

PRACTICA X

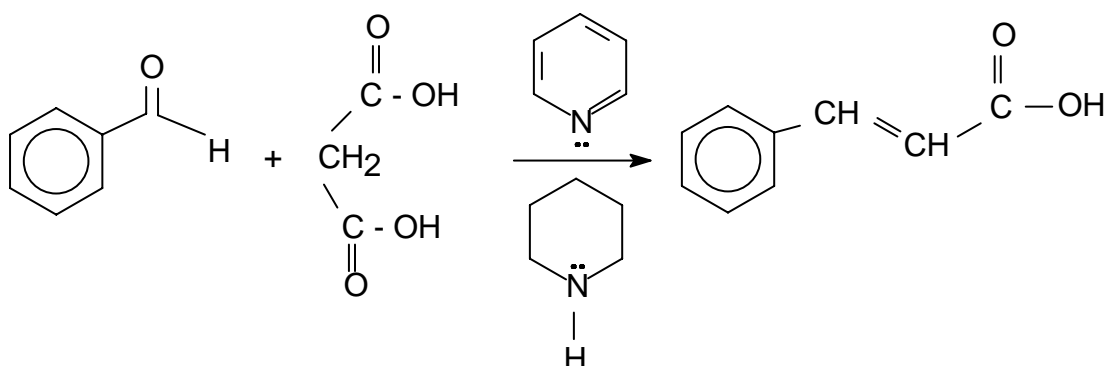
OBTENCION DE ACIDO CINAMICO

REACCION DE KNOEVENAGEL

I. OBJETIVO.

-Obtener un ácido carboxílico por condensación de un aldehído con el ácido malónico.

REACCION



II. MATERIAL

Matraz pera de una boca	1	Anillo metálico	1
Probeta de 25 ml	1	Pinza de 3 dedos con nuez	1
Agitador de vidrio	1	Vaso de pp. de 250 ml	1
Espátula	1	Buchner con alargadera	1
Refrigerante/agua c/mangueras	1	Matraz Kitasato 250 ml c/manguera	1
Matraz Erlenmeyer 125 ml	1	Matraz Erlenmeyer 50 ml	1
Mechero con manguera	1	Tela de alambre con asbesto	1

III. SUSTANCIAS

Acido malónico	1.5 g	Piridina	4 ml
Piperidina	0.5 ml	Benzaldehído	1.3 ml
Acido clorhídrico conc.	6 ml		

IV. INFORMACION

- a) Los aldehídos aromáticos sufren reacciones de condensación catalizadas por bases.
- b) Las bases utilizadas para llevar a cabo estas condensaciones

generalmente son aminas, en este caso la piridina y la piperidina.

- c) Los hidrógenos metilénicos del ácido malónico son suficientemente ácidos para ser abstraídos por aminas y por lo tanto para generar un anión estable por resonancia con los grupos carbonilos del ácido malónico.

V. PROCEDIMIENTO

Se colocan en el matraz pera de una boca, 1.5 g de ácido malónico, 4 ml de piridina y 3-4 gotas de piperidina. Se agregan 1.3 ml de benzaldehído y se coloca el refrigerante en posición de reflujo. Se calienta la mezcla a ebullición durante 60 minutos calentando con mechero de flama regular a través de una tela de alambre con asbesto. La mezcla se deja enfriar a temperatura ambiente y se vierte sobre 15 ml de agua helada que contenga 6 ml de ácido clorhídrico concentrado.

Se enfría en baño de hielo y agua, se induce la cristalización agitando la mezcla (1). Se filtra, se lava con agua helada y se recrystaliza de agua (2). Se filtra, se seca y se pesa el sólido obtenido, se calcula rendimiento y se determina punto de fusión.

NOTAS

- 1) Si al enfriar la mezcla no cristaliza el producto, se deberá agregar más HCl hasta pH ácido.
- 2) Para la recrystalización se requiere un volumen considerable de agua.

VI. ANTECEDENTES.

- a) Se usan diferentes tipos de bases para efectuar estas reacciones de condensación y según el tipo de base utilizada, la reacción lleva diferente nombre.
- b) Reacciones de condensación sufridas por los aldehídos aromáticos.
- c) Reacciones de descarboxilación de ácidos α,β insaturados.

VII. CUESTIONARIO

- a) Explique a qué se debe que se puedan efectuar este tipo de condensaciones.

- b) ¿Porqué utiliza el par piridina-piperidina?
- c) ¿Cuál es la estereoquímica del producto obtenido?
- d) ¿Cómo ocurre la formación del doble enlace C=C?
- e) Ventajas y desventajas del uso de la piridina y de la piperidina.
- f) ¿Qué tratamiento deberá darle a los efluentes líquidos para poder descartarlos en el drenaje?

VIII. BIBLIOGRAFIA

- 1) Cremlyn R. J. y Still R. H.
Named & Miscellaneous Reactions in Practical Organic Chemistry
John Wiley & Sons. Inc. New York (1967) p. 86-87.
- 2) Moore J.A. y D.L. Dalrymple
Experimental Methods in Organic Chemistry
2ª. Ed. W. B. Saunders Co. Philadelphia, Londres, Toronto (1976).
- 3) Morrison R. T. y Boyd R.N.
Organic Chemistry
2ª. Ed. Allyn & Bacon Inc. Boston (1966).
- 4) March, J.
Advanced Organic Chemistry
3rd. Ed. pag. 835-841, Wiley Interscience
N. Y. 1985.

REACCION DE KNOEVENAGEL

D1: La solución obtenida tiene color "rojizo", se decolora con carbon activado, el tono pasa ligeramente a amarillo.

La solución se guarda para su posterior incineración, así como el carbón activado.

Precauciones:

Piridina LD₅₀=5682 mg/kg

Irritante por inhalación, ingestión y absorción por la piel.

Disposición:

Disuelva en un solvente combustible, para ser incinerado en un horno adecuado.

Productos de Descomposición:

Humos tóxicos de monóxido y bióxido de carbono y óxidos de nitrógeno.

Piperidina. LD₅₀=400 mg/kg

Toxico, corrosivo, peligroso si se inhala o adsorbe por la piel.

Disposición:

Disuelva en un solvente combustible, para ser incinerado en un horno adecuado.

Productos de Descomposición: