

PRACTICA XII

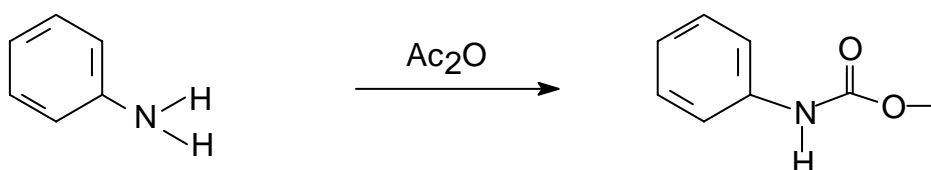
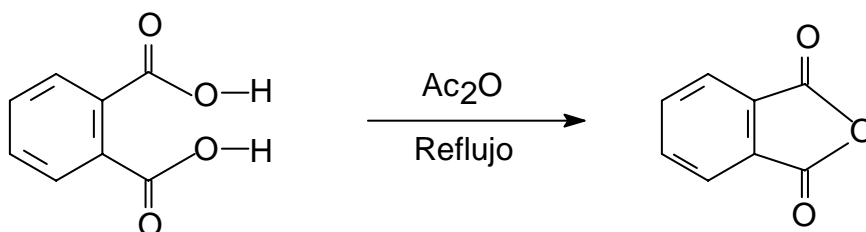
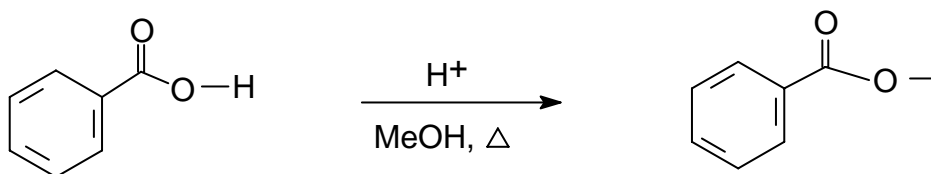
OBTENCION DE DERIVADOS DE ACIDOS CARBOXILICOS

Obtención de un éster: **Benzoato de metilo.**
Obtención de un anhídrido: **Anhídrido ftálico.**
Obtención de una amida: **Acetanilida.**

I. OBJETIVOS

- Mediante diferentes condiciones, obtener tres diferentes derivados de ácidos carboxílicos.
- Obtener un éster a partir de un alcohol y un ácido carboxílico.
- A partir de un diácido, obtener un anhídrido.
- Obtener una amida a partir de una amina y un anhídrido de ácido carboxílico.

REACCIONES.



II. MATERIAL. (Por equipo)

| | | | |
|--------------------------------------|---|------------------------------|---|
| Matraz pera de dos bocas | 1 | Anillo de fierro | 1 |
| Refrigerante agua c/mangueras | 1 | Mechero c/manguera | 1 |
| T de destilación | 1 | Tela alambre c/asbesto | 1 |
| Colector | 1 | Probeta de 25 ml | 1 |
| Pinza de tres dedos c/nuez | 3 | Pipeta de 10 ml | 1 |
| Embudo de tallo corto | 1 | Vaso de pp de 150 ml | 2 |
| Kitasato c/manguera | 2 | Espátula | 1 |
| Embudo buchner c/alargadera | 2 | Matraz Erlenmeyer 125 ml | 3 |
| Agitador de vidrio | 2 | Recipiente de peltre | 1 |
| Vidrio de reloj | 2 | Embudo de separación c/tapón | 1 |
| Recipiente eléctrico p/calentamiento | 1 | Matraz Erlenmeyer 50 ml | 1 |
| Tapón esmerilado | 1 | Tubo p/cloruro de calcio | 1 |
| Tapón p/Erlenmeyer de 125 ml | 1 | | |

III. SUSTANCIAS.

| | | | |
|---------------------------------------|---------|---------------------------|-------|
| Acido benzoico | 1.5 g | Alcohol metílico | 7 ml |
| Solución al 10% de NaHCO ₃ | 10 ml | Acido ftálico | 2 g |
| Acido sulfúrico concentrado | 1 ml | Eter etílico | 20 ml |
| Sulfato de sodio anh. | 5 g | Hexano | 15 ml |
| Anhídrido acético | 13.5 ml | CaCl ₂ anhidro | 5 g |
| Acetato de etilo | 10 ml | Gel sílice p/ccf | 5 g |
| Iodo metálico | 0.2 g | | |

IV. INFORMACION

- a) Una de las reacciones características de los derivados de ácidos carboxílicos es la reacción de adición-eliminación (sustitución nucleofílica sobre carbono sp²).
- b) Un método de obtención de ésteres, se efectúa usando ácidos carboxílicos y alcoholes, en presencia de ácido sulfúrico como catalizador.
- c) La reacción de esterificación usando ácidos carboxílicos y un alcohol es una reacción en equilibrio, por lo que se debe utilizar un exceso de alguno de los reactivos para obtener buenos rendimientos.
- d) Algunos de los derivados de ácidos carboxílicos son fácilmente interconvertibles entre si.
- e) La obtención de anhídrido ftálico se efectúa empleando al

anhídrido acético como agente deshidratante.

- f) Las amidas se obtienen generalmente a partir de las aminas, haciéndolas reaccionar ya sea con un cloruro de ácido o con un anhídrido de ácido carboxílico.
- g) El grupo amino de una amina aromática se acetila para protegerlo, y así someter al anillo a una reacción de SEA sin peligro de que haya reacciones indeseables.

V. PROCEDIMIENTO.

Obtención de benzoato de metilo:

Colocar en un matraz pera, 3 g de ácido benzoico y 7 ml de metanol. Enfriar la mezcla sobre hielo, y adicionar lenta y cuidadosamente, por las paredes del matraz, un ml de H_2SO_4 y agite. Adicione piedras de ebullición, coloque el refrigerante de agua en posición de reflujo y caliente hasta tener un reflujo vigoroso, manteniendo éste durante una hora. Pasado este tiempo, enfríe la solución y decántela a un embudo de separación que contenga 10 ml de agua (1). Extraiga dos veces la mezcla de reacción con 10 ml de éter etílico cada una. Agite, separe las fases y elimine la fase acuosa. Lave la fase etérea con 5 ml de agua y posteriormente con 5 ml de solución de bicarbonato de sodio al 10%. Deseche los lavados y trasvase la fase orgánica a un matraz Erlenmeyer de 50 ml. Séquela con sulfato de sodio anhidro (2) y decántela al matraz pera seco, previamente lavado. Lave el sulfato de sodio con 5 ml más de éter y reúnalo con la fase orgánica anterior. Destile el disolvente a baño maría, y cuando éste haya sido totalmente eliminado detenga la destilación, (el punto de ebullición del benzoato de metilo es de $199^\circ C$). Enfríe el sistema y observe el producto obtenido. Si no es completamente transparente, adicione más sulfato de sodio anhidro hasta que seque (2). Decante a una probeta y mida el volumen del benzoato de metilo sintetizado. Calcule rendimiento.

NOTAS.

(1) Verifique que la llave del embudo selle bien, y que la temperatura de reacción sea baja, ya que al entrar en contacto con el agua, la mezcla se va a calentar.

(2) Deje reposar de 3 a 5 minutos antes de decantar.

Obtención de anhídrido ftálico.

En un matraz pera de dos bocas, coloque 2 g de ácido ftálico y 3.3 ml de anhídrido acético (1) Coloque el refrigerante en posición de reflujo y en la parte superior a un tubo con cloruro de calcio anhidro. Caliente a reflujo durante 30 min. Posteriormente, deje enfriar a T ambiente (solidifica el producto) y después 10 min. sobre hielo. Filtre (2) con vacío hasta que seque el producto. Determine punto de fusión y cromatoplaça.

NOTAS

- (1) El anhídrido acético es irritante, efectúe esta adición en la campana, cuidando que no se derrame sobre la piel. De preferencia use guantes de protección. Tape inmediatamente el matraz.
- (2) Si es necesario, para hacer la mezcla fluida, adicione de 10 a 15 ml de hexano.

Obtención de acetanilida.

En un matraz Erlenmeyer de 125 ml (1) coloque 6 ml de anilina, y agregue lentamente y con agitación 10 ml de anhídrido acético (2). Tape y enfríe exteriormente el matraz con agua hasta temperatura ambiente. Agite durante 5 minutos (de preferencia en la campana), deje reposar la mezcla 10 minutos más, y vacíe poco a poco el contenido a un vaso que contenga 40 g de hielo picado. Agite enérgicamente y coloque la mezcla 5 minutos sobre hielo. Filtre al vacío el sólido obtenido y lave con 5 ml de agua helada. Recrystalice de agua caliente (3). Seque, pese el producto y determine punto de fusión y cromatoplaça.

NOTAS

- (1) El equipo que se utiliza para este experimento deberá estar limpio y seco.
- (2) El anhídrido acético es irritante, efectúe esta adición en la campana, cuidando que no toque la piel. De preferencia use guantes de protección.
- (3) De ser necesario, use carbón activado. Si se forma un aceite, agregué más agua hirviendo hasta que se disuelva.

VI. ANTECEDENTES.

- a) Reacciones de obtención de ésteres de ácidos carboxílicos.
- b) Reacciones en equilibrio.
- c) Propiedades químicas de los ésteres y anhídridos de ácido carboxílicos.
- d) Propiedades químicas de las amidas.
- e) Mecanismos de las reacciones.
- f) Estructura, propiedades físicas, químicas y usos de reactivos y productos involucrados en esta práctica.
- g) Toxicidad de los mismos.

VII. CUESTIONARIO.

- a) ¿Porqué debe estar completamente seco el material utilizado?
- b) Haga el cálculo estequiométrico de los reactivos. Si hay alguno en exceso, diga cuál y el porque de ello.
- c) ¿Porqué en la obtención de benzoato de metilo se debe agregar H_2SO_4 concentrado? ¿Podría ser diluido?.
- d) ¿De que otra forma podría obtener el benzoato de metilo?
- e) Si en la obtención del éster y del anhídrido no reaccionara todo el ácido benzoico y ftálico respectivamente, ¿Dónde quedaría cada uno de ellos y como eliminaría al ácido en cada caso?
- f) ¿Porqué en la obtención de anhídrido ftálico, para facilitar la filtración de la mezcla de reacción se emplea hexano y no agua o algún alcohol?
- g) ¿Se podría acetilar la anilina con ácido acético? (Fundamente su respuesta).
- h) ¿Porqué para obtener la acetanilida, no se empleó cloruro de acetilo en vez de anhídrido acético?
- i) En la nota (3) de la obtención de acetanilida, ¿Qué es ese aceite?

- j) ¿Qué tratamiento se deberá dar a los efluentes líquidos de las reacciones de esta práctica antes de verterlos al drenaje?

VII. BIBLIOGRAFIA

- 1) Giral y Rojahn
Productos Químicos y Farmacéuticos, Vol. II
Ed. Atlante, México (1966) pp. 1112-1113.
- 2) Cremlyn, R. J. W. & Still R. H.
Named and Miscellaneous Reactions in Practical Organic Chemistry
Heinemann Educational Book Ltd. Londres (1967).
- 3) Roberts, J. D. & Caserio, M.C.
Basic Principles of Organic Chemistry
W.A. Benjamin Inc. Co. U.S.A. (1964).
- 4) Vogel, A. I.
Elementary Practical Organic Chemistry
Part I. Small Scale Preparations
2^a. Ed. Longman. Londres (1970) p. 263-265.
- 5) Morrison, R. T. y Boyd, R. N.
Química Orgánica. Nueva Edición 2^a. Ed. Español
Fondo Educativo Interamericano, México (1985)
Pag. 767-784.

OBTENCION DE BENZOATO DE METILO

D1,D2,D3: Puede contener materia prima o producto, en este caso se recupera el producto. La solución se puede adsorber con carbón activado y confinarlo para incineración. La solución se neutraliza y se desecha.

OBTENCION DE ANHIDRIDO FTALICO

D1: Verificar pH. Neutralizar y eliminar por el drenaje.

Precauciones:

Anhídrido Ftálico: LD₅₀=4020 mg/kg.

Irritante peligroso si se inhala o adsorbe por la piel en cantidades elevadas.

Disposición:

Disolver en un solvente flamable o adsorber en papel o material flamable y quemar en un horno adecuado.

Productos de descomposición:

Humos tóxicos de monóxido y bióxido de carbono.

OBTENCION DE ACETANILIDA

D1: La solución de ácido acético puede enviarse al drenaje, si presenta color puede indicar presencia de anilina, en este caso, agréguese carbón activado para adsorber la anilina. Filtrese el carbón activado y guárdese para enviarlo a incineración y la solución incolora viértala al drenaje.