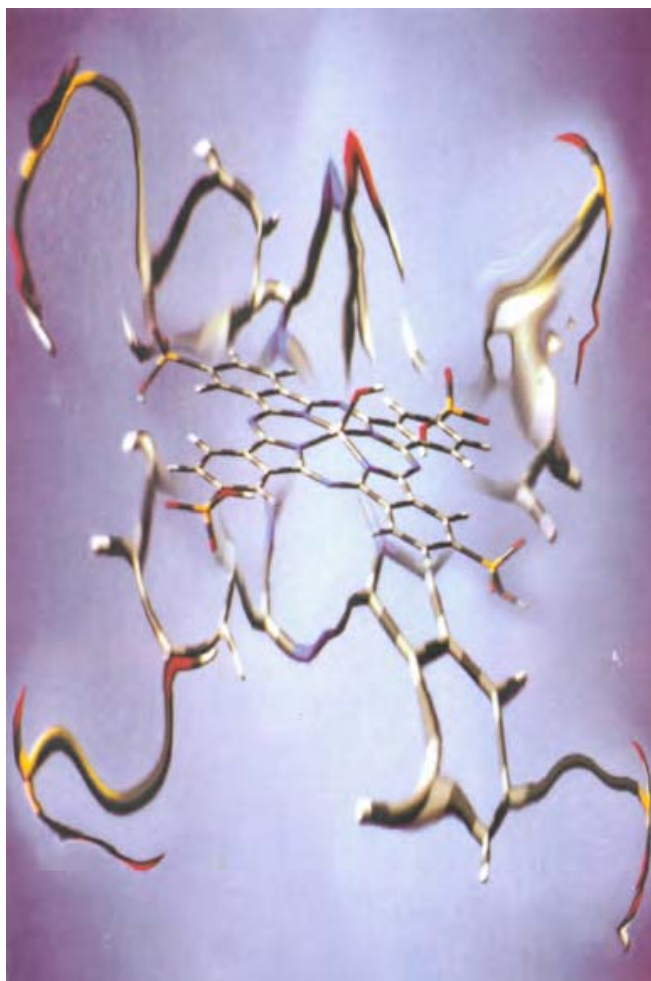


Manual de prácticas de química orgánica II

• Miguel Ángel García Sánchez



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTONOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA



Miguel Ángel García Sánchez nació en la ciudad de México el 25 de marzo de 1965. Es egresado de la Universidad Autónoma Metropolitana, donde obtuvo el título de químico en el año de 1990.

Culminó estudios de maestría en Química (Inorgánica) en 1993 y actualmente está próximo a presentar su tesis de doctorado en la misma institución. Ha sido profesor en la UAM-I desde 1990 y profesor de la FES-Zaragoza de la UNAM de 1992 a 1996. En ambas instituciones ha impartido diversos cursos de ramas de la química. Es autor de tres artículos de investigación publicados en revistas internacionales. Actualmente realiza investigación sobre síntesis, caracterización, propiedades y aplicabilidad de macrociclos orgánicos, así como sobre su incorporación en redes inorgánicas por el método sol gel. Ha presentado más de treinta trabajos de investigación en congresos nacionales e internacionales. Es profesor de tiempo completo en el Área de Química Inorgánica del Departamento de Química de la UAM-Iztapalapa. Durante toda su formación ha sido alumno del Profesor Distinguido Dr. Antonio Campero Celis.

Manual de prácticas de química orgánica II



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

Dr. Luis Mier y Terán Casanueva

Rector General

Dr. Ricardo Solís Rosales

Secretario General

UNIDAD IZTAPALAPA

Dr. José Lema Labadie

Rector

Mtro. Javier Rodríguez Lagunas

Secretario

Dr. Gerardo Saucedo Castañeda

Director de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud

Dr. Alberto Rojas Hernández

Jefe del Departamento de Química

Mtro. Daniel Toledo Beltrán

Coordinador de Extensión Universitaria

Ma. del Rosario Hoyos Alea

Jefa de Producción Editorial

Manual de prácticas de química orgánica II

M. Q. Miguel Ángel García Sánchez

Primera impresión: 2002

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA
Av. Michoacán y La Purísima
Iztapalapa, 09340, México, D.F.

ISBN: 970-31-0095-3
Impreso y hecho en México / *Printed in México*

Índice

Prólogo	9
Dedicatoria	11
Práctica 1:	Grupo carbonilo I: síntesis de <i>n</i> -butiraldehído a partir de <i>n</i> -butanol	13
Práctica 2:	Grupo carbonilo II: síntesis de ciclohexanona	17
Práctica 3:	Obtención de un aldehído: síntesis de <i>o</i> -hidroxibenzaldehído (salicilaldehído)	21
Práctica 4:	Síntesis de borneol por reducción del alcanfor	25
Práctica 5:	Síntesis de un heterociclo: obtención de 3,5-dimetilpirazol	29
Práctica 6:	Esterificación: síntesis del acetato de isoamilo	33
Práctica 7:	Saponificación: obtención de un jabón	41
Práctica 8:	Obtención de un detergente por micrométodo	47
Práctica 9:	Síntesis de fluoresceína: emisión y absorción de luz	51
Práctica 10:	Síntesis de una amida: adición nucleofílica sobre un derivado del ácido carboxílico	57
Práctica 11:	Síntesis malónica: obtención del ácido hexanoico	61
Práctica 12:	Reacciones de eliminación (E); síntesis de ciclohexeno	67
Práctica 13:	Quimioluminiscencia: síntesis y propiedades del <i>luminol</i> o 3-aminofthalhidracida	71

Anexo A:	Espectros IR	79
Anexo B:	Sustancias peligrosas	85
Anexo C:	Espectroscopia UV-Visible	89
	Formato de reporte	117

Prólogo

El siguiente conjunto de prácticas de laboratorio de Química Orgánica II sigue muy de cerca el orden de los temas tratados en la clase teórica de Química Orgánica II (UEA 214103) de la División de Ciencias Básicas e Ingeniería de la UAM-Iztapalapa. Cada práctica fue cuidadosamente elegida, probada y replanteada por el autor. Posteriormente se probó con alumnos de varios trimestres. El orden presentado se ajusta al programa de la materia, pero puede muy bien adaptarse a otros programas, incluso de otras instituciones. Hemos procurado incluir en el manual el mayor número posible de herramientas que auxilien al alumno en sus determinaciones. Siguiendo la filosofía iniciada con el manual de Química Orgánica I, en el cual se hace una breve introducción a la espectroscopia en la región del infrarrojo, en el presente texto se le utiliza formalmente y se inicia al estudiante en el uso de la espectroscopia UV-Visible. Además, se introducen conceptos como la quimioluminiscencia y la espectroscopia de fluorescencia, dejando la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN) para el curso de Química Orgánica III. Aunque nuestro planteamiento es meramente introductorio, permite al alumno adquirir los conocimientos básicos sobre estas técnicas y el tipo de información que con ellas puede obtenerse.

Las experiencias aquí vertidas se han adaptado de diversas fuentes, y aproximadamente la mitad de ellas pueden muy bien realizarse por medio del *micro-método*. Al igual que en el primer manual de la serie, en el presente libro queremos mostrar la presencia de la química en ámbitos de la vida diaria, tratando siempre de que las experiencias de laboratorio sean formativas, informativas y sobre todo estimulantes.

Se ha procurado presentar cada práctica con una introducción suficiente como para evitar al alumno una pérdida innecesaria de tiempo; consideramos que, por la naturaleza del curso, es mejor invertir ese tiempo en un entrenamiento y en propiciar el surgimiento de la intuición del químico.

Los anexos A, de espectros IR, y C, de espectroscopia UV-Visible, permiten al alumno analizar los resultados obtenidos en sus prácticas. Así mismo, el anexo C está diseñado para usarse en una clase audiovisual, introductoria de espectroscopia UV-Visible. Al final presentamos un formato que los alumnos pueden utilizar para presentar sus reportes de las prácticas de manera más completa y concreta.

Agradezco a las químicas Miriam L. Estrada Rico y Verónica De la Luz T. su invaluable ayuda en la realización de las correcciones del presente manual.

A los alumnos que sufrieron las versiones anteriores de este material les agradezco su paciencia, pero sobre todo sus impresiones, que lo han enriquecido. Si presenta errores y defectos, estoy en la mejor disposición de realizar las correcciones pertinentes y aceptar todos los comentarios tendientes a mejorarlo.

Miguel Ángel García Sánchez
Septiembre de 2001

Dedicatoria

Dedico el presente manuscrito a mis alumnos de las materias de Química Orgánica I, II y III, que durante ya diez años han soportado mi evolución. En especial a los que asistieron a los cursos 01-I, 01-P y 01-O y que con sus críticas, comentarios y emoción me motivaron a concluir el presente documento. Entre ellos, muy especial, a mi ángel de la guarda, la I. Q. Ma. de Lourdes Áviles Cabrera, que mantuvo vivo a este *faquir* a base de *Chocorroles* y *Coca-Cola*, pero sobre todo mostrándome su férreo amor a la vida.

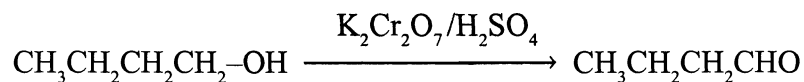
Con mucho cariño
Miguel Ángel García Sánchez
Mayo de 2002

Práctica 1

GRUPO CARBONILO I: SÍNTESIS DE n-BUTIRALDEHÍDO A PARTIR DE BUTANOL

OBJETIVO

- Obtener un aldehído alifático a partir del alcohol respectivo mediante la oxidación en mezcla crómica.
- Determinar si el producto obtenido es un aldehído.



MATERIAL DE VIDRIO

- 1 matraz redondo de 100 ml
- 1 matraz redondo de 50 ml
- 1 matraz Erlenmeyer de 50 ml
- 1 matraz Erlenmeyer de 125 ml
- 1 matraz Kitazato de 250 ml
- 1 vaso de precipitado de 400 ml
- 1 vaso de precipitado de 150 ml
- 1 refrigerante
- 1 refrigerante de aire
- 1 embudo de separación
- 1 embudo de vidrio
- 2 tubos de ensaye
- 1 junta para destilación
- 1 junta de recolección
- 1 junta Claissen
- 1 junta para termómetro
- 1 cristizador
- 1 embudo Buchner
- 1 probeta graduada de 25 ml

EQUIPO DE LABORATORIO

- 3 soportes universales
- 4 pinzas con nuez
- 1 anillo
- 1 parrilla
- 1 mantilla
- 1 reóstato
- 1 espátula

SUSTANCIAS

- n*-butanol, C₄H₁₀O
- Dicromato de potasio, K₂Cr₂O₇ (o bien Na₂Cr₂O₇)
- Ácido sulfúrico concentrado, H₂SO₄
- 2,4-dinitrofenilhidrazina
- Sulfato de sodio anhidro, Na₂SO₄

EXPERIMENTACIÓN

Se adapta un sistema de destilación fraccionada sobre una columna empacada con fibra de vidrio (poca), como se muestra en la figura 1.1. En la otra boca de la junta Claissen se coloca un embudo de adición. En el matraz redondo se colocan 6.4 ml de *n*-butanol y un agitador magnético. En el embudo de adición se coloca mezcla crómica, que se prepara agregando lentamente 5 ml de ácido sulfúrico concentrado a una disolución de 5.5 g de dicromato de potasio (o 5.5 g de dicromato de sodio) en 25 ml de agua.

La mezcla crómica se agrega, gota a gota, al matraz de tres bocas en un periodo de 15 minutos, procurando que la temperatura en la parte superior de la columna de fraccionamiento no exceda los 85°C. Si no se producen vapores hasta la parte superior de la columna, se calienta a ebullición para que la temperatura no descienda de los 70°C. Cuando se ha añadido todo el agente oxidante, se mantiene el calentamiento por 15 minutos más y se recolecta, en un matraz sumergido en hielo, la fracción que destila por debajo de los 90°C. El destilado se transfiere a un embudo de separación y se separa la capa orgánica que contiene el butiraldehído. El butiraldehído obtenido se seca agregando 1.5 g de sulfato de sodio anhidro por 10 minutos. Se filtra por gravedad y se miden el volumen y peso obtenidos. Si es posible se obtiene su espectro IR, buscando en especial la señal del hidrógeno aldehídico cerca de 2800 cm⁻¹ (ver espectro IR-1 en el anexo A).

PRUEBA

Se agregan unas gotas del producto a 2 ml de disolución de 2,4-dinitrofenilhidrazina en un tubo de ensaye y se agita vigorosamente. Se deja reposar para que precipite el derivado del butiraldehído y purifique por recristalización en etanol-agua. El punto de fusión del compuesto así obtenido es de 122°C.

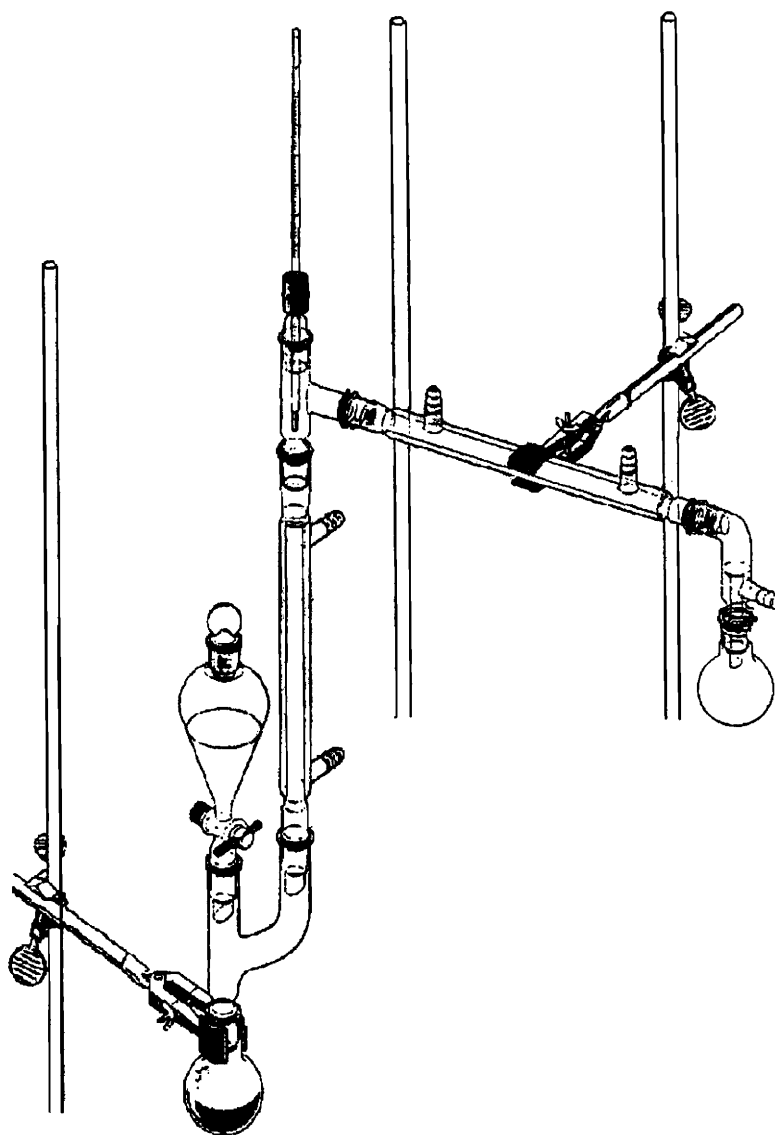


Figura 1.1 Sistema de destilación fraccionada con adición por medio de una junta Claisen.

- Nota:**
- a) Aunque la oxidación del alcohol es exotérmica, es necesario calentar la mezcla de vez en cuando para que la temperatura no baje de 75°C.
 - b) La mezcla crómica es muy corrosiva.

CUESTIONARIO

1. Investigue el mecanismo de la oxidación del *n*-butanol a butiraldehído con mezcla crómica.
2. ¿Qué se forma cuando reaccionan el butiraldehído y la 2,4-dinitrofenilhidrazina?
3. ¿De qué otra manera puede determinarse si se obtuvo un aldehído?

BIBLIOGRAFÍA

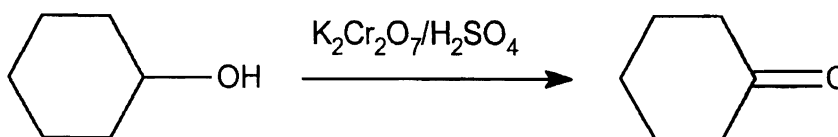
1. Eaton, David C., 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. USA, Mc Graw-Hill.
2. Morrison, R.T. y R. N. Boyd. 1992. *Química orgánica*. 5ª ed. EUA, Adisson-Wesley Iberoamérica.
3. Shriner, R.L., R.C. Fuson y Curtin, D.Y. 1991. *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. 1ª. ed. México, Limusa.
4. Vogel, A. I. 1961. *A Textbook of Practical Organic Chemistry*. 3ª ed. London, Longman, pp. 320-322.

Práctica 2

GRUPO CARBONILO II: SÍNTESIS DE CICLOHEXANONA

OBJETIVO

- Obtener una cetona por oxidación del alcohol respectivo.
- Determinar si el producto obtenido es una cetona.



MATERIAL DE VIDRIO

- 1 juego de química con juntas 19/22
- 1 vaso de precipitado de 100 ml
- 1 matraz Erlenmeyer de 50 ml
- 1 tubo de ensaye
- 1 cristizador

EQUIPO DE LABORATORIO

- 1 espátula
- 1 parrilla
- 1 agitador magnético
- 1 mantilla
- 1 reóstato
- 3 pinzas de tres dedos con nuez
- 2 soportes universales

SUSTANCIAS

Ciclohexanol
2,4-dinitrofenilhidrazina
Dicromato de potasio, $K_2Cr_2O_7$ (o bien $Na_2Cr_2O_7$)
Ácido sulfúrico concentrado, H_2SO_4
Sulfato de sodio anhidro, Na_2SO_4

EXPERIMENTACIÓN

En un matraz de tres bocas se colocan 2.5 g de ciclohexanol. En una de las bocas del matraz se coloca un embudo de adición, sobre la otra un tapón y en la tercera una junta “Y” para destilación y un termómetro. El matraz se somete a un baño de agua fría y a continuación se agrega la mezcla crómica contenida en el embudo de adición (Fig. 2.1). La mezcla crómica se prepara agregando lentamente 4.5 ml de ácido sulfúrico concentrado a una disolución de 4.9 g de dicromato de potasio (o 4.9 g de dicromato de sodio) en 25 ml de agua. La mezcla crómica se vierte lentamente sobre el ciclohexanol, agitando en forma continua y procurando que la temperatura se mantenga entre 55 y 60°C. Una vez concluida la adición, la mezcla se deja reposar por 30 minutos, agitando de cuando en cuando. Pasado ese periodo se agregan 25 ml de agua al matraz redondo y se monta sobre la tercera boca del mismo un sistema de destilación. El líquido destilado se recolecta hasta que ya no sea turbio. En realidad, en el matraz de recolección deberán observarse dos fases. Se adicionan 3 g de sal de mesa y se agita hasta que se disuelva la mayor cantidad de ésta.

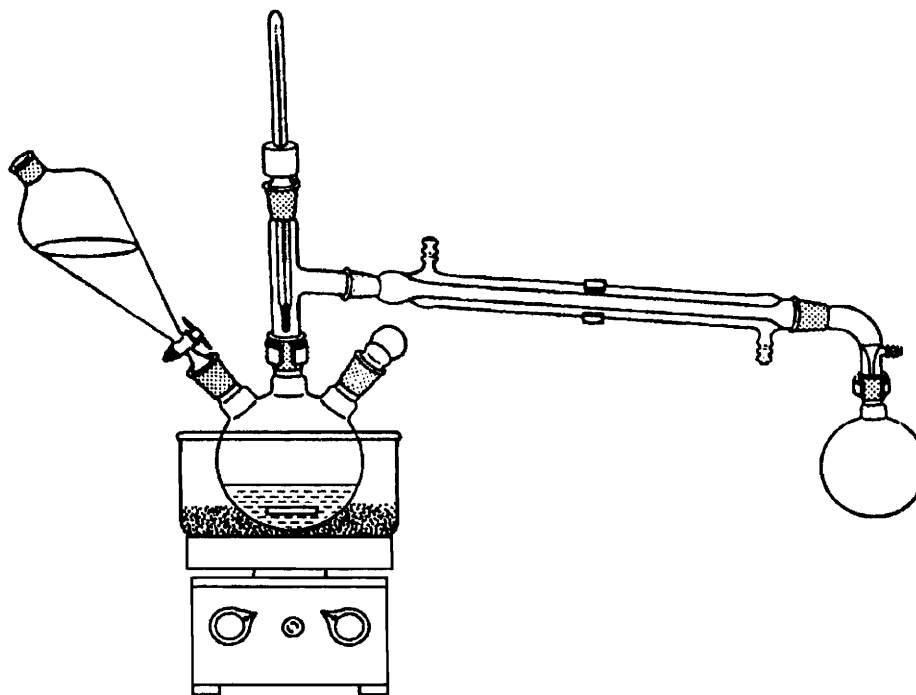


Figura 2.1 Sistema de destilación con embudo de adición en matraz de tres bocas.

El líquido se transfiere a un embudo de separación y se obtiene la fase orgánica, que es la menos densa (superior). A la capa acuosa (inferior) se le hacen otras dos extracciones con 5 ml de éter etílico y los extractos se mezclan con la capa orgánica que contiene la ciclohexanona.

La mezcla se seca con Na_2SO_4 anhidro (o MgSO_4), el líquido se decanta y el éter se evapora con un baño de agua tibia y en la campana de extracción.

El producto impuro obtenido se pesa, y se procede a purificarlo destilando a 155°C . Una vez realizado lo anterior, se miden el volumen y el peso del producto.

PRUEBAS

Determine el índice de refracción en el refractómetro de Abbe y de ser posible obtenga el espectro infrarrojo. (Ver el espectro IR-2 en el anexo A.)

Para determinar si su compuesto es una cetona, puede agregar unas gotas de su producto a 2 ml de disolución de 2,4-dinitrofenilhidrazina en un tubo de ensaye y agitar vigorosamente.

CUESTIONARIO

1. Investigue el mecanismo de reacción de oxidación del ciclohexanol.
2. Después de la oxidación del ciclohexanol con mezcla crómica, ¿por qué al destilar se obtiene una mezcla de ciclohexanona y agua?
3. ¿Qué función tiene el cloruro de sodio que se agrega al matraz que contiene los líquidos destilados?
4. Si la ciclohexanona se volviera a tratar con mezcla crómica, ¿qué pasaría?
5. Si una cetona se trata con permanganato de potasio en medio ácido ($\text{KMnO}_4/\text{H}_2\text{SO}_4$), ¿qué productos se obtienen? Ejemplifique con la ciclohexanona.

BIBLIOGRAFÍA

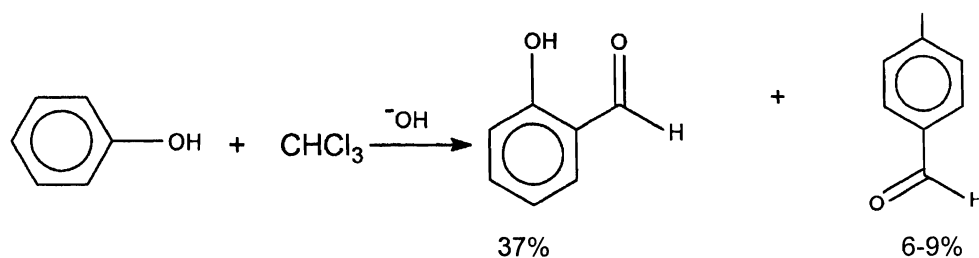
1. Eaton, David C. 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. USA, Mc Graw-Hill.
2. Shriner, R. L., R.C. Fuson y D.Y. Curtin. *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. 1ª ed. México, Limusa.
3. Vogel, A.I. 1961. *A Textbook of Practical Organic Chemistry*. 3ª ed. London, Longman, pp. 320-322.

Práctica 3

OBTENCIÓN DE UN ALDEHÍDO: SÍNTESIS DE O- HIDROXIBENZALDEHÍDO (SALICILALDEHÍDO)

OBJETIVOS

- Obtener un aldehído aromático mediante la reacción de Reimer-Tiemann a partir de fenol y cloroformo en medio básico.
- Caracterizar el producto.



MATERIAL DE VIDRIO

- 1 juego de química con juntas 19/22
- 2 matraces Erlenmeyer de 50 ml
- 1 matraz Kitazato de 120 ml
- 1 embudo Buchner
- 1 cristizador
- 2 vasos de precipitado de 100 ml
- 1 pipeta graduada de 5 ml
- 1 propipeta
- 1 probeta de 10 ml

EQUIPO DE LABORATORIO

2 soportes universales
4 pinzas de tres dedos con nuez
1 espátula
1 anillo
1 parrilla
1 termómetro
1 agitador magnético

SUSTANCIAS

Fenol, C_6H_5OH
Cloroformo, $CHCl_3$
Hidróxido de sodio, $NaOH$
Ácido sulfúrico, H_2SO_4
Bisulfito de sodio, $Na_2S_2O_4$
Sulfato de magnesio anhidro, $MgSO_4$
Éter etílico, $(CH_3CH_2)_2O$
Etanol, C_2H_5OH
n-butanol, $C_4H_{10}O$
Agua destilada

EXPERIMENTACIÓN

Se monta un sistema para reflujo con un matraz de tres bocas y un condensador. Se coloca un agitador magnético y un termómetro de tal manera que el bulbo de éste quede a 2 cm del fondo del matraz (Fig. 3.1).

En el matraz se agrega una disolución de 8 g de hidróxido de sodio y 8 ml de agua destilada. Se calienta ligeramente hasta lograr que el hidróxido se disuelva en su mayor parte. Agitando constantemente, se agrega una disolución de 2.5 g de fenol en 2.5 ml de agua. Se ajusta la temperatura a 60-65°C, calentando con un baño de agua tibia, para evitar que el fenóxido de sodio formado se separe. Con mucho cuidado se adicionan 4 ml de cloroformo, en tres porciones y a intervalos de 15 minutos, por la parte superior del condensador. Debe mantenerse la temperatura entre 65 y 70°C y agitar constantemente. Finalmente, se calienta a la temperatura de ebullición del agua por una hora. Después de enfriar, se acidifica el líquido de color anaranjado que se ha formado, agregando un poco de ácido sulfúrico diluido. Se destila totalmente el *o*-salicilaldehído, por arrastre de vapor.

La destilación se detendrá hasta que ya no se observe la salida de gotas de aspecto aceitoso por la parte inferior del condensador.

Para purificar el *o*-salicilaldehído, se transfiere el líquido destilado y se realizan dos o tres extracciones con 5 ml de éter. Los extractos etéreos se recolectan en un matraz Erlenmeyer de 50 ml y se procede a evaporar el éter con agua tibia (en la campana de extracción) o bien en evaporador rotatorio. Al residuo que queda y que contiene fenol y salicilaldehído se le agrega aproximadamente el doble del volumen de una disolución saturada de bisulfito de sodio y se agita vigorosamente (de preferencia en forma mecánica) durante un mínimo de media hora. Se deja reposar media hora y después de este tiempo se separa la pasta de bisulfito, mediante filtración a vacío, lavando con un poco de etanol y finalmente con un poco de éter (para eliminar el fenol).

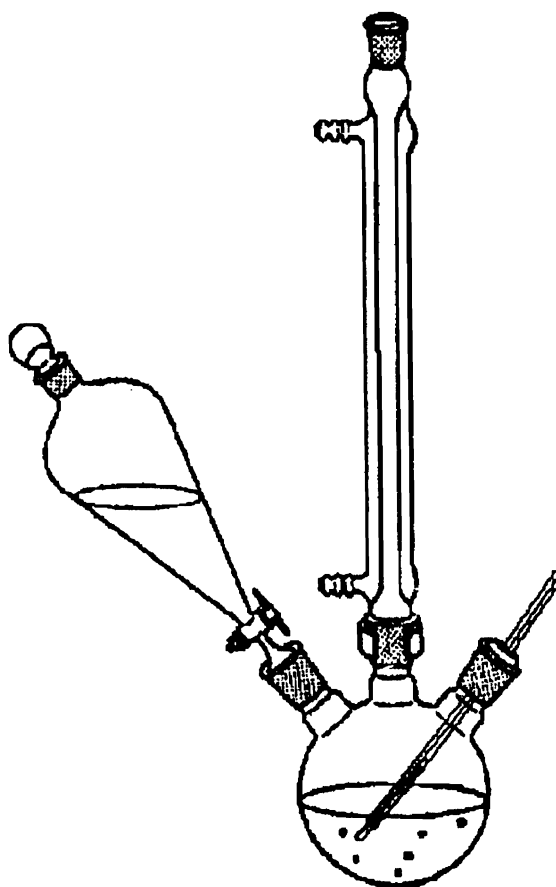


Figura 3.1 Sistema de refluo en matraz de tres bocas, con termómetro y embudo de adición.

El sólido filtrado se coloca en un matraz redondo pequeño y se calienta en agua tibia, agregando al matraz un poco de ácido sulfúrico diluido. Después de enfriar, se separa el salicilaldehído con un poco de éter y se seca con sulfato de magnesio anhidro. El salicilaldehído crudo se obtiene al evaporar el éter, pero si se desea obtenerlo más puro puede hacerse destilándolo posteriormente a 195-197°C.

Para caracterizar el *o*-salicilaldehído se puede obtener su espectro IR (consultar el espectro IR-3 en el anexo A) o bien realizar alguna prueba a la gota.

En el matraz de tres bocas queda una mezcla que contiene el *p*-hidroxibenzaldehído, el cual puede purificarse separando el líquido que lo contiene de la masa resinosa formada, mediante filtración en papel. El *p*-hidroxibenzaldehído se extrae con éter, y después de que éste se elimina, se recristaliza el sólido amarillento en agua caliente con unas gotas de ácido sulfúrico. De esta manera se obtendrán de 0.2 a 0.3 g de un sólido de color amarillo que se funde a 116°C.

CUESTIONARIO

1. Escriba el mecanismo de la síntesis de *o*-salicilaldehído mediante la reacción de Reimer-Tieman.
2. Con la metodología arriba expuesta, ¿es posible obtener aldehídos no aromáticos? ¿Por qué?
3. La adición de bisulfito de sodio al líquido destilado permite separar el salicilaldehído del fenol. ¿Cuál es la estructura del precipitado formado?
4. ¿Cómo puede cerciorarse de que el producto obtenido es efectivamente un aldehído?

BIBLIOGRAFÍA

1. Plunket E.R., *Manual de Toxicología Industrial*, Enciclopedia de la Química Industrial, Ed. Urmo, S.A. España 1978.
2. Shriner, R. L., R. C. Fuson y D. Y. Curtin. 1991. *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. México, Limusa.
3. Vogel, A.I. 1962. *Text-Book Practical Organic Chemistry*. 3ª ed. Londres, Longman, pp. 761-762.

Práctica 4

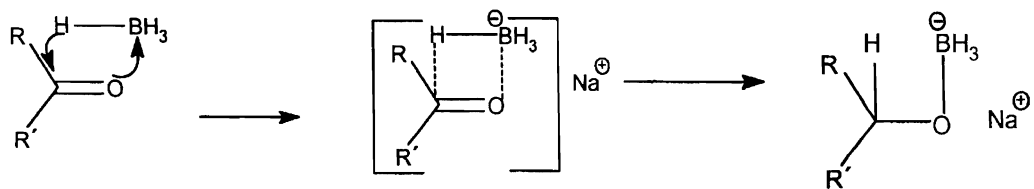
SÍNTESIS DE BORNEOL POR REDUCCIÓN DE ALCANFOR

OBJETIVO

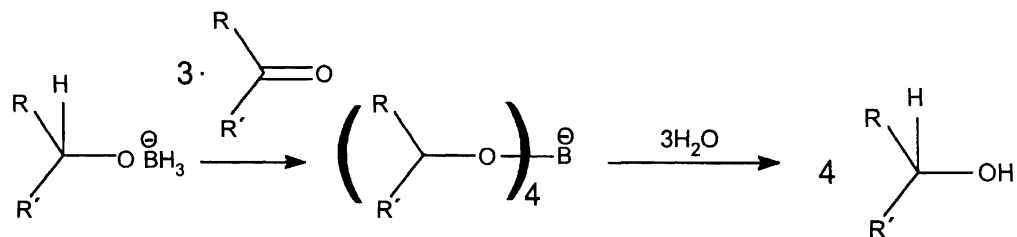
Realizar la reducción del alcanfor comercial utilizando el borohidruro de sodio, un reductor suave, y obtener borneol, compuesto presente en la esencia de lavanda.

INTRODUCCIÓN

El borohidruro de sodio es un hidruro metálico, que por adición nucleofílica agrega un ion hidruro del átomo de boro a un carbono deficiente en electrones de una cetona. Se piensa que el mecanismo, el cual se muestra enseguida, ocurre a través de una estructura de transición de cuatro centros, con un enlace formado entre el boro y el átomo de oxígeno carbonílico.



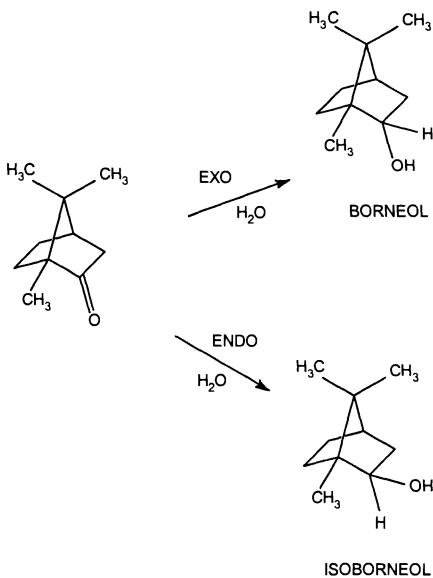
Este proceso se repite con otras tres moléculas de cetona, hasta que todos los átomos de hidrógeno del boro sean transferidos. Posteriormente, el complejo de boro puede descomponerse con agua para formar alcohol.



Como agente reductor débil, el borohidruro de sodio puede reaccionar sólo con aldehídos, cetonas y cloruros de acilo. En contraste, el poderoso reductor hidruro de litio y aluminio, AlLiH_4 , reacciona también con ácidos carboxílicos, ésteres, anhídridos y amidas. Debido a que el hidruro de litio y aluminio reacciona rápido con agua y alcoholes, las reducciones con este reactivo deben hacerse en soluciones anhidras de éter. En contraste, el borohidruro de sodio reacciona muy lento con agua y alcohol y puede usarse con facilidad en estos disolventes sin que ocurra una pérdida importante de este reactivo. Sin embargo, se descompone en disoluciones ácidas desprendiendo hidrógeno gaseoso.



Dos alcoholes, el borneol y el isoborneol, se forman por la reducción del alcanfor debido a que el ataque del ion borohidruro puede atacar por abajo o por arriba del grupo carbonilo. El ataque por la parte de abajo suele llamarse ataque *exo* y el ataque por la parte de arriba, ataque *endo*. En este ejemplo el ataque *exo* no es muy favorecido, debido a la repulsión estérica producida por los grupos metilo en el puente del biciclo de alcanfor. Por lo anterior, se forman 14% de borneol y 86% de isoborneol.



El alcanfor puede obtenerse a partir del árbol alcanfor, que manifiesta un penetrante olor. Industrialmente, el alcanfor se usa en la manufactura de plásticos de celulosa, así como en explosivos, pirotécnia, lacas y barniz, fluidos balsámicos, fármacos y cosméticos.

MATERIAL DE VIDRIO

- 1 matraz Erlenmeyer de 25 ml
- 1 vaso de precipitado de 125 ml
- 1 matraz redondo de 50 ml
- 1 refrigerante
- 1 matraz Kitazato
- 1 filtro Buchner
- 1 probeta de 25 ml
- 1 cristizador

EQUIPO DE LABORATORIO

- 1 parrilla
- 1 agitador magnético
- 1 reóstato
- 1 mantilla de calentamiento
- 1 espátula
- 2 pinzas de tres dedos con nuez
- 1 soporte universal

REACTIVOS

- Alcanfor comercial
- Etanol, C_2H_5OH
- Borohidruro de sodio, $NaBH_4$
- Hielo

EXPERIMENTACIÓN

En un matraz Erlenmeyer se disuelven 3.0 g (0.020 mol) de alcanfor en 10 ml de etanol. A esta solución se agregan con mucho cuidado 1.5 g (0.039 mol) de boro-

hidruro de sodio en pequeñas porciones. Puede haber efervescencia. Después de adicionar el borohidruro de sodio, la mezcla se calienta suavemente en un baño María. Después se calienta a ebullición por 10 minutos, adicionando el etanol que sea necesario para mantener el volumen constante. La mezcla caliente se vierte en aproximadamente 50 gramos de hielo y agua y el matraz se lava con pequeñas cantidades de etanol. Después de que el hielo se ha derretido, el sólido formado se colecta filtrando por succión y después se disuelve en la mínima cantidad de etanol caliente en un matraz Erlenmeyer de 50 ml. Se adiciona agua caliente lentamente hasta que la solución se vuelva turbia; entonces se agrega etanol caliente para redissolver el sólido formado. Se enfría en hielo y se filtra el material por succión.

Se determinan el peso y el punto de fusión, y de ser posible se obtiene el espectro IR de su producto seco (consultar los espectros IR-4 a IR-6 en el anexo A).

Nota: El borohidruro de sodio puede analizarse primero para saber si aún es activo, ya que reacciona lentamente con la humedad ambiental. Para ello, se coloca una pequeña cantidad de etanol y se calienta en baño María. Puede ocurrir un burbujeo vigoroso si el anhídrido es activo.

CUESTIONARIO

1. ¿Por qué se usa borohidruro de sodio en lugar de hidruro de litio y aluminio en esta reducción?
2. ¿Por qué se realiza la reacción en etanol?
3. ¿Por qué no se obtiene borneol en menor cantidad que isoborneol?
4. ¿Por qué se agrega agua a la solución alcohólica?
5. ¿Cómo comprobaría usted que el compuesto obtenido es un alcohol?

BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. USA, Mc Graw-Hill, pp. 242-245.
2. Ikan, R. 1991. *Natural Products, a Laboratory Guide*. 2ª ed. USA, Academic Press, cap. III.
3. Murillo, H. 1970. *Tratado elemental de química orgánica*. 10ª ed. México, ECLALSA.
4. Shriner, R.L., R.C. Fuson, y D.Y. Curtin. 1991. *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. México, Limusa.

Práctica 5

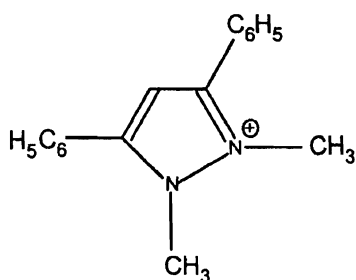
SÍNTESIS DE UN HETEROCICLO: OBTENCIÓN DE 3,5-DIMETILPIRAZOL

OBJETIVO

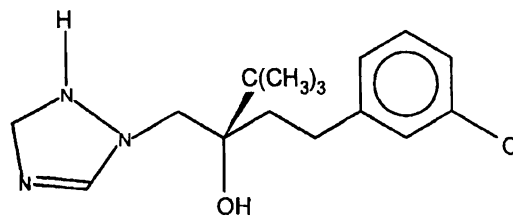
Realizar la síntesis del 3,5-dimetilpirazol, una molécula heterocíclica de interés farmacológico, a partir de acetilacetona e hidrazina.

INTRODUCCIÓN

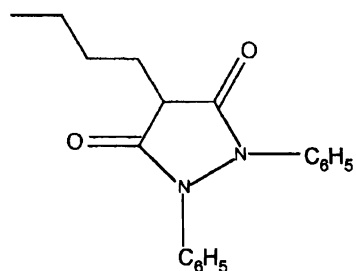
Los derivados de los pirazoles, triazoles y tetrazoles son compuestos aromáticos estables, muchos de los cuales se han usado como fármacos, plaguicidas y colorantes. Algunos ejemplos son la sal de pirazolio (dibenzoquat), un herbicida; el Raxil, un fungicida que se utiliza para la protección de las plantas; y la fenilbutazona, un fármaco antiinflamatorio que se emplea para tratar infecciones por hongos. Los derivados 1,2,3-triazol se utilizan como agentes de bloqueo óptico. Los tetrazoles son importantes en la investigación médica porque es posible considerar a los N-H-tetrazoles como análogos de ácidos carboxílicos, ya que sus valores de pKa son comparables con los sistemas planos y deslocalizados, que tienen requerimientos espaciales similares.



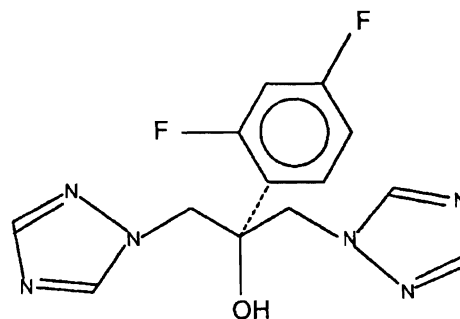
dibenzoquat



Raxil

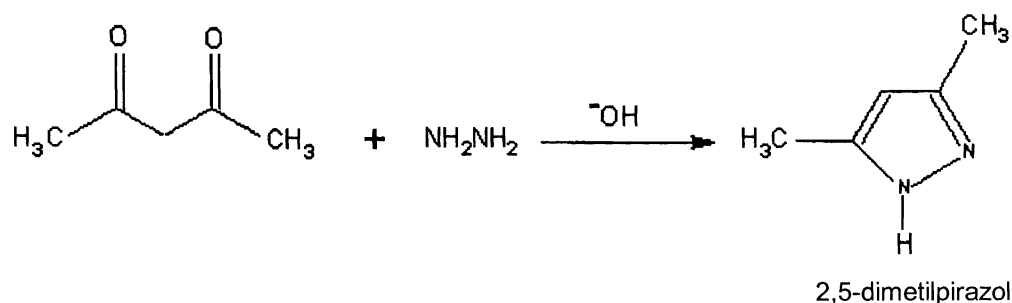


fenilbutazona



fluconazol

Los análogos de aminoácidos y de muchos otros ácidos carboxílicos naturales se han sintetizado con un anillo de tetrazol en lugar del grupo carboxilo. La ruta más general para la síntesis de pirazoles es la reacción de compuestos 1,3-dicarboxílicos o sus equivalentes (como los ésteres) con hidrazinas. Un ejemplo sencillo es la síntesis del 3,5-dimetilpirazol a partir de 2, 4-pentanodiona e hidrazina.



2,5-dimetilpirazol

Esta ruta tiene la desventaja de que los compuestos dicarboxílicos asimétricos, o sus derivados, en ocasiones producen mezclas de pirazoles isómeros. Una ruta satisfactoria para la síntesis de varios NH-pirazoles es la reacción de las hidrazonas $X-CS-NH-NH_2$ ($X=SR$ o NR) con halocetonas, que produce las triazinas como intermediarios; éstas, ya sea con tratamiento ácido o en forma espontánea, expulsan azufre para dar pirazoles por electrociclización de diazocompuestos insaturados mediante la reacción de adición 1,3-dipolar de diazocompuestos e imidas de nitrilo.

MATERIAL DE VIDRIO

- 3 vasos de precipitado de 125 ml
- 1 matraz de tres bocas 24/40
- 1 tapón de vidrio 24/40

1 tapón con adaptador para termómetro 24/40
1 termómetro
1 embudo de adición
1 embudo de separación de 125 ml
1 cristalizador

EQUIPO DE LABORATORIO

1 parrilla
1 agitador magnético

REACTIVOS

Sulfato de hidrazina, $\text{NH}_2\text{NH}_2 \cdot \text{SO}_4$
Hidróxido de sodio, NaOH
2,4-pentanodiona (o acetilacetona), $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$
Cloruro de sodio, NaCl
Carbonato de potasio anhidro, K_2CO_3
Éter (CH_3CH_2)₂O
Éter de petróleo
Bromuro de potasio, KBr
Agua destilada
Hielo

EXPERIMENTACIÓN

Se disuelven 1.805 g (0.01388 mol) de sulfato de hidrazina, $\text{NH}_2\text{NH}_2 \cdot \text{SO}_4$, en 11.2 ml de una disolución 2.9M de hidróxido de sodio, NaOH, contenida en un matraz de tres bocas, equipado con un termómetro, agitación y un embudo de adición. Se sumerge en hielo y cuando la temperatura permanezca en 15°C (puede aparecer en este momento algo de sulfato de sodio), se adicionan 1.39 g (1.55 ml, 0.0139 mol), de 2,4-pentanodiona (o acetilacetona) goteando y con agitación y procurando mantener la temperatura en los 15°C. El dimetilpirazol se separa durante este periodo de adición. Se agregan 5.58 ml de agua y se agita para disolver las sales inorgánicas; el contenido del matraz se transfiere a un embudo de separación y se extrae con 3 ml de éter. El proceso se repite cuatro veces con 1.2 ml de éter en cada ocasión. Los extractos etéreos combinados se lavan con una disolución saturada de cloruro de sodio y se realiza la extracción necesaria. Se agrega un poco de carbonato de potasio anhidro para eliminar el agua remanente, se decanta

y se evapora el éter. Al final se obtiene aproximadamente 1.0 g de un sólido cristalino amarillo que se funde a los 107-108°C. Se recrystaliza en éter de petróleo y se toma nuevamente el punto de fusión del sólido obtenido. También puede obtenerse el espectro IR de esta sustancia, observando en especial la ausencia de bandas a 1700 cm^{-1} correspondientes a los grupos carbonilo de la dicetona, y la señal N-H a 3300 cm^{-1} . (Consultar el espectro IR-7 en el anexo A.)

CUESTIONARIO

1. Explique el mecanismo que sigue la reacción de síntesis de la 3,5 dimetilpirazina.
2. ¿Cómo se puede verificar que el compuesto obtenido tiene estructura de un anillo?
3. Si no dispusiera de éter para realizar las extracciones del producto, ¿qué otro disolvente usaría y cómo lo escogería?

BIBLIOGRAFÍA

1. Gilchrist, T.L. 1995. *Química heterocíclica*, 2ª ed. EUA, Adisson-Wesley Iberoamérica.
2. Morrison, R.T. y R.N. Boyd. 1992. *Química orgánica*. 5ª ed. EUA, Adisson-Wesley Iberoamérica.
3. Paquette, Leo A. 1978. *Principles of Modern Heterocyclic Chemistry*. USA, Benjamin Cummings.

Práctica 6

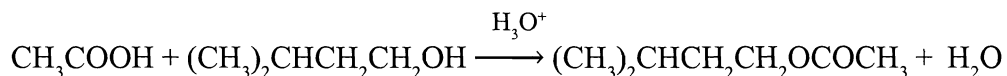
ESTERIFICACIÓN: SÍNTESIS DEL ACETATO DE ISOAMILO

OBJETIVO

Obtener acetato de isoamilo (aceite de plátano) mediante la esterificación del ácido acético con el alcohol isoamílico en medio ácido.

REACCIÓN

En esta práctica se obtiene acetato de isoamilo, por la sustitución nucleofílica del grupo OH del ácido acético por el alcohol isoamílico (isopentanol) en presencia de medio ácido.



El *acetato de isoamilo* es un líquido incoloro que hierve a 134°C, con una densidad de 0.87 g/ml y que tiene un intenso olor a plátano. Se le emplea en la fabricación de barnices a base de nitrocelulosa y en la preparación de esencias artificiales de frutas. Otros ejemplos son: el *butirato de metilo*, $\text{C}_3\text{H}_7\text{COOCH}_3$, que es la esencia artificial de piña; el *isovalerianato de isoamilo*, $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$, que se emplea en la fabricación de la esencia artificial de manzanas; el *enantilato de etilo*, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{COOCH}_2\text{CH}_3$, que constituye la esencia artificial de coñac; y el *undecilato de amilo*, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_9\text{COOC}_5\text{H}_{11}$, que tiene un agradable olor a rosas y se utiliza en la preparación de perfumes.

MATERIAL DE VIDRIO

- 1 juego de química 19/22 (o en su defecto el material abajo mencionado, con juntas 24/40)
- 1 matraz redondo de 100 ml y junta 24/40
- 1 matraz aforado de 50 ml
- 2 vasos de precipitado de 100 ml
- 2 pipetas graduadas de 5 ml
- 1 pipeta graduada de 10 ml
- 1 embudo de separación de 125 ml
- 1 condensador 24/40
- 1 cristizador mediano
- 1 junta Claissen o junta para sistema de destilación
- 1 junta de goteo 24/40
- 1 adaptador para termómetro
- 1 termómetro

EQUIPO DE LABORATORIO

- 1 mantilla de calentamiento
- 1 reóstato con conexiones
- 1 parrilla
- 1 agitador magnético

MATERIAL Y EQUIPO PARA MICROMÉTODO

- 1 juego de micrométodo
- 3 pipetas pasteur
- 1 cristizador de 10 cm de diámetro
- 1 termómetro
- 1 soporte universal
- 2 pinzas con nuez
- 1 parrilla de calentamiento
- 1 perilla para pipeta Pasteur

SUSTANCIAS

Arena

Ácido acético glacial, CH_3COOH

Alcohol isoamílico, $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$

Ácido sulfúrico, H_2SO_4

Bicarbonato de sodio, NaHCO_3

Cloruro de sodio, NaCl

Cloruro de calcio anhidro, CaCl_2

Sulfato de sodio anhidro, Na_2SO_4

Algodón

Hielo

EXPERIMENTACIÓN

Se colocan en un matraz redondo 6 ml de ácido acético glacial, 4.5 ml de alcohol isoamílico y 1 ml de ácido sulfúrico concentrado. La mezcla se mantiene a reflujo por una hora. La mezcla de reacción se enfría a temperatura ambiente, se transfiere a un embudo de separación y se adicionan 14 ml de agua helada. Se lava el matraz de reacción con 3 ml de agua fría y se transfiere al embudo de separación. Se agita varias veces, se dejan separar las capas de disolventes y se desecha la capa acuosa. A la capa orgánica que permanece en el embudo de separación se agregan lentamente 8 ml de una disolución al 5% de bicarbonato de sodio. Sin tapar el embudo, se agita la mezcla hasta que la producción de gases sea mínima, y se desecha nuevamente la capa acuosa. El proceso se repite hasta que el pH de la capa acuosa se torne básico. Cuando esto ocurra, se extrae la capa orgánica con 7 ml de agua y para facilitar la separación de ambas fases se agregan 1.5 ml de disolución saturada de cloruro de sodio.

Una vez hecha la separación, se agregan 0.5 g de sulfato de sodio anhidro a la capa orgánica. La mezcla se deja reposar 15 minutos o hasta que sea transparente.

Se monta un aparato de destilación y se destila la mezcla orgánica para obtener el éster a una temperatura de 134-135°C. En esta última etapa se recomienda que el matraz de recolección del destilado esté sobre hielo.

Una vez separado el éster, se mide el volumen y se determina el rendimiento. Si es posible, debe intentarse obtener el espectro IR del producto y medir su índice de refracción. (Consultar el espectro IR-8 en el anexo A.)

MICROMÉTODO

Si se decide realizar la presente experiencia por micrométodo, puede consultarse la lista de material básico en la figura 6.1.

En un vial de 5 ml provisto de agitador magnético se vierten 0.8 ml de alcohol isoamílico (7.4 mmol), 1.5 ml (26.2 mmol) de ácido acético, 4 gotas de ácido sulfúrico y 100 mg de gel de silicio. Se adapta un condensador para reflujo y una trampa de humedad (de CaCl₂) en la parte superior del condensador. La mezcla se mantiene a reflujo (160o-180oC) por una hora, agitando constantemente. Después del reflujo, la mezcla se enfría a temperatura ambiente, se extrae el agitador magnético y se añaden 0.5 ml de éter etílico.

Se hacen tres extracciones del producto utilizando 2 ml de disolución al 5% de bicarbonato de sodio en cada una de ellas. Debe tenerse la precaución de liberar la presión en cada extracción. Debido a que el volumen por extraer es muy pequeño, se utiliza una pipeta Pasteur con algodón en la punta para extraer la fase acuosa (inferior) y los granos de gel de silicio.

El producto se seca añadiendo sulfato de sodio anhidro al vial de 5 ml, hasta que el sulfato ya no se hidrate. La disolución seca se transfiere con una pipeta Pasteur a un vial de 3 ml. Se agregan piedras de ebullición al vial y se elimina el éter evaporándolo en un baño de arena (que se encuentre a menos de 50oC) y en la campana.

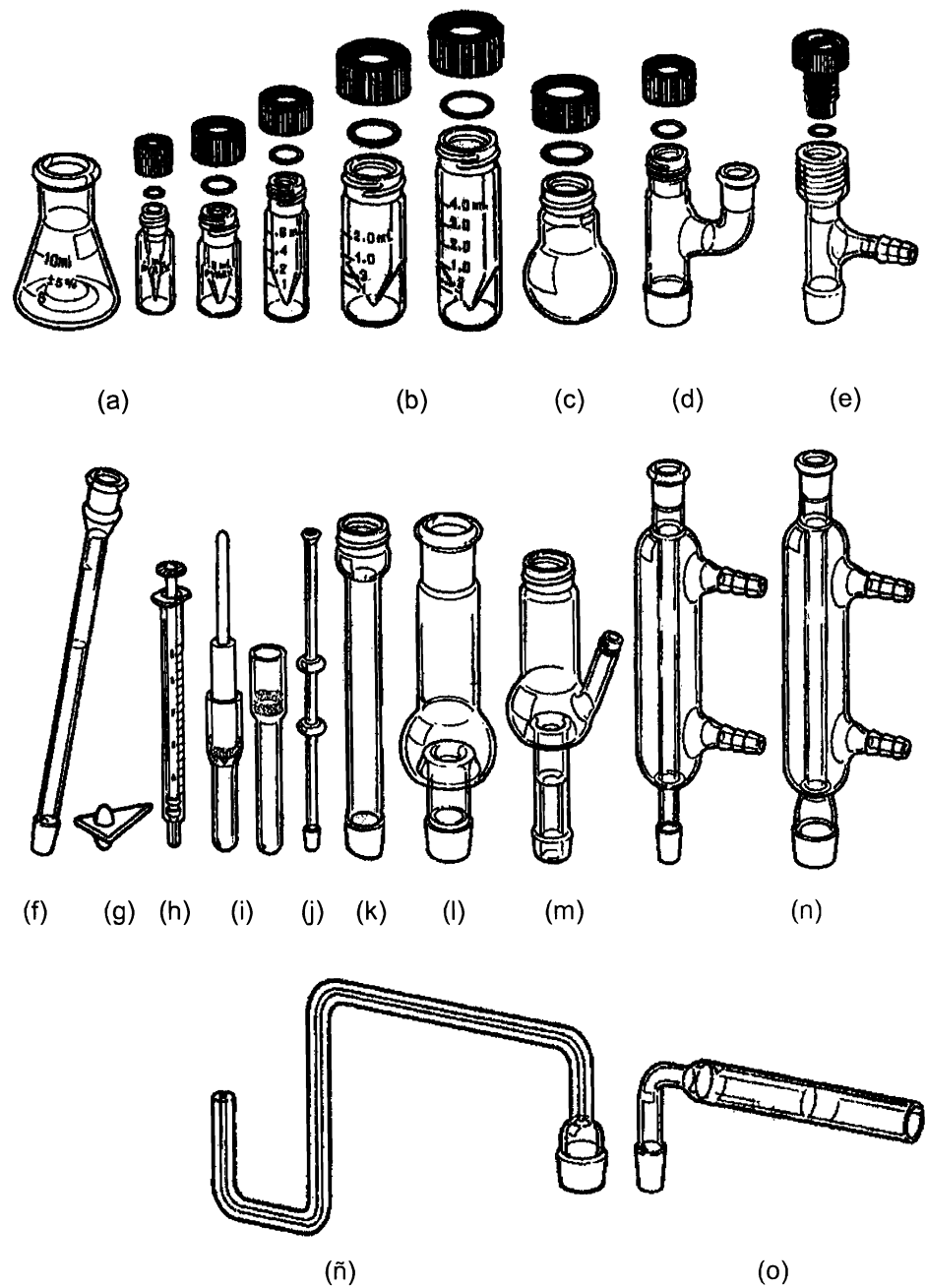


Figura 6. 1. Equipo básico de micrométodo: a) matraz Erlenmeyer, b) viales, c) matraz redondo, d) junta Claissen, e) adaptador para destilación a vacío, f) condensador de aire para reflujo, g) agitador magnético, h) jeringa, i) cristalizador de Craig, j) tubo colector de muestras de cromatografía de gases, k) condensador de aire, l) destilador de Hickman simple, m) destilador de Hickman con adaptación lateral, n) condensadores, ñ) tubo de seguridad para burbujeo de gases, o) tubo conector para desecador.

Se adapta sobre el vial un destilador Hickman y sobre éste un condensador de aire. Se coloca el vial sobre un baño de arena y se destila la esencia de plátano, lo cual debe ocurrir a los 160°-180°C (debe procurarse determinar bien el punto de ebullición). Para mejorar el calentamiento, cubra el baño de arena con papel aluminio. Cuando el aceite se haya destilado totalmente, se transfiere con una pipeta Pasteur a un vial previamente pesado y se determina la cantidad de producto obtenido.

Si es posible, debe intentarse obtener el espectro IR de su producto y compararlo con el de la literatura. (Consultar el espectro IR-8 en el anexo A.)

Nota: Los granos de gel de silicio se emplean para absorber el agua que se genera en la reacción.

CUESTIONARIO

1. Explique el mecanismo de reacción de la esterificación realizada.
2. ¿Por qué es necesario agregar ácido a la mezcla de reacción?
3. En caso de no disponer de ácido sulfúrico, ¿qué otro ácido puede utilizar?
4. ¿Cuál es el objetivo de realizar extracciones con agua?
5. ¿Por qué se hace la extracción con bicarbonato de sodio? ¿Al hacerlo que gas se desprende?
6. ¿Por qué la capa acuosa debe llevarse a pH básico?
7. ¿Por qué se agrega cloruro de sodio?
8. ¿Una base puede catalizar la esterificación?
9. En una esterificación un alcohol terciario reacciona más lentamente que uno secundario, y éste con mayor lentitud que uno primario. ¿Por qué?
10. ¿En qué difiere el espectro IR de un éster comparado con el de su ácido carboxílico de origen?

BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. USA, Mc Graw-Hill, pp. 406-412.
2. Landgrabe, J.A. 1993. *Theory and Practice in Organic Laboratory*. 4^a ed. USA, Brooks/Cole, Calif.
3. Murillo, H. 1970. *Tratado elemental de química orgánica*. 10^a ed. México, ECLALSA.
4. Pine, S. H. 1989. *Química orgánica*. 2^a ed. en español. México, Mc Graw-Hill, cap. 8.
5. Stevens R. K. y J.A. Hodgenson. 1976. "Modern Classics in Analytical Chemistry", *Am. Chem. Soc.* (2) 205.

Práctica 7

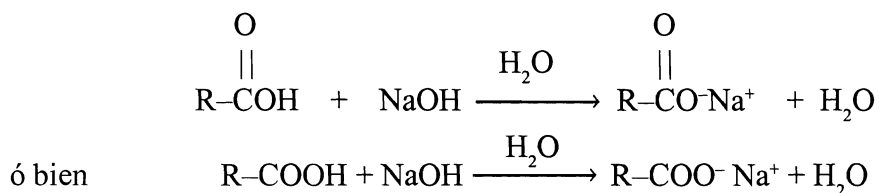
SAPONIFICACIÓN: OBTENCIÓN DE UN JABÓN

OBJETIVO

Obtener un *jabón* mediante la reacción de una base fuerte, como el hidróxido de sodio, con una grasa animal o un aceite vegetal.

INTRODUCCIÓN

El jabón es un éster metálico que se obtiene al hacer reaccionar un ácido carboxílico con una base fuerte como la sosa, NaOH, o la potasa, KOH, aunque puede prepararse con otros metales. La característica principal del jabón es la presencia de dos zonas de distinta polaridad: la hidrofílica, que es fuertemente atraída por las moléculas de agua y que se localiza en torno al grupo carboxilo, y la zona hidrofóbica, que es poco polar y que se mantiene lejos de las moléculas de agua, ubicada en el extremo más alejado de la cadena hidrocarbonada.



donde R = cadena hidrocarbonada larga.

Esta tendencia a orientar su estructura con respecto al agua es lo que permite al jabón funcionar como una cuerda cuyo extremo poco polar o hidrofóbico se orienta hacia las moléculas poco polares que conforman la mayoría de las *manchas*; el otro extremo, el hidrofílico, es atraído por un gran número de moléculas de agua. De esta forma, una *mancha* es rodeada por gran número de iones éster o jabón en

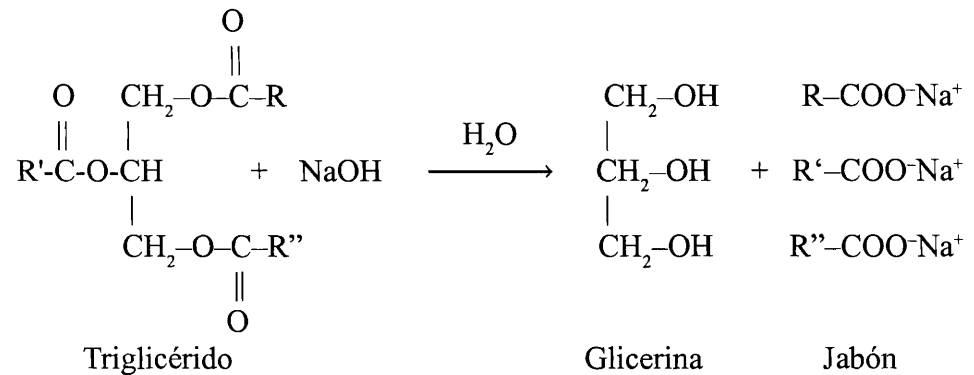
una primera capa, que a su vez es rodeada por un enorme número de moléculas de agua que al ser atraídas por moléculas de agua más externas, terminan disgregando la mancha.

Los triglicéridos o grasas son triésteres de la glicerina (1,2,3-propanotriol) y ácidos grasos de peso molecular elevado. En la tabla 7.1 se presentan ejemplos de grasas, aceites y sus componentes principales, triglicéridos o ácidos grasos.

TABLA 7.1 EJEMPLOS DE GRASAS Y ACEITES Y SUS COMPONENTES PRINCIPALES.

Grasa o aceite	Composición
Grasa humana	Tripalmitina, dioleoestearina
Grasa de buey	Dipalmito-oleína, dipalmito-estearina, oleopalmito-estearina y palmito-diestearina
Grasa de puerco	Ácidos: oleico, esteárico, palmítico, láurico, mirístico y linoleico
Aceite de tortuga	Ácidos: oleico, esteárico, palmítico y clupanodónico
Aceite de ballena	Ácidos: oleico, palmítico, palmito-oleico, araquidónico y clupanodónico
Aceite de oliva	Oleína, linoleína y palmitina
Aceite de lino	Linoleína, linolenina y oleína
Aceite de ricino	Ricinoleína, estearina y dioxiestearina
Aceite de algodón	Palmitina, oleína, linoleína, araquidina y estearina
Aceite de palma	Laurina, oleína, miristina y palmitina
Manteca de coco	Laurina, miristina y palmitina

Cuando los triglicéridos reaccionan con hidróxido de sodio, se produce glicerina y tres moléculas de ácidos carboxílicos (los ácidos grasos). A su vez, estos ácidos carboxílicos reaccionan con el hidróxido de sodio produciendo tres ésteres de sodio o jabones.



MATERIAL DE VIDRIO

- 1 vaso de precipitado de 100 ml
- 1 vaso de precipitado de 250 ml
- 1 vaso de precipitado de 400 ml
- 1 matraz Kitazato de 250 ml
- 1 embudo Buchner
- 2 pipetas graduadas de 10 ml
- 1 probeta graduada de 100 ml
- 1 agitador de vidrio
- 1 cristalizador

EQUIPO DE LABORATORIO

- 1 espátula
- 1 balanza
- 1 parrilla
- 1 bomba de vacío
- 1 soporte universal
- 1 anillo
- 1 tela de asbesto

SUSTANCIAS

Hidróxido de sodio, NaOH
Etanol absoluto, C₂H₅OH
Cloruro de sodio, NaCl
Grasa animal o aceite vegetal

EXPERIMENTACIÓN

Se disuelven 9 g de hidróxido de sodio en una mezcla de 9 ml de etanol absoluto y 9 ml de agua contenida en un vaso de precipitado de 100 ml.

Por otra parte, se preparan 40 ml de una mezcla etanol-agua al 50% v/v (20 ml de agua y 20 ml de etanol).

En otro vaso de precipitado de 250 ml se colocan 5 g de grasa o aceite y se agrega la disolución que contiene sosa. La mezcla se calienta, agitando constantemente, en un baño de vapor por 30 minutos. Durante este tiempo se agrega la disolución de agua-etanol, siempre que sea necesario para evitar la formación excesiva de espuma. La mezcla anterior se vierte, con agitación vigorosa, en una disolución fría de 25 g de cloruro de sodio en 75 ml de agua (disolución que debe calentarse si la sal no se disuelve). Para enfriar, primero se hace a temperatura ambiente y después con un baño de hielo. El jabón o éster metálico se precipita al enfriar; se filtra a vacío y lavando con agua helada. Se seca al aire, dejando reposar durante 24 horas el sólido obtenido. La cantidad lograda se pesa y, si es posible, se obtiene el espectro IR y se comprueba que el producto se comporta como un jabón.

MICROMÉTODO

MATERIAL DE VIDRIO

1 vaso de precipitado de 50 ml
1 vaso de precipitado de 100 ml
1 matraz Erlenmeyer de 25 ml
1 matraz Kitazato de 250 ml
2 pipetas de 1 ml
1 propipeta
1 cristizador mediano

1 vidrio de reloj
1 embudo Buchner
1 agitador de vidrio

EQUIPO DE LABORATORIO

1 parrilla
1 espátula

SUSTANCIAS QUÍMICAS

Hidróxido de sodio, NaOH
Etanol absoluto, C₂H₅OH
Cloruro de sodio, NaCl
Grasa animal o aceite vegetal
Hielo

EXPERIMENTACIÓN

Se disuelven 0.5 g de hidróxido de sodio en una mezcla de 2 ml de agua y 2 ml de etanol (95%) en un vaso de 25 ml o bien en un matraz Erlenmeyer de 25 ml. Con una pipeta Pasteur se adiciona 1 g de aceite vegetal, agitando continuamente mediante un agitador magnético. La mezcla se calienta a 100°C por 30 minutos, agitando continuamente y adicionando en ese periodo una mezcla equivalente de 2 ml de agua y 2 ml de etanol para mantener el volumen constante.

Alternativamente, es posible mantener la mezcla a reflujo en un baño de agua hirviendo y colocando la mezcla en un vial de 5 ml o bien en un matraz redondo de 10 ml.

Para separar el jabón se disuelven 5 g de cloruro de sodio en 15 ml de agua, vertiendo la mezcla en un vaso de precipitado de 50 ml y calentando si es necesario para disolver la sal. Esta disolución se enfría y se le adiciona rápidamente la mezcla que contiene su jabón. A continuación se enfría en un baño de hielo. Se filtra por succión el precipitado que se forme y se lava con 2 porciones de 1 ml de agua fría. El jabón se deja secar hasta la siguiente sección de laboratorio para poder pesarlo y calcular el rendimiento.

CUESTIONARIO

1. ¿Qué es un ácido graso?
2. ¿Qué es un jabón?
3. Explique por qué los jabones “limpian”.
4. ¿Para qué se adiciona cloruro de sodio a la mezcla saponificante?
5. ¿Por qué la disolución jabonosa es básica?

BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. USA, Mc Graw-Hill, pp. 406-412.
2. Ikan, R. 1991. *Natural Products, a Laboratory Guide*. 2ª ed. USA, Academic Press, pp. 23-36.
3. Landgrabe, J.A. 1993. *Theory and Practice in Organic Laboratory*. 4ª ed. USA. Books/Cale.
4. Morrison, R. T. y R.N. Boyd. 1992. *Química orgánica*. 5ª ed. EUA, Addison Wesley Iberoamérica.
5. Murillo, H. 1970. *Tratado elemental de química orgánica*. 10ª ed., México, ECLALSA.
6. Pine, S.H. 1989. *Química orgánica*. 2ª ed. México, Mc Graw-Hill.

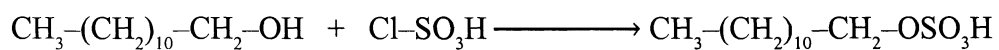
Práctica 8

OBTENCIÓN DE UN DETERGENTE POR MICROMÉTODO

OBJETIVO

Obtener un detergente mediante la reacción entre un alcohol de cadena larga y ácido clorosulfónico.

REACCIÓN



alcohol dodecílico

ácido clorosulfónico

sulfato ácido dodecilo

MATERIAL DE VIDRIO

1 matraz Erlenmeyer de 25 ml
1 matraz Kitazato de 250 ml
1 cristizador mediano
1 agitador de vidrio
2 pipetas graduadas de 1 ml
1 embudo Buchner

EQUIPO DE LABORATORIO

1 espátula
1 parrilla
1 bomba de vacío
1 propipeta
1 papel pH

SUSTANCIAS

Ácido acético glacial, CH_3COOH
Ácido clorosulfónico, $\text{Cl-SO}_3\text{H}$
Alcohol dodecílico o láurico, $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{10}-\text{CH}_2-\text{OH}$
Cloruro de sodio, NaCl
Carbonato de sodio, Na_2CO_3
Hielo

EXPERIMENTACIÓN

Antes de iniciar la experimentación, se lava todo el material de vidrio y se seca en una estufa.

Se colocan 2.5 ml de ácido acético glacial en un matraz Erlenmeyer de 25 ml y se enfrían moderadamente en un baño de hielo. Trabajando en la campana de extracción, se adiciona con lentitud y en pequeñas porciones 1 ml (0.0155 mol) de ácido clorosulfónico al ácido acético frío, procurando agitar continuamente. En esta parte de la experimentación debe ponerse especial cuidado de que el agua no entre en contacto con el ácido clorosulfónico. A continuación se adicionan, agitando continuamente, 2.9 g (0.0155 mol) de alcohol láurico en pequeñas porciones al matraz frío. Se continúa agitando hasta que todo el alcohol láurico se disuelva, y a continuación se deja reposar 20 minutos, agitando ocasionalmente, para que la reacción se complete.

Durante este intervalo se prepara una disolución de 3.5 g de cloruro de sodio en 12 ml de agua en un vaso de precipitado de 50 ml al que también se adiciona hielo picado, de tal manera que el volumen total de disolución no rebase los 25 ml. No es recomendable usar sal de mesa debido a los otros componentes que trae consigo. La mezcla de reacción se agrega al vaso que contiene la mezcla sal-hielo, y se adicionan lentamente porciones de 0.5 ml de una disolución saturada de carbonato de sodio hasta que la mezcla sea básica. El detergente precipitado se colecta filtrando por succión y lavando con pequeñas cantidades de agua fría. El producto se deja secar y se pesa para determinar el rendimiento de la síntesis.

Nota: El ácido clorosulfónico es muy corrosivo y peligroso, y puede causar quemaduras severas, por lo que debe utilizarse con mucho cuidado. Reacciona violentamente con el agua, así que es necesario usar material de vidrio perfectamente seco, guantes y gafas protectoras. En caso de contacto con la piel, hay que lavarse de inmediato con mucha agua y acudir al instructor.

PRUEBAS PARA JABONES Y DETERGENTES

A) Con jabón:

Se disuelven 0.175 g del jabón obtenido en 12.5 ml de agua destilada y se colocan 2.5 ml de dicha disolución en un tubo de ensaye. Se agita el tubo para formar espuma y se deja reposar por 30 segundos. Se observa el nivel de espuma formado y se anotan las observaciones. A continuación se adicionan 3 ml de una disolución al 5% de cloruro de calcio, se agita vigorosamente y se deja reposar. Se observa el efecto de adicionar el cloruro. Después se agregan 0.15 g de fosfato *trisódico* o bien carbonato de sodio, se agita vigorosamente, se deja reposar y se observa lo que ocurra.

Las pruebas anteriores se repiten con una segunda porción de 2.5 ml de disolución de jabón, pero usando una disolución al 5% de cloruro de magnesio.

B) Con detergente:

Se disuelven 0.175 g del detergente preparado en 12.5 ml de agua y se vierten 2.5 ml de esta disolución en un tubo de ensaye. El tubo se agita enérgicamente para formar espuma y se deja reposar por 30 segundos. Se anotan las observaciones y se mide el nivel de espuma formada. Se adicionan 3 gotas de una disolución al 5% de cloruro de calcio, se agita y se deja reposar. Se observa el efecto de la adición del cloruro en la espuma, y si es necesario se adiciona fosfato *trisódico* o bien carbonato de sodio.

Las pruebas anteriores se repiten pero con disolución al 5% de cloruro de magnesio.

C) Efecto del aceite:

Se colocan 5 gotas del aceite vegetal en tres tubos de ensaye. Al primero se le adicionan 2.5 ml de agua destilada, al segundo 2.5 ml de disolución de jabón y al tercero 2.5 ml de disolución de detergente. Se agitan vigorosamente todos los tubos, se dejan reposar unos minutos y se anota lo observado.

D) Efecto del ácido diluido:

A las cantidades restantes de la disolución jabonosa y de detergente se les adicionan algunas gotas de ácido sulfúrico diluido hasta que las mezclas sean ácidas. Se anotan las observaciones.

CUESTIONARIO

1. ¿En qué difiere un detergente de un jabón?
2. Investigue qué es un detergente catiónico, uno aniónico y uno neutro. Ejemplifique cada caso.
3. ¿Qué ocurre si se adiciona aceite vegetal a las mezclas jabonosa y de detergente?
4. Algunos libros de química describen a los detergentes como *duros* o *blandos*; ¿a qué se refieren tales calificativos?
5. ¿Qué pasa cuando se adiciona disolución de CaCl_2 o bien de MgCl_2 a la disolución de jabón?
6. ¿Qué observa cuando se agrega aceite a una disolución jabonosa o de detergente?

BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. Mc Graw-Hill, pp. 533 a 542.
2. Morrison, R.T. y R.N. Boyd. 1992. *Química orgánica*. 5ª ed. EUA, Adisson Wesley Iberoamérica.
3. Pine, S.H. 1989. *Química orgánica*. 2ª ed. México, Mc Graw-Hill.

Práctica 9

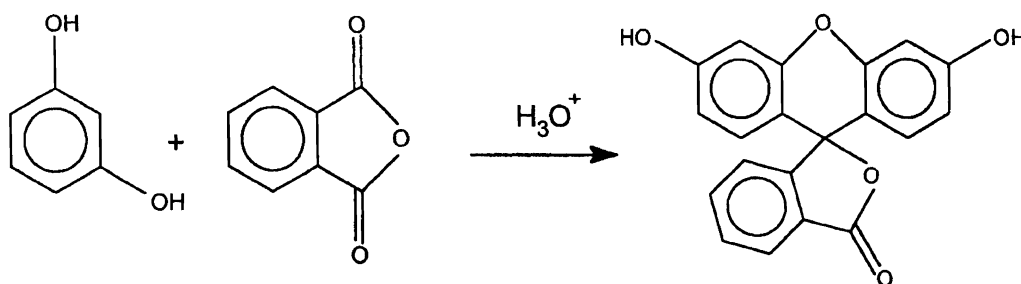
SÍNTESIS DE FLUORESCEÍNA: EMISIÓN Y ABSORCIÓN DE LUZ

OBJETIVO

- Obtener el pigmento fluorescente fluoresceína a partir del resorcinol y el anhídrido ftálico, un derivado del ácido carboxílico.
- Comprender la diferencia entre emisión y absorción de luz en la región del ultravioleta-visible.

INTRODUCCIÓN

La fluoresceína es un pigmento fluorescente que tiene múltiples aplicaciones en serigrafía, en microbiología, etc., ya que se le utiliza como medio de contraste. Se obtiene mediante una reacción de sustitución electrofílica aromática (S_EAr) del resorcinol sobre el anhídrido ftálico.



Además, la fluoresceína es un compuesto que puede utilizarse como indicador ácido-base pues el color de sus disoluciones depende del pH. Tal diferencia es más evidente si se analizan los *espectros de absorción* respectivos en la región del ultravioleta-visible, *UV-Vis* (consultar el anexo C), mostrados en la figura 9.1. Dichos espectros se obtienen cuando la molécula en cuestión es irradiada con radiación electromagnética del intervalo que va de 300 a 800 nanómetros (nm).

Los espectros obtenidos son una gráfica de las longitudes de onda que la molécula en cuestión absorbe, pero el color que observamos es en realidad la combinación de aquellas longitudes de onda que la molécula nos devuelve. La radiación absorbida por la molécula le provoca una transición electrónica, que es un cambio en forma y tamaño de su nube de electrones. Posteriormente la molécula regresa a su estado inicial, o basal, disipando la energía recibida, vibrando, rotando, deformándose o emitiendo luz, fenómeno este último que permite obtener los espectros de emisión de la molécula.

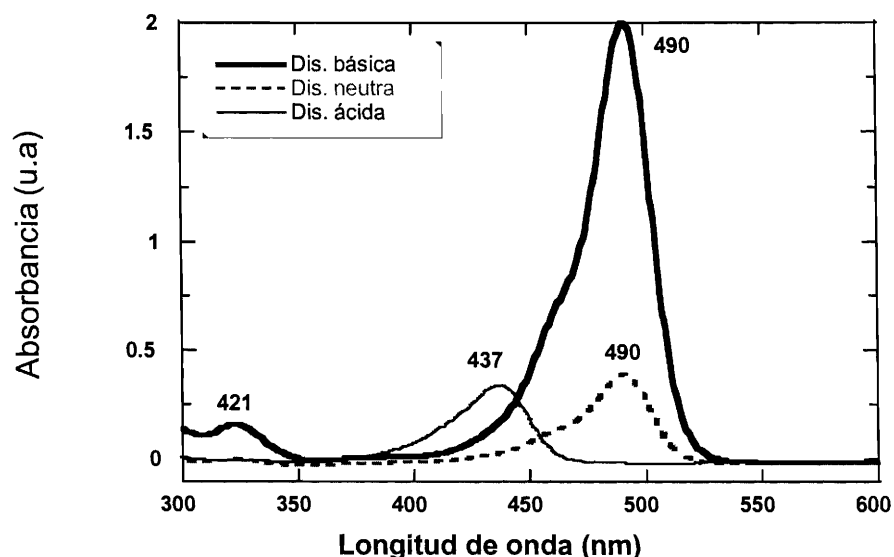


Figura 9.1 Espectros UV-Visible de fluoresceína en solución básica, neutra y ácida.

MATERIAL DE VIDRIO

- 1 matraz redondo de 20 ml
- 1 refrigerante
- 2 vasos de precipitado de 50 ml
- 1 vaso de precipitado de 250 ml
- 1 pipeta graduada de 1 ml
- 1 vidrio de reloj
- 1 agitador de vidrio

EQUIPO DE LABORATORIO

- 1 soporte universal
- 2 pinzas de tres dedos con nuez
- 1 espátula
- 1 propipeta
- 1 parrilla eléctrica
- 1 reóstato
- 1 mantilla de calentamiento
- 1 agitador magnético
- 1 termómetro
- 1 mangueras

SUSTANCIAS

- Resorcinol o *m*-dihidroxibenceno, $C_6H_6O_2$
- Anhídrido ftálico, $C_8H_4O_3$
- Hidróxido de sodio, NaOH
- Ácido sulfúrico, H_2SO_4
- Ácido clorhídrico, HCl
- Agua destilada

EXPERIMENTACIÓN

Se muelen 2.2 g de resorcinol y 1.5 g de anhídrido ftálico, y se colocan en un matraz redondo de 50 ml. Se añaden (con precaución) 0.5 ml de ácido sulfúrico. Se coloca un refrigerante y la mezcla, se mantiene a reflujo a $180^{\circ}C$, por un periodo de 20 a 30 minutos y hasta que se forme una masa sólida de color café oscuro. Se vierte (con precaución) el contenido del matraz en un vaso de precipitado de 125 ml que contiene 20 ml de agua y 1 ml de ácido clorhídrico. Luego se calienta el matraz redondo, con un poco de agua, hasta que se separe el resto de la fluoresceína, y se junta con lo antes obtenido. La mezcla se calienta unos 10 minutos, procurando desintegrar los trozos grandes de fluoresceína cruda.

La mezcla se filtra y el sólido se lava con un poco de agua helada y se deja secando al aire.

Con unos 3 ml de los lavados, en un pequeño vaso de precipitado se observa el color de la luz reflejada y el efecto de la luz de una lámpara ultravioleta, procurando no mirar directamente la luz UV y usando la onda corta de 370 nm. En otro vaso se

añaden 5 ml de una disolución 1 M de hidróxido de sodio, se agrega un poco de fluoresceína recién preparada, y se observan la luz reflejada y el color de la disolución bajo luz UV.

En un matraz pequeño se colocan 0.5 mg de fluoresceína y se agregan 10 ml de disolución 1 M de HCl; en otro se agregan 10 ml de agua destilada y en un tercero 10 ml de solución 1 M de NaOH. A continuación se obtienen los espectros UV-Visible (ver Fig. 9.1) de las tres disoluciones y se comparan.

El sólido obtenido se pasa y, si es posible, se obtienen los espectros IR (comparar con los espectros IR-9 e IR-10 en el anexo A).

MICROMÉTODO

MATERIAL DE VIDRIO

- 1 tubo de ensaye de 125 × 10 mm
- 2 tubos de ensaye pequeños
- 2 vasos de precipitado de 25 ml
- 1 matraz Kitazato pequeño
- 1 pipeta de 0.1 ml
- 2 pipetas Pasteur
- 1 embudo Buchner
- 1 agitador de vidrio
- 2 cristalizadores medianos
- 1 mortero con pistilo

EQUIPO DE LABORATORIO

- 1 parrilla de calentamiento
- 1 soporte universal
- 2 pinzas con nuez
- 1 termómetro
- 1 aro de hierro

EXPERIMENTACIÓN

En un tubo de ensaye de 125 × 10 mm se colocan 0.15 g de anhídrido ftálico y 0.22 g de resorcinol que se han molido finalmente en un mortero. Se añaden 0.05 ml de ácido sulfúrico (o bien 1 gota) y la mezcla se calienta a 180°C hasta que se observe la formación de una masa sólida de color café oscuro, lo cual ocurre 20 a 30

minutos más tarde. El contenido del tubo se vierte con mucho cuidado en una mezcla de 2 ml de agua destilada y 0.1 ml de ácido clorhídrico contenidos en un vaso de precipitado de 25 ml. Para extraer el resto de fluoresceína que permanece pegada al tubo de ensaye, se calienta el tubo con un poco de agua y se agrega a la primera porción. La mezcla se calienta por otros 10 minutos y, con la ayuda de una varilla de vidrio, se procura desintegrar la fluoresceína sólida.

Se filtra a vacío sobre un papel previamente pesado y se lava con un poco de agua helada. El precipitado se seca y pesa para calcular el rendimiento de la reacción.

Se realiza el mismo tipo de análisis de fluorescencia, UV-Vis, y el IR que se realiza con el método normal (compare con los espectros IR-9 e IR-10 en el anexo A y con los espectros UV-Vis de la Fig. 9.1).

CUESTIONARIO

1. Investigue la estructura de al menos otros dos pigmentos fluorescentes.
2. ¿Por qué es diferente el color de la disolución de fluoresceína en medio ácido, básico y neutro? ¿Qué cambios estructurales se producen en la molécula a consecuencia del medio ácido o básico?
3. Investigue qué es un espectro de absorción y uno de emisión.
4. ¿En qué difiere el color de las disoluciones observadas a simple vista de aquellas observadas bajo luz ultravioleta? ¿Cómo se nombra tal propiedad de las sustancias?
5. Observando los espectros UV-Vis obtenidos, ¿en qué difieren? ¿Tal diferencia es observable a simple vista?

BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. USA, Mc Graw-Hill, pp. 406-412.
2. Landgrabe, J. A. 1992. *Theory and Practice in Organic Laboratory*. 4^a ed. USA, Brooks/Cole. pp. 489-492.
3. Kirk, L. A. *Enciclopedia de tecnología química*. Tomo XI, John Wley & Sons, 3^a ed. USA, 1978.
4. Lakowicz, J. R. 1986. *Principles of Fluorescence Spectroscopy*. New York, Plenum Press, pp. 14-18.

5. Rendell, D. y D. Mowthorpe. 1987. *Fluorescence and Phosphorescence, Analytical Chemistry by Open Learning*. New York, John Wiley & Sons, pp. 21-42.
6. Silverstein, R. M., G.C. Bassler y T.C. Morrill. 1991. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. 5^a ed. New York, John Wiley & Sons.
7. Rubinson, K. A. y J. F., Rubinson. 2001. *Análisis Instrumental*. Madrid, Prentice Hall.
8. Perkampus, Heinz-Helmut. 1992. *UV-VIS Atlas of Organic Compounds*. 2^a de Germany, VCH.

Práctica 10

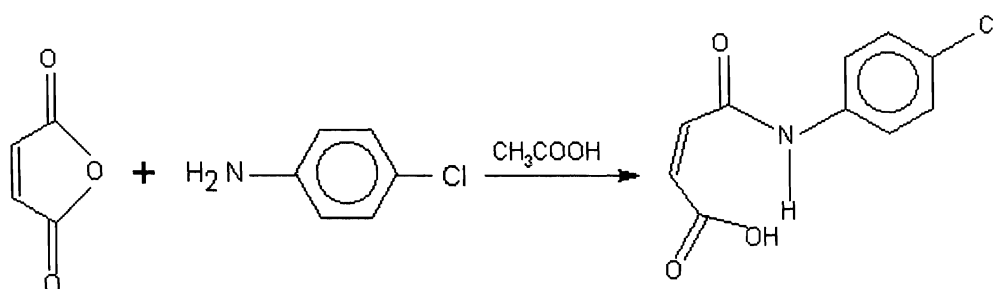
SÍNTESIS DE UNA AMIDA: ADICIÓN NUCLEOFÍLICA SOBRE UN DERIVADO DEL ÁCIDO CARBOXÍLICO

OBJETIVO

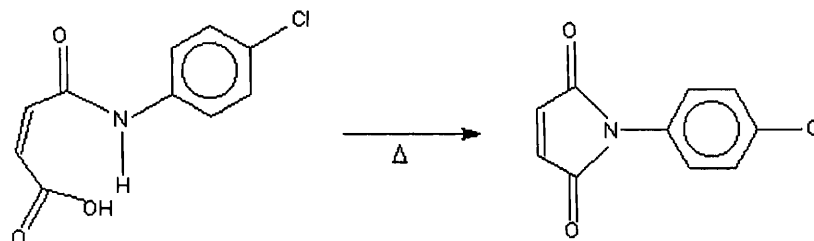
Obtener una amida cíclica, *N*-(*p*-clorofenil)-maleimida, mediante la adición nucleofílica de *p*-cloroanilina sobre anhídrido maleico.

INTRODUCCIÓN

La obtención de la *N*-(*p*-clorofenil)-maleimida en la presente práctica es un proceso que se desarrolla en dos etapas: en la primera de ellas ocurre un ataque nucleofílico del nitrógeno de la *p*-cloroanilina, catalizado por el medio ácido, sobre el carbono carboxílico del anhídrido ftálico.



En la segunda etapa el ácido *N*-(*p*-clorofenil)-maleámico se calienta y el nitrógeno ataca al otro carbono carboxílico para formar la *N*-(*p*-clorofenil)-maleimida.



EQUIPO DE VIDRIO

- 1 matraz redondo de 50 ml
- 2 matraces Kitazato de 100 ml
- 1 vaso de precipitado de 50 ml
- 1 vaso de precipitado de 100 ml
- 1 embudo Buchner
- 2 pipetas graduadas de 10 ml
- 1 cristalizador
- 1 probeta de 25 ml
- 1 agitador de vidrio

EQUIPO DE LABORATORIO

- 1 soporte universal
- 2 pinzas con nuez
- 1 parrilla
- 1 espátula
- 1 termómetro
- 1 balanza
- 1 agitador magnético
- 1 propipeta
- 1 bomba de vacío
- 1 papel filtro

SUSTANCIAS

p-cloroanilina, Cl-C₆H₅-NH₂
Ácido acético glacial, CH₃COOH
Anhídrido maleico, C₄H₂O₃
Anhídrido acético, (CH₃CO)₂O
Etanol, C₂H₅OH
Acetato de sodio, CH₃COONa
Carbón activado
Hielo

EXPERIMENTACIÓN

En un vaso de precipitado de 50 ml se vierten 3.8 ml de *p*-cloroanilina y 6 ml de ácido acético. La mezcla se calienta ligeramente hasta lograr la disolución total. A continuación se adicionan, de manera lenta y con agitación vigorosa, 2.94 g de anhídrido maleico. El precipitado formado se filtra con bomba de vacío y se lava con 3 ml de ácido acético. El sólido filtrado se cristaliza en etanol caliente, se determina su punto de fusión y se obtiene el espectro IR correspondiente. El sólido formado es ácido *N*-(*p*-clorofenil)-maleámico, que se funde a 205°C.

En un matraz redondo de 50 ml se colocan 3.3 g del ácido *N*-(*p*-clorofenil)-maleámico, 6 ml de anhídrido acético y 0.15 g de acetato de sodio. La mezcla se calienta en baño María a 85-95°C, durante una hora, agitando lenta y continuamente. Se enfría al chorro de agua y se coloca la mezcla en un cristizador con hielo y agua, agitando de manera enérgica hasta que termine de formarse un precipitado. La maleímida formada se filtra con una bomba de vacío, se redisuelve en etanol caliente y se agrega un poco de carbón activado para eliminar impurezas. La disolución caliente se filtra y se deja cristalizar. Se filtran los cristales formados, se mide su punto de fusión (110-111°C) y, si es posible, se obtienen los espectros IR y UV-Vis. Compárese este último con los espectros *b* y *c* de la figura C-13 del anexo C.

CUESTIONARIO

1. Explique el mecanismo de la presente síntesis.
2. ¿Por qué se utiliza ácido acético para la síntesis del ácido *N*-(*p*-clorofenil)-maleámico?
3. Indique cuál es el nucleófilo y cuál el electrófilo en la presente síntesis.

BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. USA, Mc Graw-Hill.
2. Morrison, R.T. y R.N. Boyd. 1992. *Química orgánica*. 5ª ed. EUA, Adisson Wesley Iberoamérica.
3. Pine, S. H. 1989. *Química orgánica*. 2ª ed. México, Mc Graw-Hill.
4. Shriner, R. L., R.C. Fuson y D.Y. Curtin. 1991. *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. México, Limusa.

Práctica 11

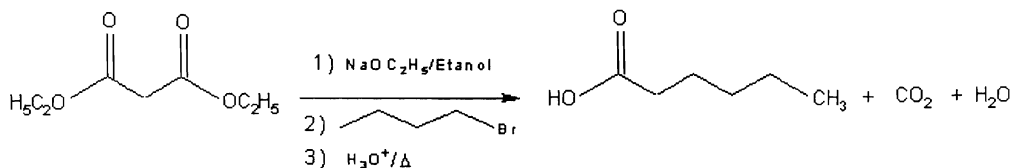
SÍNTESIS MALÓNICA: OBTENCIÓN DEL ÁCIDO HEXANOICO

OBJETIVO

- Realizar la síntesis de ácido hexanoico a partir de malonato de dietilo.
- Comprender las etapas de la síntesis malónica.
- Comprobar que la síntesis malónica, junto con la acetoacética, son dos importantes métodos de obtención de compuestos con sustituyentes a al carboxilo.

INTRODUCCIÓN

La síntesis malónica es un método para la obtención de compuestos con 1 o 2 sustituyentes en posición α al carboxilo. En la primera etapa, una base arranca uno de los hidrógenos α y el ion malonato obtenido actúa como un nucleófilo efectivo que desplaza al buen grupo saliente unido al grupo alquilo o arilo que se agrega en la segunda etapa. Finalmente, en la tercera etapa se agrega un ácido y se calienta para hidrolizar el malonato y para catalizar la descarboxilación del ácido malónico generado. La síntesis malónica, junto con la síntesis acetoacética, son dos importantes rutas de obtención de compuestos diversos cuya característica principal es la presencia de uno o dos nuevos sustituyentes en la posición α al carbonilo o carboxilo.



MATERIAL DE VIDRIO

1 matraz redondo de 100 ml
1 matraz redondo de 50 ml
1 condensador
2 vasos de precipitado de 100 ml
1 junta Claissen
1 termopozo
1 adaptador para termómetro
1 junta de goteo
2 pipetas graduadas de 10 ml
1 cristalizador

EQUIPO DE LABORATORIO

3 soportes universales
4 pinzas de tres dedos con sus nueces
1 mantilla
1 reóstato
1 balanza
1 manguera
1 parrilla
1 espátula
1 termómetro
1 agitador magnético
1 papel filtro

SUSTANCIAS

Etanol, C_2H_5OH
Sodio metálico, Na(S)
Cloruro de calcio, $CaCl_2$
Malonato de dietilo, $CH_2(COOC_2H_5)_2$
Bromuro de n-butilo, $BrCH_2CH_2CH_2CH_3$
Sulfato de magnesio anhidro, $MgSO_4$
Ácido clorhídrico concentrado, HCl
Ácido sulfúrico concentrado, H_2SO_4
Hidróxido de potasio, KOH
Éter etílico, $(CH_3CH_2)_2O$
Hielo

EXPERIMENTACIÓN

En un matraz redondo de 50 ml se coloca un agitador magnético y se adapta una junta Claissen, como en la figura 11.1. En la junta Claissen se colocan un condensador y un embudo de adición. Se conecta una trampa de humedad (de cloruro de calcio) para mantener las condiciones anhidras. Se colocan 20 ml de etanol absoluto y 0.7 g de sodio metálico limpio (en pequeños trozos) en el matraz redondo.

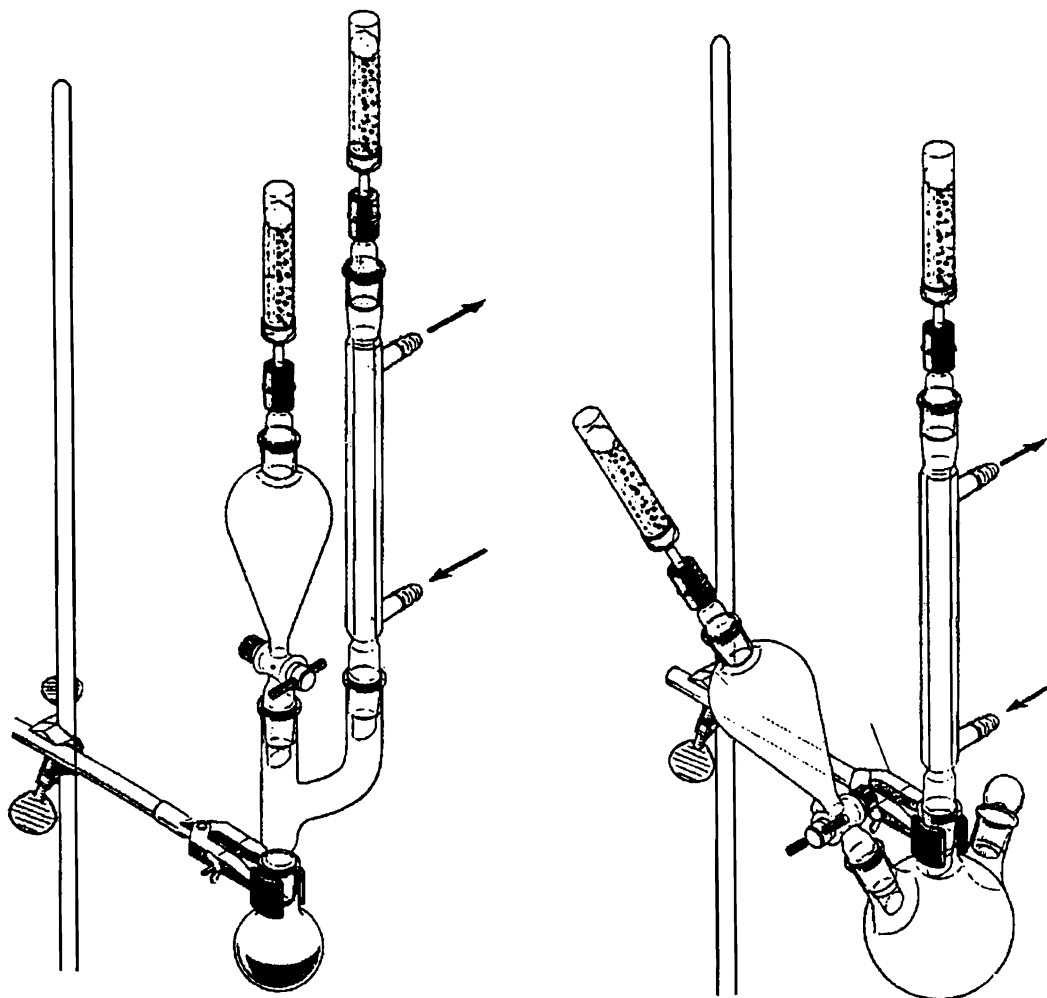


Figura 11.1 *Dos opciones para montar un sistema de reflujo en condiciones anhidras y adición a) por medio de una junta Claissen y b) en un matraz de tres bocas.*

Nota: El sodio metálico reacciona violentamente con el agua y puede provocar una explosión e incluso un incendio con los disolventes inflamables. Suele conservarse en aceite mineral o Nujol, pero ello no evita que se le forme una costra de hidróxido de sodio debido a la humedad atmosférica. Antes de utilizarlo debe secarse perfectamente con papel absorbente, eliminar la costra de hidróxido de sodio y cortarlo en trozos pequeños, procedimiento que debe realizarse en un lugar perfectamente seco, ventilado, alejado de los disolventes inflamables y utilizando siempre guantes. De preferencia, se recomienda que el profesor realice tal actividad.

Si la reacción se torna muy exotérmica, deberá utilizarse un baño de agua fría para mantener una temperatura baja. Pero si la reacción no ocurre, es recomendable calentar un poco para iniciarla.

Cuando la temperatura de la mezcla de reacción se encuentre por debajo de los 50°C, se agregan lentamente y con agitación 4.7 ml (0.031 mol) de malonato de dietilo recién destilado ($\rho = 1.05$ g/ml) en un periodo de 5 minutos. La reacción se completa mediante el reflujo por 15 minutos.

Se colocan 3.6 ml de bromuro de *n*-butilo en un embudo de adición y se agrega, lentamente a la mezcla de reacción durante un periodo de 5-10 minutos, agitando continuamente durante todo el proceso. Si la reacción se torna violenta durante las adiciones, será necesario enfriar. Después de finalizada la adición del bromuro de *n*-butilo, se mantiene el reflujo por 90 minutos. Durante este tiempo puede aparecer una sal inorgánica que precipitará, provocando un burbujeo violento, por lo cual deberá sujetarse bien todo el sistema. Utilizando una junta “Y”, el sistema de reflujo se modifica a uno de destilación, como el de la figura 11.2, y se elimine el etanol utilizando un cristizador con agua caliente.

El residuo que permanece en el matraz redondo se enfría y se agregan 20 ml de agua que contienen 2 gotas de ácido clorhídrico concentrado. El agua se agita y elimina con un embudo de separación. El matraz se lava con 5 ml de agua, los cuales se vierten al embudo de separación, se agita y se separa nuevamente la capa acuosa de la orgánica. El proceso se repite con otras dos porciones de agua fría. La fase orgánica que contiene el éster se seca con sulfato de magnesio anhidro.

El éster seco se decanta y purifica destilando cualquier material que hierva a menos de los 100°C. El éster remanente se destila a presión reducida, colectando el líquido en el rango de 130-135°C (a 20 mm). El producto formado se pesa, se mide su volumen, se determina el punto de ebullición que es de 235-240°C (a 1 atm) y se obtiene su espectro IR.

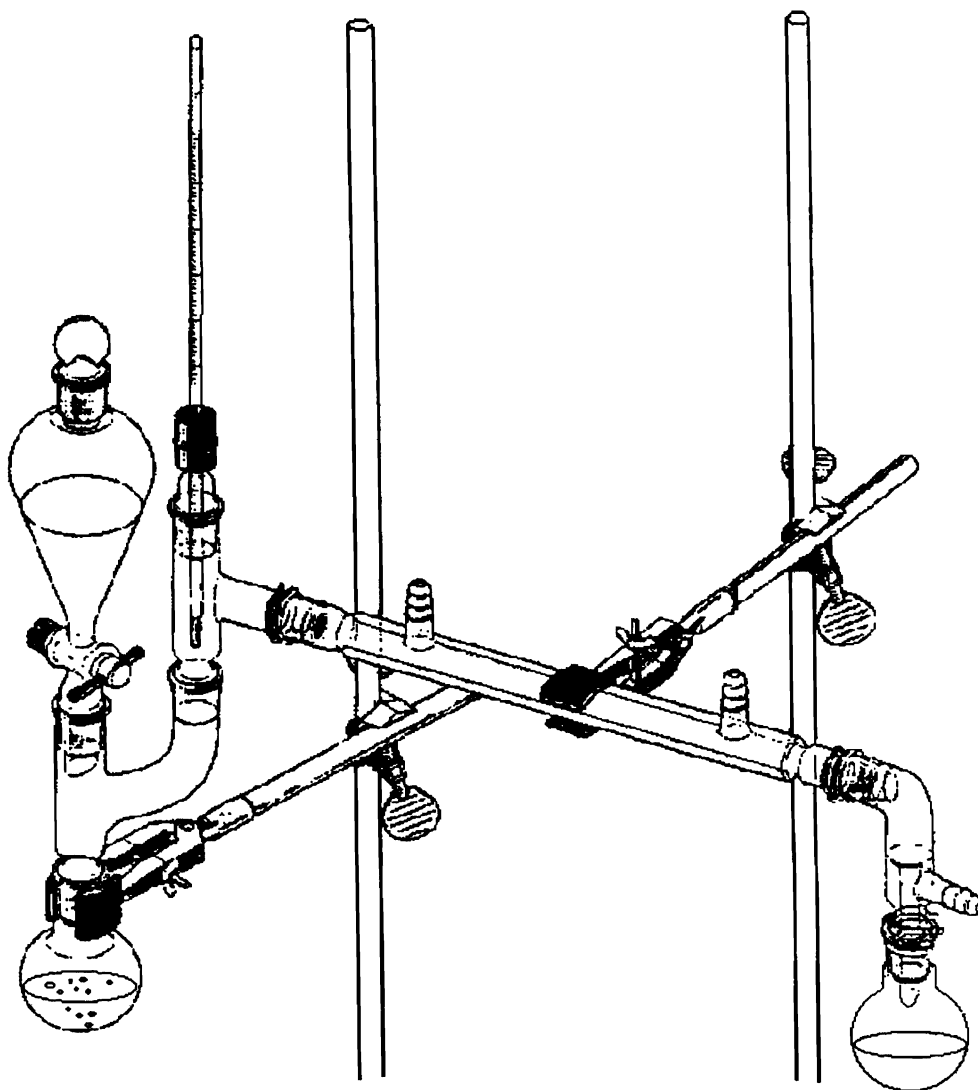


Figura 11.2 Montaje de un sistema de destilación a partir de un sistema de reflujo, utilizando una junta Claissen y una junta en "Y".

Se monta nuevamente un sistema de reflujo con un matraz redondo de 100 ml en el que se colocan 8 g de hidróxido de potasio y 8 ml de agua. El hidróxido de potasio se disuelve con agitación y se adicionan gota a gota 8 ml del éster obtenido. La mezcla se mantiene a reflujo hasta que no se observe capa aceitosa en la superficie del líquido, para saponificar totalmente el éster, lo cual debe ocurrir en 1 o 2 horas. El sistema se modifica a uno de destilación, se adicionan 8 ml de agua y se destilan 8 ml o el volumen de mezcla etanol-agua que se genere.

Se adicionan a la mezcla ya fría 12 ml de ácido sulfúrico concentrado disueltos en 8 ml de agua. La anterior adición se lleva a cabo de manera que la reacción no sea muy violenta. La mezcla debe ser fuertemente acidificada y el reflujo debe mantenerse por un periodo de 1 a 3 horas. Se enfría la mezcla, se separa la capa acuosa inferior y se extrae con cuatro porciones de 25 ml de éter etílico. Los extractos etéreos se combinan con la capa orgánica y se secan con sulfato de magnesio anhidro. El disolvente se decanta y elimina por evaporación, hasta que sólo queden 25 ml de éter. La disolución se transfiere a un matraz redondo de 50 ml y se destila el éter, recibéndolo en un recipiente sumergido en hielo. Cuando todo el éter se ha eliminado, el ácido hexanoico se destila a 190-210°C. Pese y mida el volumen de líquido obtenido, determine su punto de ebullición (que se espera a 205°C [a 1 atm] y 99°C [a 10 mm]). Si es posible, obténgase el espectro IR del producto, analícese y compárese con el espectro IR-13 del anexo A. Búsquese en especial la banda ancha, característica de los ácidos carboxílicos ($3600-2700\text{cm}^{-1}$), que se traslapa con las señales C-H a $2800-3000\text{cm}^{-1}$.

CUESTIONARIO

1. ¿Qué compuesto se obtendría si en lugar de malonato de dietilo se utilizara acetilacetato de etilo? Describa el mecanismo completo de tal proceso.
2. ¿Para qué se utiliza el sodio metálico?
3. Si no se dispone de bromuro de *n*-butilo, ¿se puede utilizar *n*-butanol?
4. ¿Qué gas se genera cuando se adiciona el ácido sulfúrico y se calienta?
5. ¿Para qué sirve la síntesis malónica?
6. ¿Puede utilizarse una dicetona como la 2,4-pentanodiona en una ruta análoga a la síntesis malónica o acetoacética? Justifique su respuesta.

BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. USA, Mc Graw-Hill.
2. Mc Murry, J. 1993. *Química orgánica*. 3ª ed. México, Cipo. Ed. Iberoamérica.
3. Pine, S. H. 1989. *Química orgánica*. 2ª ed. México, Mc Graw-Hill.

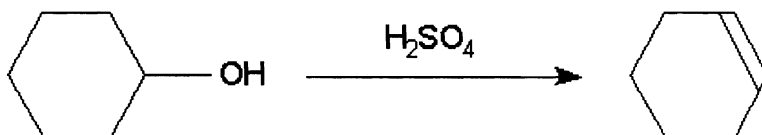
Práctica 12

REACCIONES DE ELIMINACIÓN (E): SÍNTESIS DE CICLOHEXENO

OBJETIVO

- Obtener ciclohexeno a partir de un ciclohexanol en medio ácido.
- Comprobar la formación del doble enlace mediante disolución de permanganato de potasio, KMnO_4 .

REACCIÓN



MATERIAL DE VIDRIO

- 1 vaso de precipitado de 100 ml
- 2 tubos de ensaye
- 2 pipetas graduadas de 5 ml
- 1 probeta de 10 ml
- 1 agitador de vidrio

EQUIPO DE LABORATORIO

3 soportes universales
3 pinzas de tres dedos con sus nueces
1 parrilla
1 anillo
1 mantilla de calentamiento
1 reóstato
1 balanza
1 termómetro
1 manguera
1 espátula

REACTIVOS

Ciclohexanol, $C_6H_{11}OH$
Ácido sulfúrico concentrado, H_2SO_4
Permanganato de potasio, $KMnO_4$
Tetracloruro de carbono, CCl_4
Sulfato de magnesio anhidro, $MgSO_4$, o de sodio anhidro, Na_2SO_4
Bromo líquido, Br_2

EXPERIMENTACIÓN

Se monta un aparato de destilación, adaptado con un embudo de adición en un matraz de tres bocas (Fig. 12.1). En el matraz se colocan 5 g de ciclohexanol y algunas perlas de ebullición o un agitador magnético. En el embudo de adición se vierten 10 ml de una mezcla de ácido sulfúrico y agua (al 50 % vol/vol.). Se calienta lentamente mientras se adiciona, gota a gota, la mezcla ácida, para que la reacción sea moderada. Se continúa calentando y se colecta la fracción que destila entre 65-85°C. El destilado se seca con 0.5 g de sulfato de sodio anhidro, se deja reposar 10 minutos y se decanta el líquido.

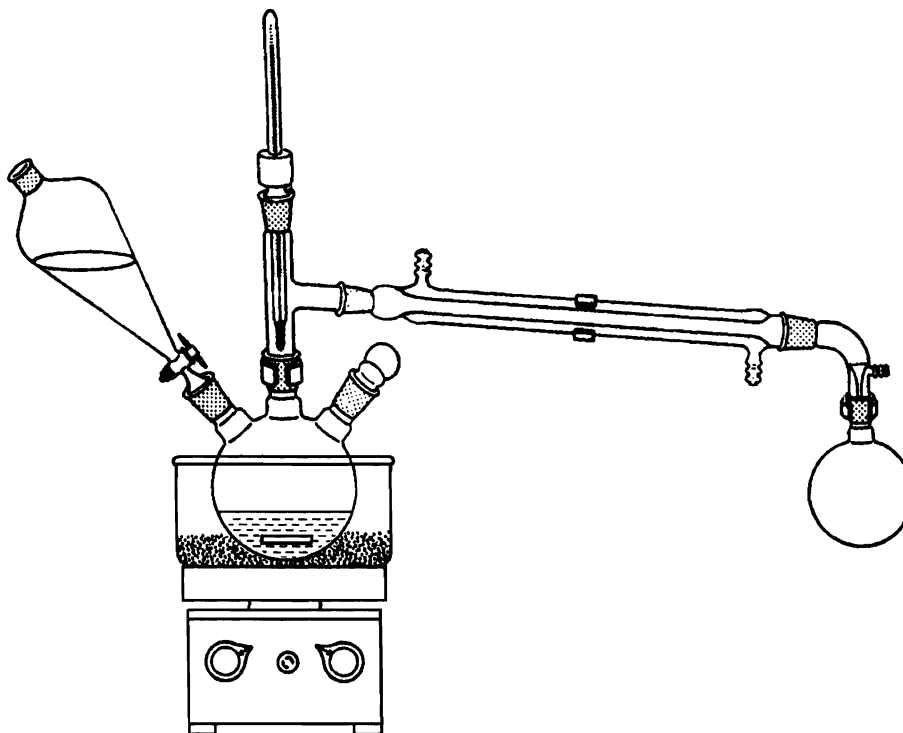


Figura 12.1 Sistema de destilación, con embudo de adición en matraz de tres bocas.

El volumen del líquido obtenido se pesa, y si es posible se obtiene el espectro IR y se compara con el espectro IR-14 en el anexo A.

PRUEBA

En un tubo de ensaye se colocan 0.5 ml de producto y se adicionan, gota a gota, 0.5 ml de disolución de bromo en tetracloruro de carbono al 5%.

En otro tubo de ensaye, a 0.2 ml de producto se adicionan 2 ml de agua y 1 ml, gota a gota, de una disolución acuosa de permanganato de potasio al 2%.

CUESTIONARIO

1. ¿Qué tipo de reacción de eliminación ocurre en la presente actividad?
Escriba el mecanismo de reacción.
2. ¿De qué otra forma demostraría usted que el compuesto obtenido presenta una doble ligadura?

3. ¿Qué señales, en el espectro IR, permiten comprobar la existencia de una doble ligadura en un compuesto?
4. Proponga al menos otras dos rutas de síntesis y las moléculas precursoras de ciclohexeno.

BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. USA, Mc Graw-Hill.
2. Morrison, R.T. y R.N. Boyd. 1992. *Química orgánica*. 5ª ed. EUA, Addison Wesley Iberoamérica.
3. Pine, S. H. 1989. *Química orgánica*. 2ª ed. México, Mc Graw-Hill.
4. Shriner, R. L., R.C. Fuson y D.Y. Curtin. 1991. *Identificación sistemática de compuestos orgánicos*. México, Limusa.

Práctica 13

QUIMIOLUMINISCENCIA: SÍNTESIS Y PROPIEDADES DEL LUMINOL O 3-AMINOFTALHIDRACIDA

OBJETIVO

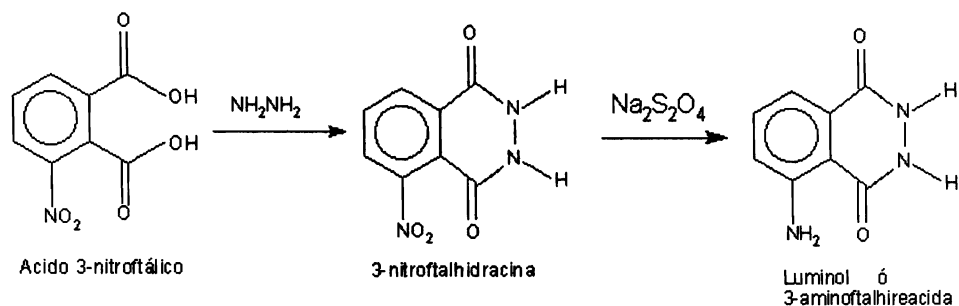
- Obtener *luminol* (3-aminofthalhidracida) a partir del ácido 3-nitroftálico con hidrazina y posterior reducción del grupo nitro.
- Comprender que la luminiscencia puede ser resultado de una reacción química.
- Realizar experimentos de quimioluminiscencia con el luminol y pigmentos fluorescentes.

INTRODUCCIÓN

La luminiscencia es la rama de la fisicoquímica que estudia el proceso y las causas de la emisión de fotones. Los distintos tipos de emisión luminiscente pueden clasificarse según la fuente o causa de la excitación de la molécula emisora. Por ejemplo, cuando una sustancia se calienta intensamente puede ocurrir que parte de la energía que absorbe sea liberada como luz, en cuyo caso el proceso se nombra *termoluminiscencia*. Cuando los cristales de azúcar se rompen, suelen observarse pequeños destellos luminosos; el fenómeno en cuestión se nombra *triboluminiscencia*. Si la emisión se observa después de irradiar la sustancia en cuestión con luz de otra longitud de onda (ultravioleta, generalmente), el proceso se nombra *fotoluminiscencia*. Del mismo modo, cuando la emisión luminosa acompaña a una reacción química se le llama quimioluminiscencia. La *bioluminiscencia* es un fenómeno observable en muchos organismos vivos, por ejemplo en las luciérnagas y algas marinas.

La *fluorescencia* es el proceso mediante el cual una molécula que ha sido excitada (a su estado singulete) regresa a su estado normal emitiendo fotones en un tiempo del orden de 10^{-8} segundos. Si antes la molécula sufre un proceso de desactivación vibracional y después regresa a su estado basal desde un estado triplete en un tiempo del orden de los 10^{-4} segundos, el proceso se nombra *fosforescencia*. Una manera común de distinguir entre fluorescencia y fosforescencia es observar que la emisión fluorescente desaparece cuando desaparece la fuente de excitación, y la fosforescencia persiste y se desvanece más lentamente cuando se retira dicha fuente.

El compuesto luminiscente que se encuentra en las manchas dorsales o en el abdomen de las luciérnagas es un compuesto complejo llamado *luciferin*, que es difícil de sintetizar en el laboratorio. Sin embargo el compuesto llamado *luminol* (3-aminofthalhidrazida) emite el mismo tipo de luz y es muy fácil de obtener en el laboratorio, por la reacción entre la hidrazina y el ácido 3-nitroftálico, seguida de una reducción.



MATERIAL DE VIDRIO

- 1 matraz Erlenmeyer de 125 ml
- 1 matraz Erlenmeyer de 500 ml
- 1 pipeta graduada de 5 ml
- 1 pipeta graduada de 1 ml
- 4 matraces aforados de 50 ml
- 1 bureta de 50 ml
- 2 tubos de ensaye grandes
- 5 tubos de ensaye medianos
- 1 matraz Kitazato
- 1 embudo Buchner

EQUIPO DE LABORATORIO

1 soporte universal
2 pinzas con nuez
1 mechero de Bunsen
1 parrilla
1 manta de calentamiento
1 reóstato
1 termómetro
1 perla de ebullición
1 trozo de manguera
1 papel filtro
2 tapas de hule

SUSTANCIAS

Ácido 3-nitroftálico, $C_8H_5NO_6$
Hidrazina, H_2NNH_2
Glicerina
Hidróxidos de sodio y de potasio, NaOH y KOH
Hidrosulfito de sodio dihidratado (ditionato de sodio), $Na_2S_2O_4$
Ácido acético, CH_3COOH
Dimetilsulfóxido, CH_3SOCH_3 ,
Ferricianuro de potasio, $K_3Fe(CN)_6$
Agua oxigenada, H_2O_2
Ácido clorhídrico, HCl
Alguno de los siguientes pigmentos: rodamina B, eosina G, fluoresceína,
fenolftaleína o quinizarina
Agua destilada

EXPERIMENTACIÓN

En un tubo de ensaye grande se colocan 1.3 g (0.0062 mol) de ácido 3-nitroftálico y 2 ml (0.006 mol) de una disolución al 10% de hidrazina. Se calienta con un mechero hasta que el sólido se disuelva. Entonces se agregan, con cuidado, 4 ml de trietilenglicol (glicerina) y algunas perlas de ebullición. Se colocan un termómetro y un tubo con una manguera para hacer burbujear los vapores generados en un matraz Kitazato. La disolución se calienta hasta que hierva vigorosamente y se elimine el agua producida. Se continúa calentando y se eleva la temperatura hasta

los 210-220°C, manteniéndola por 7 minutos. El tubo se enfría al aire hasta los 100°C y se adicionan 20 ml de agua caliente; después se enfría hasta temperatura ambiente. Los cristales de 3-nitroftalhidrazida se colectan por filtración a vacío y no se secan, ya que se utilizarán en el siguiente paso.

El producto antes obtenido se transfiere a un tubo de ensaye limpio y se adicionan 6.5 ml (0.018 mol) de una disolución al 10% de hidróxido de sodio; la mezcla se agita hasta que el sólido se disuelva. Se adicionan 4.0 g (0.019 mol) de hidrosulfito de sodio dihidratado (ditionato de sodio) y se elimina el sólido de las paredes del tubo con un poco de agua. La mezcla se calienta hasta ebullición por 5 minutos. Se adicionan con mucho cuidado 2.6 ml (0.045 mol) de ácido acético glacial y se enfrían con hielo. El precipitado amarillo (luminol) se colecta por succión a vacío. Si es posible, obténgase el espectro IR y el punto de fusión del *luminol* (315°C) y compárese con los espectros IR-11 e IR-12 del anexo A.

EXPERIMENTOS DE QUIMIOLUMINISCENCIA

A) Con hidróxido de potasio

En un matraz Erlenmeyer de 125 ml se colocan 10 g de hidróxido de potasio, 25 ml de dimetilsulfóxido y 0.15 g de *luminol*. En un cuarto oscuro, se tapa el matraz y se agita vigorosamente para observar el color azul que emite la mezcla. Cuando la luz emitida decrece se quita el tapón, se deja ventilar y se vuelve a tapar, observando lo que sucede. El proceso se repite varias veces, hasta que la emisión disminuye.

B) Con ferricianuro de potasio, agua oxigenada e hidróxido de sodio

Disuélvase 0.15 g de *luminol* en 5 ml de una disolución con 10% de hidróxido de sodio y 45 ml de agua. Se prepara una segunda disolución con 15 ml de ferricianuro de potasio al 3%, 15 ml de agua oxigenada al 3% y 70 ml de agua. Después se diluyen 15 ml de la primera dilución con 85 ml de la segunda (de preferencia en un cuarto oscuro). Se agita el contenido y, para aumentar la intensidad de la luminiscencia, se adiciona más disolución de hidróxido de sodio y se observan el color y la intensidad de la luz emitida.

C) Otra técnica

Se mezclan 50 mg de *luminol* con 5 ml de disolución 3 M de hidróxido de sodio en un matraz Erlenmeyer de 500 ml y se diluye con agua hasta aproximadamente 400 ml. Se adicionan 10 ml de una disolución al 3% de peróxido de hidrógeno (agua oxigenada). En un lugar oscuro se procede a adicionar 250 mg de ferricianuro de potasio y se agita, anotando lo observado.

Se coloca algo de la disolución luminiscente en un pequeño vaso de precipitado y se adiciona un poco de ácido clorhídrico 3 M. Se anota lo observado. Se colocan algunas lentejas de hidróxido de sodio en un vaso de precipitado y se adiciona de la disolución luminiscente, observando lo que pasa.

D) Colores y pigmentos fluorescentes

Se preparan disoluciones al 5% de algunos de los siguientes pigmentos fluorescentes: fluoresceína, fenolftaleína, rodamina B, eosina o quinizarina. Obsérvese el fenómeno de fluorescencia cuando las disoluciones se irradian con luz ultravioleta de onda larga (350 nm) por medio de una lámpara de UV.

Para observar el fenómeno de transferencia de energía del *luminol* a un pigmento fluorescente, se vierten en un tubo de ensaye 0.5 ml de disolución del pigmento (2.5 mg en 50 ml); a continuación se agregan 0.5 ml de disolución básica de *luminol*. Se observa qué sucede cuando a la anterior mezcla se agregan 4 ml de disolución de ferricianuro y agua oxigenada. La prueba puede realizarse con las mezclas luminiscentes preparadas como en los procedimientos A y B.

PRECAUCIONES

Es recomendable que la disolución de agua oxigenada sea preparada por el profesor.

Al trabajar con la hidrazina deben utilizarse guantes pues es muy tóxica, y no debe inhalarse o tocarse.

El dimetilsulfóxido, DMSO, debe manejarse con mucho cuidado pues se absorbe por la piel y provoca reacciones adversas a la salud.

Nunca debe observarse directamente una fuente de radiación ultravioleta.

Los pigmentos fluorescentes rodamina B, eosina G y quinizarina son muy irritantes para la piel y los ojos, por lo que deben manejarse con mucho cuidado.

CUESTIONARIO

1. Existen otros compuestos luminiscentes como el *luminol*; investigue el nombre y la estructura de por lo menos dos más.
2. En el experimento de emisión luminiscente realizado en dimetilsulfóxido, ¿qué efecto tiene abrir el matraz después de agitarlo vigorosamente?
3. ¿De qué color es la emisión luminiscente del luminol? ¿Es de mayor o menor longitud de onda que la radiación ultravioleta? ¿Es de mayor o menor energía que la radiación ultravioleta?
4. Al usar los pigmentos fluorescentes y la reacción con luminol, ¿qué fenómeno se observa?

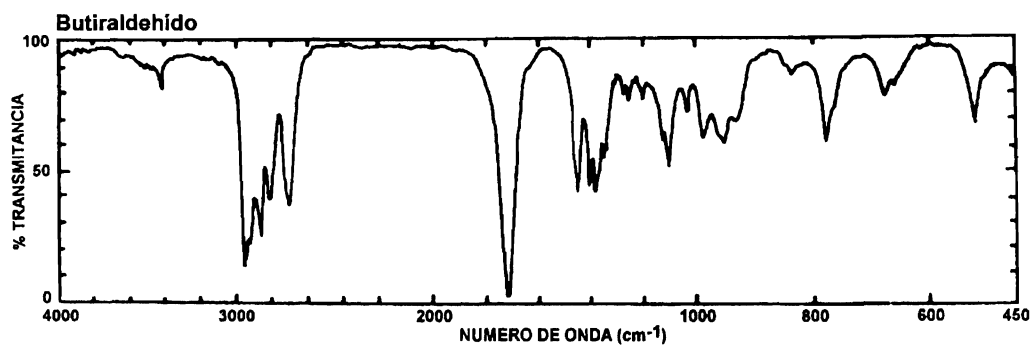
BIBLIOGRAFÍA

1. Eaton, David C. 1989. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. USA, McGraw-Hill, pp. 406-412.
2. Landgrabe, J.A. 1993. *Theory and Practice in Organic Laboratory*. 4ª ed. USA, Brooks/Cole.
3. Fisher, M., Fieser L.F. *Organic Synthesis*, Vol 1, John Wiley & Son, New York, 1974, p. 441.
4. Guilbault, George G. 1972. *Practical Fluorescence Theory Methods and Techniques*. New York, Marcel Dekker, cap. 1.
5. Stevens, R. K., J.A. Hodgenson. 1976. "Modern Classics in Analytical Chemistry", vol. 2, *Am. Chem. Soc.*, 205, 2.
6. McElroy, W. D. y H. H. Seliger. 1962. *Scientific American*, 207 77-89.
7. White, E. H., D.F. Roswell y O.C. Zafiriou. 1969. *J. of Organic Chem.* 248, 2462-2468.
8. Rendell, D. y D. Owthorpe, D. 1987. *Fluorescence and Phosphorescence*. New York, John Wiley and Sons.
9. Kirk, L.A. 1978. *Enciclopedia de tecnología química*. Vol. 9, Wiley & Sons, p. 483.

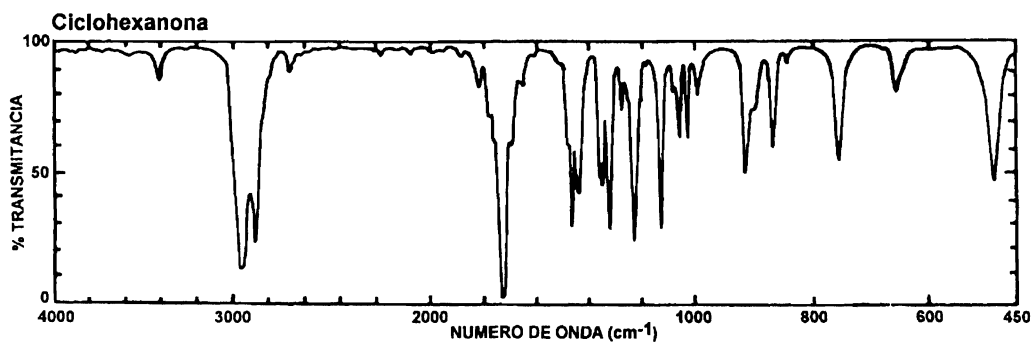
ANEXOS

Anexo A

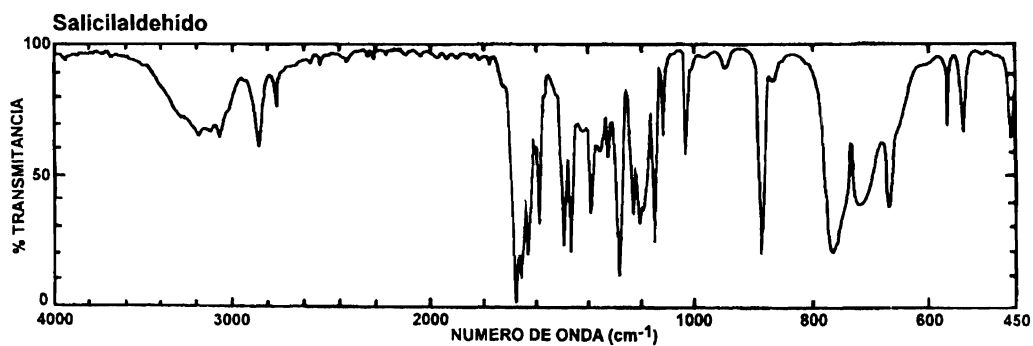
ESPECTROS IR



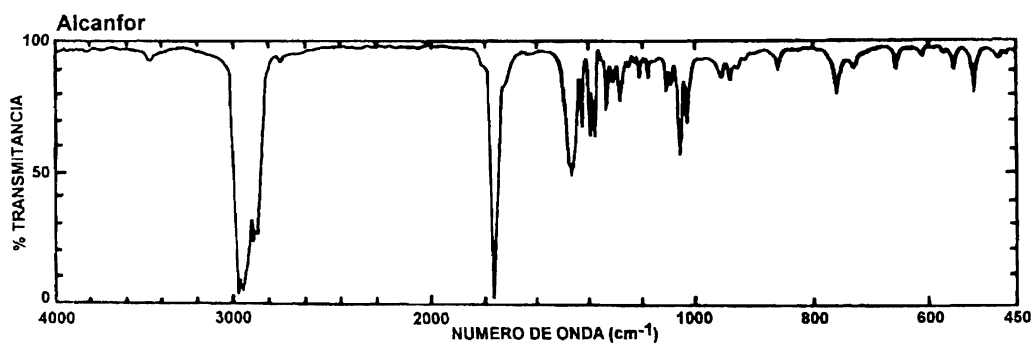
Espectro IR-1 Espectro en la región del infrarrojo del butiraldehído.



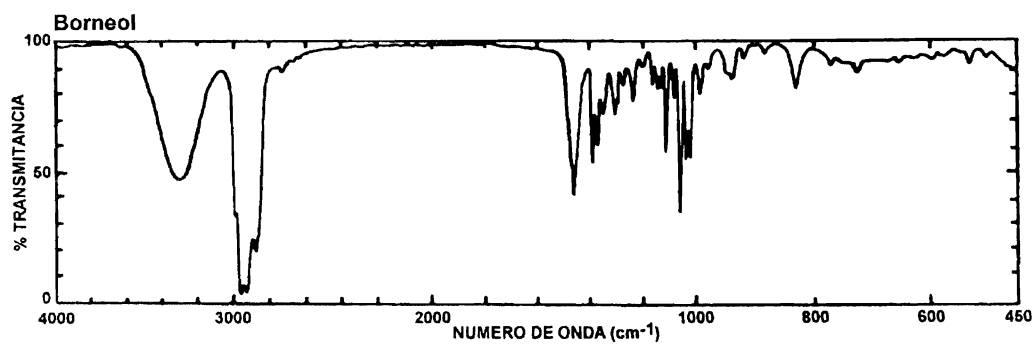
Espectro IR-2 Espectro en la región del infrarrojo de la ciclohexanona.



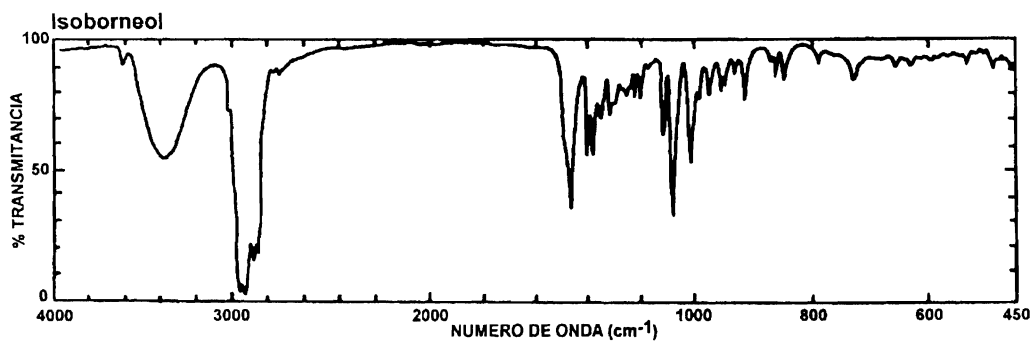
Espectro IR-3 Espectro en la región del infrarrojo del salicilaldehído.



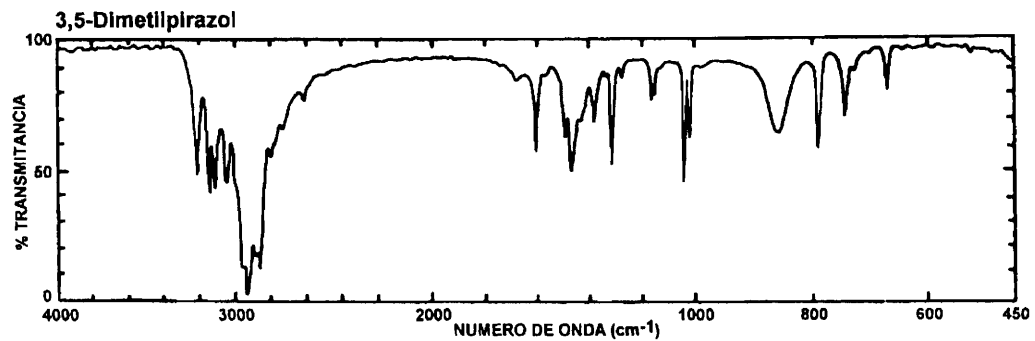
Espectro IR-4 *Espectro en la región del infrarrojo del alcanfor.*



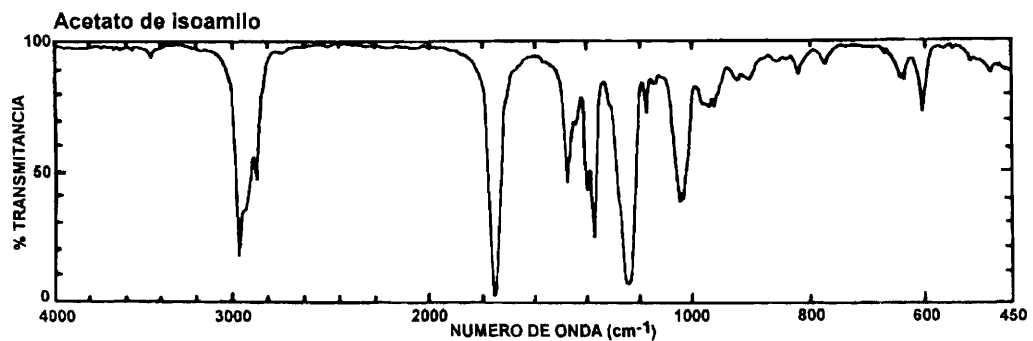
Espectro IR-5 *Espectro en la región del infrarrojo del borneol.*



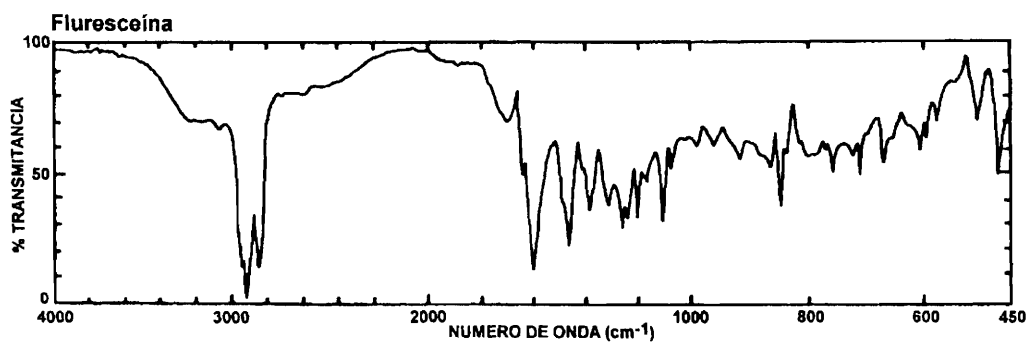
Espectro IR-6 *Espectro en la región del infrarrojo del isoborneol.*



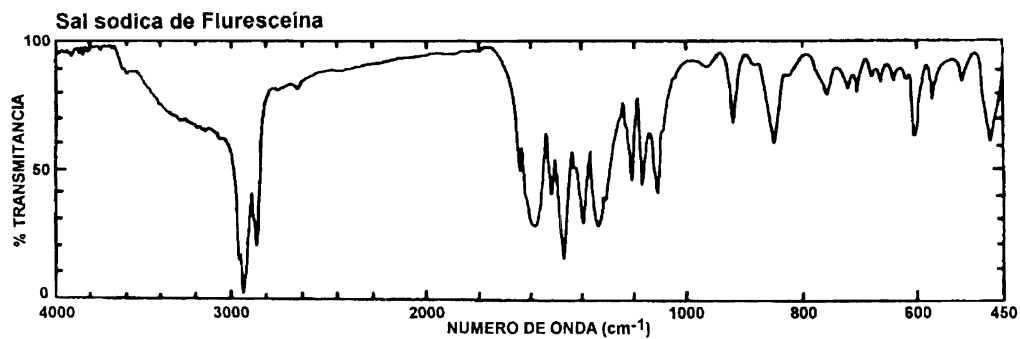
Espectro IR-7 *Espectro en la región del infrarrojo del 3.5-dimetilpirazol.*



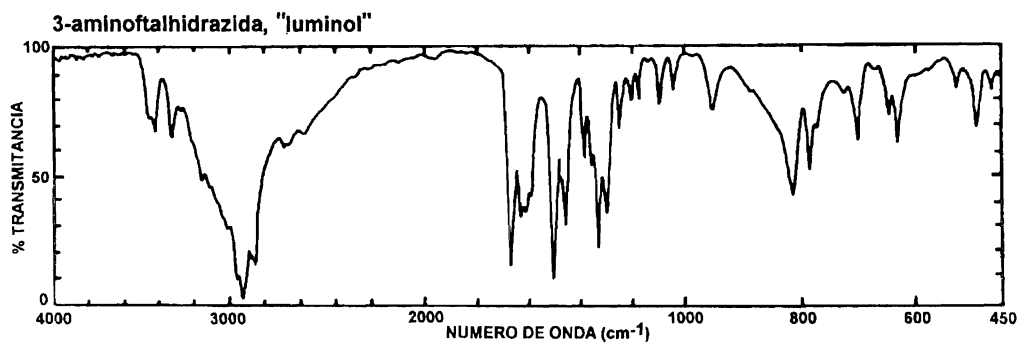
Espectro IR-8 *Espectro en la región del infrarrojo del acetato de isoamilo.*



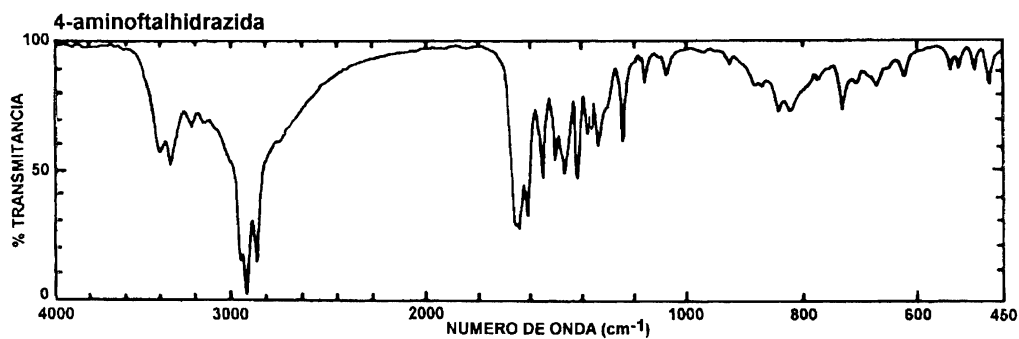
Espectro IR-9 *Espectro en la región del infrarrojo de la fluoresceína.*



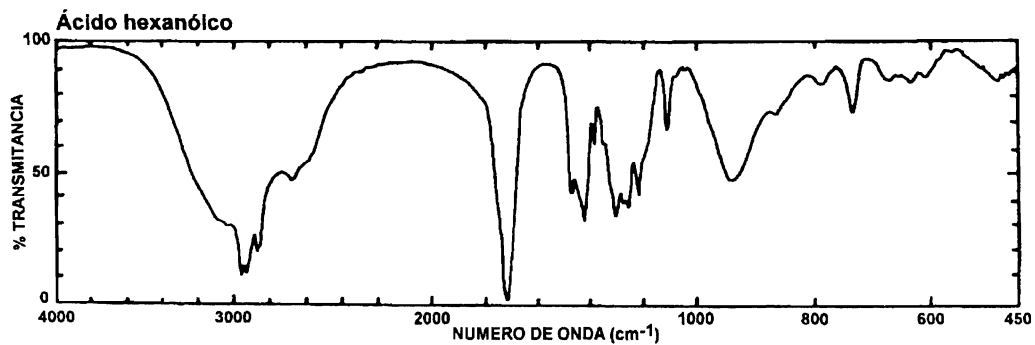
Espectro IR-10 *Espectro en la región del infrarrojo de la sal sódica de fluresceína.*



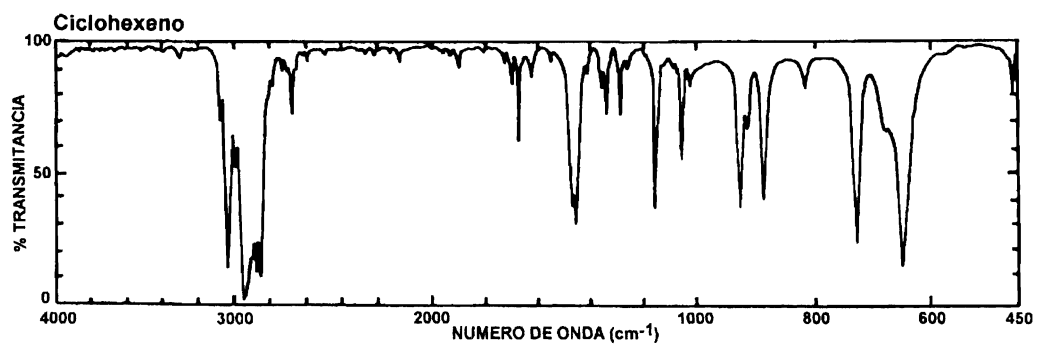
Espectro IR-11 *Espectro en la región del infrarrojo de la 3-aminofthalhidrazida, mejor conocida como "luminol".*



Espectro IR-12 *Espectro en la región del infrarrojo de la 4-aminofthalhidrazida, isómero del luminol.*



Espectro IR-13 *Espectro en la región del infrarrojo del ácido hexanoico.*



Espectro IR-14 *Espectro en la región del infrarrojo del ciclohexeno.*

Anexo b

SUSTANCIAS PELIGROSAS

Sustancia	Riesgo	Método de eliminación
n-butanol: C_4H_9OH	Ocasiona conjuntivitis, dermatitis, dolor de cabeza y vértigo.	Lave con abundante agua. En caso de ingestión, practique lavado gástrico. Manipúlese en lugar ventilado, utilizando guantes y gafas o mascarilla.
Ácido sulfúrico: H_2SO_4	Muy corrosivo, causa quemaduras y reacciona vigorosamente con el agua.	Úselo en lugar bien ventilado, evite el contacto o respirar sus vapores. Neutralice con carbonato de sodio cualquier derrame y lave con abundante agua.
Cromatos y dicromatos: K_2CrO_4 , $Na_2Cr_2O_7$, etc.	El polvo irrita los ojos y el sistema respiratorio. La exposición prolongada de la piel puede ocasionar ulceración y sensibilización a la dermatitis. Al contacto con materia combustible/ orgánica puede originar incendios.	Diluir con abundante agua o hacer una suspensión y eliminar.
Alcanfor: $C_{10}H_{16}O$	Se puede absorber por inhalación, ingestión o contacto. Provoca irritación, vértigo, convulsiones, vómito, calambres y espasmos. Puede provocar la muerte por fallo respiratorio si la exposición es prolongada.	Lávese los ojos con abundante agua. En caso de ser ingerido, practique lavado gástrico seguido de purgante salino. Manipúlelo en lugar bien ventilado, y en su defecto utilice mascarilla con absorbente químico.
Etanol: C_2H_5OH	La exposición prolongada puede provocar náuseas, vómito y dolor de cabeza.	Manipúlelo en lugar bien ventilado. Manténgalo alejado de toda fuente de ignición.

Sustancia	Riesgo	Método de eliminación
Ácido acético: CH_3COOH	Produce quemaduras o ennegrecimiento, grietas y endurecimiento de la piel. Por inhalación provoca irritación y bronquitis. Por ingestión produce dolor de boca, faringe, esófago y estómago, vómito y hematemesis.	Manipúlelo en lugar bien ventilado y utilice gafas protectoras y guantes de goma. Lave la zona afectada con agua y jabón. En caso de ingestión, practique lavado gástrico con agua de cal.
Bicarbonato de sodio: NaHCO_3	Desprende CO_2 con los ácidos o al calentarse.	Lave con agua.
Hidróxido de sodio: NaOH	Irritación al contacto. Si se ingiere provoca quemaduras graves en el tracto digestivo.	Al usarlo utilice guantes y gafas. Lave con agua y jabón la zona afectada.
Resorcinol: $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$	Irrita la piel, sobre todo en personas sensibilizadas. Es un veneno potente.	Manipúlelo en lugar ventilado y utilizando guantes y gafas. En caso de contacto, lave con agua y jabón.
Anhídrido ftálico: $\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_3$	Irritante de la piel y ojos. Por ingestión es tóxico.	Manipúlelo en lugar ventilado y utilizando guantes y gafas. En caso de contacto, lave con agua y jabón.
Metales alcalinos: Li, Na, K, etc.	Reaccionan violentamente con el agua, produciendo hidrógeno que puede explotar.	Na: neutralícelo con pequeñas cantidades de etanol, en campana de extracción y lejos de toda fuente de ignición. Cuando cesa la reacción, dilúyalo con agua para eliminarlo. K: más reactivo; debe dividirse en piezas pequeñas que pueden ser cubiertas con glicerol, para que reaccione lentamente. Una vez disuelto se agregan pequeñas cantidades de etanol. Cuando cesa la reacción, se diluye con agua y se elimina.

Sustancia	Riesgo	Método de eliminación
Óxidos y peróxidos: H_2O_2	Los óxidos y peróxidos de metales alcalinos reaccionan vigorosamente con el agua, dando soluciones básicas y un aerosol del hidróxido metálico en el aire.	Se eliminan con una corriente continua de agua en el vertedero.
Acido clorhídrico: HCl	Vapor nocivo, causa quemaduras severas.	Evite el contacto y respirar el vapor; diluir con grandes cantidades de agua, neutralizar la solución diluida con carbonato sódico y desechar en el drenaje con mucha agua.
Ácido nítrico: HNO_3	Causa quemaduras graves; sus vapores son ácidos. Es un agente oxidante muy fuerte que al reaccionar produce, frecuentemente, óxidos de nitrógeno muy tóxicos.	Evite el contacto y la inhalación de sus vapores. Neutralice con carbonato de sodio y elimínelo con agua en abundancia.
Rodamina B $C_{28}H_{21}ClN_2O_3$	Irritante de la piel y ojos. Posible agente cancerígeno y mutágeno.	Al trabajarlo utilice guantes, lentes protectores y(o) mascarilla. En caso de contacto, lave con agua en abundancia.
Eosina G: $C_{20}H_6Br_4Na_2O_5$	Irritante, posible cancerígeno y mutágeno.	Al manipularlo utilice guantes, lentes protectores y(o) mascarilla. En caso de contacto, lave con agua en abundancia.
Quinizarina, 1,4-dihidroxiantraquina: $C_{14}H_8O_4$	Irritante, posible agente cancerígeno y mutágeno.	Al manipularlo utilice guantes, lentes protectores y(o) mascarilla. En caso de contacto, lave con agua en abundancia.

Sustancia	Riesgo	Método de eliminación
Hidróxido de amonio: NH_4OH	Causa quemaduras graves y es muy corrosivo e irritante de la piel y del sistema respiratorio.	Evite el contacto o respirar sus vapores. Elimine con agua en abundancia.
Dimetilsulfóxido, $\text{CH}_3\text{-SO-CH}_3$	Se absorbe por la piel. Tóxico si se inhala e ingiere.	Al utilizarlo use guantes, gafas y de ser posible mascarilla.

Anexo C

ESPECTROSCOPIA UV-VISIBLE

ESPECTROSCOPIA UV-VISIBLE O ELECTRÓNICA

En el espectro electromagnético la región del ultravioleta de vacío, UV-Vacío, se localiza a menos de 200 nm. La región del ultravioleta cercano, UV-c o NUV (*Near Ultraviolet*), se localiza entre 200 nm y 380 nm. La región del visible, Vis, se localiza entre los 380 y 780 nm. Por último el infrarrojo cercano, NIR, se localiza entre los 780 y 2500 nm.

Cuando una molécula absorbe radiación de la región ultravioleta cercano-visible (UV-Vis) los electrones más externos que la forman, ubicados en niveles basales, se mueven a niveles de mayor energía (generalmente electrones π o p de no enlace). Del rango total de longitudes de onda que se proporciona a una molécula, sólo son absorbidas aquellas que producen un cambio permitido en la forma y tamaño de su nube de electrones. Posteriormente la molécula regresa a su estado inicial, o basal, disipando la energía recibida, vibrando, rotando, deformándose o emitiendo fotones, fenómeno este último que permite obtener los espectros de emisión de la molécula. En el llamado espectro de absorción se registra la gama de longitudes de onda que producen una transición electrónica en la molécula, pero el color que observamos es la combinación de todas aquellas longitudes de onda que la molécula no puede aceptar y que nos son devueltas.

Si bien una molécula de mediana complejidad se manifiesta transparente en la región del UV-Vis, su espectro puede ser muy semejante al de otras moléculas mucho más sencillas que presenten estructuras semejantes; por ejemplo, el espectro de la testosterona es muy semejante al espectro del óxido de mesitilo. Suele decirse que cuando se ha visto un espectro UV-Visible de una función orgánica, se ha visto el espectro de todos los demás de la misma familia.

DEFINICIONES

En la estructura de una molécula que absorbe radiación de la región UV-Vis se pueden distinguir agrupamientos de átomos que son los principales responsables del comportamiento global de la molécula. Estos agrupamientos reciben el nombre de:

Cromóforo: es un grupo, generalmente insaturado, que es el más susceptible absorber radiación UV-Vis y sufrir una transición electrónica, por ejemplo los grupos carbonilo (C=O), alcoxi (C-O), azo (-N=N-) y nitrito (NO₂).

Auxocromo: es un grupo, generalmente saturado, que al encontrarse unido a un cromóforo altera la longitud de onda y la intensidad de la absorción electrónica, por ejemplo los grupos hidroxilo (-OH), amino (-NH₂) y halogenuro (F, Cl, Br y I).

La región e intensidad de las absorciones electrónicas de una molécula pueden modificarse debido a cambios en la polaridad del disolvente o bien por alteraciones intra o intermoleculares. Tales alteraciones son:

Desplazamiento batocrómico (desplazamiento al rojo): es el corrimiento a mayores longitudes de onda que experimenta una señal en el espectro electrónico de una molécula.

Desplazamiento hipsocrómico (desplazamiento al azul): es el corrimiento a menores longitudes de onda que experimenta una señal en el espectro electrónico de una molécula.

Efecto hipercrómico: es el aumento en la intensidad de absorción de una señal en un espectro electrónico.

Efecto hipocrómico: es la disminución en la intensidad de absorción de una señal en un espectro electrónico.

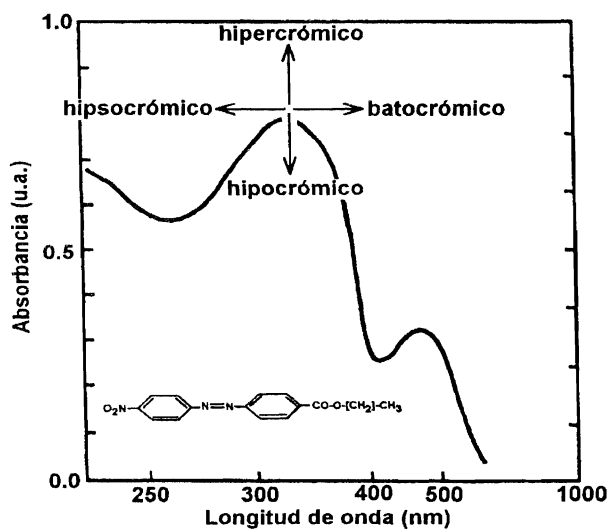


Figura C-1 Espectro UV-Visible de una molécula cualquiera en el que se ilustran los cambios posibles en intensidad y localización de las bandas principales por efecto de cambios estructurales y de ambiente químico.

LEY DE LAMBERT Y BEER

La intensidad de la absorción depende de la interacción entre la radiación electromagnética, el sistema de electrones de la molécula y su polaridad en el estado excitado. La intensidad de absorción puede expresarse como transmitancia (T) o porcentaje de transmitancia (%T).

$$T = I/I_0$$

$$\%T = (I/I_0) \times 100$$

donde I_0 es la intensidad de la radiación incidente e I la intensidad de la radiación que sale de la muestra. Debido a que en muchas ocasiones las diferencias en intensidades observadas en una muestra o en un experimento difieren en varios órdenes, es más conveniente el uso de una escala logarítmica. La absorbancia o densidad óptica (A) es el logaritmo de la transmitancia:

$$A = \log(T) = \log(I/I_0) = kcb$$

donde A, la absorbancia, es una cantidad adimensional, k = es una constante característica del soluto, c = concentración del soluto, b = ancho interno de la celda de muestra (en centímetros).

Si la concentración c se expresa en g/L, la constante k se nombra absortividad (a) y se expresa en L/g·cm:

$$A = abc$$

Si la concentración c se expresa en mol/L, la constante k se nombra coeficiente de extinción molar (ϵ) con unidades L/cm·mol. Consecuentemente, a y ϵ se relacionan por medio del peso molecular (PM):

$$\epsilon = a(\text{PM})$$

Generalmente, la intensidad de una señal (banda) en un espectro puede expresarse por su coeficiente de absortividad máximo ($\epsilon_{\text{máx}}$) o $\log(\epsilon_{\text{máx}})$. Dado que el coeficiente de absortividad depende de la longitud de onda en que se mide, debe expresarse como absortividad ϵ_{λ} ; por ejemplo, si se determina a 530 nm, se expresa como ϵ_{530} . La anterior relación entre la intensidad de la absorción, la concentración de la molécula en cuestión y su coeficiente de absortividad molar, llamada ley de Lamber-Berr, es sumamente útil en la caracterización y el análisis fisicoquímico.

ABSORCIONES CARACTERÍSTICAS

A continuación se indican las transiciones electrónicas más importantes que se observan en los espectros UV-Vis de compuestos orgánicos. Para una mejor comprensión, deben analizarse conjuntamente los datos de las tablas C-1 a C-3 y los espectros UV-Vis que se presentan en las figuras C-6 a C-18.

A) Transiciones $\sigma \rightarrow \sigma^*$

Debido a las altas energías necesarias (185 kcal/mol) y a que los hidrocarburos contienen únicamente electrones σ , las transiciones $\sigma \rightarrow \sigma^*$ se observan en el UV de vacío y son transparentes en el UV-cercano y en el visible.

B) Transiciones $n \rightarrow \pi^*$

Las transiciones $n \rightarrow \pi^*$ o bandas R (R de radical) son transiciones prohibidas, de menor energía que las transiciones $\sigma \rightarrow \sigma^*$ y que se deben a la presencia de grupos cromóforos simples como los grupos carbonilo (Fig. C-2), sulfonilo y nitrilo. Se caracterizan por una baja absorptividad molar ($\epsilon_{\text{máx}}$ menor de 100) y por el desplazamiento al azul (hipsocrómico) al aumentar la polaridad del disolvente. Cuando la estructura de la molécula se vuelve compleja, estas transiciones se desplazan a mayores longitudes de onda y son escondidas por transiciones más intensas. Estas transiciones pueden observarse en compuestos insaturados que poseen heteroátomos con pares de electrones libres como azufre, nitrógeno y oxígeno (ver Tablas C-1 y C-2). Cuando una sustancia con tales características se utiliza como disolvente, se observa una banda intensa que se interna en el ultravioleta cercano.

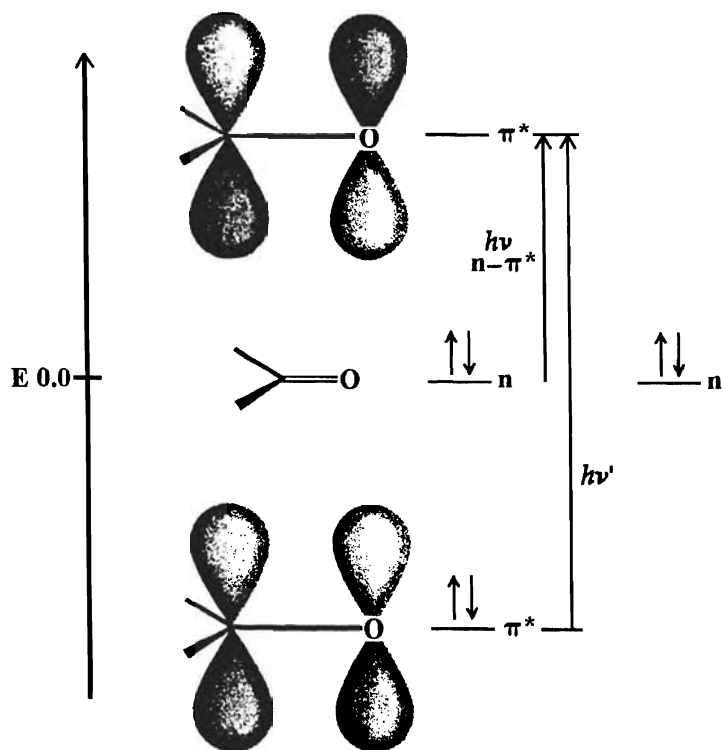


Figura C-2 Transiciones electrónicas $n \rightarrow \pi^*$ del grupo carbonilo.

TABLA C-1 COMPUESTOS QUE MANIFIESTAN TRANSICIONES $n \rightarrow \pi^*$.

Compuesto	$\lambda_{\text{máx}}$ (nm)	$\epsilon_{\text{máx}}$ (L/mol.cm)	Disolvente
Metanol	177	200	Hexano
Sulfuro de butilo	210229*	1200	Etanol
Disulfuro de butilo	204251	2089398	Etanol
Hexanotiol	224*	126	Ciclohexano
Trimetilamina	199	3950	Hexano
N-metilpiperidina	213	1600	Éter
Cloruro de metilo	173	200	Hexano
Bromuro de propilo	208	300	Hexano
Yoduro de metilo	259	400	Hexano

C) Transiciones $\pi \rightarrow \pi^*$

Las transiciones $\pi \rightarrow \pi^*$ o bandas K (K = conjugado) aparecen cuando la molécula posee un sistema de electrones p conjugado (ver Fig. C-3) y en moléculas aromáticas con sustituyentes cromóforos (aldehídos, estireno, acetofenona, etc.). Estas transiciones suelen poseer un $\epsilon_{\text{máx}} > 10000$ (ver tabla C-2). Las transiciones K de los *dienos* o *polienos* conjugados se distinguen de las enonas en que no son sensibles al cambio de polaridad del disolvente debido a que los dobles enlaces de aquéllos no son polares. Para las *enonas* sí ocurre un desplazamiento batocrómico y un aumento en la intensidad de la banda cuando se aumenta la polaridad del disolvente, resultado este de la reducción del nivel de energía del estado excitado por el acoplamiento dipolo-dipolo y el enlace puente de hidrógeno.

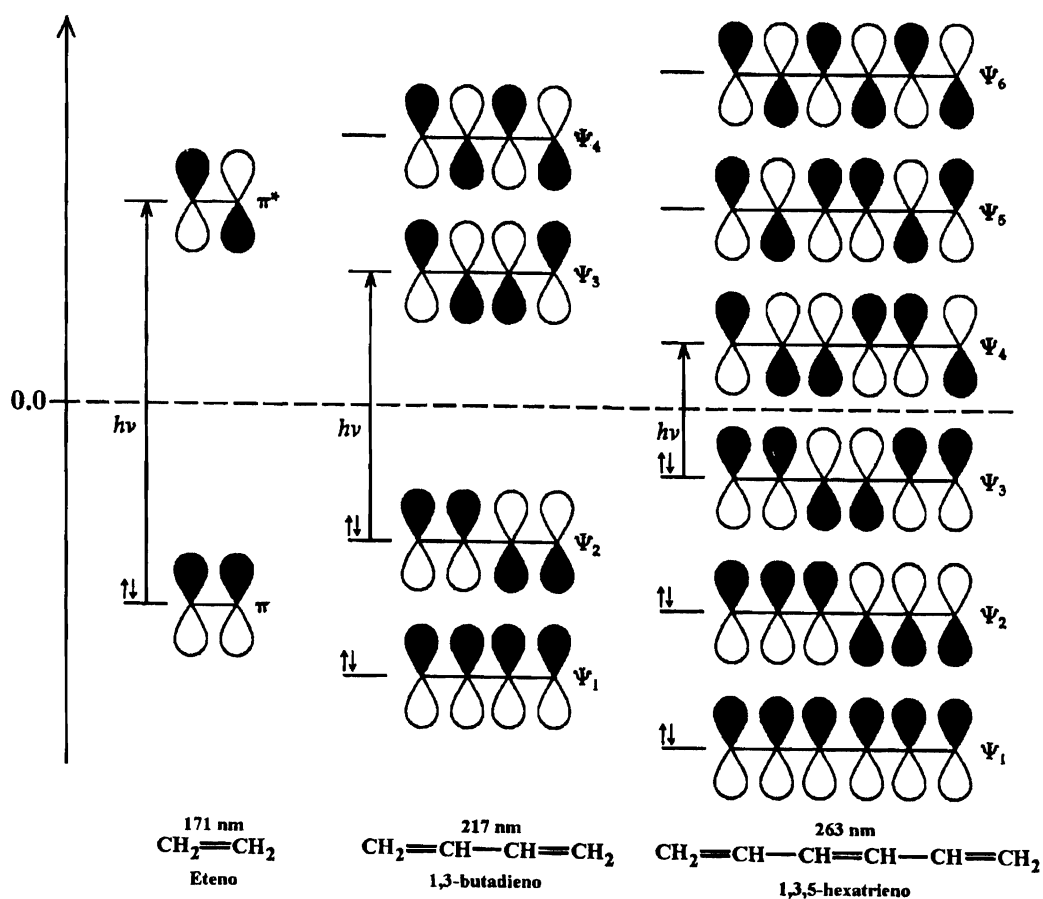


Figura C-3 Orbitales moleculares y energías de algunos alquenos, así como las transiciones $\pi \rightarrow \pi^*$ posibles.

TABLA C-2 MOLÉCULAS QUE PRESENTAN LAS TRANSICIONES $\pi \rightarrow \pi^*$ y $n \rightarrow \pi^*$.

Sistema	Ejemplo	$\lambda_{\text{máx}}$ (nm)	$\epsilon_{\text{máx}}$	Transición	Disolvente
RCH=CH etilénico	Etileno (fig. C-6 a C-7)	165 193	15000 10000	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$	Vapor
RCCR acetilénico	Acetileno (fig. C-8)	173	6000	$\pi \rightarrow \pi^*$	Vapor
-CO- Carbonilo	Acetona (Figs. C-9, C-10, C-17 y C-18)	188 279	900 15	$\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$	Hexano
-CO- carbón	Acetaldehído (fig. C-12)	290	16	$n \rightarrow \pi^*$	Heptano
-COOH carboxílico	Ácido acético (Fig. C-12)	204	60	$n \rightarrow \pi^*$	Agua
RCONH ₂ amido	Acetamida (Fig. C-13c y d)	< 208	5000	$n \rightarrow \pi^*$	Agua
>C=N- azometino	Acetoxima (Fig. C-16a)	190	5000	$\pi \rightarrow \pi^*$	Agua
-CN nitrilo	acetonitrilo	<160	5000	$\pi \rightarrow \pi^*$	Agua
-N=N azo	Azometano (fig. C-15 y C-16)	347	4.5	$n \rightarrow \pi^*$	Dioxano
-NO nitroso	Nitrozobutani	300 665	100 20		Éter
-ONO ₂ nitrato	Nitrato de metilo	270	12	$n \rightarrow \pi^*$	Dioxano
-NO ₂ nitro	Nitrometano	271	18.6	$n \rightarrow \pi^*$	Alcohol
-ONO nitrito	Nitrato de amilo	219 347	1120	$\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$	Éter Petróleo
>S=O sulfóxido	Ciclohexilmetil sulfóxido	210	1500		Alcohol
>SO ₂ sulfona	Dimetilsulfona	<180	1500		Alcohol

D) Transiciones $\pi \rightarrow \pi^*$ (en aromáticos)

Las bandas B (o bencenoides) son características de moléculas aromáticas (ver Figs. C-4 y C-5 y Tabla C-3) y heteroaromáticas. Por ejemplo, el benceno presenta una estructura fina entre 230 y 270 nm que es resultado de subniveles vibracionales que acompañan la transición electrónica. Cuando un anillo aromático se encuentra unido a grupos cromóforos, como *carbonilo*, *nitro*, *azo*, *nitrilo*, *éster*, *ácido carboxílico*, *acetoxima*, etc., pueden observarse tres tipos de transiciones: $n \rightarrow \sigma^*$, $n \rightarrow \sigma^*$ y $\pi \rightarrow \pi^*$. En estos casos las bandas R y B se observan a mayores longitudes de onda que las transiciones $\pi \rightarrow \pi^*$ más intensas, y la estructura fina puede desaparecer o quedar oculta. La estructura fina característica de las bandas B frecuentemente desaparece cuando el disolvente se cambia por uno más polar.

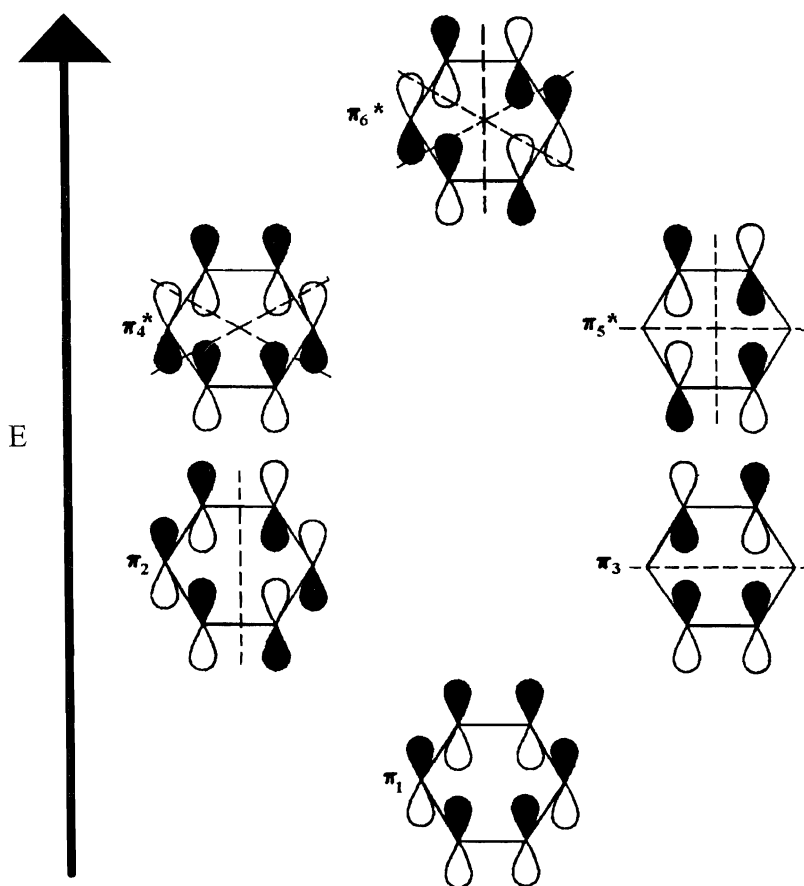


Figura C-4 Orbitales moleculares del benceno, sus energías y las transiciones $\pi \rightarrow \pi^*$ posibles.

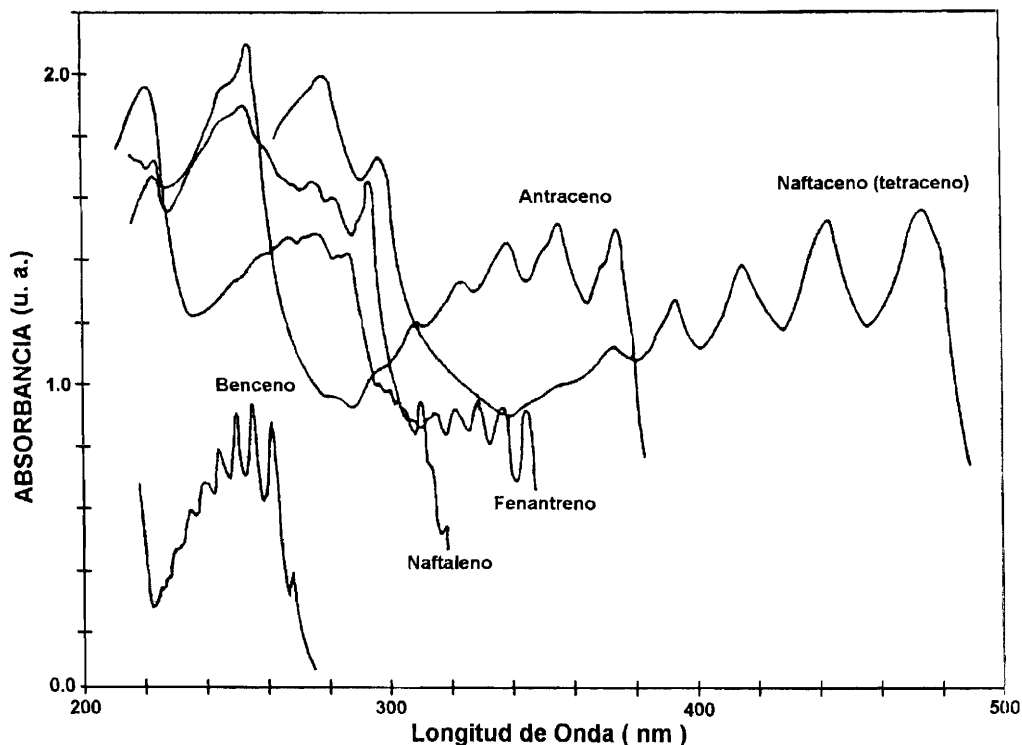


Figura C-5 Espectros UV-Vis de moléculas aromáticas no sustituidas.

E) Bandas E (E de etilénico)

Las bandas E son características de estructuras aromáticas cuya absorptividad se encuentra entre los valores de 2000 a 14000. Cuando el heteroátomo de un sustituyente auxocrómico comparte sus pares de electrones libres con el sistema de electrones p del anillo aromático, las transiciones $\pi \rightarrow \pi^*$ se facilitan. Entonces las bandas E_2 se observan desplazadas a la región del ultravioleta cercano. Las bandas E_1 y E_2 se observan cerca de los 180 y 200 nm respectivamente. Con la aparición de las bandas E, la banda B se desplaza a mayores longitudes de onda y generalmente aumenta de intensidad. En la *bencidilacetona*, por ejemplo, la sustitución con un cromóforo complejo produce un espectro con bandas E y K; las bandas B son en este caso ocultas por las bandas K.

Por el tipo de transición electrónica que pueden sufrir las moléculas, suele clasificarseles como estructuras tipo σ , n , $n \rightarrow \pi$, $\pi \rightarrow \pi$, etc. En la tabla C-3 se muestran algunos ejemplos de tales estructuras y el tipo de bandas que presentan sus espectros UV-Vis.

TABLA C-3 EJEMPLOS DE ESTRUCTURAS ORGÁNICAS TIPO σ , n , $n \rightarrow \pi$, π , π - π , ETC. Y LAS BANDAS QUE SE OBSERVAN EN SUS ESPECTROS DE ABSORCIÓN EN LA REGIÓN DEL UV-VIS

Estructura tipo:	Ejemplo	Transición	$\lambda_{\text{máx}}$ (nm)	$\epsilon_{\text{máx}}$	Banda
σ	Etanol	$n \rightarrow \sigma^*$	135		
n	Agua Metanol 1-hexanol, Yoduro de butilo	$n \rightarrow \sigma^*$ $n \rightarrow \sigma^*$ $n \rightarrow \sigma^*$ $n \rightarrow \sigma^*$	167 183 224 257	7000 500 126 486	
π	Etileno Acetileno (Figs. C-6 y C-7)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$	165 173	10000 6000	
π y n	Acetona (Figs. C-9, C-10, C-17 y C-18)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \sigma^*$ $n \rightarrow \pi^*$	150 188 179	1860 15	R
π - π	1,3-butadieno (Fig. C-7a) 1,3,5- Exatrieno	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$	217 258	21000 35000	K K
π - π y n	Acroleína (Fig. C-11a)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$	210 315	11500 14	K R
π aromático	Benceno (Fig. C-11d)	$n \rightarrow \sigma^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$	180 200 255	60000 8000 215	E_1 E_2 B
π - π aromático	Estireno	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$	244 282	12000 450	K B
π - σ aromático (hiper- conjugado)	Tolueno	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$	208 262	2460 174	E_2 B
Aromático	Acetofenona (Figs. C-9, C-10 C-17 y C-18)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$ $n \rightarrow \pi^*$	240 278 319	13000 1100 50	K B R
$n \rightarrow \pi$ aromáticos (auxocromos)	Fenol (Fig. C-11d)	$\pi \rightarrow \pi^*$ $\pi \rightarrow \pi^*$	210 270	6200 1450	E_2 B

*R = Radical, K = Conjugado, B = bencenoide, E = etilénico.

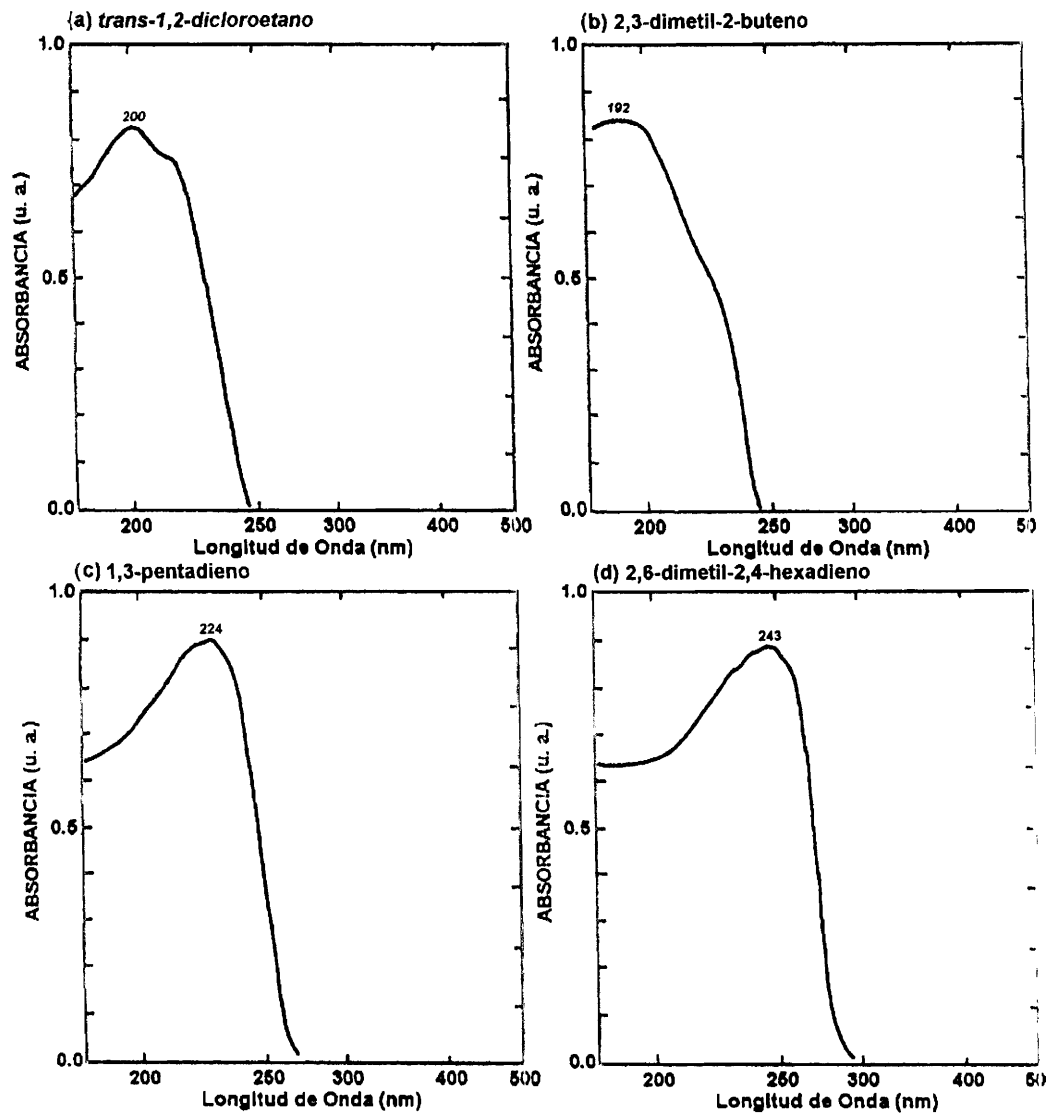


Figura C-6 Espectros UV-Visible de *trans* 1,2-dicloroetano (a), 2, 3-dimetil-2-buteno (b), 1, 3-pentadieno (c) y 2, 6-dimetil-2,4-hexadieno (d).

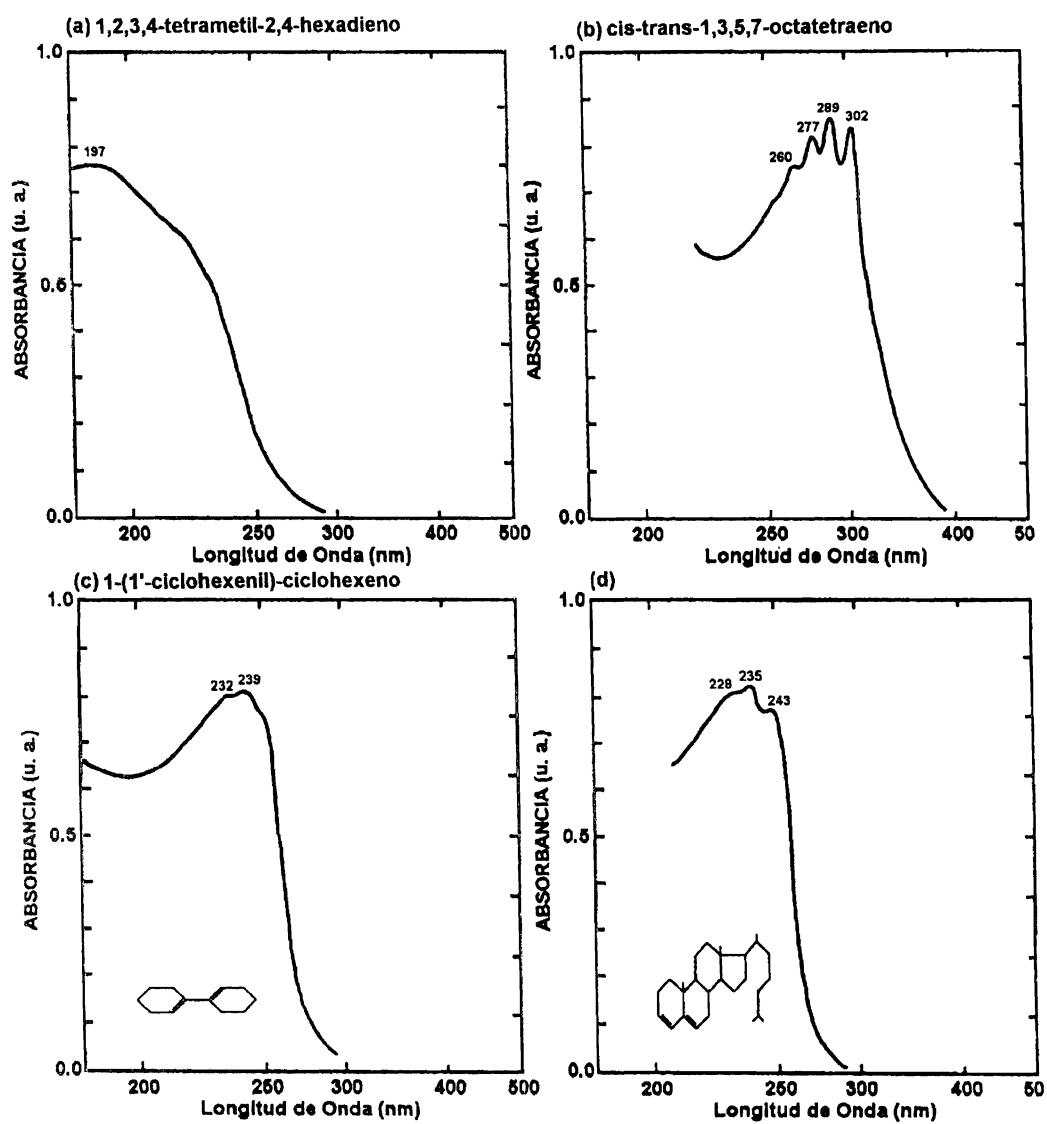


Figura C-7 Espectros UV-Visible de 1,2,3,4-tetrametil-2,4-hexadieno (a), cis-trans-1,3,5,7-octatetraeno (b), 1-(1'-ciclohexenil)-ciclohexeno (c) y un dieno esteroide (d).

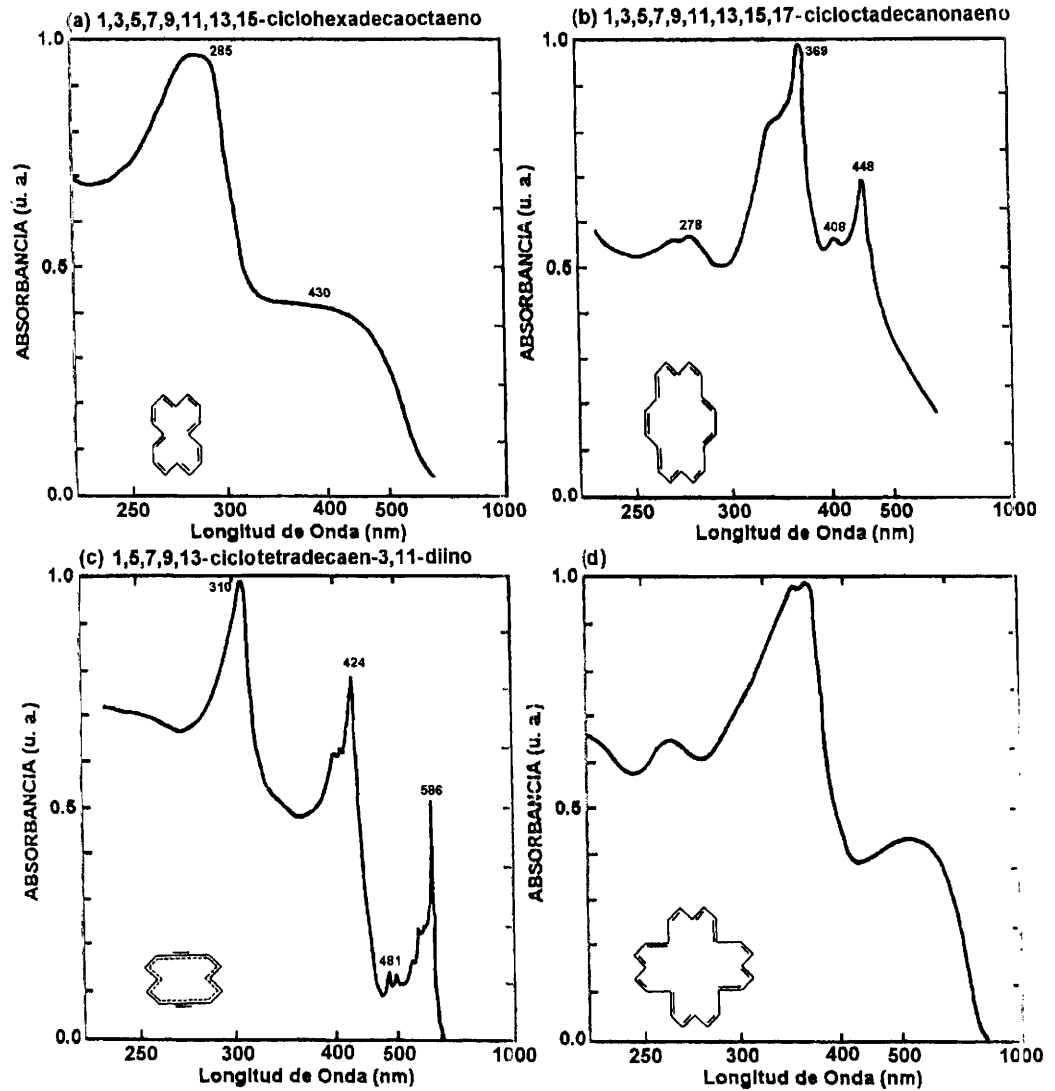


Figura C-8 Espectros UV-Visible de 1,3,5,7,9,11,13,15-ciclohexadecaoctaeno (a), 1,3,5,7,9,11,13,15,17-ciclooctadecanonaeno (b), 1,5,7,9,13-ciclotetradeca-3,11-diino (c) y 1,3,5,7,9,11,13,15,17,19,21,23-ciclotetraeicosa-dodecaeno (d).

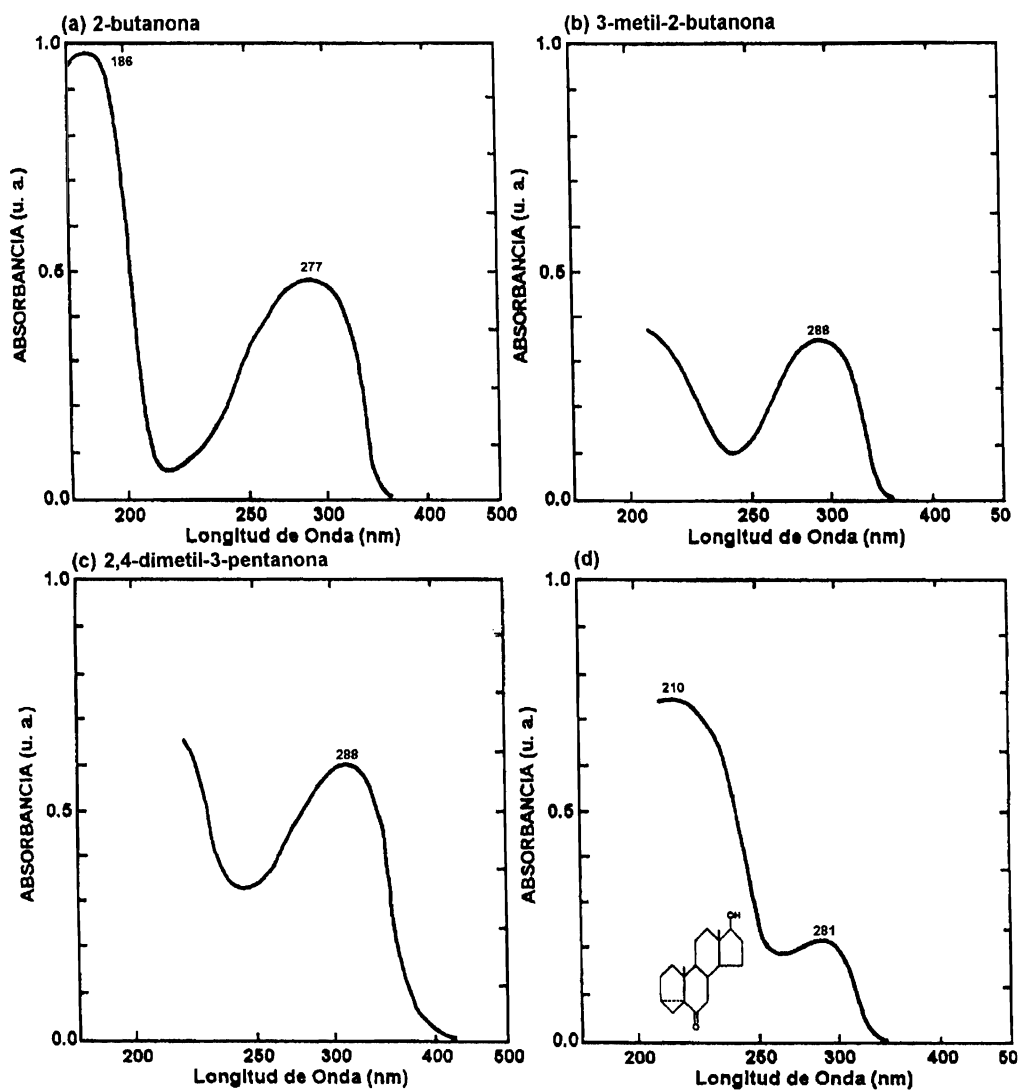


Figura C-9 Espectros UV-Visible de 2-butanona (a), 3-metil-2-butanona (b), 2,4-dimetil-3-pentanona (c) y un esteroide con un grupo carbonilo y un grupo hidroxilo (d).

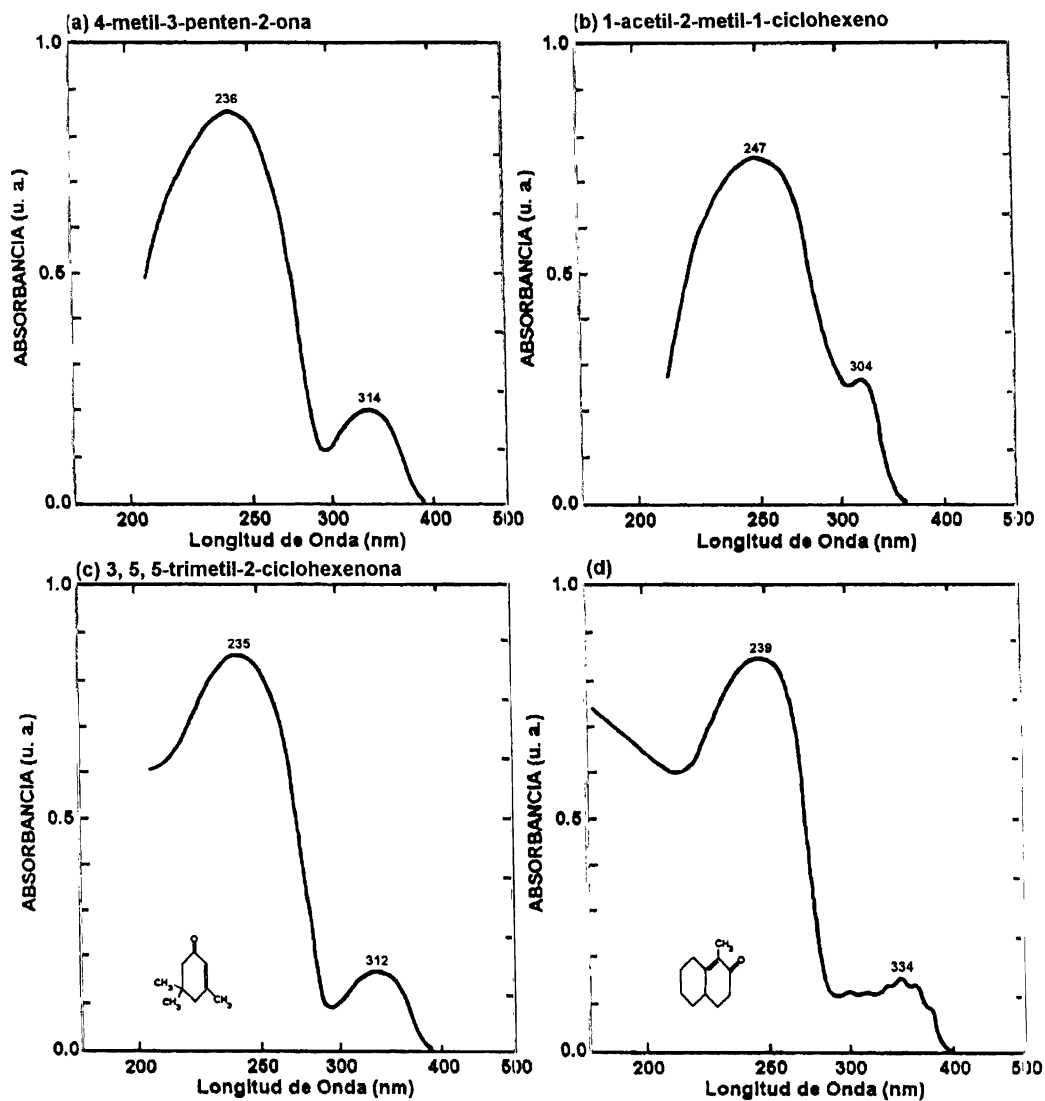


Figura C-10 Espectros UV-Visible de 4-metil-3-penten-2-ona (a), 1-acetil-2-metil-ciclohexeno (b), 2,5,5-trimetil-2-ciclohexenona (c) y una cetona biciclica (d).

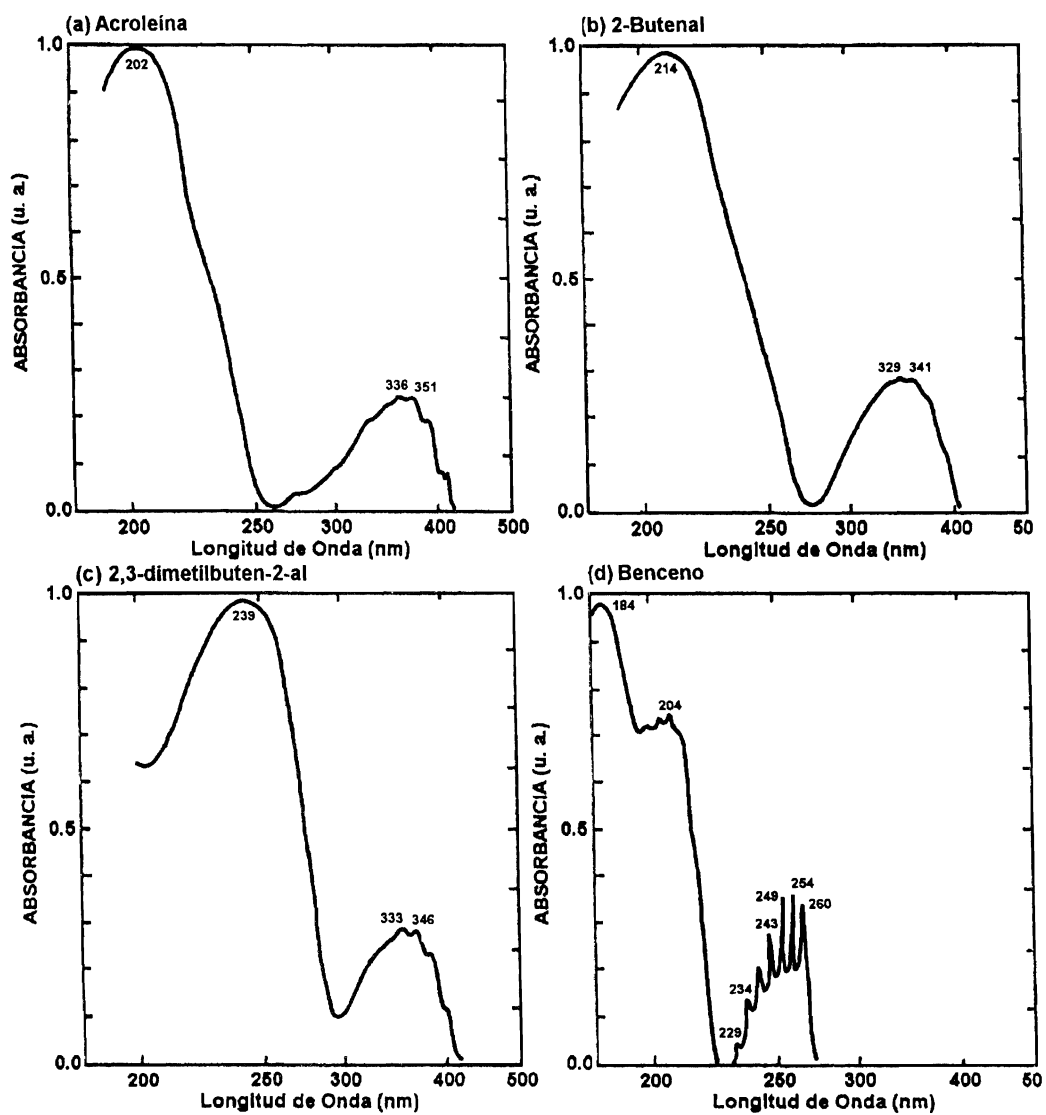


Figura C-11 Espectros UV-Visible de acroleína (a), 2-butenal (b), 2,3-dimetilbuten-2-al (c) y benceno (d).

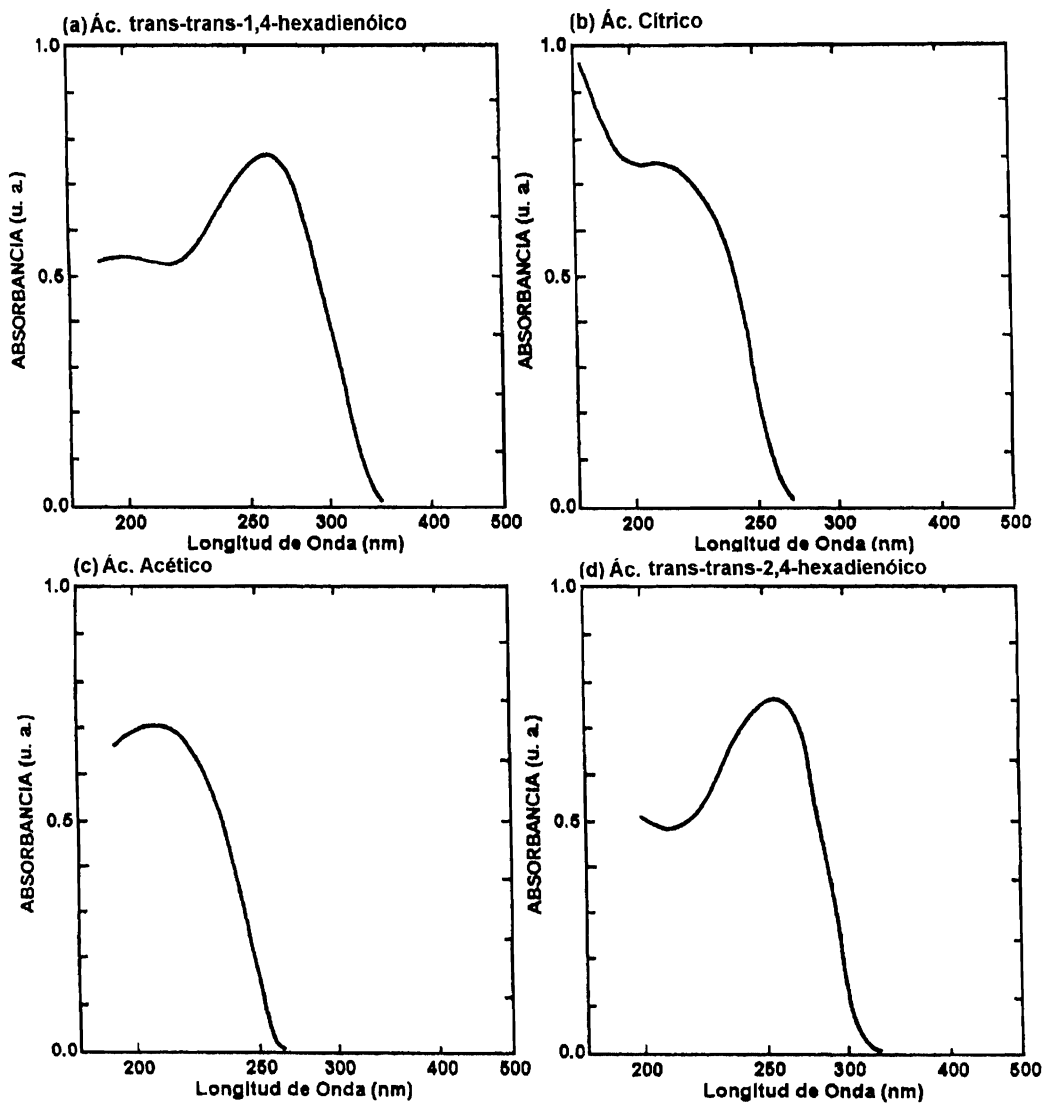


Figura C-12 *Espectros UV-Visible de ácido trans-trans-1, 4-hexadienoico (a), ácido cítrico (b), ácido acético (c) y ácido trans-trans-2, 4-hexadienoico (d)*

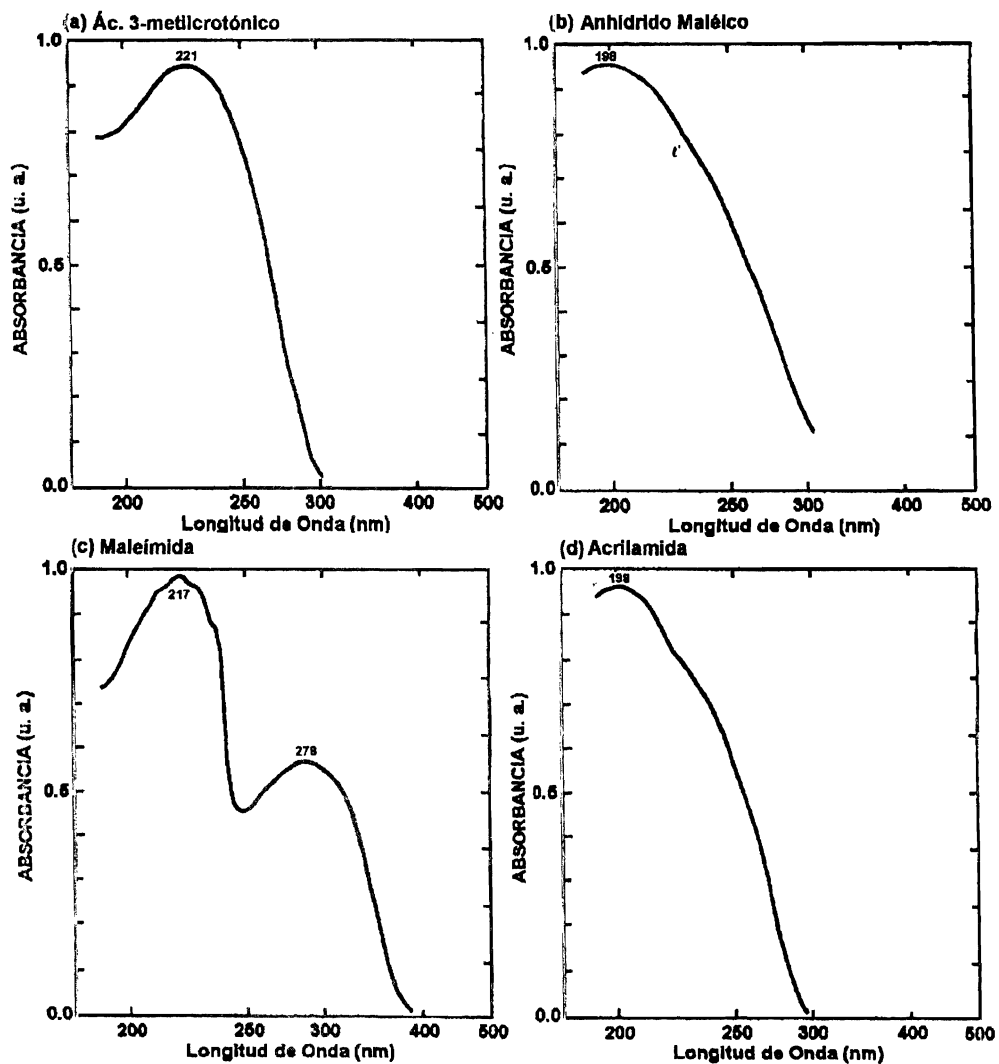


Figura C-13 Espectros UV-Visible de ácido 3-metilcrotonico (a), anhídrido maleico (b), maleimida (c) y acrilamida (d).

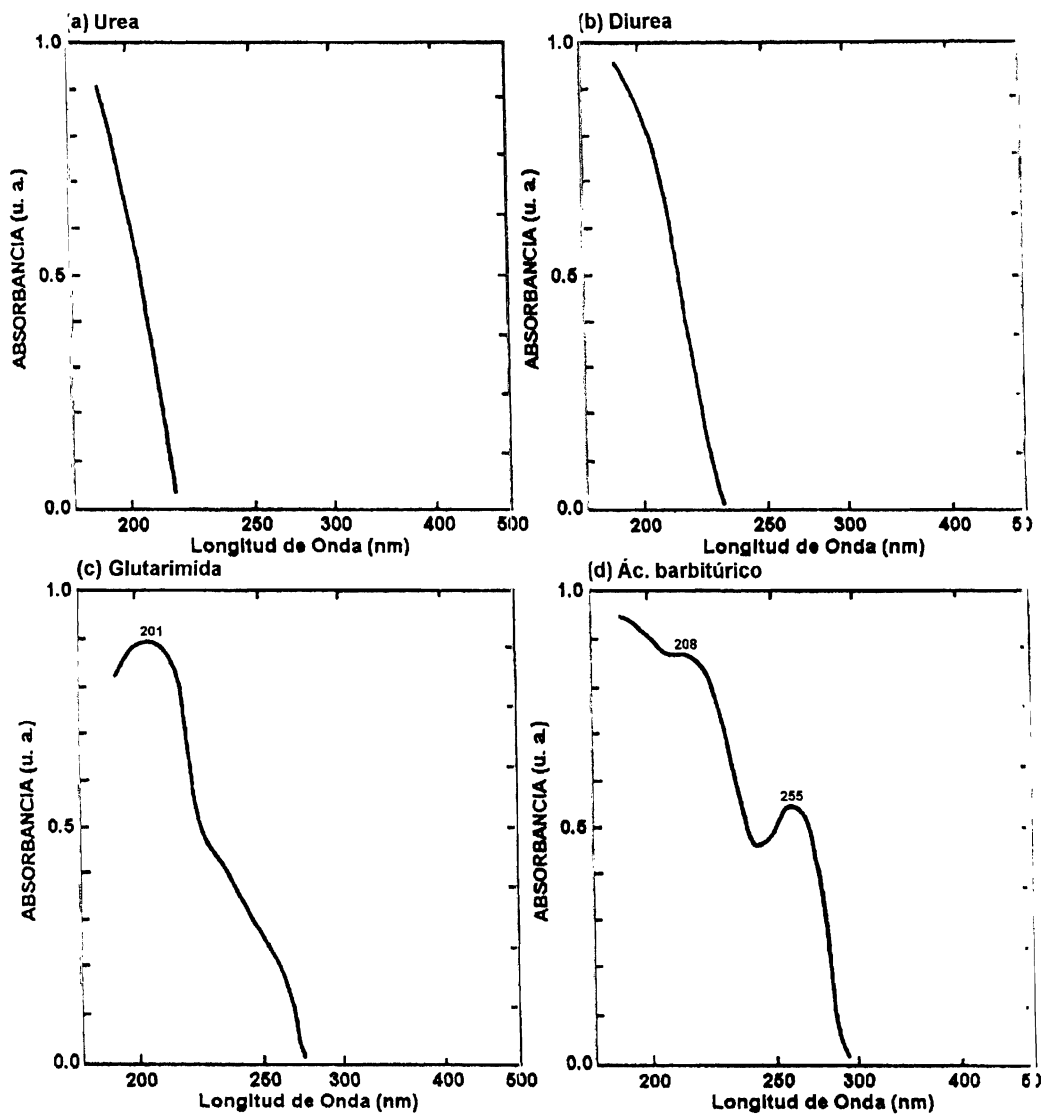


Figura C-14 Espectros UV-Visible de urea (a) diurea (b), glutarimida (c) y ácido barbitúrico (d).

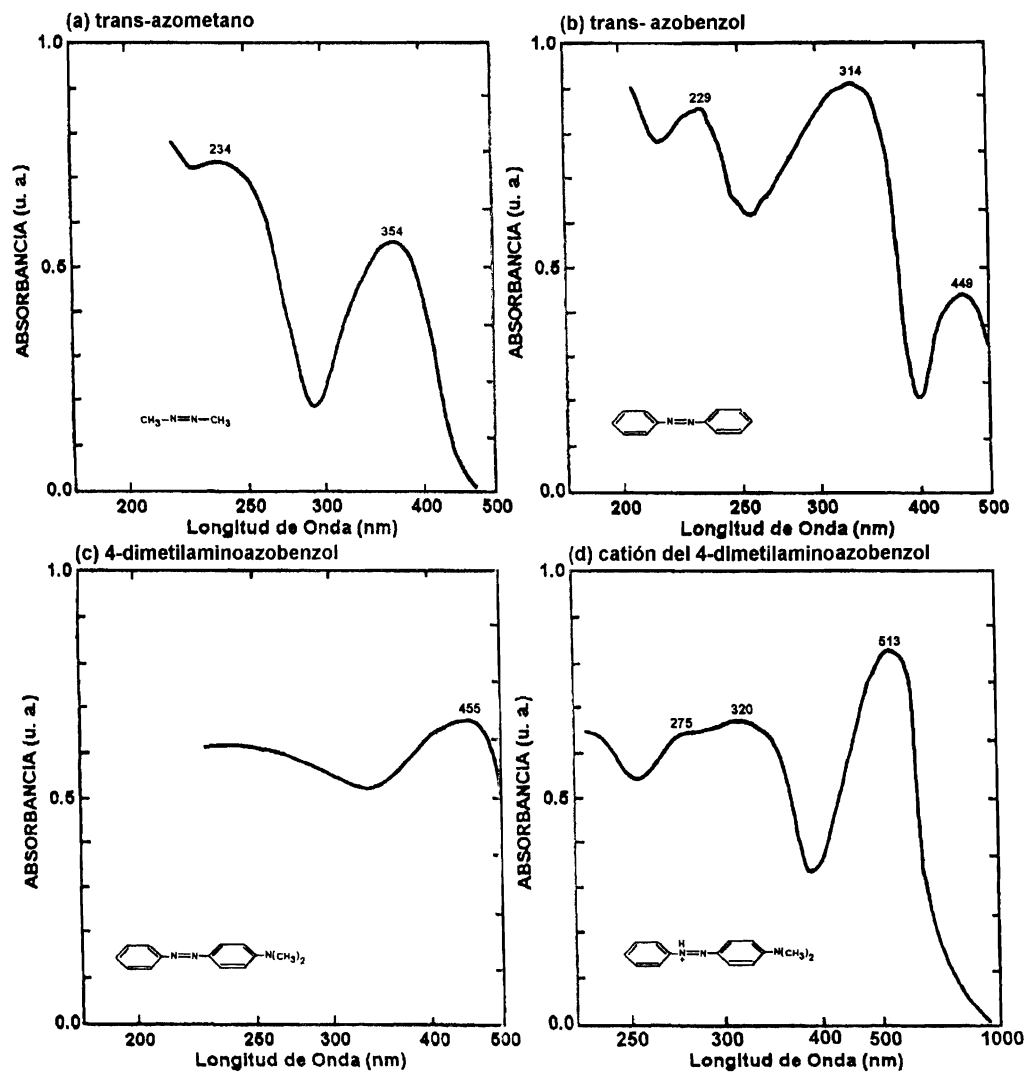


Figura C-15 Espectros UV-Visible de *trans*-azometano (a), *trans*-azobenzol (b), 4-dimetilaminoazobenzol (c) y catión del 4-dimetilaminoazobenzol (d).

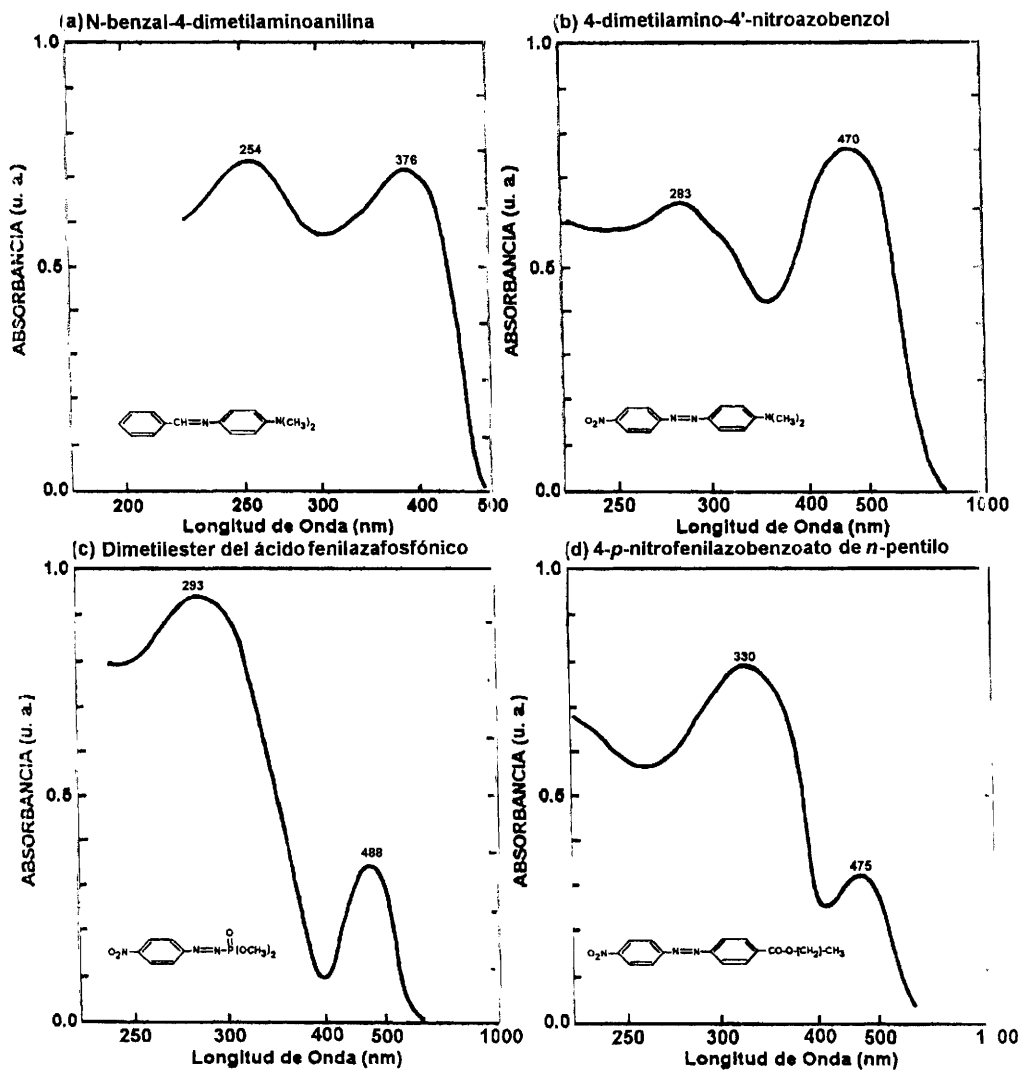


Figura C-16 Espectros UV-Visible de N-benzal-4-dimetilaminoanilina (a), 4-dimetilamino-4'-nitroazobenzol (b), dimetilester del ácido fenilazafosfónico (c) y 4-p-nitrofenilazobenzoato de n-pentilo (d).

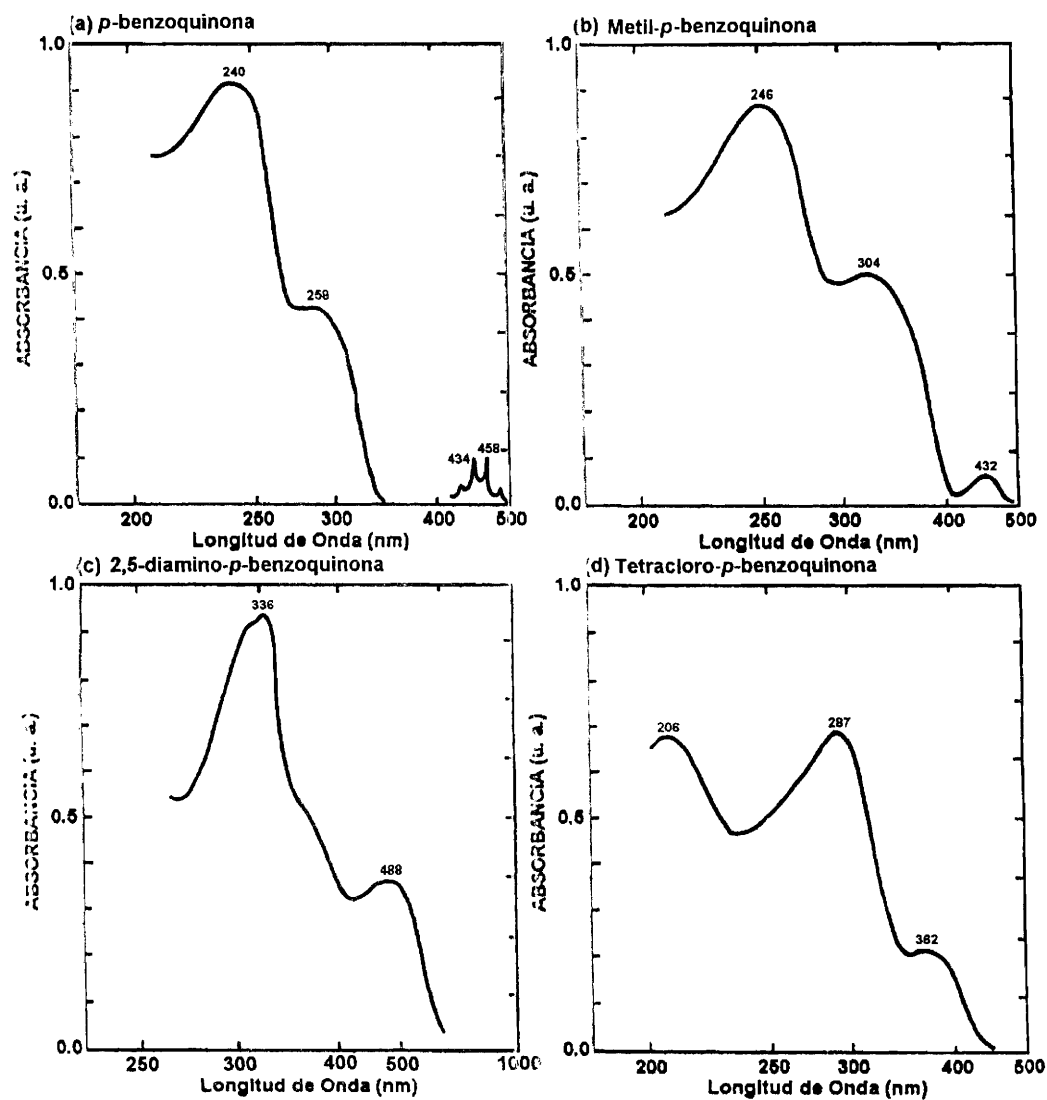


Figura C-17 Espectros UV-Visible de *p*-benzoquinona (a), metil-*p*-benzoquinona (b), 2,5-diamino-*p*-benzoquinona (c) y tetracloro-*p*-benzoquinona (d).

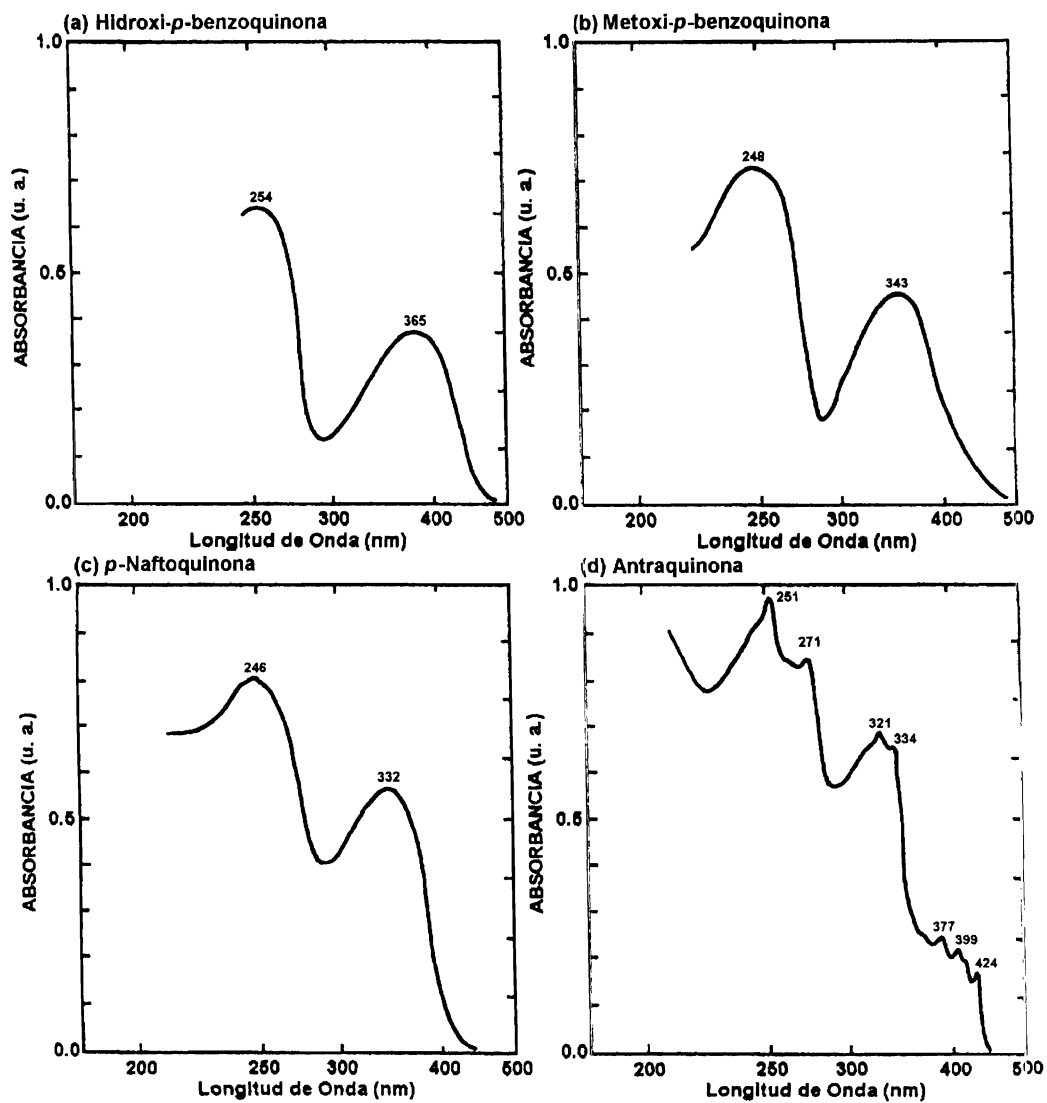


Figura C-18 Espectros UV-Visible de hidroxi-*p*-benzoquinona (a), metoxi-*p*-benzoquinona (b), *p*-naftoquinona (c) y antraquinona (d).

ESPECTROFOTÓMETRO UV-VISIBLE

Los espectrofotómetros modernos que permiten obtener los espectros UV-Visible tanto de muestras líquidas como sólidas y polvos son instrumentos de doble haz, lo cual quiere decir que el haz lumínico es dirigido tanto a una celda de referencia como a la muestra (ver Figs. C-6). Lo anterior se logra desviando el haz de una misma fuente, mediante espejos y rejillas en forma alterna a estas dos celdas a una velocidad del orden de 30 veces por segundo.

La luz utilizada para irradiar las celdas proviene de una lámpara de deuterio para analizar la región del ultravioleta (L_{UV}) y de tungsteno-halógeno para analizar en la región visible (L_{vis}). La luz se enfoca y se hace pasar por una ranura R_1 mediante los espejos E_1 y E_2 . La luz llega al espejo colimador C_1 que la refleja al prisma P_1 . La luz que sale del prisma ha sido dispersada en sus distintos colores, con sus longitudes de onda correspondientes. La luz dispersada retorna al espejo colimador C_1 que la refleja en el espejo E_3 y permite enfocarla a la ranura R_2 . Para seleccionar la longitud de onda en que se desea analizar una muestra en particular, o bien para realizar un barrido por un intervalo dado de longitudes de onda, el prisma P_1 está provisto de un mecanismo de giro.

La rendija R_2 permite seleccionar con mayor exactitud la longitud de onda de análisis al impedir el paso de la mayor parte de la luz difractada. La luz que atraviesa esta ranura se hace pasar por elementos ópticos, análogos y en orden inverso, para que se anulen las principales aberraciones de los espejos C_1 y C_2 ; sin embargo, los prismas se colocan de manera que las dispersiones de los dos sistemas se suman. La luz que es reflejada por el espejo C_2 atraviesa la rendija R_3 , que la vuelve muy angosta. Esta luz atraviesa un discriminador giratorio dividido en cuatro sectores, dos de los cuales están pintados de negro, uno presenta un espejo y el cuarto ha sido recortado para que permita el paso del haz luminoso. El disco gira a aproximadamente 30 veces por segundo. Este mecanismo permite desviar el haz a los espejos E_5 o E_6 para hacerlo pasar a la celda con la muestra o a la celda de referencia. El haz que sale alternadamente de la celda de referencia o de la celda de muestra llega a un tubo foto- multiplicador que registra la intensidad del haz luminoso. La señal electrónica proveniente del tubo fotomultiplicador se transforma y se grafica en función de la longitud de onda, permitiendo así observarla en una pantalla digital o bien imprimir el espectro en papel.

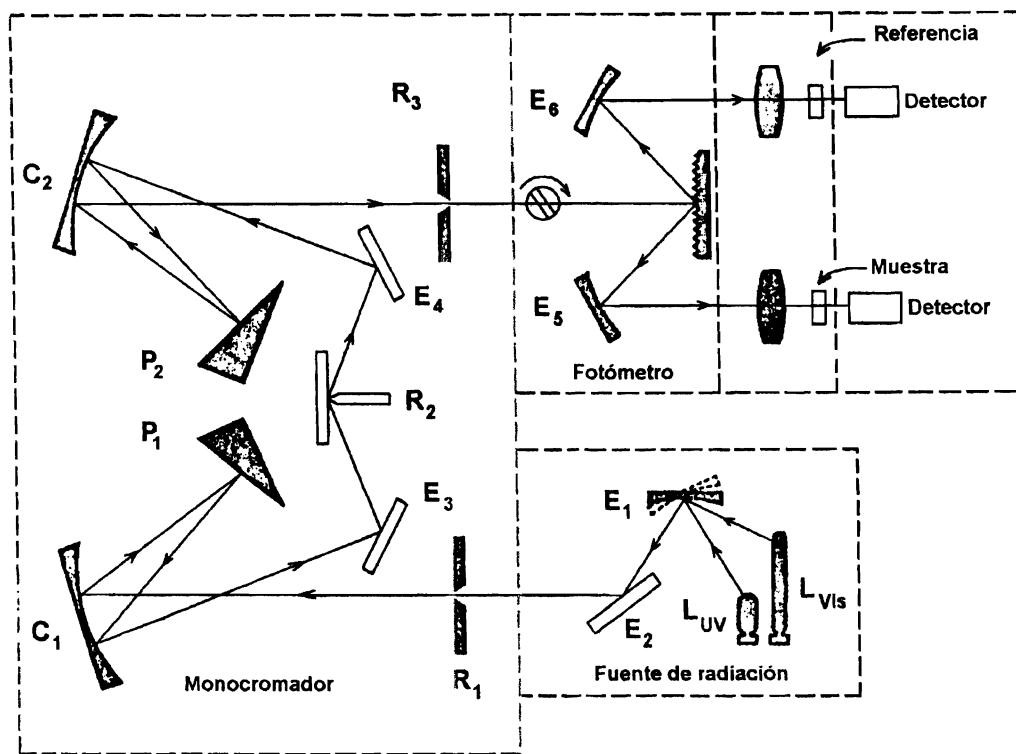


Figura C-19 Diseño clásico de un espectrofotómetro UV-Visible de doble haz.

DISOLVENTES

Una gran mayoría de sustancias sólidas pueden analizarse en la región del UV-Vis disolviéndolas y colocándolas en las celdas para líquidos con que cuenta un espectrofotómetro UV-vis (Fig. C-7).

La elección del disolvente debe ser adecuada ya que en ocasiones, aunque el sólido sea muy soluble, puede ocurrir que tal disolvente también experimente transiciones electrónicas en la región del espectro electromagnético analizada, interfiriendo en la observación de las bandas propias del sólido. En la figura C-8 se muestra la región límite del ultravioleta cercano, hasta la cual pueden utilizarse algunos de los disolventes más comunes.

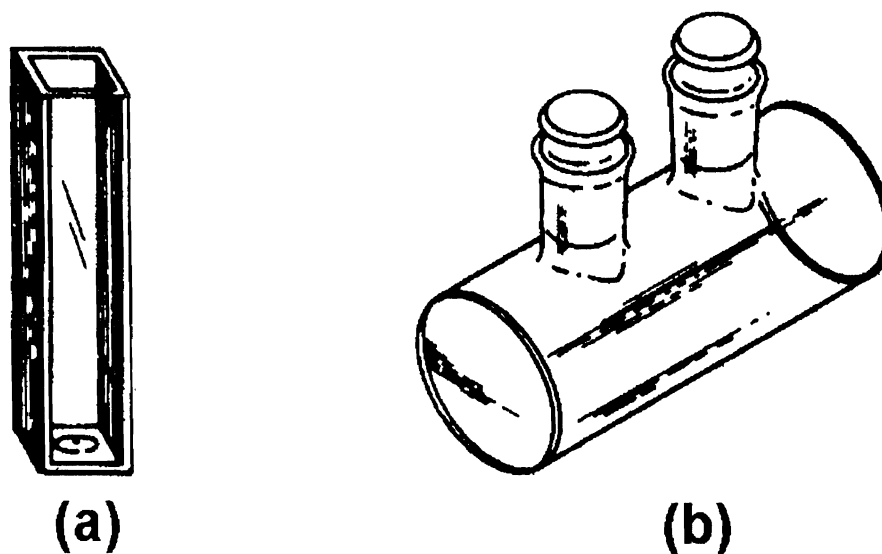


Figura C-20 Celdas de 1 cm (a) y de 5 cm (b) de espesor utilizadas para analizar muestras líquidas en la región UV-Visible.

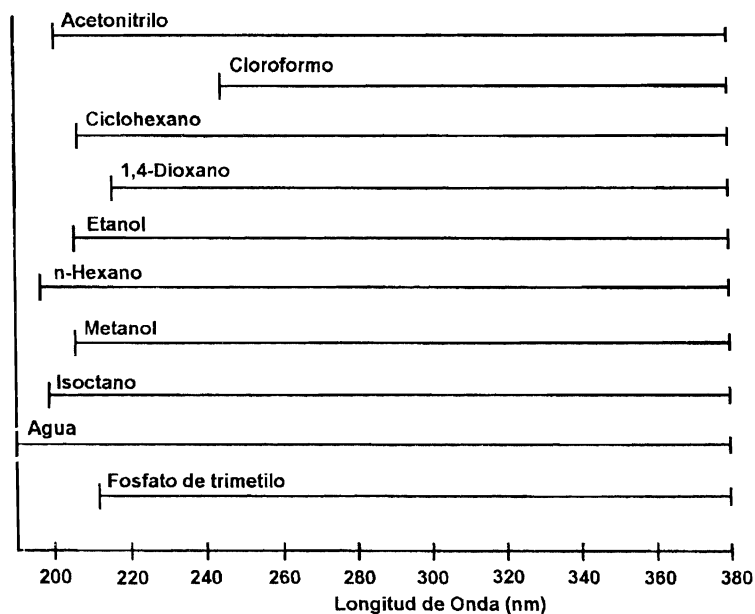


Figura C-21 Los disolventes arriba mostrados son los más utilizados en espectroscopia UV-Visible ya que son transparentes en toda la región del visible, pero su uso debe limitarse en la región del UV-cercano, en la que sí sufren transiciones electrónicas.

BIBLIOGRAFÍA

1. Crooks, J. E. 1978. *The Spectrum in Chemistry*. New York, Academic Press.
2. Dyer, J. R. 1965. *Applications of Absorption Spectroscopy of Organic Compounds*. USA, Prentice-Hall.
3. Perkampus, Heinz-Helmut. 1992. *UV-VIS Atlas of Organic Compounds*. 2ª de Germany, VCH.
4. Rubinson, K. A. y J. F. Rubinson. 2001. *Análisis instrumental*. Madrid, Prentice Hall.
5. Silverstein, R. M., Bassler, G. C. y Morrill, T. C. 1991. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. 5ª ed. New York, John Wiley & Sons.
6. Williams, D. H. e I. Fleming. 1986. *Spectroscopic Methods in Organic Chemistry*. 5ª ed. New York, McGraw-Hill.

REPORTE

LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA II

Alumno:

Equipo:

Práctica No:

Nombre:

Fecha:

Objetivos:

1. Reacción o reacciones:

2. Introducción:

3. Sustancias peligrosas:	Precauciones recomendadas:

4. Experimentación y observaciones:

5. Resultados:			
Peso o volumen del o los productos:	Estado:	Color:	Pf o Peb (°C):
Fórmula:	P.M. (g/mol):	Otros:	Dato bibliográfico:
Estructura:		Otras pruebas:	
Datos espectroscópicos:			
Cálculos:			

6. Discusión:

7. Conclusiones:

Notas y sugerencias:

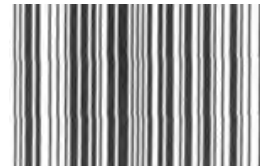
8.-Bibliografía:

Nota: Si requiere más espacio, anexe las hojas necesarias.

Manual de prácticas de química orgánica II
se terminó de imprimir en noviembre de 2002
en la Sección de Impresiones y Diseño Gráfico de la UAM-I.
La edición consta de 500 ejemplares.

Continuando con la filosofía presentada en el *Manual de Prácticas de Química Orgánica I*, en el presente texto se reúnen una serie de experimentos de química orgánica, donde las figuras principales en las moléculas estudiadas son los grupos funcionales carbonilo, carboxilo y alqueno. Además de obtener las moléculas en cuestión, se estudian otras propiedades de interés como la fragancia y color de las sustancias que las poseen. Igualmente se hace una introducción a conceptos como la luminiscencia y la espectroscopia UV-visible. Ante todo, en el presente *Manual de Prácticas de Química Orgánica II* se busca incrementar las habilidades experimentales y fomentar los buenos hábitos de trabajo necesarios en todo buen químico, mostrando siempre la omnipresencia de la química en la vida diaria.

ISBN: 970-31-0015-3



9 789703 100958