

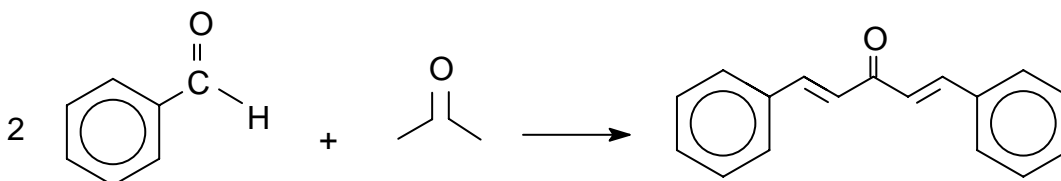
PRACTICA VII

CONDENSACION DE CLAISEN-SCHMIDT OBTENCION DE DIBENZALACETONA

I. OBJETIVOS

- a) Efectuar una condensación aldólica cruzada.
- b) Efectuar reacciones de formación de enlaces C-C.
- c) Estudiar reacciones del grupo carbonilo.
- d) Obtener un producto de uso comercial.

REACCION



II. MATERIAL

Vaso de pp. 250 ml	1	Embudo de vidrio, tallo corto,	1
Matraz Erlenmeyer 125 ml	2	Vidrio de reloj	1
Termómetro -10 a 400°C	1	Espátula	1
Probeta de 25 ml	1	Agitador de vidrio	1
Pipeta de 10 ml	1	Baño con resistencia eléctrica	1
Matraz Kitasato con manguera	1	Recipiente de peltre	1
Pinzas de 3 dedos con nuez	1	Buchner con alargadera	1
Portaobjetos p/cromatografía	2	Frasco para cromatografía	1

III. SUSTANCIAS

NaOH	1.1 g	Etanol	70 ml
Benzaldehído 3.75 g=2.5 ml (0.035 mol)		Acetona	16 ml
Acetato de etilo	10 ml	Yodo	0.01 g
Gel de sílice para c.c.f.	2 g		

IV. INFORMACION

- a) Los aldehídos y las cetonas con hidrógenos unidos al carbono & al carbonilo, sufren reacciones de condensación aldólica.
- b) Los hidrógenos unidos al C & al carbonilo son hidrógenos ácidos.
- c) Las condensaciones aldólicas cruzadas pueden producir una mezcla de productos.
- d) Las reacciones de condensación entre cetonas y aldehídos no enolizables producen en forma preferente un producto.
- e) Los productos obtenidos de la adición de un enolato a un carbonilo se deshidratan fácilmente para formar carbonilos α,β insaturados.

V. PROCEDIMIENTO

En un matraz Erlenmeyer de 125 ml, se colocan 1.1 g de hidróxido de sodio, 25 ml de agua y 20 ml de etanol. Enseguida se agrega poco a poco y con agitación 3 ml (0.029 mol) de benzaldehído y después 1 ml de acetona (.013 mol). Se continúa agitando la mezcla de reacción durante 30 min. más, manteniendo la temperatura de la mezcla de reacción a 20-25°C, usando de ser necesario un baño de agua fría.

Se filtra el precipitado, se lava con agua fría hasta que las aguas de lavado tengan pH=7. Se seca y se recristaliza de etanol (nota 1). Se pesa, se determina punto de fusión y se efectúa una c.c.f.

NOTAS

- 1) Si al recristalizar la solución, ésta se torna de color rojo-naranja, puede ser porque su pH es muy alcalino, en este caso será necesario agregar ácido clorhídrico diluido 1:1, hasta que el pH sea de 7.

Datos para la cromatografía en capa fina (c.c.f.).

Suspensión: Gel de sílice al 35% en $\text{CHCl}_3/\text{MeOH}$, 3/1 ó en acetato de etilo.

Diluyente: Acetona o acetato de etilo.

Eluyente: Hexano-acetato de etilo 3:1.

Revelador: I_2 ó Luz U.V.

VI. ANTECEDENTES

- a) Reacciones de Condensación Aldólica.
- b) Reacciones de Condensación Aldólica mixta.
- c) Otros ejemplos de la reacción de Claisen-Schmidt.
- d) Usos de la dibenzalacetona.

VII. CUESTIONARIO

- a) Explique porqué debe adicionar primero el benzaldehído y después la acetona a la mezcla de reacción.
- b) Explique porqué obtiene un sólo producto y no una mezcla de productos en este experimento.
- c) Indique porqué se pierde fácilmente agua (reacción de eliminación) en el producto de adición, para obtener un producto α,β insaturado.
- d) Diga porqué para recristalizar el producto obtenido, la solución no debe ser alcalina.
- e) ¿Porqué se utilizan 0.035 moles de benzaldehído y sólo 0.013 moles de acetona.
- f) La dibenzalacetona puede existir como diferentes isómeros geométricos. ¿Cuáles son? ¿Cuál se obtiene preferentemente?
- g) Explique qué tratamiento se deberá dar a los efluentes líquidos de la reacción, para poder descartarlos en el drenaje.

VIII. BIBLIOGRAFIA

- 1) Vogel A.I.
Elementary Practical Organic Chemistry
parte I Small Scale Preparations
2^a. Ed. Longmans.
Londres (1967)
Pag. 327
- 2) Conard C.R. & Dolliver M.A.
Organic Synthesis, Coll. 2 167 (1943).

- 3) Cremllyn R. J. W & Still R.H.
Named and Miscellaneous Reactions in Practical Organic Chemistry
Heinemann Educational Books Ltd.
Londres (1967).
- 4) Morrison R.T. y Boyd R.N.
Química Orgánica. Fondo Educativo Interamericano, S.A.
México (1976).
- 5) J. Org. Chem. 27, 327-328
(1962).

PRACTICA MODIFICADA POR:

Dra. Elvira Santos, Profa. Ana Adela Sánchez M. y Prof. Fernando León C.

OBTENCION DE DIBENZALACETONA

D1: Recuperar el Etanol por destilación. La dibenzalacetona impura se puede emplear como sustancia problema de "Cristalización" para otros cursos.

D2: hacer ensayo para aldehídos. Si resulta negativo, recuperar el etanol por destilación y neutralícese el residuo desechándolo posteriormente por el drenaje. Si resulta positivo, agregue mas NaOH y repítase el proceso para obtener mas Dibenzalacetona.

Precauciones:

Benzaldehido. LD₅₀ 1300 mg/kg.

Peligroso si se inhala o se adsorbe por la piel causando irritación.

Disposición:

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

Productos de descomposición:

Humos tóxicos de monóxido y bióxido de carbono.