

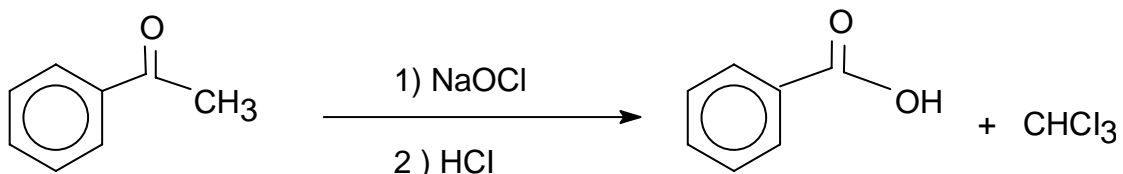
PRACTICA XI

OBTENCION DEL ACIDO BENZOICO

I. OBJETIVOS

- Ilustrar un método de obtención de ácidos carboxílicos.
- Preparar ácido benzoico mediante la reacción del haloformo.
- Demostrar que mediante un programa específico para computadora, dándole la información requerida, podemos optimizar las condiciones de reacción de cualquier experimento.
- Formular un perfil de la optimización de las condiciones de reacción para obtener ácido benzoico.
- Demostrar otra aplicación de la reacción del haloformo.

REACCION



II. MATERIAL

Matraz Erlenmeyer de 250 ml c/tapón	2
Agitador de vidrio	1
Anillo metálico	1
Tela de alambre c/asbesto	1
Mechero con manguera	1
Buchner con alargadera	1
Matraz Kitasato con manguera	1
Probeta de 25 ml	1
Vaso de pp. de 250 ml.	1
Espátula	1
Embudo de vidrio, tallo corto	1
Recipiente de peltre	1
Baño de agua eléctrico	1
Baño a temperatura constante	1
Computadora	1
Programa X-Stat	1

III. SUSTANCIAS

Solución de hipoclorito de sodio comercial al 6%
Acetofenona
Acetona
Ac. Clorhídrico 1:1
Papel tornasol o papel pH

IV. INFORMACION

- a) Los ácidos carboxílicos se pueden obtener por reacción del haloformo a partir de metilcetonas.
- b) La reacción del haloformo también se usa para diferenciar las metilcetonas de las cetonas no metílicas.
- c) Mediante un tratamiento matemático de datos experimental a través del programa X-STAT (diseño estadístico de experimentos), podemos optimizar cualquier reacción de síntesis química.
- d) La base de datos del programa se alimenta con las variables de las condiciones de reacción y resultados obtenidos en cada experimento.
- e) Las variables de las reacciones son:
Volumen de hipoclorito
Temperatura
Tiempo de agitación
- f) Es importante fijar límites máximos y mínimos de las condiciones de reacción para alimentar la base de datos.
- g) La práctica consiste en doce experimentos de igual técnica, pero con diferentes valores de temperatura, concentración de hipoclorito y tiempo de agitación como se muestra en la figura 1, los cuales serán distribuidos entre los alumnos.

IV. PROCEDIMIENTO

Coloque el volumen de hipoclorito de sodio comercial (solución al 6%) que indique la tabla según el número de experimento que se le asignó, agregue 2 ml. de acetofenona, agite vigorosamente el tiempo, y a la temperatura (1) también indicada en la figura 1.

Pasado este tiempo coloque el matraz en un baño de agua para evaporar el cloroformo producido (10 minutos). Agregue 1 ml. de acetona (2) y vuelva a colocar el matraz en el baño de agua otros 10 minutos.

De ser necesario, decolore la solución con carbón activado y filtre.

Acidule la solución en caliente hasta pH1 (3). Enfríe a temperatura ambiente y coloque en baño de hielo hasta completa cristalización. Filtre el sólido obtenido y recristalice de agua caliente (4). Determine el rendimiento y el punto de fusión. Complete la tabla de la figura 1 con los resultados obtenidos.

Con ayuda del profesor, proceda a alimentar la base de datos del programa de computadora con toda la información que se encuentra en la tabla de la figura 1.

Dado que se emplearon tres variables, estos resultados se pueden analizar en la forma de un cubo cuyas vértices son los límites mínimos y máximos pre-establecidos para las tres variables y dentro de él se observarán los perfiles de diferentes rendimientos que se pueden obtener, analice los resultados y formule conclusiones.

EXP.	ACETOFENONA (ml)	HIPOCLORITO (ml)	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO AGITACION (min)	PESO PROD (gr)	RENDIMIENTO (%)	PF
1	2	30	0	120			
2	2	90	0	20			
3	2	30	0	20			
4	2	90	0	120			
5	2	60	23	70			
6	2	60	23	70			
7	2	60	23	70			
8	2	60	23	70			
9	2	30	46	120			
10	2	90	46	20			
11	2	30	46	20			
12	2	90	46	120			

FIGURA 1

NOTAS

- 1) Usar baño a temperatura constante.

- 2) De esta forma se elimina el hipoclorito de sodio que no se hubiera reaccionado.
- 3) Al acidular con HCl diluido 1:1, hacerlo en caliente pues la acetofenona que no ha reaccionado es insoluble en agua y se separa en forma de aceite, el cual se puede eliminar por decantación.
- 4) En caso de que al disolver el ácido benzóico persistan gotas de aceite en caliente, puede volver a decantarlo antes de enfriar la solución.

VI. ANTECEDENTES

- a) Métodos de obtención de los ácidos carboxílicos.
- b) Utilidad de la reacción del haloformo.
- c) Características químicas de los ácidos carboxílicos.
- d) Solubilidad de los ácidos carboxílicos y de sus sales.
- e) Diseño estadístico de experimentos.

VII. CUESTIONARIO

- a) Explique que tipo de reacciones se llevan a cabo.
- b) Escriba el mecanismo de la reacción efectuada.
- c) ¿Para qué utiliza la acetona en la obtención del ácido benzóico?
- d) ¿Qué tratamiento deberá darle a los efluentes líquidos antes de descartarlos en el drenaje.
- e) ¿Cómo se obtiene el ácido benzóico a nivel industrial?
- f) ¿Cuál es el propósito del manejo de variables en la reacción?
- g) ¿Por qué es importante fijar en el experimento los límites máximo y mínimo en que se moverá la reacción?

VIII. BIBLIOGRAFIA

- 1) Jacobs T. L. Truce W. E. Robertson G. Ross
Laboratory Practice of Organic Chemistry
5^a. ed. Mc. Millan Pub. Co. Inc. New York (1974) pp. 325
- 2) Allinger N. L., Cava, Ve Jongh et al.
Organic Chemistry
Worth Pub. Inc. New York (1973).
- 3) Streitwieser A. y Heathcock C. H.
Introduction To Organic Chemistry
Ed. Collier Mc. Millan International
U.S.A. (1976) pag. 367, 368, 433, 478, 479.
- 4) March, J.
Advanced Organic Chemistry
3rd. Ed. pag. 567, 788, 789.
Ed. Wiley Intercience, N. Y. 1985.
- 5) William G. Cochram. Gertrude M. Cox
Diseños Experimentales
2^a. Edición
Ed. Trillas
México, 1965.
- 6) M.E. Cortes I. F. P. Ramírez G.
Diseño de Experimentos, una Herramienta de Investigación
y Optimización Experimental.
Subdirección de Investigación Científica Aplicada del I.M.P.

PRACTICA PROPUESTA Y PROBADA POR:

Profas. Consuelo García Manrique
y Rosa Luz Cornejo Rojas.

OBTENCION DE ACIDO BENZOICO (I)

D1: Filtrar los sólidos presentes. Neutralizar la solución y eliminarla por el drenaje.

Precauciones:

Acetofenona. LD₅₀=815 mg/kg.

Toxico e irritante por inhalación, ingestión o adsorción en la piel.

Acido Benzoico. LD₅₀=2530 mg/kg.

Produce por ingestión problemas gastrointestinales y alérgias.

Disposición (ambos):

Disolver en un solvente flamable en un horno adecuado.

Productos de Descomposición (ambos):

Monóxido y Bióxido de Carbono.