 50 mL.	1	Embudo Büchner con alargadera.
1	Probeta de 25 mL.	1	refrigerante de agua c/mangueras.
1	Kitasato con manguera.	2	Pinzas de 3 dedos c/nuez.
1	Agitador magnético.	1	Barra magnética.
1	Agitador de vidrio.	1	Parilla con agitación.
1	Vidrio de reloj.	1	Recipiente de peltre.
1	Espátula de cromo/níquel.	1	Termómetro 0-100 °C.
1	Vaso pp de 150 mL.	1	Embudo para sólidos
1	Pipeta graduada de 5 mL.	1	Baño maría
1	Matraz Erlenmeyer de 125 mL.	1	Frasco para Cromatografía

REACTIVOS

2 mL	HCl conc.	12.5 mL	Etanol.
1 mL	Acetoacetato de etilo.	0.825 g	Resorcinol.

PROCEDIMIENTO

A un matraz Erlenmeyer de 125mL adicione 1 mL de acetoacetato de etilo y agregue 0.825 g (7.492mmol) de resorcinol. Enseguida adicione poco a poco los 2 mL de HCl.

Caliente la mezcla de reacción a 30 °C durante 20 minutos sin dejar de agitar y luego de este tiempo vierta la mezcla en forma de chorro fino en 25 mL de agua helada, agitando constantemente, ya que de lo contrario se forma una pasta resinosa.

Separe el sólido formado por filtración al vacío y lave con agua helada (no más de 20 mL). Recrystalice el producto por par de disolventes (etanol/agua) y seque al vacío. Determine rendimiento y punto de fusión.

CUESTIONARIO

1. ¿Qué cumarina se obtiene al utilizar resorcinol, ác. málico y H₂SO₄ concentrado?
2. ¿Podría utilizar H₂SO₄ diluido como agente condensante en esta reacción? Fundamente su respuesta.

3. ¿Podría utilizar H_2SO_4 concentrado con la finalidad planteada en la pregunta anterior? En caso de ser afirmativa su respuesta, ¿qué precauciones habría que tomar?
4. De utilizar fenol en lugar de resorcinol, ¿la reacción se vería favorecida? ¿por qué?
5. ¿Se contraponen la ecología al desarrollo de la química debido al costo que implica la recuperación o tratamiento de los desechos químicos?

BIBLIOGRAFÍA

- ACHESON, R.M., *An introduction to the Chemistry of Heterocyclic Compounds*, Ed. J. Willey & Sons, 4^a ed., UK, 1976.
- GIRAL, F. & ROJAHN, C.A., *Productos Químicos y Farmacéuticos*, Ed. Atlante, Tomo III, México, 1946.
- STREITWEISER, A.I., *A Textbook of Practical Organic Chemistry*, Ed. Longman, UK, 1978.
- <http://www.elergonomista.com/fitoterapia/cumarinas.htm>
- <http://es.wikipedia.org/wiki/cumarina>