



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD
AUTÓNOMA
METROPOLITANA
Unidad Iztapalapa

Laboratorio Integral de Química Orgánica

Francisco **Cruz Sosa**

Ignacio **López y Celis**

Sergio Andrés
Alatorre Santamaría

Yenizey Merit
Álvarez Cisneros

Jorge Armando
Haro Castellanos

Rosa María
Galicia Cabrera



Laboratorio Integral de Química Orgánica

Francisco **Cruz Sosa**

Ignacio **López y Celis**

Sergio Andrés **Alatorre Santamaría**

Yenizey Merit **Álvarez Cisneros**

Jorge Armando **Haro Castellanos**

Rosa María **Galicia Cabrera**

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA UNIDAD IZTAPALAPA

RECTOR GENERAL

Eduardo Abel Peñalosa Castro

SECRETARIO GENERAL

José Antonio de los Reyes Heredia

UNIDAD IZTAPALAPA

RECTOR

Rodrigo Díaz Cruz

SECRETARIO

Andrés Estrada Alexanders

DIRECTORA DE LA DIVISIÓN DE C. B. S.

Sara Lucía Camargo Ricalde

JEFA DEL DEPARTAMENTO DE BIOTECNOLOGÍA

Dra. María del Carmen Fajardo Ortiz

COORDINADOR DE EXTENSIÓN UNIVERSITARIA

Federico Bañuelos Bárcena

JEFE DE LA SECCIÓN DE PRODUCCIÓN EDITORIAL

Adrián Felipe Valencia Llamas

Primera edición 2020

ISBN: 978-607-28-1971-9

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

UNIDAD IZTAPALAPA

Av. Ferrocarril San Rafael Atlixco, Núm. 186, Col. Leyes de Reforma 1A Sección,
Alcaldía Iztapalapa, C.P. 09310, Ciudad de México. Tel.: 5804 4600

Impreso y hecho en México/*Printed in Mexico*

Índice

Prólogo	5
Introducción	5
Capítulo 1. Introducción al Laboratorio de Química Orgánica: seguridad en el laboratorio	7
Práctica 1.1 Destilación simple y punto de ebullición	12
Práctica 1.2 Determinación del punto de fusión y su relación con la pureza de una sustancia química	16
Capítulo 2. Polaridad en los compuestos orgánicos	19
Práctica 2.1 Clasificación de los compuestos orgánicos por su solubilidad	20
Práctica 2.2 Aislamiento del principio activo de un medicamento	24
Etapa 1. Extracción líquido - líquido	24
Etapa 2. Recristalización	28
Capítulo 3. Compuestos alifáticos y su estereoquímica	31
Práctica 3.1 Isomería cis-trans	32
Práctica 3.2 Aislamiento del (S)-(-)-limoneno	35
Capítulo 4. Compuestos aromáticos	39
Práctica 4.1 Preparación de amarillo de Martius (2,4-dinitro- α -naftol)	40
Práctica 4.2 Obtención de fluoresceína	44
Capítulo 5. Reacciones de sustitución nucleofílica	49
Práctica 5.1 Obtención de cloruro de <i>tert</i> -butilo	50
Práctica 5.2 Obtención de 1-bromobutano	54
Práctica 5.3 Obtención de ácido fenoxiacético	57
Capítulo 6. Aminas	61
Práctica 6.1 Síntesis de <i>p</i> -nitroanilina	62
Etapa 1. Preparación de acetanilida	62
Etapa 2. Preparación de <i>p</i> -nitroacetanilida	65
Etapa 3. Preparación de <i>p</i> -nitroanilina	69
Práctica 6.2 Preparación de anaranjado de metilo	73

Capítulo 7. Aldehídos y cetonas	77
Práctica 7.1 Síntesis de ácido bencílico	78
Etapa 1. Síntesis de benzoína	78
Etapa 2. Síntesis de bencilo	81
Etapa 3. Síntesis de ácido bencílico	84
Práctica 7.2 Reacción de Cannizzaro: obtención de alcohol bencílico y ácido benzoico	87
Práctica 7.3 Condensación de Claisen-Schmidt: obtención de dibenzalacetona	91
Capítulo 8. Ácidos carboxílicos y sus derivados	95
Práctica 8.1 Esterificación de Fischer	96
Práctica 8.2 Obtención de salicilato de metilo	100
Práctica 8.3 Obtención de ácido acetilsalicílico (aspirina ^{MR})	103
Práctica 8.4 Saponificación: preparación de jabón	106
Capítulo 9. Carbohidratos	109
Práctica 9.1 Análisis de monosacáridos y disacáridos en alimentos	110
Práctica 9.2 Preparación de glucosazona	114
Capítulo 10. Compuestos Heterocíclicos	119
Práctica 10.1 Extracción de cafeína	120
Práctica 10.2 Extracción de nicotina	124
Práctica 10.3 Obtención de bencimidazol	127
Bibliografía general	131
Anexo 1. Indicaciones para el desarrollo del informe e instrucciones para el registro de resultados (formato tradicional y póster)	133

Prólogo

En el presente manual de “Laboratorio Integral de Química Orgánica” se incluyen prácticas referentes a los temas que se imparten en las unidades de enseñanza - aprendizaje de Química Orgánica que forman parte de los programas de estudio de las Licenciaturas de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud. Este manual se encuentra dividido en diferentes capítulos con prácticas de los temas que comprenden los programas de estudio.

El capítulo 1 es una introducción al Laboratorio de Química Orgánica en donde se incluye la seguridad en el laboratorio, la destilación simple, la determinación de los puntos de ebullición y de fusión y su relación con la pureza de una sustancia química. En el capítulo 2 se relacionan las características de polaridad en los compuestos orgánicos y la clasificación de los compuestos orgánicos con base en su solubilidad, además se realiza la extracción líquido – líquido del principio activo de un medicamento y su recristalización. En el capítulo 3, se propone una práctica de la isomerización de un alqueno (*cis-trans*), así como el aislamiento y la purificación de un hidrocarburo alifático: el (R)-(-)-limoneno a partir de cáscara de un cítrico. El capítulo 4 contiene prácticas de reacciones típicas de compuestos aromáticos (sulfonación, nitración y acilación). En el capítulo 5 se realizan reacciones de sustitución nucleofílica (S_N1 y S_N2) para la preparación de haluros de alquilo y un éter. En el capítulo 6 se incluyen reacciones de aminas aromáticas en las que se tratan reacciones de acetilación, nitración e hidrólisis; además de la síntesis de un azocompuesto. El capítulo 7 incluye reacciones de aldehídos con y sin hidrógenos en el carbono. El capítulo 8 tiene relación con la obtención de ésteres y la saponificación de una grasa. El capítulo 9 se dedica a reacciones de identificación de carbohidratos: se analiza la presencia de azúcares en algunos alimentos y se obtiene un derivado de la D-glucosa. En el capítulo 10 se extraen alcaloides (cafeína y nicotina) a partir de café y tabaco, así como la preparación de un compuesto bioactivo como es el bencimidazol. Finalmente, en el Anexo 1 se dan las indicaciones para la preparación del informe o reporte y las instrucciones para calcular el rendimiento teórico y práctico en % de los productos obtenidos para el registro de resultados en los formatos tradicional y tipo póster.

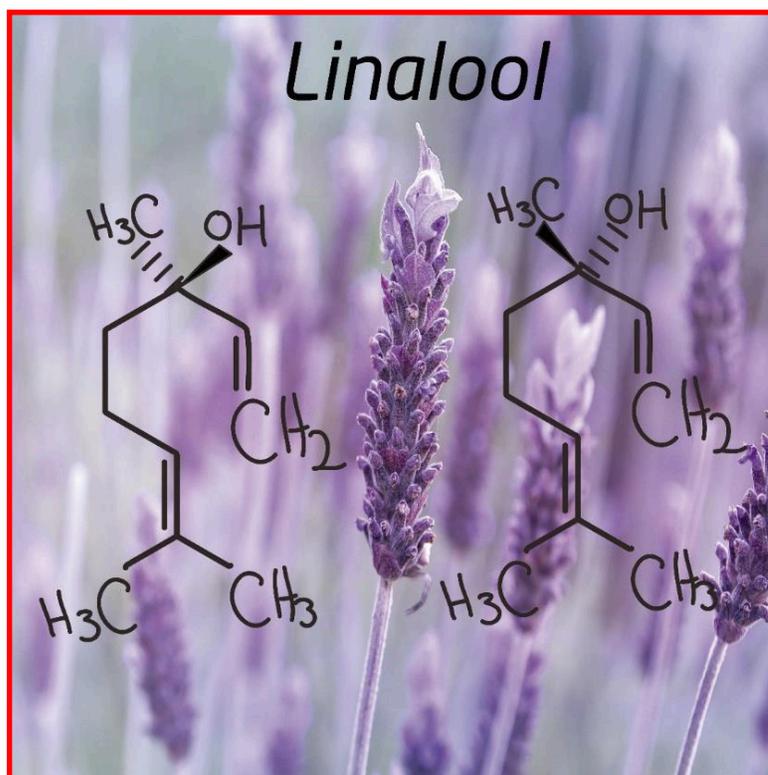
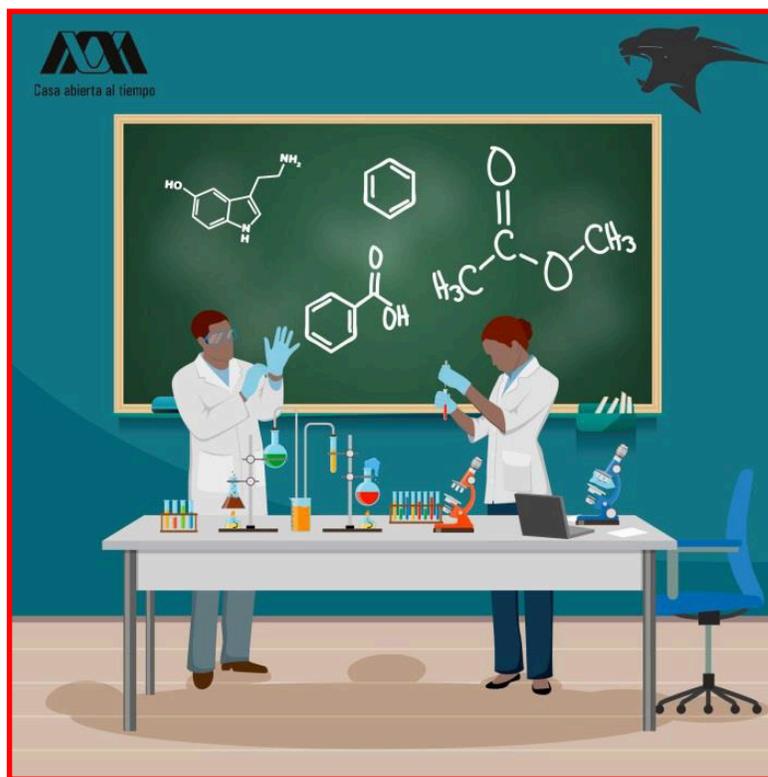
Introducción

El objetivo general de esta obra es proponer un acervo de prácticas para los cursos de Química Orgánica de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud. Los objetivos específicos para los profesores y alumnos son: 1) poder seleccionar de un conjunto de prácticas las que consideren idóneas para sus fines docentes, 2) poder tener prácticas que ilustren la parte teórica del contenido de los programas de estudio y 3) poder contar con prácticas que proporcionen a los alumnos la oportunidad de verificar experimentalmente los conocimientos adquiridos en las clases teóricas.

Los autores esperan que esta obra sea de utilidad para los profesores y en especial a los alumnos para que puedan poner en práctica los conocimientos básicos de las reacciones de los compuestos orgánicos.

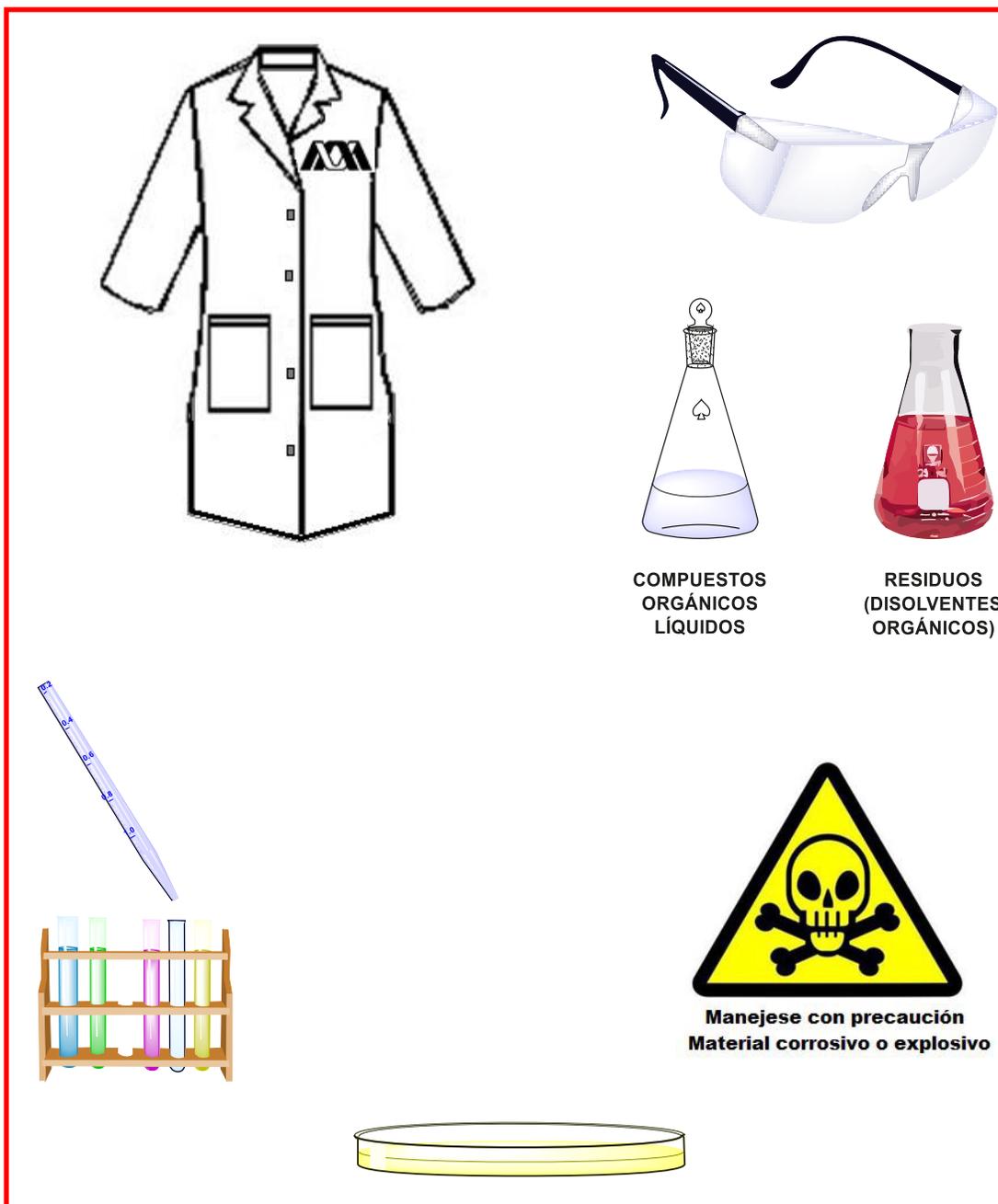
Los autores

Capítulo 1. Introducción al laboratorio de química orgánica



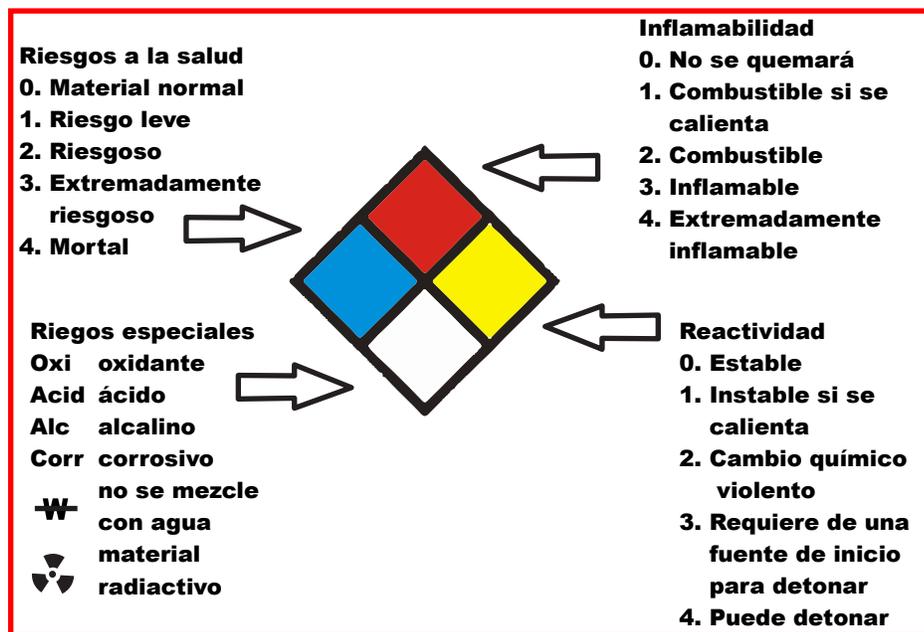
Seguridad en el laboratorio

Resumen gráfico



Rombo de seguridad

Los rombos azul, rojo y amarillo son asignados con un valor de 0 (sin peligro) al 4 (peligro máximo). El color blanco se utiliza para las sustancias que constituyen un riesgo muy específico, el código de la escala no es de números sino de letras



Pictogramas de seguridad en el laboratorio

Símbolos de riesgo químico



Investigación previa

- Medidas de seguridad en el laboratorio
- Uso de una bata de algodón
- Conducta apropiada
- Sustancias corrosivas
- Depósito de los productos de reacción en recipientes
- Depósito de disolventes orgánicos en recipientes
- Neutralización de las aguas madres

Objetivo

- Adoptar disposiciones preventivas tanto de orden físico como ambiental debido a que la realización de las prácticas de química orgánica implica el manejo de algunas sustancias potencialmente peligrosas, tóxicas, corrosivas y/o contaminantes.

Material	Reactivos
Bata de algodón	Ácidos minerales
Lentes de seguridad (anteojos para laboratorio)	Bases fuertes
Cajas de Petri	Disolventes orgánicos
Pictogramas de seguridad en el laboratorio	Reactivos orgánicos sólidos
Recipientes para disolventes orgánicos	Reactivos orgánicos líquidos
Rombo de seguridad	

Metodología

El profesor(a) expondrá las reglas de seguridad que hay que observar durante la realización de las prácticas en el laboratorio, explicará el significado de los colores y números del rombo de seguridad y de los símbolos de riesgo químicos presentes en los reactivos.

- 1) El uso de una bata de algodón (las de material sintético suelen ser inflamables), lentes de protección y en ocasiones guantes.
- 2) Mantener en el laboratorio una conducta serena, evitando movimientos bruscos, gritos o juegos y bromas que pudieran repercutir en un accidente.
- 3) Observar las medidas de seguridad que se señalan en el manual o las que indique el profesor(a), entre ellas la de no dejar caer ácidos o sustancias corrosivas sobre las mesas, que en tal caso deberán limpiarse convenientemente para evitar problemas a los demás usuarios.
- 4) Para conocer las medidas de seguridad que se deben tener con los diferentes reactivos utilizados, es importante que los alumnos conozcan las hojas técnicas de las sustancias a utilizar previo a la sesión de laboratorio. A continuación, se presentan algunas de las características que el alumno(a) debe identificar en los reactivos a utilizar.
- 5) No deberán tirarse a la cañería los reactivos sobrantes, sino que se depositarán en los recipientes que para tal efecto serán proporcionados por el profesor(a) y de los que se dispondrá convenientemente de acuerdo a el "Instructivo del funcionamiento interno y operativo para regular el uso de los servicios e instalaciones de los laboratorios de docencia. División de Ciencias Biológicas y de la salud de la UAM-Iztapalapa".
- 6) Algunos de los productos obtenidos en el laboratorio serán de gran utilidad para la realización de otros experimentos, por lo que al final de cada práctica serán recogidos en recipientes proporcionados por el profesor(a), por ejemplo: compuestos sólidos en caja de Petri.
- 7) Presentación del rombo de seguridad, el cual está compuesto de 4 rombos: azul, rojo, amarillo y blanco.
- 8) Presentación de los pictogramas de seguridad de los reactivos utilizados en el laboratorio.

Cuestionario

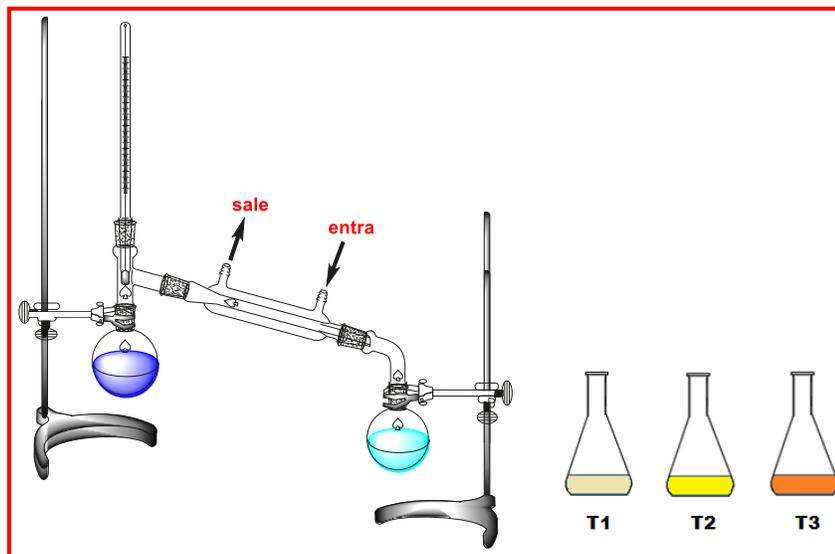
- 1) Explicar cómo se neutralizan las aguas madres con pH ácido?
- 2) Explicar cómo se neutralizan las aguas madres con pH básico?
- 3) Explicar el significado del rombo de seguridad, el cual está compuesto de 4 rombos: azul, rojo, amarillo y blanco.
- 4) Explicar el significado de los pictogramas de seguridad de los reactivos utilizados en el laboratorio

Bibliografía

- Barba Chávez, J.M.A., López Cruz, J.I., Cruz Sosa F. *Manual de Prácticas de Laboratorio Análisis Funcional Orgánico*. UAM-Iztapalapa pp. 107. México, 2013.
- Cruz-Sosa, F., J.A., López y Célis, Haro-Castellanos, I., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 94, México, 2012.
- García Sánchez, M.A. *Manual de Prácticas de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 122. México, 2002.
- Instructivo del funcionamiento interno y operativo para regular el uso de los servicios e instalaciones de los laboratorios de docencia División de Ciencias Biológicas y de la salud de la UAM-Iztapalapa. Aprobado por el Consejo Académico de la UAM-Iztapalapa en sesión número 314 del 9 de noviembre de 2009.
- Sociedad Americana de Química (2003). Seguridad en los laboratorios Químicos Académicos. Volumen 1 Prevención de accidentes para estudiantes universitarios 7a edición.

Práctica 1.1 Destilación simple y punto de ebullición

Resumen gráfico



Investigación previa

- Purificación de líquidos
- Disolventes orgánicos
- Punto de ebullición
- Destilación simple
- Miscibilidad
- Azeótropo

Objetivo

- Realizar la separación de líquidos mediante la destilación simple para determinar los puntos de ebullición de cada componente y la pureza del producto obtenido.

Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Metanol
Soporte universal (2)	Etanol
Matraz Erlenmeyer de 50 mL (4)	Acetona
Parrilla eléctrica con agitación	Acetato de etilo
Mantilla de calentamiento	Hexano
Barra magnética	Azul metileno o tinta azul
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	
Embudo de vidrio de tallo corto	
Probeta graduada de 50 mL	
Termómetro	
Vaso de precipitados de 50 mL	

Metodología

Etapa 1

Ensamblar las piezas del equipo de destilación simple siguiendo las indicaciones de tu profesor(a), colocar un poco de grasa de silicón en todas las juntas esmeriladas para que embonen adecuadamente. El agua que sale del refrigerante por su parte superior recuperarla en una palangana de plástico, procurando desperdiciar la menor cantidad posible de agua. Ver Resumen gráfico.

Etapa 2

Quitar el porta-termómetro de la "T" de destilación, colocar un embudo de vidrio e introducir la mezcla problema a separar asignada por el profesor(a). Posteriormente aplicar agitación magnética a velocidad constante, además de añadir calentamiento a la muestra, procurando que no exista sobrecalentamiento del sistema y destilar aproximadamente una gota por segundo. Los vapores del componente de la mezcla con punto de ebullición más bajo ascienden al refrigerante pasando por el termómetro que registrará la temperatura.

Etapa 3

Recolectar el destilado en distintas fracciones de la siguiente forma:

Numera tres matraces Erlenmeyer de 50 mL del 1 al 3 para recolectar las fracciones de la destilación de la mezcla. Cuando caiga la primera gota recibida en el matraz 1, anote la temperatura "T1" y prosiga con la colecta. Cuando se establezca la temperatura cambie al matraz 2 y anote la temperatura "T2". Cuando vuelva a subir la temperatura súbitamente "T3", cambie al matraz 3.

Es importante que consideres que los valores de punto de ebullición observados experimentalmente se deben corregir por la presión atmosférica, ya que en la Ciudad de México es de 585 mm de Hg y a nivel del mar es de 760 mm de Hg, (condiciones en las que están reportados en la bibliografía). Para registrar y comparar los valores realiza una tabla.

NOTA: Nunca debe destilarse a sequedad NINGUNA sustancia, por lo que se debe de suspender el calentamiento cuando aún queda algo de líquido en el matraz.

T ebullición normal °C	Variación en temperatura por $\Delta p = 10$ mm Hg	
	Líquidos no polares	Líquidos Polares
50	0.380	0.320
60	0.392	0.330
70	0.404	0.340
80	0.416	0.350
90	0.428	0.360
100	0.440	0.370
110	0.452	0.380
120	0.640	0.390
130	0.476	0.400

Temperatura ebullición (corregida) = T eb (normal) - Fc

Factor de corrección (Fc) $Fc = \frac{\Delta p (\Delta T + \Delta P)}{10 \text{ mm Hg}}$

Temperatura de ebullición del agua en la CdMx P = 585 mm Hg

$\Delta p = Patm \text{ (nivel del mar) (mmHg)} - Patm \text{ (CdMx) (mmHg)}$

$\Delta P \text{ CdMx} = 760 \text{ mm Hg} - 585 \text{ mm Hg} = 175 \text{ mm Hg}$

$Fc = \frac{175 \text{ mm Hg} + 0.370 \text{ }^\circ\text{C}}{10 \text{ mm Hg}} = 6.475 \text{ }^\circ\text{C}$

T eb (corregida) = 100 °C - 6.475 °C = 93.525 °C

Cuestionario

1. Define los siguientes conceptos: punto de ebullición, presión de vapor y calor latente de vaporización.
2. ¿Para qué nos sirve determinar el punto de ebullición?
3. ¿Qué es un azeótropo?
4. Los valores de punto de ebullición corregidos son menores o mayores que los experimentales ¿Por qué?
5. Describa los diferentes tipos de destilación.

Bibliografía

Ávila Zárraga J. G., García Manrique C., Cruz Gavilán García, I., León Cedeño F., Méndez Stivalet J. M., Pérez Cendejas G., Rodríguez

Argüello M. A., Salazar Vela G., Sánchez Mendoza A., Santos Santos E., Soto Hernández R. M. *Química Orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico*. UNAM 1ª Ed., pp. 62-73. México, 2001.

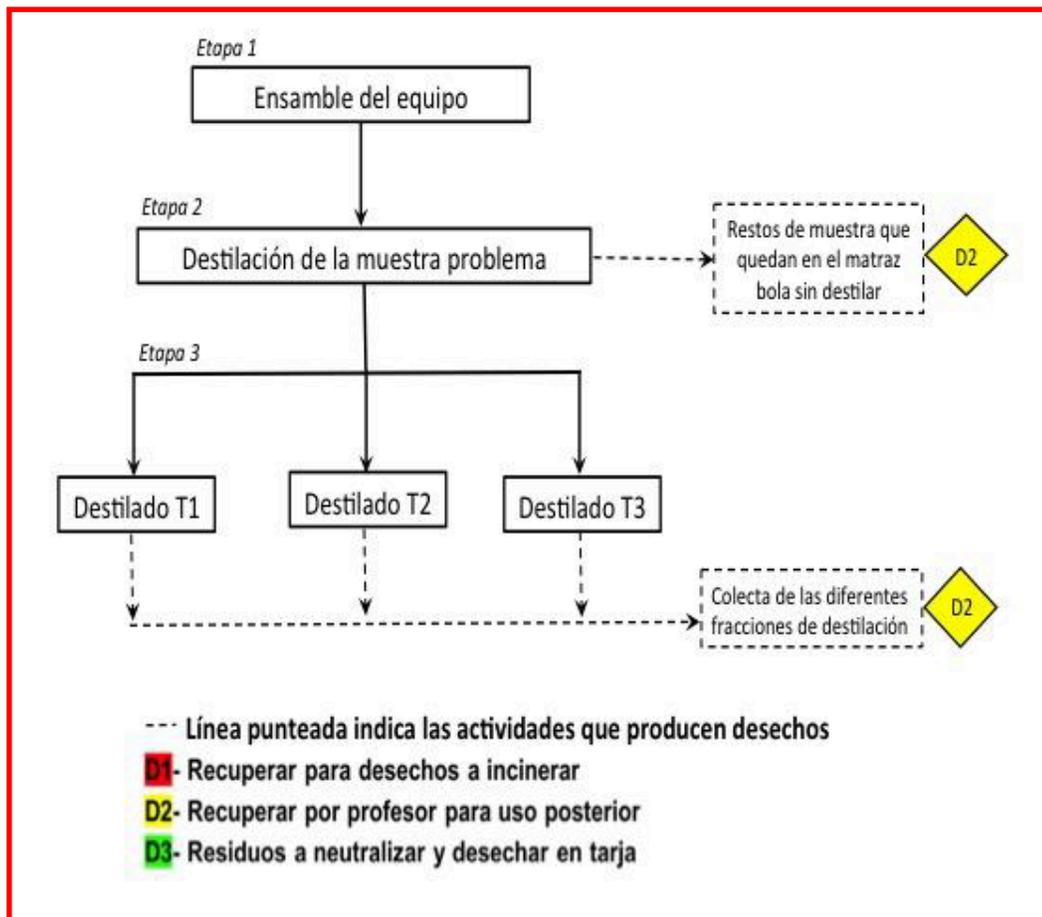
Cruz-Sosa, F., J.A., López y Célis, Haro-Castellanos, I., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa, pp. 94. México, 2012.

Handbook of Chemistry and Physics. CRC Press Taylor & Francis Group Boca Raton FL, 57th Ed., pp. 176-177. USA, 1997.

Olguin, S. *Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 60. México, 1996.

Merck. *The Merck Index*. Whitehouse Station, 14th Ed., N.J. USA. 2006.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 1.2 Determinación del punto de fusión y su relación con la pureza de una sustancia química

Resumen gráfico



Investigación previa

- Punto de fusión
- Pureza de un compuesto orgánico

Objetivo

- Determinar el punto de fusión de compuestos orgánicos sólidos y su relación con la pureza.

Material	Reactivos
Aparato de punto de fusión Fisher-Johns	Compuesto orgánico sólido problema
Cubreobjetos	1-naftol
Microespátula	Acetanilida
	Urea
	Ácido benzoico
	Glucosa

Metodología

Etapa 1

Preparación de la muestra en el aparato de punto de fusión (Fisher-Johns). Colocar en el cubreobjetos una pequeña cantidad del compuesto orgánico con la punta de una microespátula, acomodar el cubreobjetos con la muestra en la placa metálica del aparato de punto de fusión (Fisher-Johns). Encienda el equipo y regule la velocidad de calentamiento, observe a través de la lupa y registre la temperatura cuando el sólido empieza a pasar al estado líquido y cuando termine de fundir (intervalo de temperaturas).

Etapa 2

Calibración del termómetro del aparato de punto de fusión (Fisher-Johns). Proporcionar cinco compuestos orgánicos de punto de fusión conocido, a las cuales se les determinará el punto de fusión. Sugerencia: 1-naftol 95 °C, acetanilida 114 °C, urea 132 °C, ácido benzoico 121 °C y glucosa 146 °C. Determine el punto de fusión de cada compuesto conocido por triplicado, registre el promedio del punto de fusión observado experimentalmente.

Etapa 3

Punto de fusión de un compuesto orgánico problema. Determine el punto de fusión experimental de algún compuesto orgánico problema proporcionado por triplicado, registre el promedio del punto de fusión observado experimentalmente.

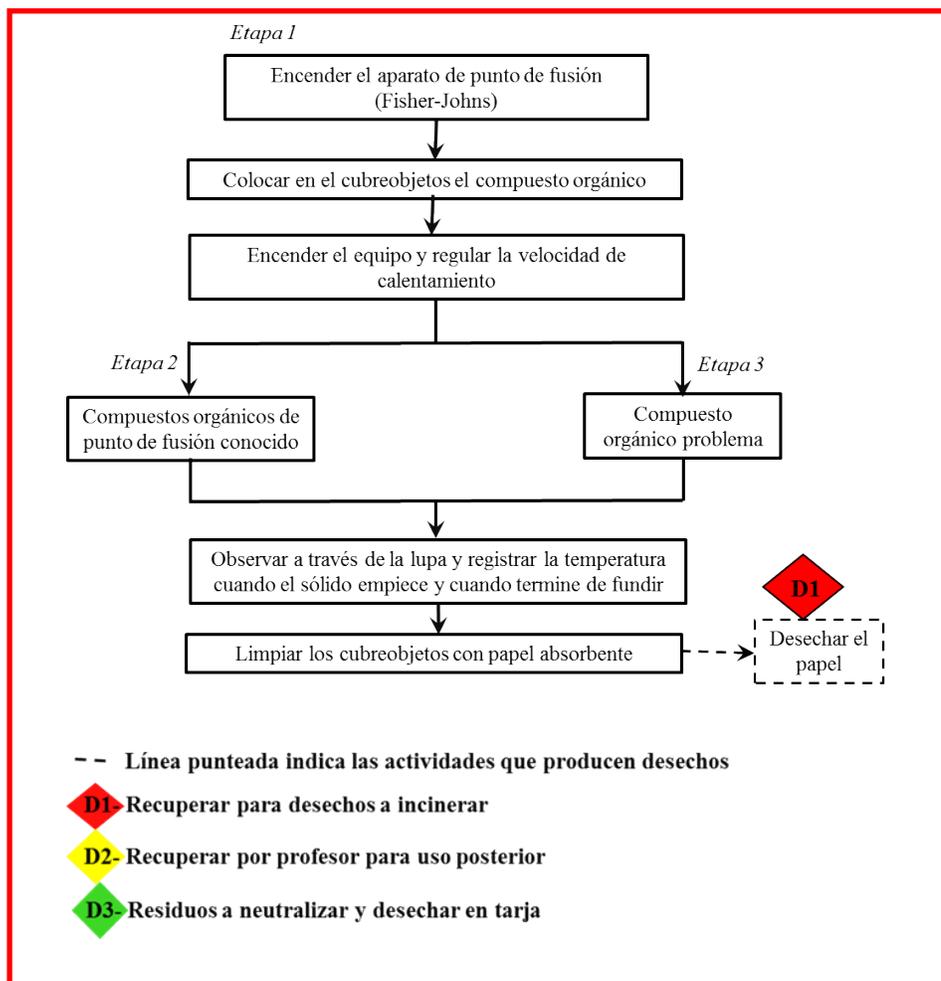
Cuestionario

1. ¿Qué otra técnica se puede utilizar para la determinación del punto de fusión de un compuesto sólido orgánico en el laboratorio?
2. Elabore una gráfica con los datos del punto de fusión experimental de los compuestos conocidos en las ordenadas y los datos del punto de fusión teórico de los mismos compuestos en las abscisas. Trace la intersección de la recta.
3. En la gráfica elaborada en la pregunta 2, obtenga el punto de fusión corregido del compuesto orgánico problema mediante la lectura del dato del punto de fusión observado en el aparato de punto de fusión (Fisher-Johns) en las ordenadas extrapolando hacia las abscisas al trazar una línea recta continua hacia el dato en el eje del punto de fusión teórico.

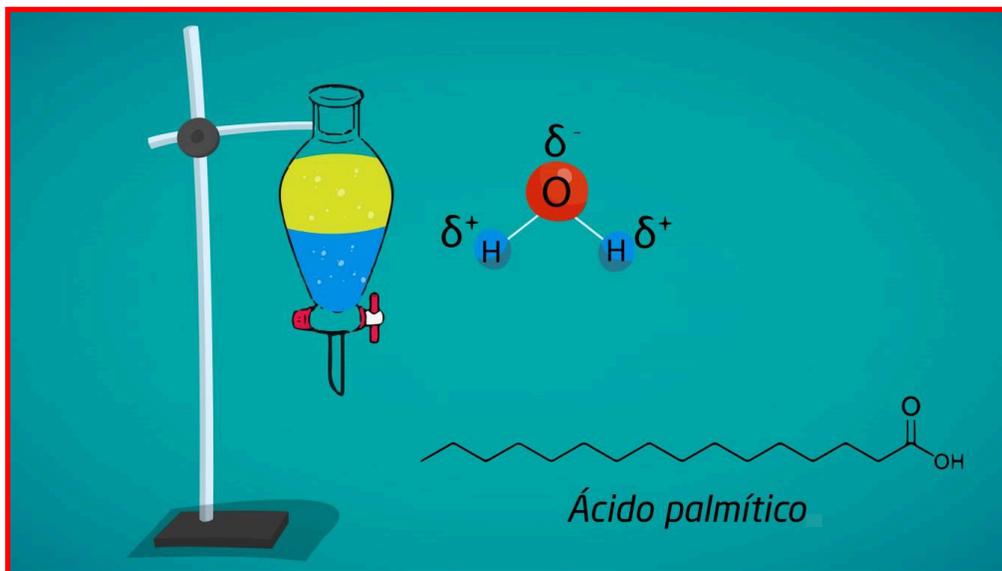
Bibliografía

- Eaton, David C. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. McGraw- Hill. Inc. New York, USA, 1989.
- Olguín, S. *Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 60. México, 1996.
- Merck. *The Merck Index*. Whitehouse Station, 14th Ed., N.J. USA. 2006.
- Shriner, R.L., Fuson, R.C., Curtin D.Y. *Identificación Sistemática Compuestos Orgánicos*. 2a. Ed., Limusa-Wiley, México, 2002

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Capítulo 2. Polaridad en los compuestos orgánicos

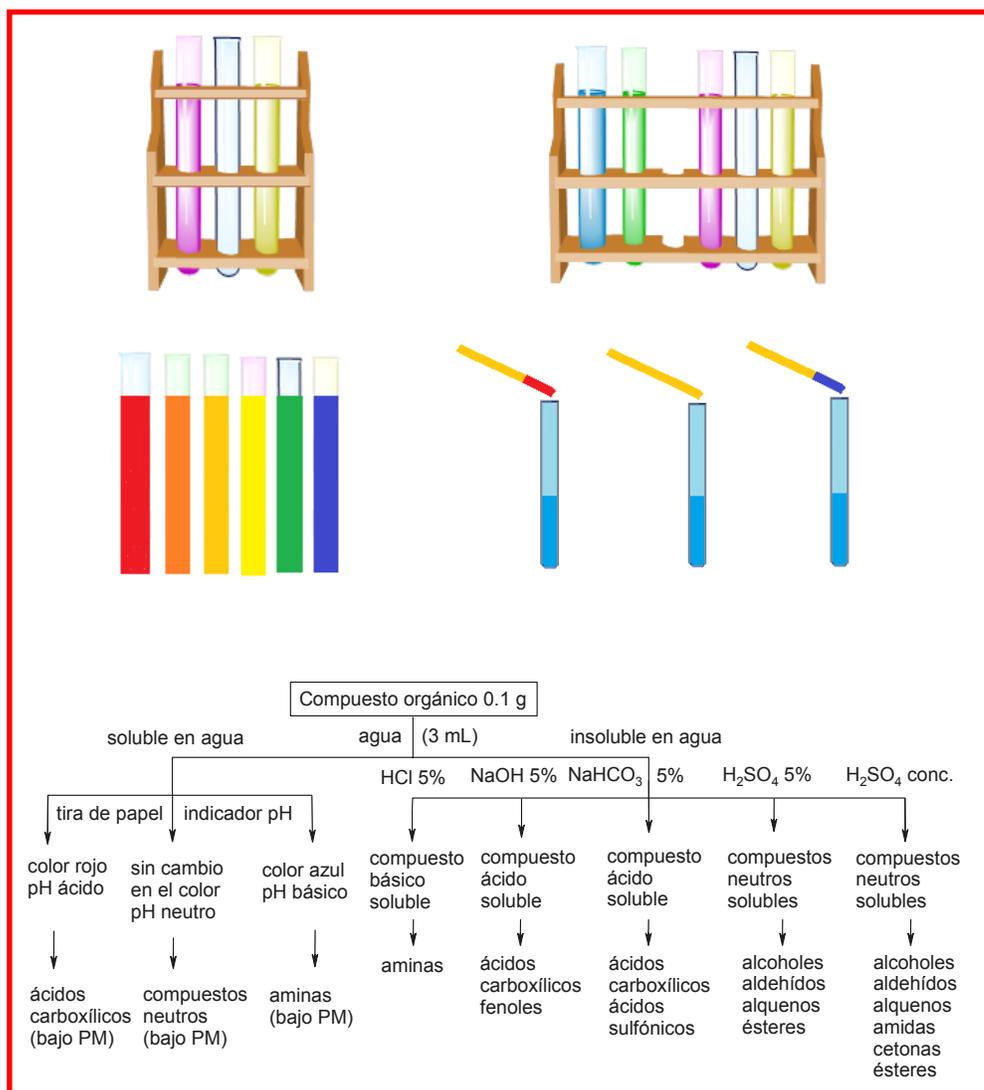


Recristalización



Práctica 2.1 Clasificación de los compuestos orgánicos por su solubilidad

Resumen gráfico



Investigación previa

- Polaridad
- Disolventes
- Compuestos orgánicos
- Soluciones ácidas y básicas
- Compuestos ácidos, básicos y neutros
- Solubilidad

Objetivo

- Clasificar los compuestos orgánicos con base en su solubilidad en agua, en medio ácido o básico.

Material	Reactivos
Tubos de ensaye (10)	Compuestos orgánicos sólidos
Pipeta graduada 5 mL (5)	Compuestos orgánicos líquidos
Vaso de precipitado 100 mL	Solución de ácido clorhídrico al 5%
Pinzas para tubo de ensayo	Ácido sulfúrico concentrado
Espátula	Solución de ácido sulfúrico al 5%
Agitador de vidrio	Solución de bicarbonato de sodio al 5%
Gradilla	Solución de hidróxido de sodio al 5%
Propipeta	
Pipeta Pasteur	
Piseta con agua destilada	
Papel indicador de pH	

Metodología

Etapa 1

Medición del pH. Muestra sólida. Pesar 0.1g del compuesto orgánico sólido y colocarlo en un tubo de ensaye, agregar 1 mL de agua y agitar, repetir la adición de 1 mL de agua y volver a agitar y repetir la adición de 1 mL de agua una vez más y volver a agitar. El compuesto orgánico es soluble si desaparece gradualmente y la solución se torna transparente. Si se forma una disolución, sumergir un pedazo de la tira de papel indicador de pH hasta que quede humedecido, comparar el color de la tira de papel con la escala de colores: ácido (color rojo) pH = 1 a 6, neutro (sin cambio de color) pH = 7, básico/alcalino (color azul) pH = 8 a 14.

Medición del pH. Muestra líquida. En un tubo de ensaye verter 3 mL de agua, añadir el compuesto orgánico gota a gota con agitación hasta observar si se disuelve o se forman dos fases inmiscibles. El compuesto orgánico es soluble si desaparece gradualmente y la solución se torna transparente.

Nota: Únicamente si los dos líquidos son miscibles, medir el pH de la solución como se describió anteriormente.

Etapa 2

Solubilidad ácido – base. Muestra sólida. Verter en tubos diferentes 3 mL de HCl 5%, NaOH 5% y NaHCO₃ 5%, añadir 0.1 g del compuesto orgánico, a cada uno de los tubos, en pequeñas porciones con agitación hasta su posible disolución. El compuesto orgánico es soluble si desaparece gradualmente y la solución se torna transparente.

Solubilidad ácido – base. Muestra líquida. Verter en tubos diferentes 3 mL de HCl 5%, NaOH 5% y NaHCO₃ 5%, añadir el compuesto orgánico gota a gota con agitación hasta su posible disolución o formación de dos fases inmiscibles. El compuesto orgánico es soluble si desaparece gradualmente y la solución se torna transparente.

Etapa 3

Solubilidad en ácido sulfúrico diluido. Muestra sólida. En un tubo de ensaye verter 2 mL de H₂SO₄ al 5%, añadir 0.1 g del compuesto orgánico en pequeñas porciones, agitar con una varilla de vidrio hasta su posible disolución. El compuesto orgánico es soluble si desaparece gradualmente y la solución se torna transparente Solubilidad en ácido sulfúrico diluido.

Muestra líquida. En un tubo de ensaye verter 2 mL de H₂SO₄ al 5%, agregar poco a poco 3 gotas del compuesto orgánico, agitar con una varilla de vidrio hasta su posible disolución. El compuesto orgánico es soluble si desaparece gradualmente y la solución se torna transparente.

Etapa 4

Solubilidad en ácido sulfúrico concentrado. Muestra sólida. En un tubo de ensaye verter 2 mL de H_2SO_4 concentrado y depositarlo en un tubo de ensaye, añadir 0.1 g del compuesto orgánico en pequeñas porciones sin agitación hasta su posible disolución. El compuesto orgánico es soluble si desaparece gradualmente y la solución se torna transparente.

Solubilidad en ácido sulfúrico concentrado. Muestra líquida. En un tubo de ensaye verter 2 mL de H_2SO_4 concentrado y depositarlo en un tubo de ensaye, agregar poco a poco 3 gotas del compuesto orgánico líquido sin agitación hasta su posible disolución. El compuesto orgánico es soluble si desaparece gradualmente y la solución se torna transparente.

Para cada muestra problema, realizar pruebas de solubilidad en agua y en soluciones ácidas y básicas, según se muestra en la siguiente tabla, marcando con un signo (+) cuando la muestra sea soluble y con (-) cuando la muestra sea insoluble.

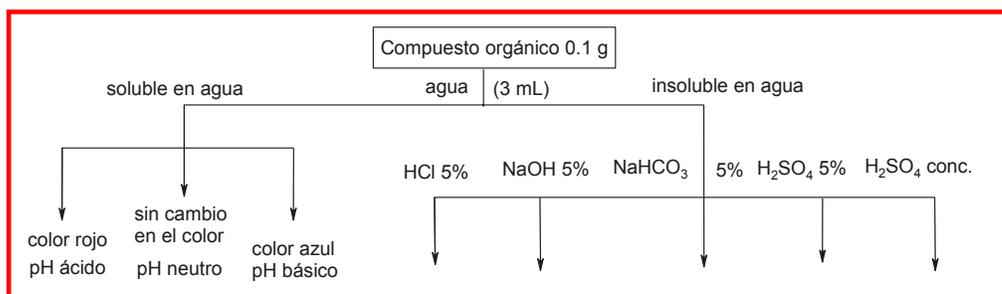
TUBO	DISOLVENTE (agua)	Solubilidad en pH ácido	Solubilidad en pH básico
1			

TUBO	DISOLVENTE	Solubilidad
1	Ácido clorhídrico 5%	
1	Hidróxido de sodio 5%	
1	Bicarbonato de sodio 5%	
1	Ácido sulfúrico al 5%	
1	Ácido sulfúrico concentrado	

Cuestionario

Explica los siguientes conceptos y proporciona dos ejemplos de cada uno.

1. Disolvente polar
2. Disolvente polar prótico
3. Disolvente polar aprótico
4. Disolvente no polar
5. Dé una lista de los principales disolventes orgánicos en orden de polaridad.
6. ¿Cuál es la razón de que el fenol no es soluble en una solución diluida de $NaHCO_3$?
7. Ubique cada muestra problema en la gráfica e indique si es un compuesto ácido, neutro o básico y a qué grupo funcional orgánico puede pertenecer



Bibliografía

Armarego W.L.F., Lin Chai, C.L. *Purification of Laboratory Chemicals*. 5th Ed., Elsevier Science, USA, 2003.

Barba Chávez, J.M.A., López Cruz, J.I., Cruz Sosa F. *Manual de Prácticas de Laboratorio Análisis Funcional Orgánico*. UAM-Iztapalapa pp. 107. México, 2013.

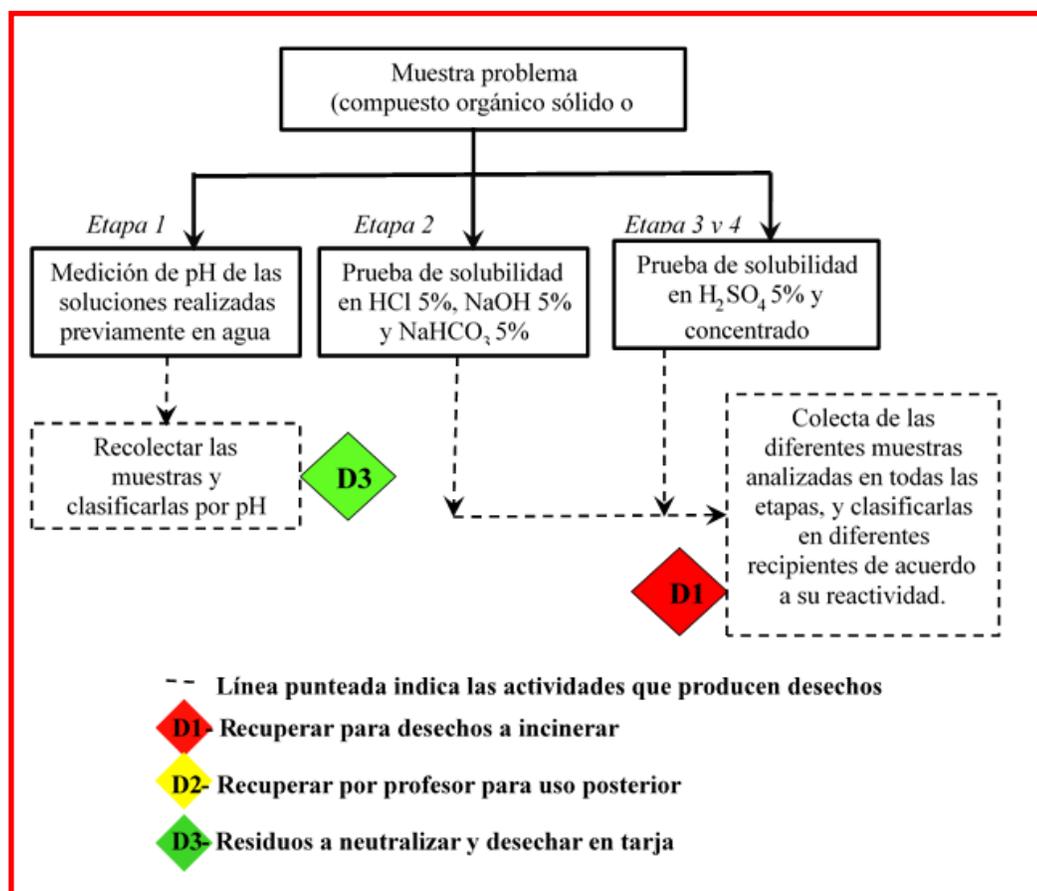
Cruz Sosa F.; Haro Castellanos J.A., López y Celis I., Alatorre Santamaría S. *Guía Temática para el curso de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 21-32. México, 2015.

García Sánchez, M.A. *Manual de Prácticas de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 122. México, 2002.

Merck. *The Merck Index*. Whitehouse Station, 14th Ed., N.J. USA. 2006.

Shriner, R.L., Fuson, R.C., Curtin D.Y. *Identificación Sistemática Compuestos Orgánicos*. 2^a Ed., Limusa-Wiley, México, 2002.

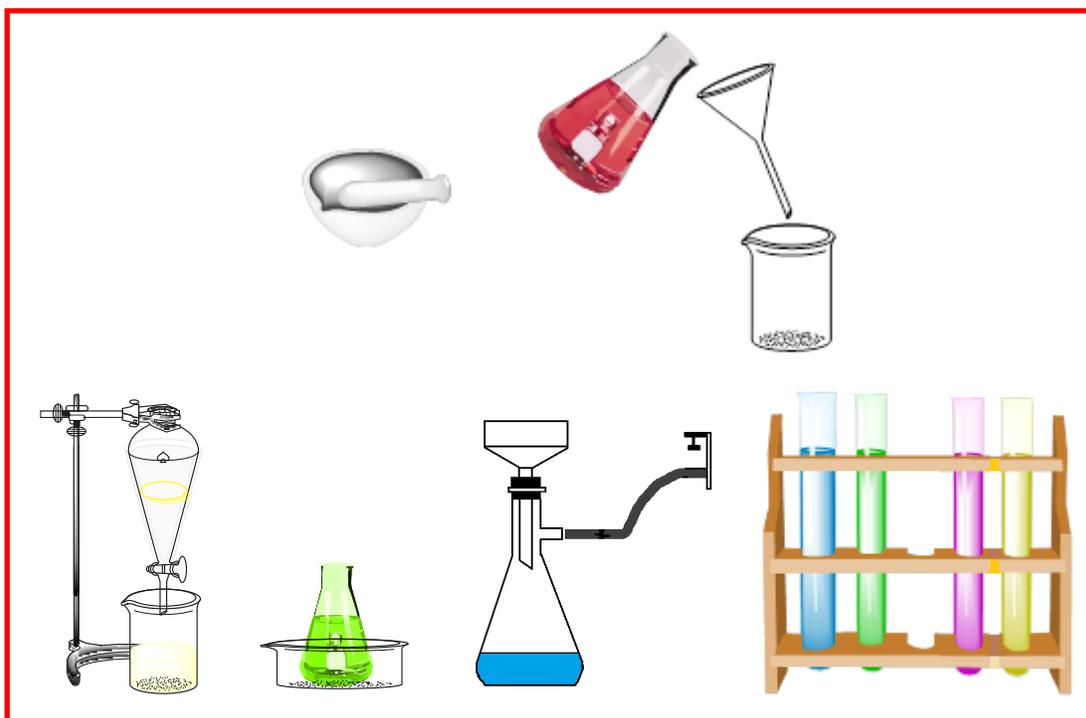
Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 2.2 Aislamiento del principio activo de un medicamento

Etapa 1. Extracción líquido - líquido

Resumen gráfico



Investigación previa

- Purificación de compuestos orgánicos
- Extracción de principios activos
- Extracción líquido-líquido
- Recristalización
- Medicamentos
- Analgésicos

Objetivo

- Aislar el principio activo de una tableta o una cápsula de un analgésico de uso común basándose en una extracción con disolventes.

Material	Reactivos
Embudo de separación	Diclorometano
Soporte universal	Ácido clorhídrico concentrado
Matraz Erlenmeyer de 125 mL (2)	Agua destilada
Parrilla eléctrica con agitación	Acetato de etilo
Barra magnética	Acetona
Embudo de vidrio	Etanol
Probeta graduada de 50 mL	Metanol
Vaso de precipitados de 50 mL (2)	Solución de hidróxido de sodio 1N
Piseta con agua destilada	Hielo
Anillo metálico	
Pipeta de 10 mL	
Propipeta	
Matraz Kitasato	
Embudo Büchner	
Cristalizador	
Tubos de ensaye (4)	
Pinzas para tubo de ensaye	
Microespátula	
Mortero con pistilo	
Aparato de Fisher-Johns	
Papel filtro	
Papel indicador de pH	
Gradilla	
Cubreobjetos	

Metodología

Etapa 1

Se toman las tabletas o cápsulas del medicamento necesarias para tener 1 g de sólido (**PREFERENTEMENTE** ibuprofeno o ácido acetilsalicílico, aunque con este último se obtendría un menor rendimiento de extracción; se recomienda evitar el uso de medicamentos que contengan sales de AINES como: naproxeno sódico, diclofenaco sódico, ketorolaco trometamina, clonixinato de lisina, entre otros) y se pulverizan en el mortero con el pistilo. (**NOTA:** si trabajas con cápsulas no es necesario pulverizar). El polvo obtenido se coloca en un matraz Erlenmeyer de 125 mL y se le adicionan 25 mL de diclorometano. Esta mezcla se agita por 15 minutos intentando disolver la mayor cantidad posible de sólido. **NO CALENTAR**. Pasado este tiempo el contenido del matraz se filtra por gravedad, utilizando un embudo de vidrio y papel filtro de porosidad alta. (Ver resumen gráfico).

Etapa 2

El líquido filtrado se colecta en un vaso de precipitados de 100 mL y se transfiere a un embudo de separación. El vaso se lava con una pequeña porción del disolvente y se añade al embudo. Posteriormente se realizan 3 lavados del disolvente adicionando una solución de NaOH 1N, a razón de 10 mL por cada lavado.

NOTA: La agitación debe de ser suave y colocando el embudo en posición horizontal; después de cada agitación se debe de liberar la sobrepresión interna abriendo la llave de paso. El embudo se debe de colocar en un anillo metálico de manera que se formen con claridad dos fases, las cuales se deben colocar por separado en vasos de precipitado debidamente etiquetados. La fase orgánica (diclorometano) se desecha en el contenedor correspondiente.

Etapa 3

La fase acuosa obtenida en la etapa anterior (aproximadamente 30 mL) se coloca en un baño de hielo y se deja enfriar por 10 minutos. Pasado este tiempo se añaden **CUIDADOSAMENTE** unas gotas de HCl, hasta pH = 2, procurando agitar durante el proceso. El sólido formado por precipitación se filtra a vacío, empleando el embudo Büchner y el matraz Kitasato, y haciendo al menos 3 lavados con agua fría. Secar el filtrado y registra en la bitácora la cantidad y propiedades físicas del sólido obtenido. Una fracción de este producto será analizado para saber su punto de fusión (equipo Fisher-Johns) y otra para realizar pruebas de solubilidad, según se muestra en la siguiente tabla:

Cuestionario

TUBO	DISOLVENTE	MUESTRA (mg)	VOLUMEN (mL)	Solubilidad en frío	Solubilidad en caliente
1	Hexano	25	1		
2	Acetato de etilo	25	1		
3	Etanol	25	1		
4	Metanol	25	1		

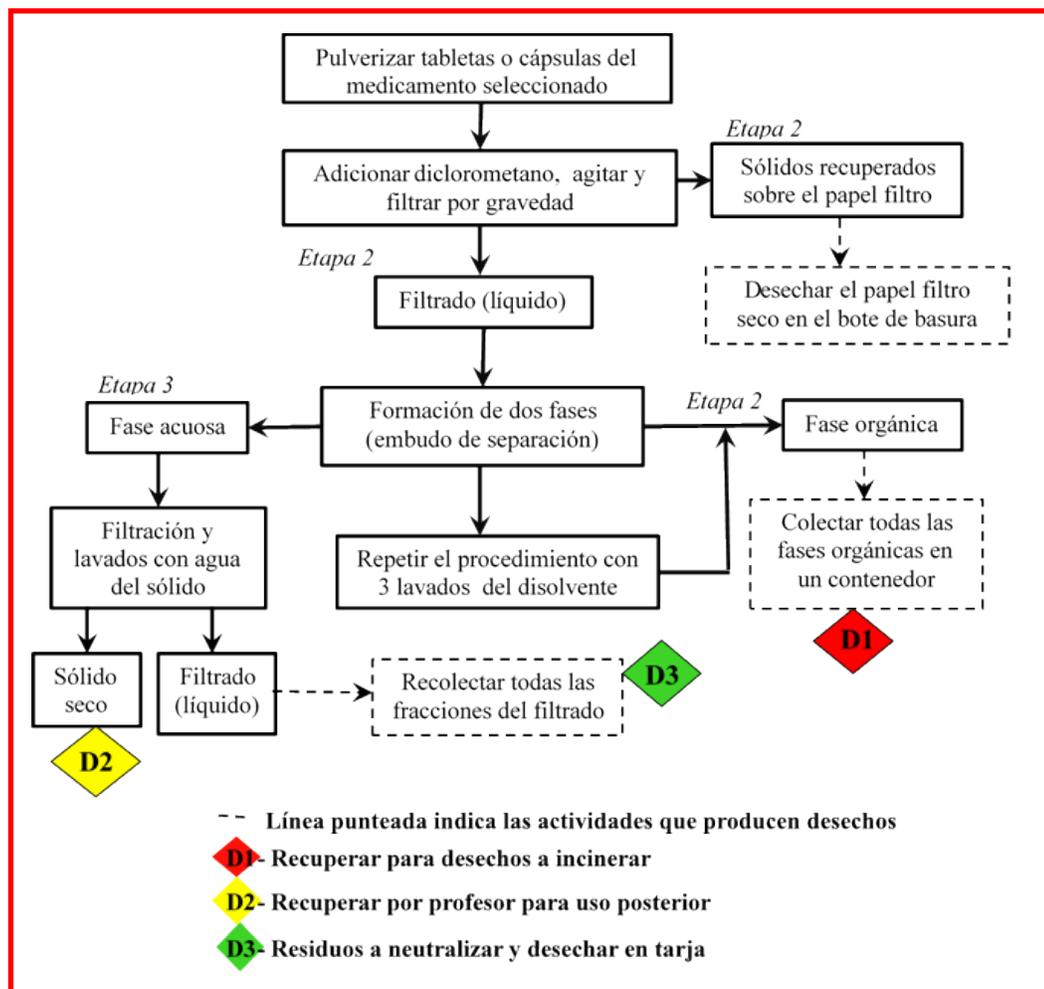
NOTA: el calentamiento se hace en baño maría, **NUNCA** por calentamiento directo.

1. ¿Cuál es el objetivo de lavar el líquido filtrado en el embudo de separación con una solución de NaOH 1N?
2. ¿Por qué el sólido formado precipita cuando el pH de la solución acuosa es ácido (pH = 2)?
3. ¿Qué disolvente cumple con características para hacer una recristalización?
4. ¿Qué puedes hacer si no hay un disolvente que cumpla con dichas características?

Bibliografía

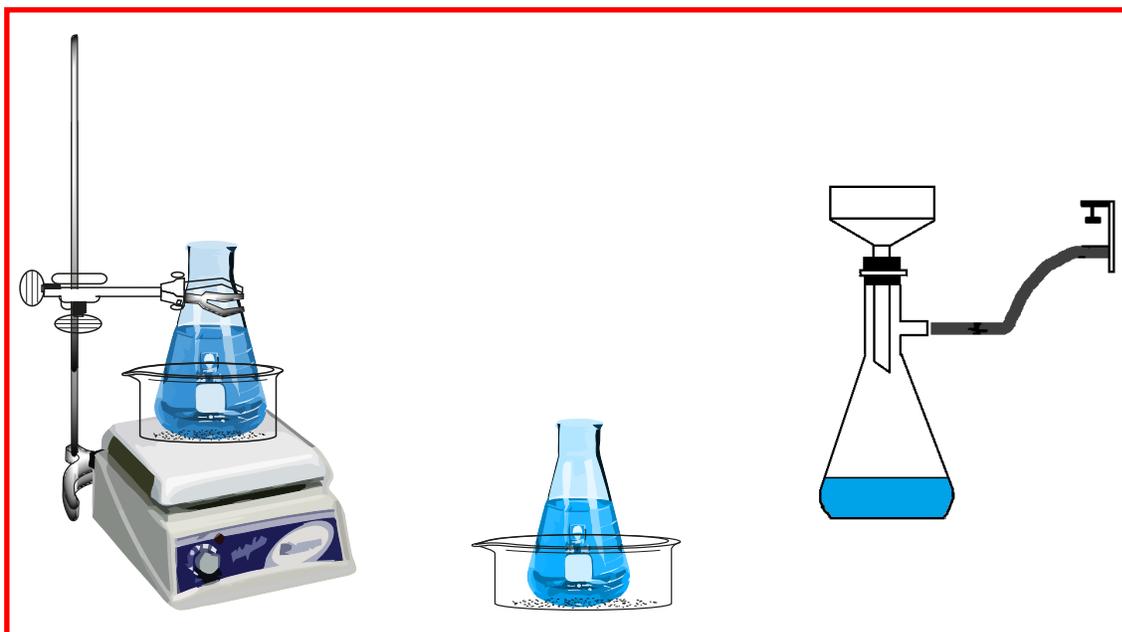
- Armarego W.L.F., Lin Chai, C.L. *Purification of Laboratory Chemicals*. 5th Ed., Elsevier Science, USA, 2003
- Bruice Yurkanis, P. *Química Orgánica*. Pearson Educación 5^a Ed., México, 2008.
- García Sánchez, M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica I*. UAM-I 2002, pp. 45-52 México
- Olguín, S. *Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 60. México, 1996.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Engel, R.G. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a small-scale approach*. Thomson Learning, Inc., Brooks/Cole. 2nd Ed., USA, 2005.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Etapa 2. Recristalización

Resumen gráfico



Investigación

- Purificación de compuestos orgánicos
- Recristalización

Objetivo

- Extraer el principio activo de un fármaco por medio de recristalización.

Material	Reactivos
Matraz 2 matraces	Disolvente elegido
Parrilla eléctrica con agitación	Agua destilada
Matraz Kitasato	Hielo
Embudo Büchner	
Cristalizador	
Papel filtro	
Pipeta de 5 mL	
Propipeta	
Soporte universal	
4 tubos de ensaye	
Gradilla	
Aparato Fisher-Johns	
Cubreobjetos	
Papel indicador pH	
Microspátula	
Varilla de vidrio	
Pinzas para tubo de ensaye	
Barra magnética	

Metodología

Etapa 1

Con el disolvente elegido en la sesión anterior realizar la recristalización a partir del producto extraído del fármaco (primera sesión). Se añade el sólido a un matraz Erlenmeyer de 125 mL y posteriormente se adiciona, gota a gota, el disolvente (la cantidad mínima necesaria para que se disuelva el producto) al mismo tiempo que la mezcla se calienta en un baño María y se agita manualmente. El calentamiento no debe de exceder el punto de ebullición del disolvente. Una vez que todo el sólido se ha disuelto, se mantiene el calentamiento hasta que la mezcla comience a mostrar turbidez. En ese momento se retira del calentamiento y se deja enfriar, primero a temperatura ambiente y luego en baño de hielo. El sólido que se forma se filtra al vacío con el embudo Büchner.

Etapa 2

Secar y pesar el producto aislado para posteriormente determinar el rendimiento y el punto de fusión, para compararlo con los datos obtenidos en la primera sesión

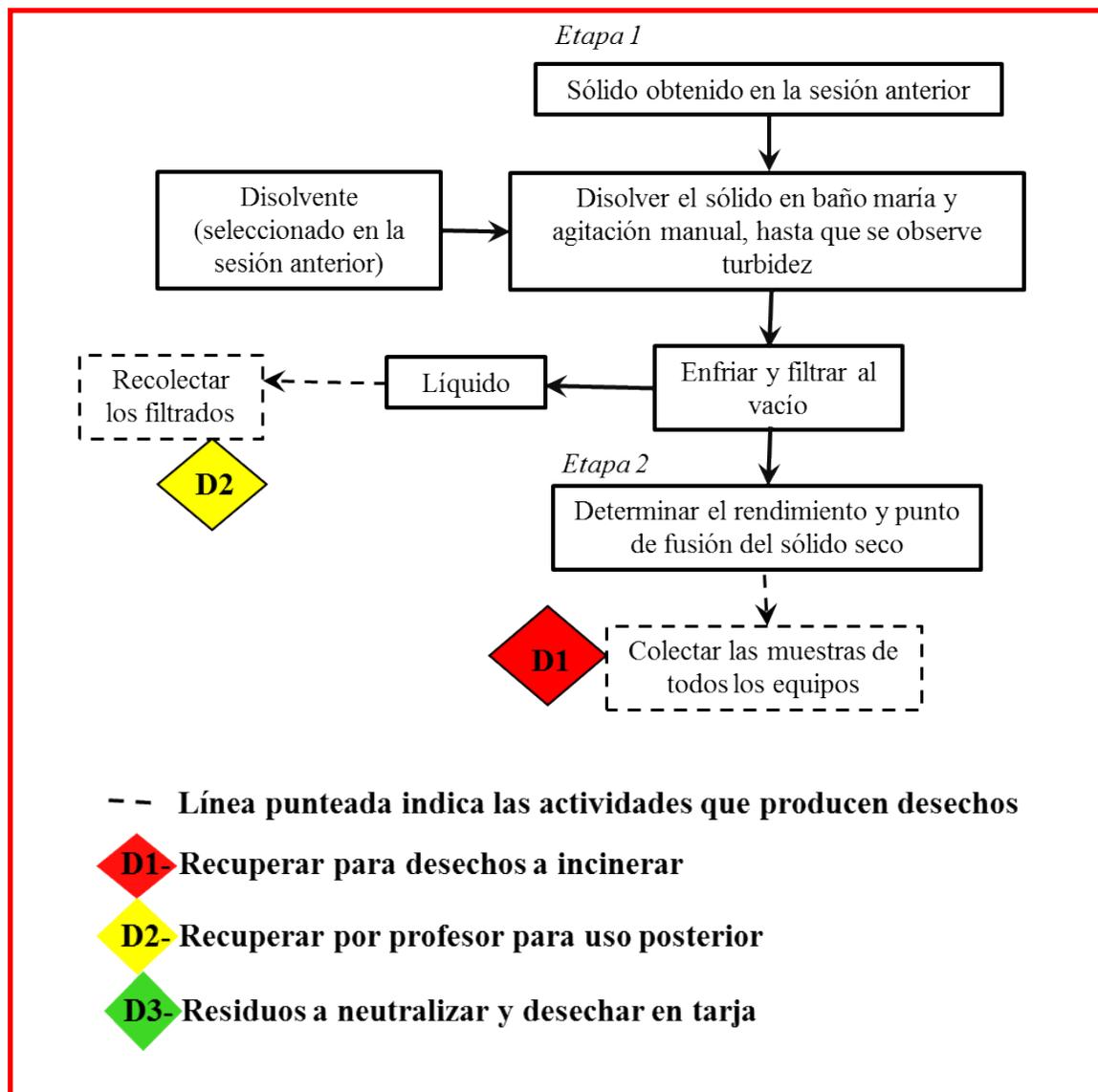
Cuestionario

1. ¿Por qué se deben de pulverizar las tabletas?
2. Explica la razón por la cual una sustancia se vuelve más soluble en un disolvente al calentarla
3. Dibuja las estructuras del ácido acetilsalicílico, acetaminofén e ibuprofeno.
4. ¿Qué es un analgésico?
5. En un medicamento, ¿qué es el compuesto activo y qué el excipiente?
6. Si se aíslan 185 mg de acetaminofén de una tableta que contenía 350 mg de este compuesto activo, ¿cuál sería el rendimiento de extracción en peso?
7. ¿Para qué se añade ácido clorhídrico a la fase acuosa de la extracción?

Bibliografía

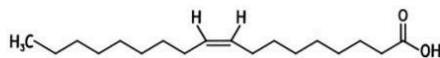
- Armarego W.L.F., Lin Chai, C.L. *Purification of Laboratory Chemicals*. 5th Ed., Elsevier Science, USA, 2003
- Bruice Yurkanis, P. *Química Orgánica*. Pearson Educación 5^a Ed., México, 2008.
- García Sánchez, M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica I*. UAM-I 2002, pp. 45-52 México
- Olguín, S. *Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 60. México, 1996.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Engel, R.G. . Thomson Learning, Inc., Brooks/Cole. 2nd Ed., USA, 2005.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)

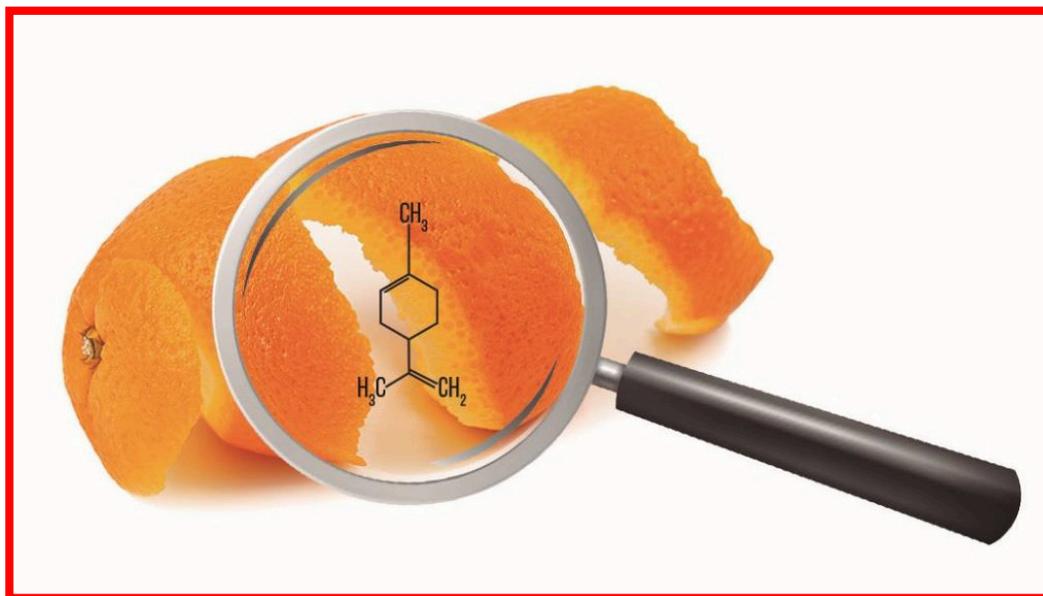
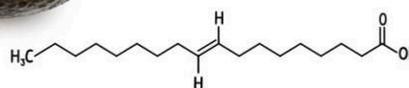


Capítulo 3. Compuestos alifáticos y su estereoquímica

Ácido Oleico

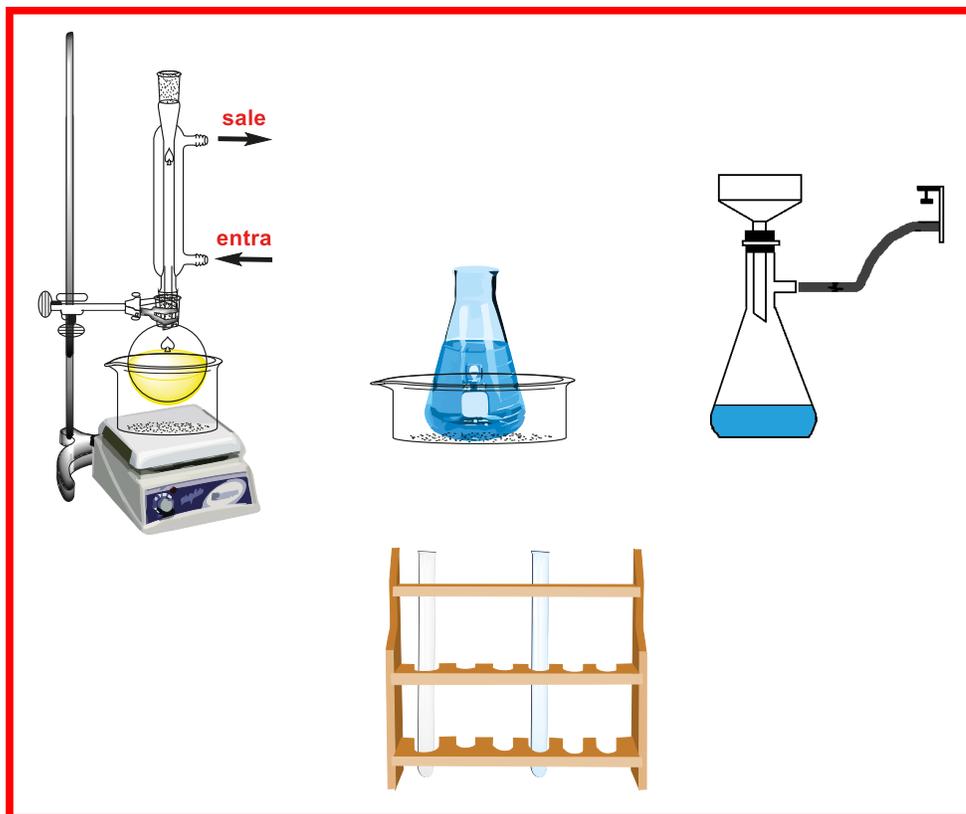


Ácido Eláidico



Práctica 3.1 Isomería *cis-trans*

Resumen gráfico

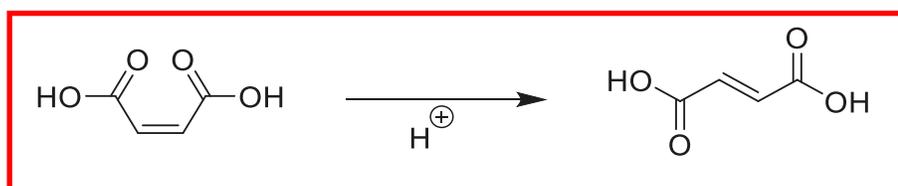


Investigación previa

- Isomería geométrica
- Isomería *cis-trans* en alquenos
- Isomería configuracional (estereoisómeros)
- Nomenclatura *Z/E* (reglas de prioridad de Cahn, Ingold y Prelog)

Objetivo

- Isomerización del ácido maleico (*cis*) al ácido fumárico (*trans*).



Nota: Se recomienda apoyarse con el uso de modelos moleculares para explicar la reacción de isomerización.

Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Ácido maleico
Soporte universal	Ácido clorhídrico concentrado
Parrilla eléctrica con agitación	Solución de ácido clorhídrico 1N
Mantilla de calentamiento	Agua destilada
Cristalizador	Hielo
Barra magnética	
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	
Pipeta graduada de 5 mL	
Propipeta	
2 Vasos de precipitados de 100 mL	
Un matraz kitasato de 250 mL	
Embudo Büchner	
Papel filtro	
Papel indicador de pH	
Microespátula	
Tubos de ensaye (2)	
Gradilla	

Metodología

Etapa 1

En un matraz bola de 50 mL disolver 1 g de ácido maleico en 1 mL de agua, después agregar 2 mL de ácido clorhídrico concentrado. Coloque un refrigerante en posición de reflujo y calentar a ebullición con agitación durante 30 minutos. Terminado el reflujo, verter el contenido a un vaso de precipitados, enfriar en un cristalizador con hielo hasta que se forme un sólido, filtrar los cristales precipitados con vacío, lava con agua fría los cristales hasta pH neutro del filtrado.

Etapa 2

Compare la solubilidad de la materia prima con el producto obtenido disolviendo una pequeña cantidad (0.02 g) de cada uno de ellos en 1 mL de agua o si se tiene suficiente cantidad de cada uno de los ácidos, pesar 0.1 g en 5 mL de agua. Secar muy bien y pesar para calcular el rendimiento. Determine el punto de fusión del ácido fumárico y un punto de fusión mixto con ácido fumárico y ácido maleico en el aparato de Fisher Johns.

Cuestionario

1. Proponga un mecanismo para la reacción.
2. Explicar brevemente en que consiste la isomería *cis-trans*.
3. ¿Cuál es la diferencia entre el sistema *cis-trans* con el *E-Z*?
4. Explique si puede haber una reacción de adición del ácido clorhídrico al doble enlace C-C. ¿Por qué?
5. ¿Por qué la determinación del punto de fusión del ácido fumárico puede dar un resultado poco confiable?
6. ¿Cuál de los dos ácidos (maleico o fumárico) es más soluble en agua?

Bibliografía

Armarego W.L.F., Lin Chai, C.L. *Purification of Laboratory Chemicals*. 5th Ed., Elsevier Science, USA, 2003.

Bruice Yurkanis, P. *Química Orgánica*. Pearson Educación 5^a Ed., México, 2008.

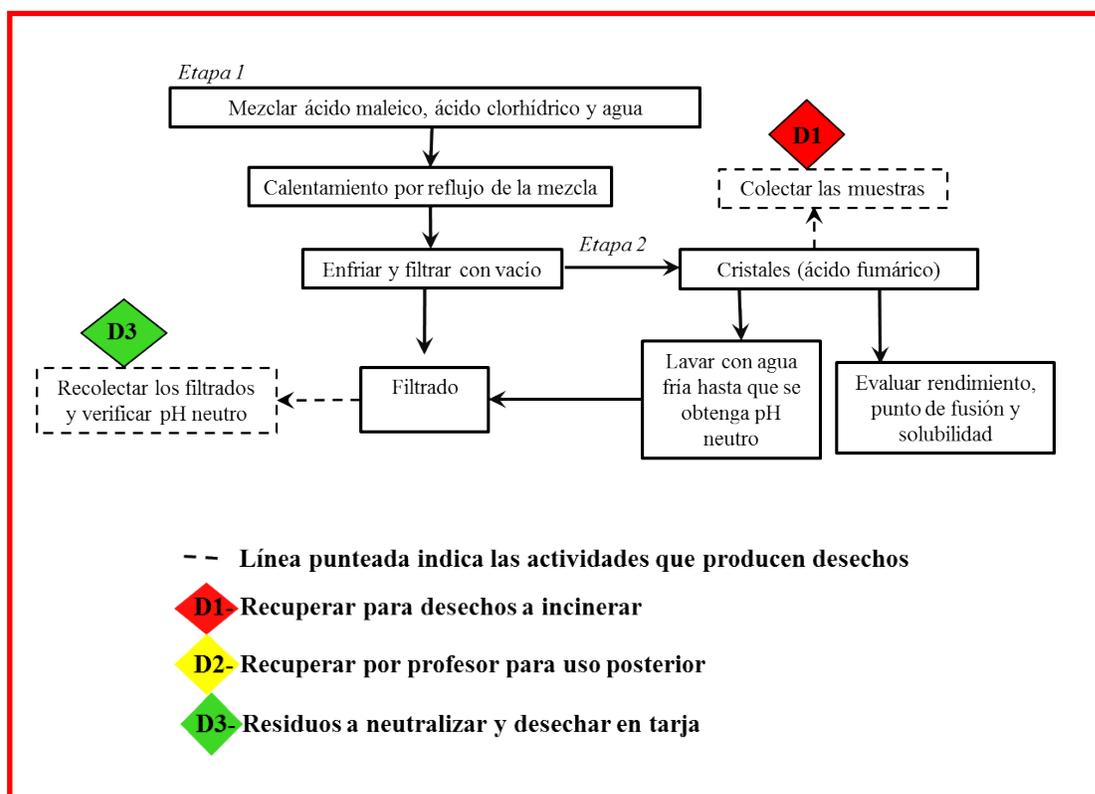
Cruz-Sosa, F., J.A., López y Célis, Haro-Castellanos, I., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 94, México, 2012.

García Sánchez, M.A. *Manual de Prácticas de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 122. México, 2002

McMurry, J. *Química Orgánica*. 6^a Ed., Thomson Paraninfo. México, 2008.

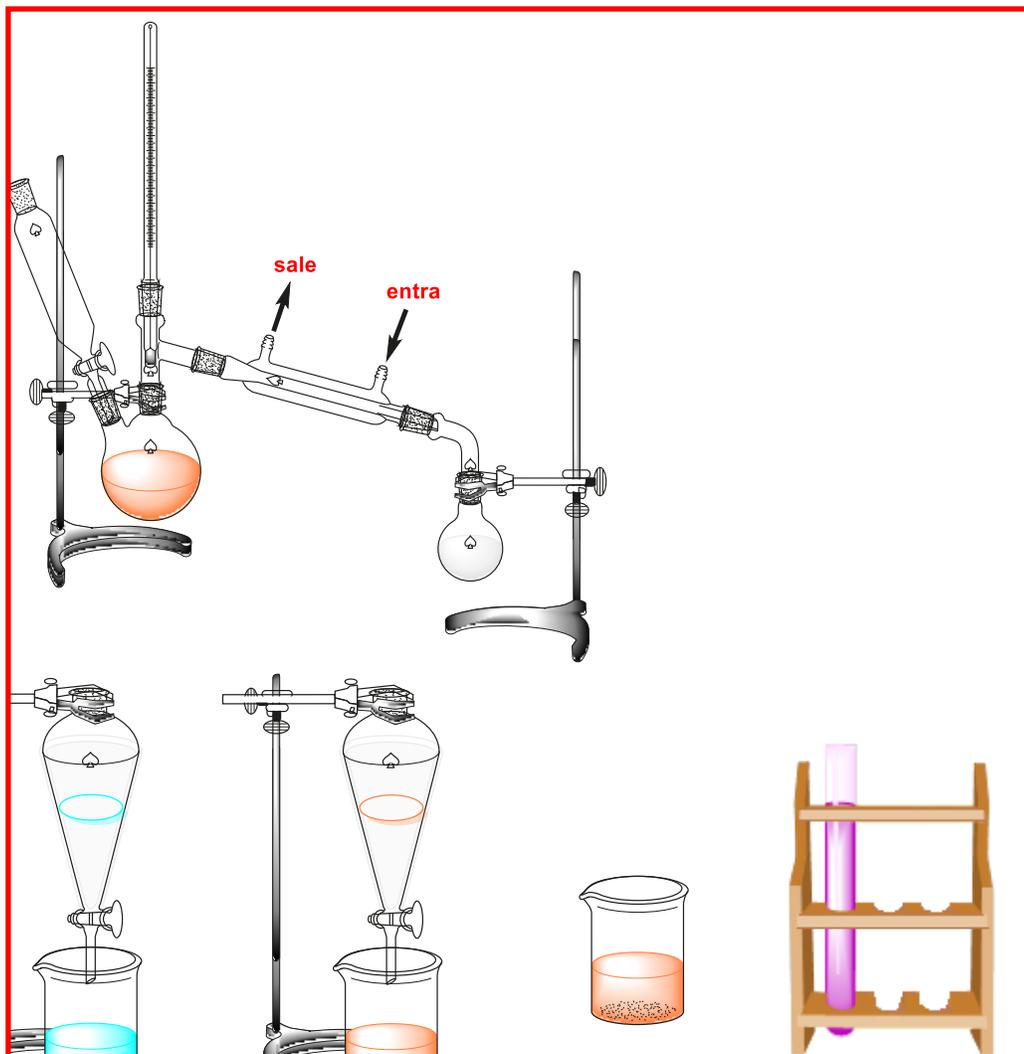
Wade, L.G. *Química Orgánica*. Volumen 1 y 2. 7^a. Ed., Pearson Educación. México, 2011.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 3.2 Aislamiento del (S)-(-)-limoneno

Resumen gráfico

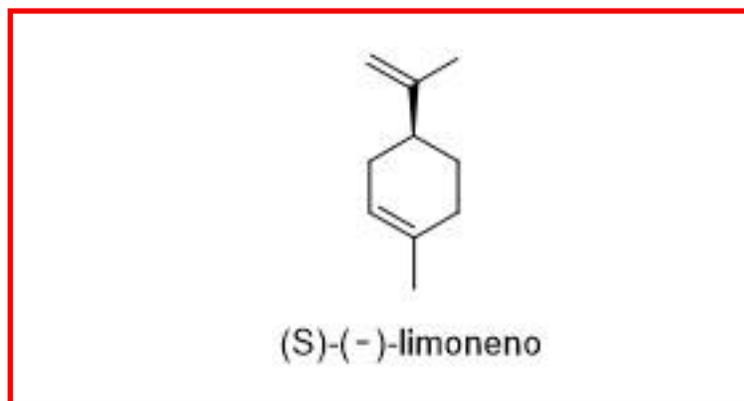


Investigación previa

- Metabolitos secundarios
- Aceites esenciales
- Terpenos: características y propiedades
- Aplicaciones comerciales de los terpenos
- El S-(-)-limoneno se extrae de la cáscara y le confiere su olor característico

Objetivo

- Aislar y purificar el limoneno presente en la cáscara de naranja.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Éter etílico
Soporte universal (2)	Agua destilada
Matraz Erlenmeyer de 250 mL	Cáscara de dos naranjas
Parrilla eléctrica con agitación	Sulfato de sodio anhidro
Mantilla de calentamiento	Hexano
Barra magnética	Sulfato de sodio anhidro
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Solución de Permanganato de potasio 2%
Embudo de vidrio de tallo corto	
Varilla de vidrio	
vaso de precipitados de 250 mL	
Vaso de precipitados de 50 mL (2)	
Tubo de ensaye	
Cuchillo o cutter o tijeras	
Termómetro	

Metodología

Etapa 1

Inicia retirando con cuidado la cáscara de las naranjas, con todo y la parte blanca que tiene adherida, cuidando de no presionar o tocar demasiado la cáscara para evitar la pérdida del aceite esencial. Corta la cáscara en trozos pequeños, de manera que entren con facilidad por la boca del matraz bola (de dos bocas). Añade agua destilada, suficiente para tapar el sólido que adicionaste.

Etapa 2

Posteriormente ensambla un sistema de destilación en una de las bocas del matraz, en la otra coloca un embudo de adición con agua. Calienta la mezcla procurando que la ebullición no sea muy violenta y que el nivel del líquido se mantenga constante durante el proceso de destilación. Se deben coleccionar entre 50 y 100 mL de destilado en el matraz Erlenmeyer.

Etapa 3

El sólido remanente del matraz se desecha en la basura y el destilado se deja enfriar. Posteriormente se transfiere al embudo de separación y se lava con 30 mL de éter etílico, a razón de 3 lavados de 10 mL c/u.

NOTA: El éter etílico es sumamente volátil y explosivo. El destilado deberá estar frío antes de adicionarle este disolvente.

Etapa 4

Separa las fases y colecta en un solo vaso la porción etérea, posteriormente se seca adicionando sulfato de sodio anhidro. Decanta el líquido remanente y evapora el éter en un baño maría. Transfiere una gota de tu producto al tubo de ensaye y añade 3 gotas de la disolución de permanganato de potasio al 2%. Agita y observa, ¿qué sucede?

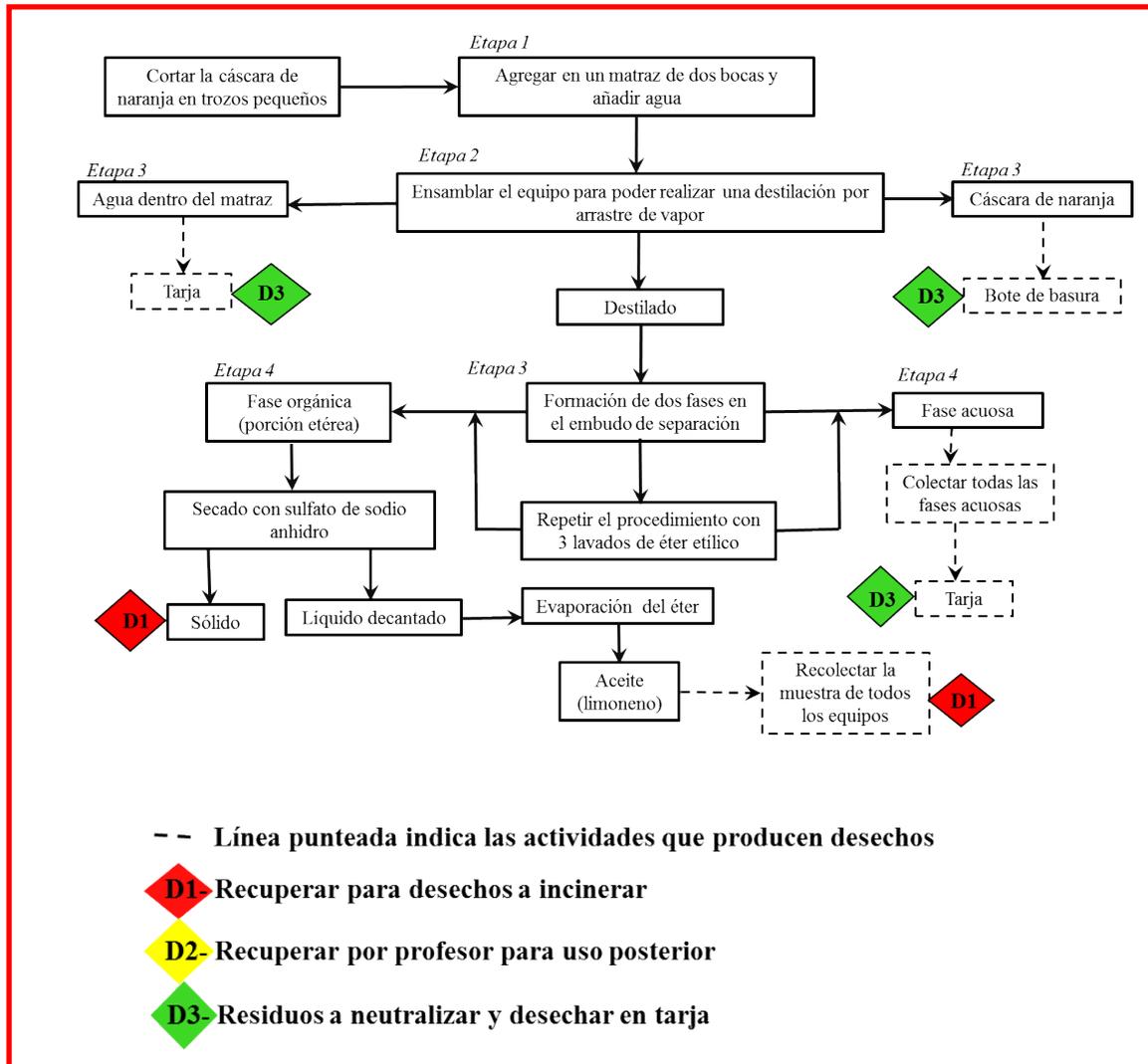
Cuestionario

1. ¿Cuántas unidades isopreno forman el limoneno?
2. ¿El limoneno es una molécula polar o no polar?
3. ¿Cuántos enantiómeros tiene el limoneno? Identifica todos los carbonos quirales.
4. El punto de ebullición del limoneno es de 177 °C, ¿Por qué es posible separarlo de la cáscara por destilación con agua?
5. El KMnO_4 es un compuesto altamente oxidante. ¿Qué le hace a la estructura del limoneno? En esta reacción de óxido-reducción, ¿qué se oxida y qué se reduce? Sé específico en tu respuesta
6. La vitamina A es un terpeno que está presente en zanahorias y espinacas. Dibuja su estructura y señala cuántas unidades isopreno están presentes.
7. ¿Cuánto pesa el aceite que queda en el recipiente?

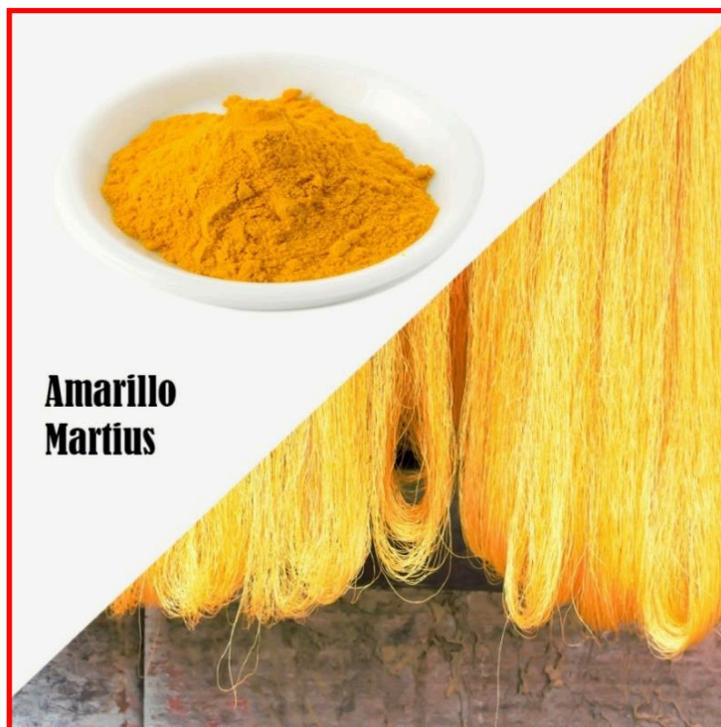
Bibliografía

- Bruice Yurkanis, P. *Química Orgánica*. Pearson Educación 5ª Ed., México, 2008.
- Clark, F.M. Jr. *Experimental Organic Chemistry*. John Wiley & Sons. USA, 1998.
- García Sánchez, M.A. *Manual de Prácticas de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 122. México, 2002. NOTA: esta práctica ha sido tomada y modificada del presente Manual
- McMurry, J. *Química Orgánica*. 6ª Ed., Thomson Paraninfo., pp. 344-345, México, 2008.
- Morrison, R.T., Boyd, R.N. *Química Orgánica*. 5ª Ed., Addison Wesley Longman de México, S.A. de C.V. México, 1998.
- Wade, L.G. *Química Orgánica*. Volumen 1 y 2. 7ª. Ed., Pearson Educación. México, 2011.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Engel, R.G. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a small-scale approach*. Thomson Learning, Inc., Brooks/Cole. 2nd Ed., USA, 2005.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)

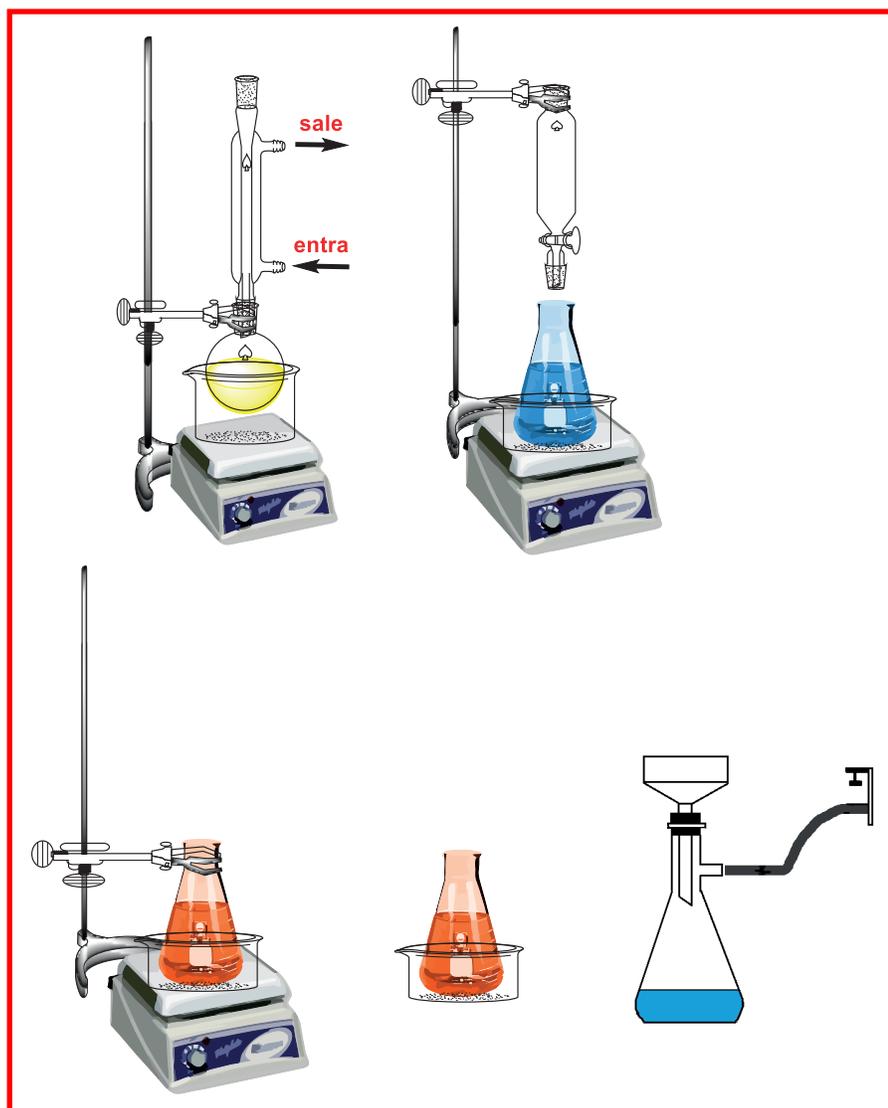


Capítulo 4. Compuestos aromáticos



Práctica 4.1 Preparación de amarillo de Martius: (2,4-dinitro- α -naftol)

Resumen gráfico

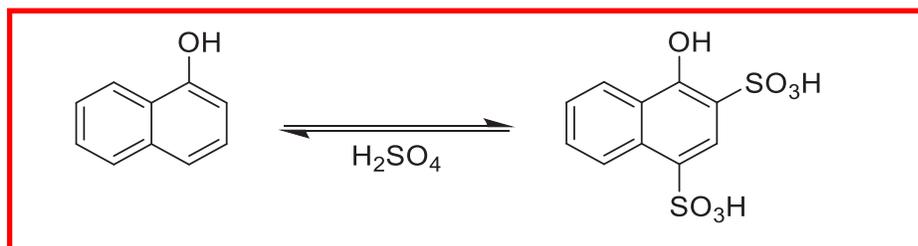


Investigación previa

- Colorantes textiles
- Grupos cromóforos y grupos auxocromos
- Reacción de sustitución electrofílica aromática: nitración y sulfonación
- Nitración indirecta del α -naftol

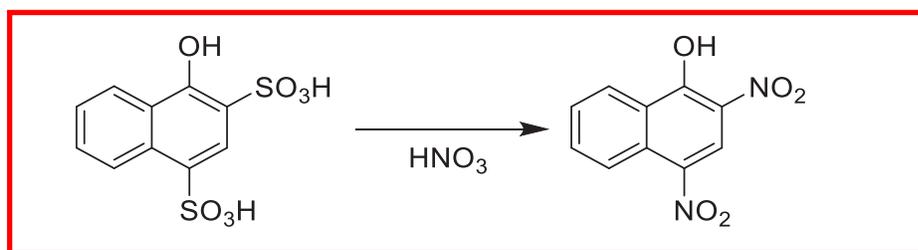
Objetivo

- Nitricación indirecta del α -naftol para obtener el colorante Amarillo de Martius (2,4-dinitro- α -naftol) mediante dos reacciones.
- 1) Reacción del α -naftol con ácido sulfúrico concentrado formándose el ácido 1-hidroxi-2,4-naftalendisulfónico



Objetivo

- 2) Reacción del ácido 1-hidroxi-2,4-naftalendisulfónico con ácido nítrico para formar el amarillo de Martius (2,4-dinitro- α -naftol)



Esta sustitución es posible en virtud de que la reacción de sulfonación es un proceso reversible, de modo que el nitro catión en un momento dado puede sustituir al grupo sulfónico.

Material	Reactivos
Equipo Quickfit	α -naftol
Soporte universal (2)	Ácido sulfúrico concentrado
Matraz Erlenmeyer de 250 mL	Ácido nítrico
Parrilla eléctrica con agitación	Agua destilada
Cristalizador	Hielo
Barra magnética	
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	
Matraz Kitazato 500 mL	
Embudo Büchner	
Pipetas graduadas de 5 mL	
Probeta graduada de 50 mL	
Propipeta (2)	
Vaso de precipitados de 50 mL	
Anillo de hierro	
Papel filtro	
Papel indicador de pH	

Metodología

Etapa 1

En un matraz bola de 10 mL colocar 1 g de α -naftol y agregar 2 mL de ácido sulfúrico concentrado (agitar hasta disolución); calentar a reflujo en baño María durante 10 minutos (tiempo del reflujo), transcurrido este tiempo, dejar atemperar por algunos minutos y después terminar de enfriar el matraz a chorro de agua.

Etapa 2

Disuelva el sólido formado en 5 mL de agua helada y vacíelo en un embudo de separación, insertado en un anillo de fierro o una pinza unido a un soporte universal. Deje gotear esta solución sobre 1.2 mL de ácido nítrico concentrado contenido en un matraz Erlenmeyer de 125 mL que se encuentre sumergido en un cristizador con hielo. Una vez terminada la adición, caliente durante 5 min en baño de agua.

Etapa 3

Diluir la mezcla de reacción con 20 mL de agua helada, agitar vigorosamente y filtrar con vacío. Finalmente lavar con agua destilada hasta pH neutro del filtrado para eliminar el exceso de ácido. Punto de fusión teórico del amarillo de Martius 138 °C. Pesarse para calcular el rendimiento.

Cuestionario

1. Explicar ¿Por qué la sustitución se efectúa con las posiciones 2 y 4 del α -naftol?
2. El α -naftol está formado por dos anillos. ¿Por qué sólo reacciona uno de ellos?
3. Proponga un mecanismo de reacción para la sustitución del grupo sulfónico por el grupo nitro.
4. ¿Qué uso tiene el Amarillo de Martius?
5. ¿Cuáles son los grupos cromóforos y auxocromos del α -naftol?
6. ¿Qué es un mordiente?

Bibliografía

Fox, M.A. Whitesell, J.K. *Química Orgánica*. 2ª Ed., McGeaw-Hill, México, 1999.

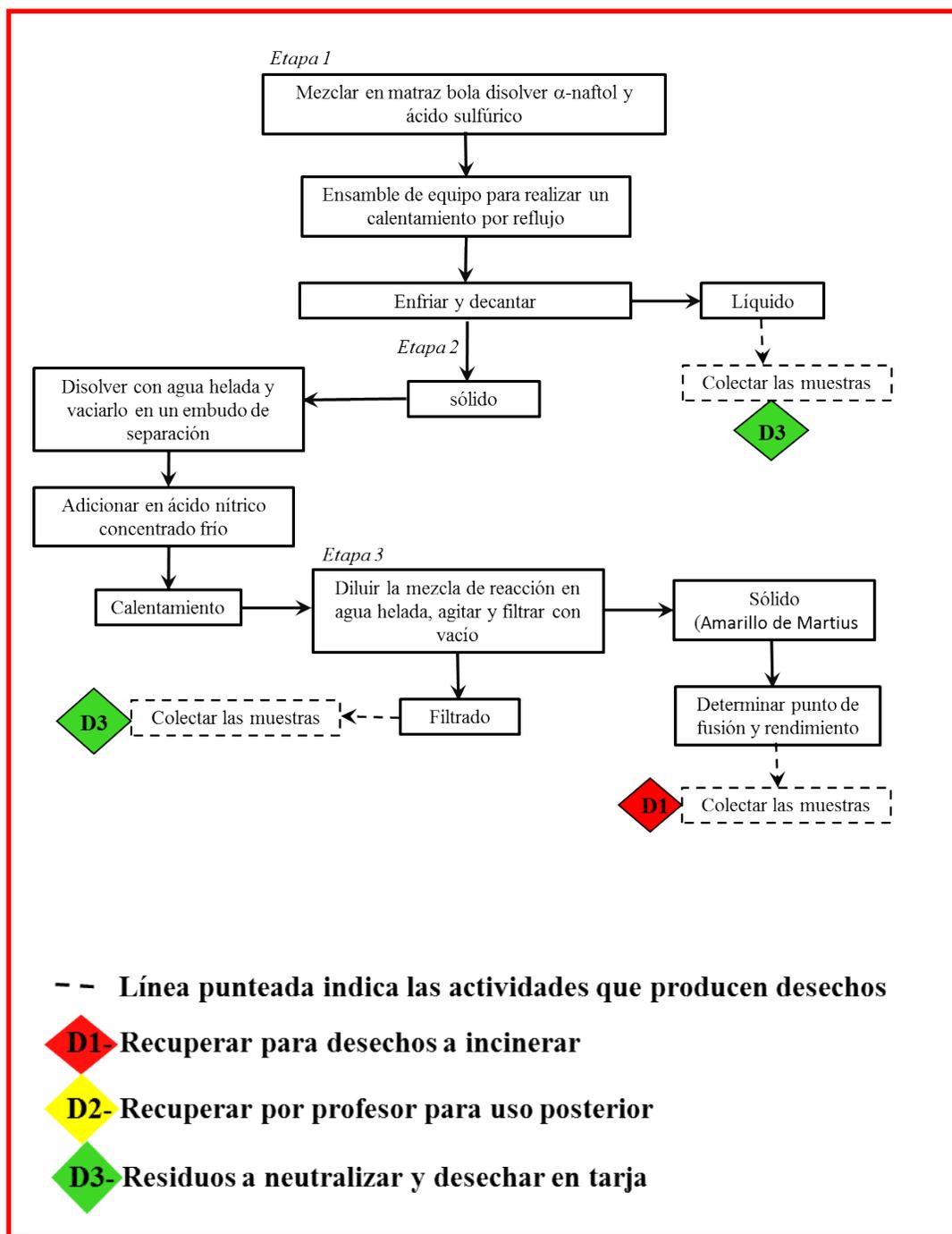
Manual de *Experimentos de Química Orgánica II*. Facultad de Química UNAM pp. 109-113. México, 1992. NOTA: esta práctica ha sido tomada y modificada del presente Manual

Pine, S.H., Hendrickson, J.B., Cram, D.J., Hammond, G.S. *Química Orgánica*. Mcgraw-Hill 2ª Ed., México, 1988

Williamson, K.L. *Macroescale and Microescale Organic Experiments*. D.C. Heath and Company, 2nd Ed., EUA., 1994.

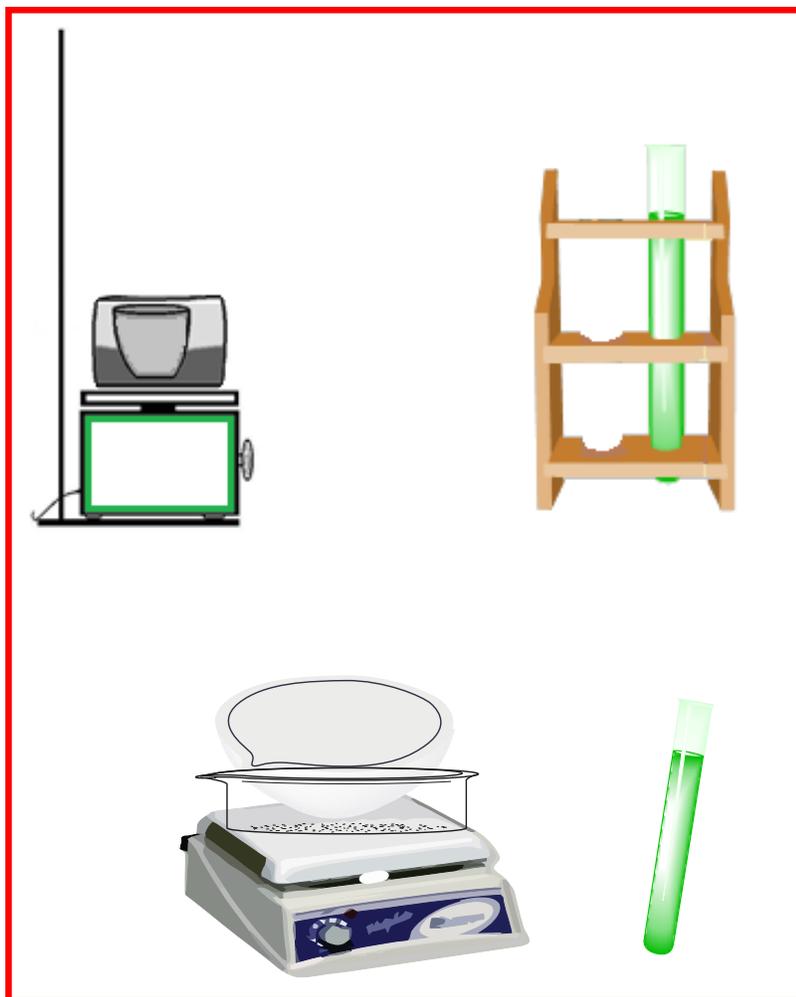
Wingrove, A.S. *Química Orgánica*. Harla, Harper & Row Latinoamericana. 1ª Ed., México, 1981.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 4.2 Obtención de fluoresceína

Resumen gráfico

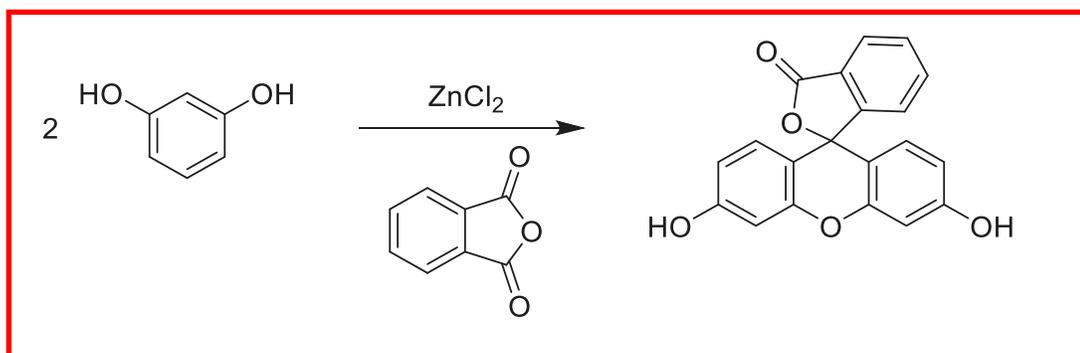


Investigación previa

- Reacción de acilación de Friedel-Crafts
- Colorante indicador ftálico
- Color fluorescente verde intenso en solución con pH básico

Objetivo

- Obtener la fluoresceína calentando el resorcinol con anhídrido ftálico en presencia de un ácido de Lewis



Material	Reactivos
Cápsula de porcelana	Anhídrido ftálico
Crisol de porcelana	Resorcinol
Cristalizador chico	Cloruro de zinc anhidro
Parrilla eléctrica con agitación	Solución de hidróxido de sodio al 5%
Pinzas para crisol	Agua destilada
Pipeta graduada de 10 mL	
Piseta con agua	
Soporte universal	
Termómetro	
Propipeta (2)	
Tubo de ensaye	
Espátula	
Varilla de vidrio	
Papel indicador de pH	
Piseta con agua	

Metodología

Etapas

Etapas

En un crisol de porcelana, coloque 1 g de anhídrido ftálico y 1.5 g de resorcinol. Depositar el crisol en el centro de un cristalizador con aceite mineral o en un baño de arena y calentar el baño a 180 °C, a la mezcla fundida agregarle 0.5 g de cloruro de zinc anhidro (pesar al momento para que no se humedezca, ya que la sal es higroscópica). Aumentar entonces la temperatura a 210 °C, con ello, la mezcla se hace viscosa.

Etapa 2

Después de unos 20 minutos retirar el crisol del baño, al irse enfriando debe inclinarse de manera en que se pueda repartir la masa por toda la superficie interna del recipiente; inmediatamente antes de enfriar y mediante una espátula despegar y pasarlo a una cápsula de porcelana. Si esto último no fuera posible dejarlo en el crisol. Una vez fría, pulverizarla con la varilla de vidrio dentro de la cápsula o dentro del crisol (tener cuidado para no romper el recipiente).

Etapa 3

En un tubo de ensayo colocar una muy pequeña cantidad del sólido obtenido (una pizca del polvo como puede ser la punta de una espátula, si se coloca en exceso no se observa el efecto), y llenar $\frac{3}{4}$ del tubo con agua destilada, agitar hasta disolución. Cambie el pH de la solución con unas gotas de hidróxido de sodio al 5% hasta que esté básico y observe el resultado (de preferencia en contra de la luz y sobre un fondo blanco; también se puede utilizar si hay disponible una lámpara ultravioleta para la visualización). Pesar la fluoresceína obtenida para calcular el rendimiento.

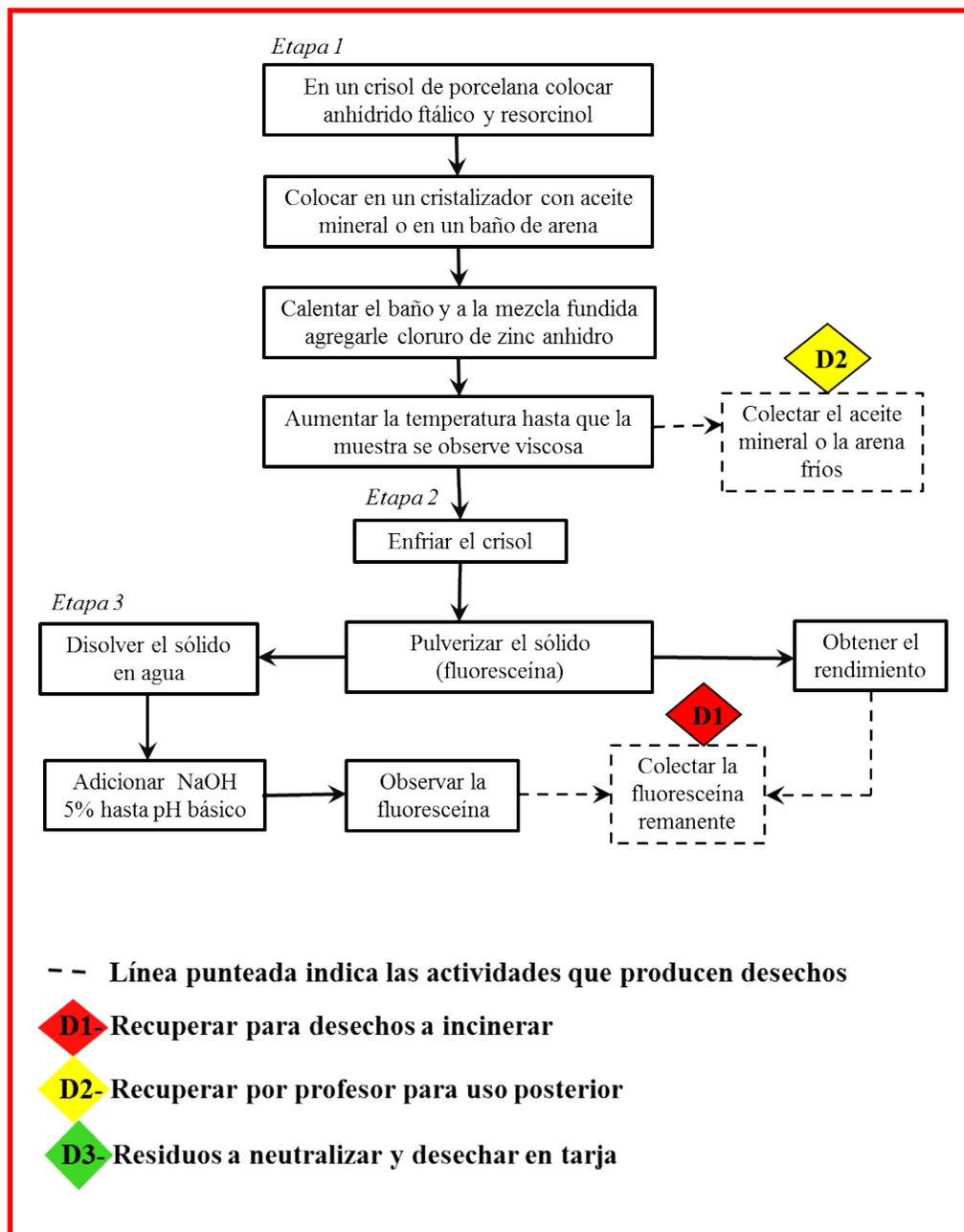
Cuestionario

1. Investigue el uso de la fluoresceína.
2. Investigue el mecanismo de reacción para obtener fluoresceína.
3. ¿Qué se entiende por fluorescencia y por luminiscencia?
4. ¿Qué otros tipos de luminiscencia existen? Cite dos ejemplos.

Bibliografía

- Morrison, R.T., Boyd, R.N. *Química Orgánica*. 5ª Ed. Addison Wesley Longman de México, S.A. de C.V. México, 1998
- Vogel, A. I., (1989) *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Longman Scientific and Technical, London, 1989
- Wade, L.G. *Química Orgánica. Volumen 1 y 2*. 7ª. Ed., Pearson Educación. México, 2011

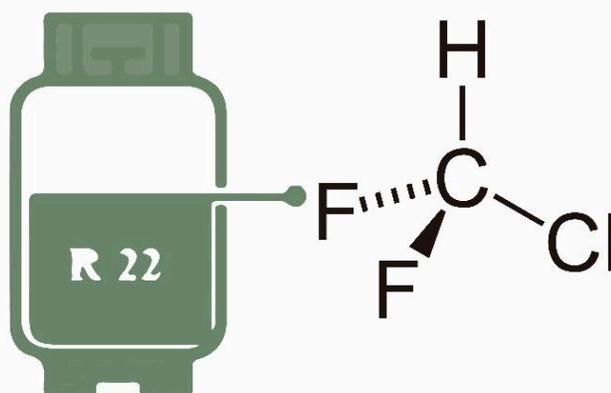
Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Capítulo 5. Reacciones de sustitución nucleofílica

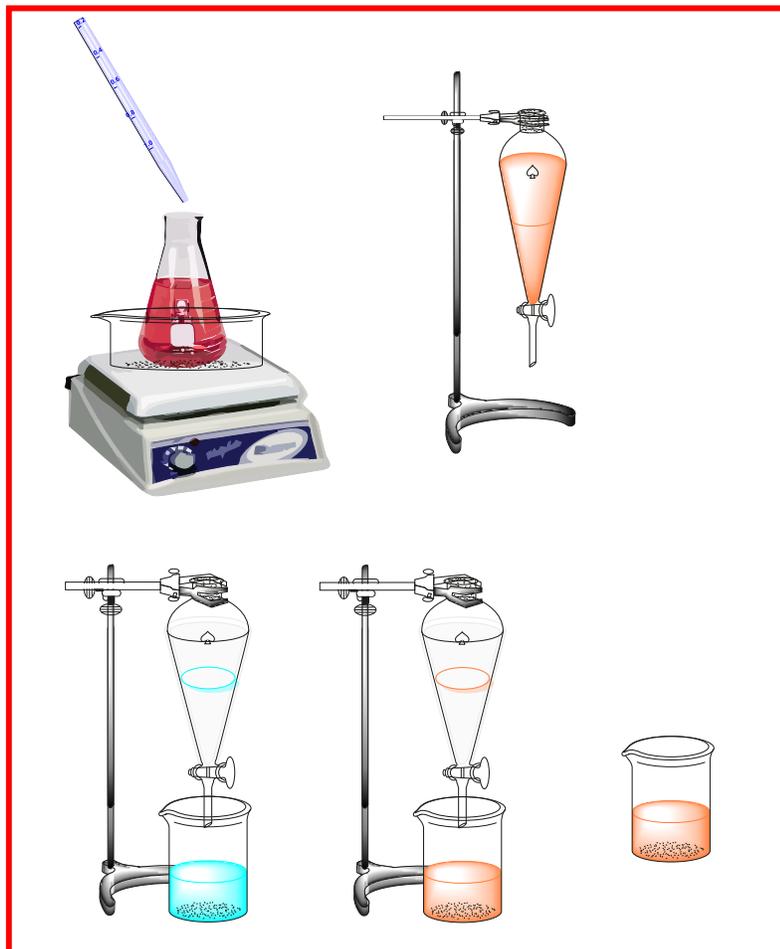


Clorodifluorometano



Práctica 5.1 Obtención de cloruro de *tert*-butilo

Resumen gráfico



Investigación previa

- Reactividad de alcoholes
- Obtención de halogenuros de alquilo
- Mecanismo de reacción de preparación de halogenuros a partir de alcoholes
- Propiedades, toxicidad y manejo de los reactivos y productos de esta práctica

Objetivo

- Obtener 2-cloro-2-metilpropano a partir de 2-metil-2-propanol mediante una reacción de sustitución.



Material	Reactivos
Embudo de separación	Alcohol <i>tert</i> -butílico
2 pipetas de 10 mL	Ácido clorhídrico concentrado
2 propipetas	Solución saturada de bicarbonato de sodio
Embudo de vidrio	Solución de hidróxido de sodio al 5%
Espátula	Sulfato de sodio anhidro
Mantilla	Agua destilada
Termómetro	Hielo
Anillo metálico	
Cristalizador	
Parrilla eléctrica con agitación	
Probeta graduada de 10 mL	
Probeta graduada de 50 mL	
Barra magnética	
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	
Matraz Erlenmeyer de 125 mL	
Vaso de precipitados de 100 mL (3)	
Vaso de precipitados de 50 mL (2)	
Piseta con agua destilada	
Tapón para matraz	

Metodología

Etapa 1

Colocar 10 mL del alcohol *tert*-butílico en un matraz Erlenmeyer de 125 mL o en un vaso de precipitados de 100 mL y la barra magnética. Después, agregar lenta y cuidadosamente 30 mL de ácido clorhídrico concentrado; la mezcla se agita por 15 minutos a temperatura ambiente. En la mezcla se deben formar 2 fases, las cuales se transfieren a un embudo de separación, esperar a que ambas fases estén claramente definidas para separar la fase acuosa (inferior) de la fase orgánica.

NOTA 1: El embudo debe de estar sujeto con unas pinzas de tres dedos, que a su vez se sujetan al soporte.

Etapa 2

La fase orgánica es lavada con dos porciones de 10 mL de una disolución saturada de bicarbonato de sodio dentro del embudo.

NOTA 2: PRECAUCIÓN. Este procedimiento puede generar desprendimiento de gases, por lo que es importante liberar la presión abriendo la llave del embudo. Se separan de nuevo las fracciones y la orgánica es lavada esta vez con agua destilada (en porciones de 10 mL) hasta que el pH deje de ser alcalino.

La fase acuosa se debe recolectar y desechar.

Etapa 3

Para secar el producto, el líquido se transfiere a un vaso de precipitados seco y se agrega sulfato de sodio anhidro, hasta que el producto quede transparente. Decante o filtre el líquido y mida el volumen de producto obtenido.

NOTA 3: El producto se colecta en un recipiente que se proporcionará en el laboratorio.

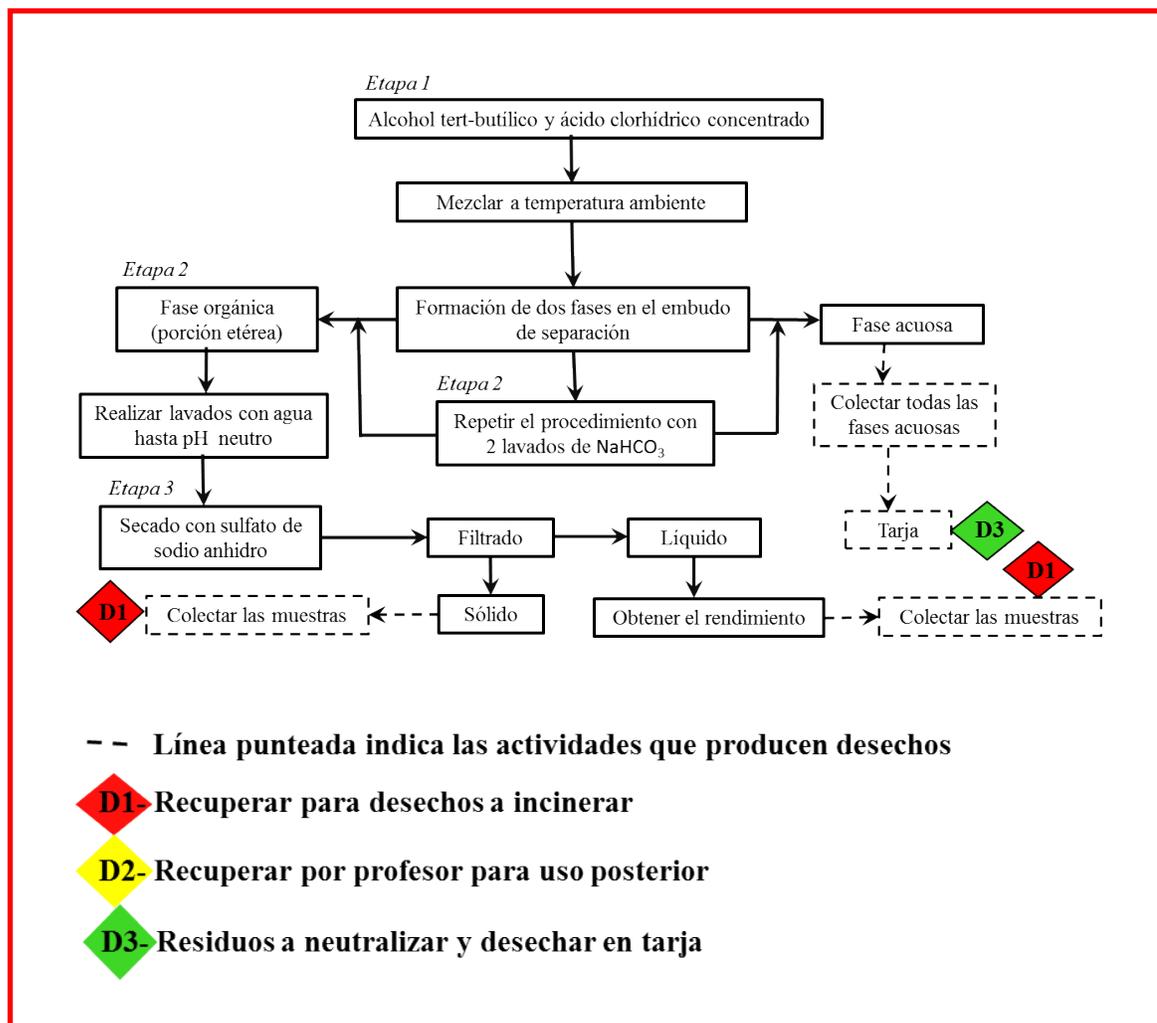
Cuestionario

1. ¿Cuál es la función del ácido clorhídrico en esta reacción?
2. ¿Qué habría pasado si la reacción se hubiera hecho con 2-butanol?
3. ¿Por qué razón se lava el producto de reacción con una solución de NaHCO_3 ?
4. Escribe la reacción de neutralización entre el ácido clorhídrico y el bicarbonato de sodio.
5. Dibuja el mecanismo de reacción de la práctica.

Bibliografía

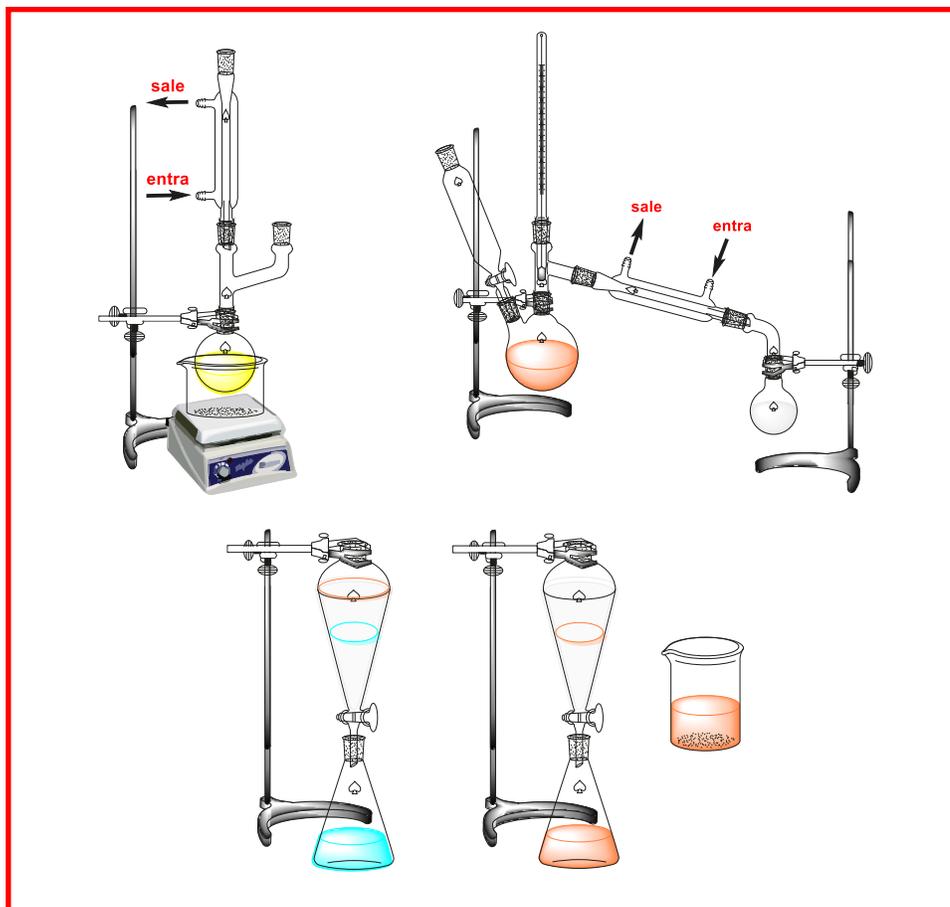
- Armarego W.L.F., Lin Chai, C.L. *Purification of Laboratory Chemicals*. 5th Ed., Elsevier Science, USA, 2003.
- Bruice Yurkanis, P. *Química Orgánica*. Pearson Educación 5ª Ed., México, 2008.
- Carey, F. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Ed., pp.122-127, México, 1999.
- Cruz-Sosa, F., J.A., López y Célis, Haro-Castellanos, I., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 94, México, 2012.
- Fox, M.A. Whitesell, J.K. *Química Orgánica*. 2ª Ed., McGeaw-Hill, México, 1999.
- García Sánchez, M.A. *Manual de Prácticas de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 122. México, 2002
- McMurry, J. *Química Orgánica*. 6ª Ed., Thomson Paraninfo., pp. 344-345, México, 2008.
- Morrison, R.T., Boyd, R.N. *Química Orgánica*. 5ª Ed., Ed. Addison Wesley Longman de México, S.A. de C.V. México, 1998
- Olguin, S. *Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 60. México, 1996.
- Wade, L.G. *Química Orgánica*. Volumen 1 y 2. 7ª Ed., Pearson Educación. México, 2011.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 5.2 Obtención de 1-bromobutano

Resumen gráfico

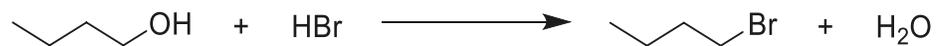


Investigación previa

- Reactividad de alcoholes
- Obtención de halogenuros de alquilo
- Mecanismo de reacción de preparación de halogenuros a partir de alcoholes

Objetivo

- Obtención de 1-bromobutano a partir de 1-butanol.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	1-Butanol
Soporte universal (2)	Ácido sulfúrico concentrado
Parrilla eléctrica con agitación	Bromuro de sodio
Probeta graduada de 10 mL	Cloruro de sodio solución saturada
Cristalizador	Solución de bicarbonato de sodio al 5%
Barra magnética	Sulfato de sodio anhidro
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Agua destilada
Matraz Erlenmeyer de 125 mL	Hielo
Termómetro	
Piseta con agua	
Vaso de precipitados de 100 mL	

Metodología

Etapa 1

En un matraz redondo de 100 mL disolver 15 g de bromuro de sodio dihidratado (0.1 mol) con 15 mL de agua y agregar 8.6 mL (7 g) de 1-butanol (0.1 mol). Coloque un adaptador de dos vías al matraz, en la boca recta coloque un refrigerante. Coloque el matraz en un baño de hielo y agregue lentamente (gota a gota) 12 mL de ácido sulfúrico concentrado a través de la boca libre del adaptador a la mezcla de reacción con agitación suave usando cuerpos de ebullición o la barra magnética, sin dejar que la temperatura se eleve a más de 40 °C.

Etapa 2

Terminada la adición del ácido sulfúrico cierre la boca libre con un tapón y ponga el matraz a reflujo en baño de agua, continuando con la agitación y con una ebullición muy suave, por 1 hora bajo la campana de extracción. Terminada la reacción montar un aparato de destilación, para destilar la mezcla hasta que ya no pase el componente oleoso, transfiera el destilado a un embudo de separación y separe la fase orgánica (capa inferior).

Etapa 3

Regrese la fase orgánica al embudo de separación y lávela consecutivamente con 2 mL de una solución saturada de cloruro de sodio, después con 2 mL de una solución de bicarbonato de sodio al 5% y finalmente con 2 mL de agua destilada, pasar la capa orgánica a un vaso de precipitados seco y agregar 1 g de sulfato de magnesio anhidro para secar el 1-bromobutano, después decante o filtre en una probeta limpia para medir el volumen. Calcular el rendimiento.

Cuestionario

1. ¿Qué papel desempeña el ácido sulfúrico?
2. Proponga un mecanismo para la reacción.
3. Proponer otra forma de obtener el mismo producto.
4. ¿Qué usos tiene el 1-bromobutano?

Bibliografía

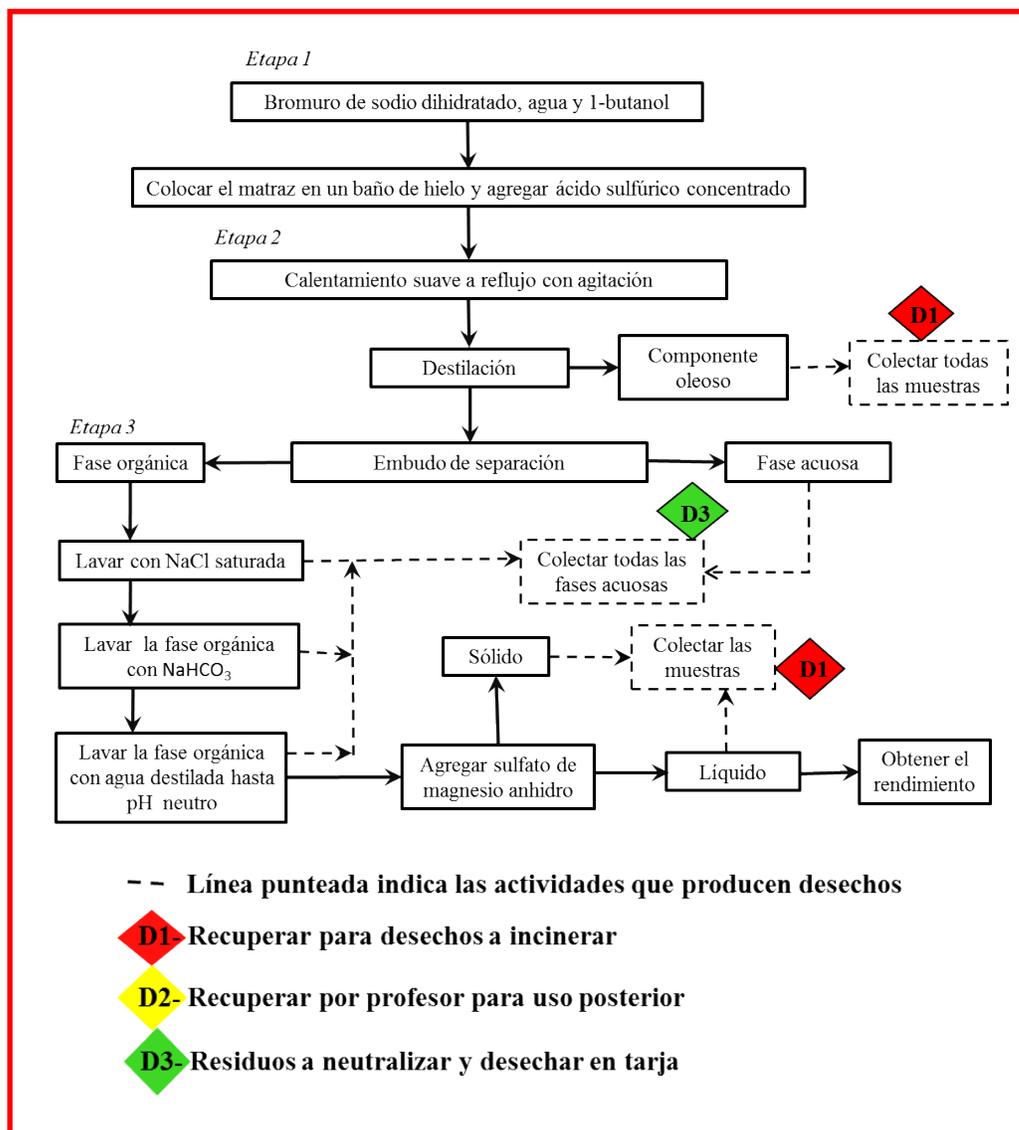
Manual de Experimentos de Química Orgánica II. Facultad de Química UNAM pp. 131-138. México, 1992

McMurry, J. *Química Orgánica*. 6ª Ed., Thomson Paraninfo., pp. 344-345, México, 2008

Morrison, R.T., Boyd, R.N. *Química Orgánica*. 5ª Ed., Addison Wesley Longman de México, S.A. de C.V. México, 1998

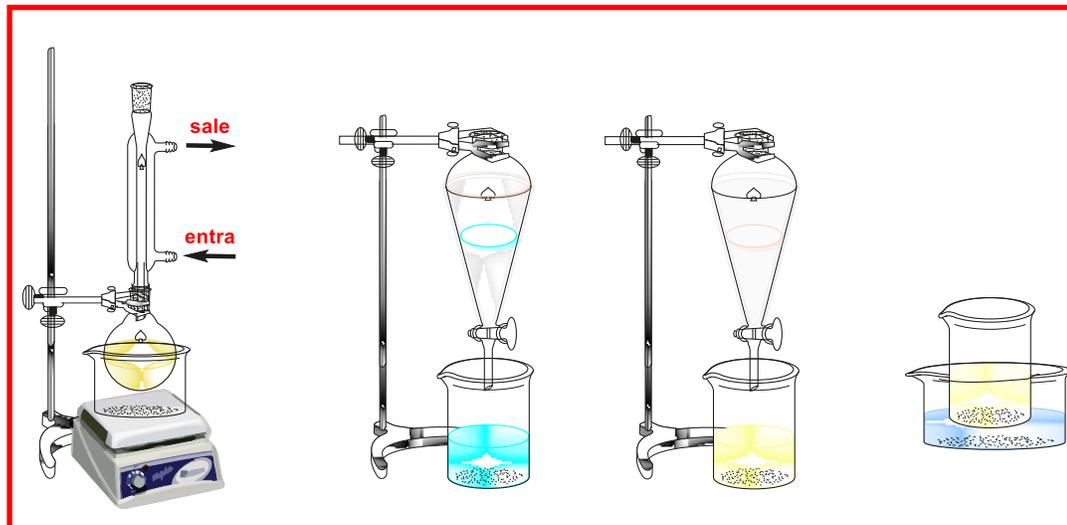
Wade, L.G. *Química Orgánica. Volumen 1 y 2*. 7ª Ed., Pearson Educación. México, 2011

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 5.3 Obtención de ácido fenoxiacético

Resumen gráfico

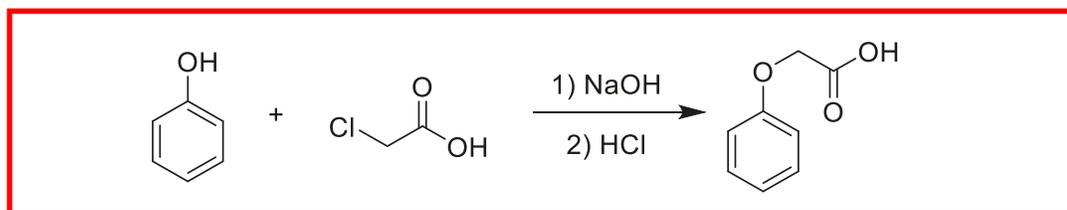


Investigación previa

- Éteres
- Fenoles
- Síntesis de Williamson
- Sustitución nucleofílica bimolecular (S_N2)
- Ácidos carboxílicos monohalogenados en carbono α
- Síntesis de sustancias con herbicidas

Objetivo

- Preparar un éter por medio de sustitución nucleofílica bimolecular del fenol con ácido cloroacético en medio básico.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Fenol
Soporte universal	Ácido cloroacético
Parrilla eléctrica con agitación	Hidróxido de sodio al 33%
Mantilla de calentamiento	Ácido clorhídrico
Barra magnética	Carbonato de sodio al 15%
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Éter etílico
Pipeta graduada de 5 mL	Agua destilada
Probeta graduada de 50 mL	Hielo
Vaso de precipitado de 100 mL	
Embudo Büchner	
Matraz Kitazato de 500 mL	
Pipeta Pasteur	
Espátula	
Propipeta	
Papel filtro	
Papel indicador de pH	
Piseta con agua	

Metodología

Etapa 1

En un matraz esférico de 100 mL coloque 1 g de fenol, agregue 5 mL de una disolución de hidróxido de sodio al 33% y mantenga la mezcla de reacción en agitación magnética durante 5 min. Posteriormente, añadir cuidadosamente 1.5 g de ácido cloroacético (OJO: cuidando que el ácido no toque la parte esmerilada del cuello del matraz). Adaptar al matraz un refrigerante en posición de reflujo. Mantenga la mezcla de reacción en agitación y cuide que la ebullición sea suave. Nota: si la mezcla de reacción durante el calentamiento se solidifica, agregue cuidadosamente entre 5 y 10 mL de agua destilada hasta su disolución.

Etapa 2

Mantener la mezcla a reflujo por 45 min (contados a partir de la primera gota de condensación), dejar enfriar a temperatura ambiente y añadir 10 mL de agua destilada, después agregue ácido clorhídrico concentrado hasta que el papel indicador de pH vire a color rojo al sumergirlo en la mezcla de reacción.

Etapa 3

Vierta la mezcla de reacción en un embudo de separación y agregue 10 mL de éter etílico. Separar las fases formadas en el embudo de separación (acuosa y orgánica); separe la fase acuosa inferior y la fase orgánica resérvela en un vaso de precipitados.

Regrese la fase acuosa al embudo de separación y repita la extracción con 10 mL de éter etílico frescos. A continuación, junte los dos extractos de éter etílico en el embudo de separación y lave la fase orgánica con 10 mL de agua destilada, separe la fase acuosa, regrese la fase orgánica al embudo de separación y repita la operación con otros 10 mL de agua destilada. Posteriormente, a la fase orgánica contenida en el embudo de separación se le agregan 10 mL de una solución de carbonato de sodio al 15%, agite (PRECAUCIÓN: se desprende gas en esta reacción) y deposite la fase acuosa en un vaso de precipitados de 100 mL, repita la extracción de la fracción orgánica con otros 10 mL de carbonato de sodio al 15% y junte las dos fracciones acuosas.

Etapa 4

Enfríe en un baño de hielo la fracción acuosa contenida en el vaso de precipitados, agregue ácido clorhídrico concentrado gota a gota hasta que el papel indicador de pH vire a un color rojo al sumergirlo en la solución acuosa, mantenga el vaso de precipitados en el baño de hielo por unos minutos hasta la precipitación del producto. Finalmente, filtre el precipitado formado con vacío y lave con agua destilada fría hasta pH neutro. Seque el producto y determine su masa.

NOTA: Guarde el producto en una caja de Petri desechable y después de calcular el rendimiento y determinar el punto de fusión (100 °C) en un aparato Fischer-Jones, entregar el producto formado al Profesor(a) para su disposición posterior.

Cuestionario

1. ¿Qué producto de reacción se forma cuando al fenol se le añade una solución de hidróxido de sodio?
2. Para precipitar el ácido fenoxiacético producido, la solución acuosa obtenida de la extracción con carbonato de sodio al 15% de la fase etérea se acidula con ácido clorhídrico. Escriba la reacción química que se lleva a cabo.
3. Explica en qué consiste la reacción concertada de una sustitución nucleofílica bimolecular (SN2)
4. Enumera las aplicaciones del ácido fenoxiacético producido en la práctica.

Bibliografía

Bruice Yurkanis, P. *Química Orgánica*. 5ª Ed., Pearson Educación, México, 2008.

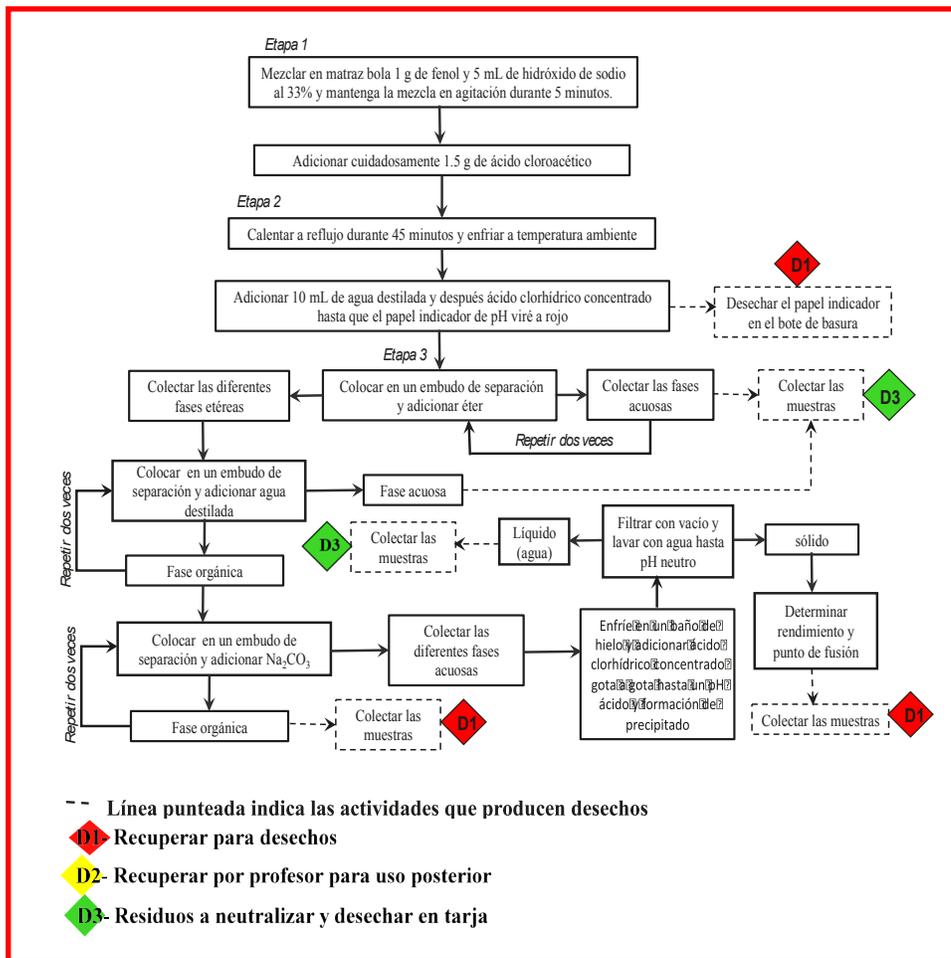
Cruz-Sosa, F., López y Celis, I., Haro-Castellanos, J.A., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 94, México, 2012.

Manual de Prácticas de Química Orgánica II (clave 1412). Facultad de Química, UNAM pp. 41-48, México, 2017.

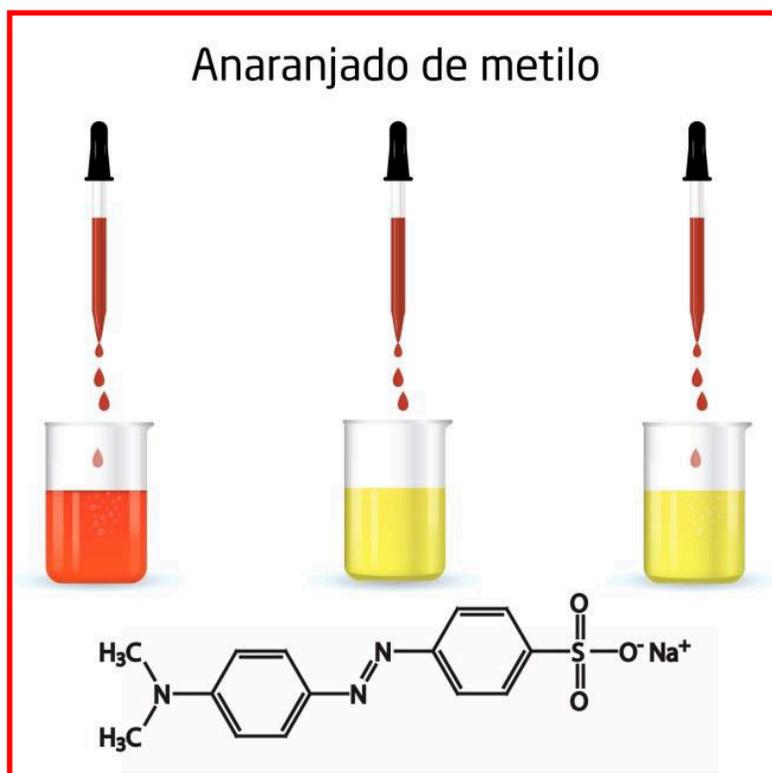
McMurry, J. *Química Orgánica*. 6ª Ed., Thomson Paraninfo., pp. 344-345, México, 2020.

Wade, L.G. *Química Orgánica*. 7ª Ed. Vols. 1 y 2., Pearson Educación, México, 2011.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



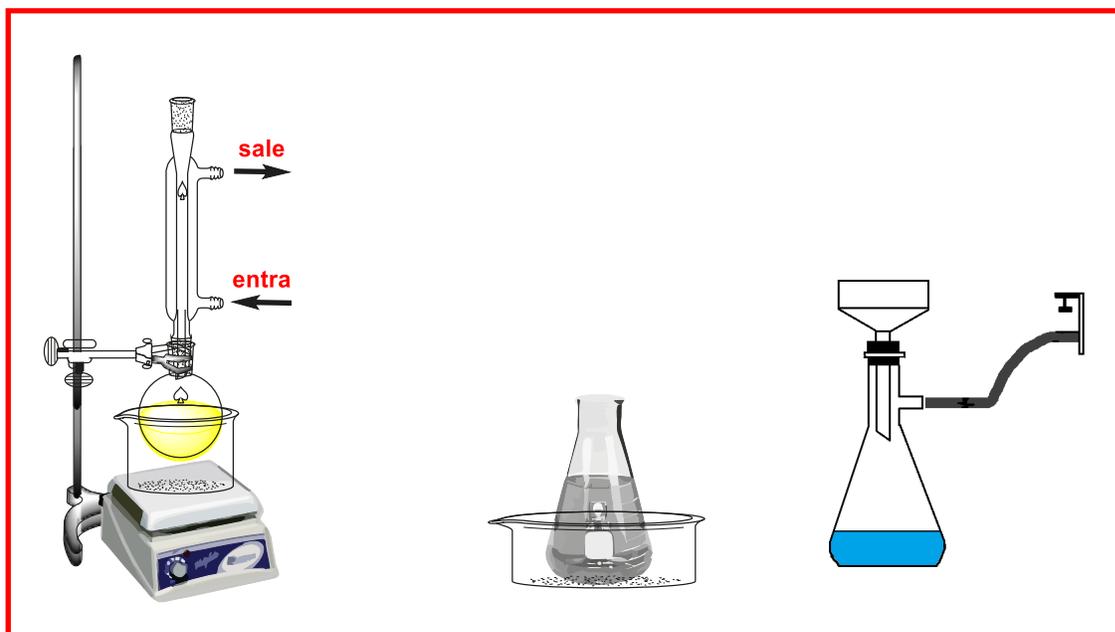
Capítulo 6. Aminas



Práctica 6.1 Síntesis de *p*-nitroanilina

Etapa 1. Preparación de acetanilida

Resumen gráfico

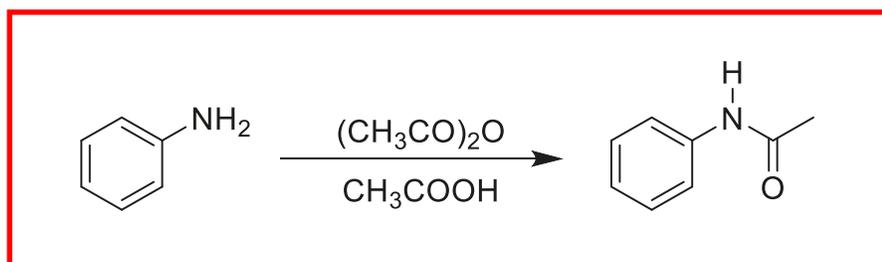


Investigación previa

- Reacción de acetilación
- Obtención de amidas a partir de aminas
- Grupos protectores, protección del grupo amino
- Derivados de los ácidos carboxílicos

Objetivo

- Obtención de la acetanilida a partir de la anilina y anhídrido acético.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Anilina
Soporte universal	Anhídrido acético
Mantilla con agitación	Ácido acético glacial
Barra magnética	Agua destilada
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Hielo
Pipetas graduadas de 5 mL (3)	
Matraz Kitasato 500 mL	
Embudo Büchner	
Pipeta Pasteur	
Microespátula	
Propipeta (2)	
Vaso de precipitados de 50 mL	
Papel filtro	
Piseta con agua	
Pipetas graduadas de 10 mL (3)	
Cristalizador	

Metodología

Etapa 1

En un matraz bola de 50 mL coloque 6 mL de anilina (medir con pipeta y propipeta), 6 mL de anhídrido acético [precaución: el anhídrido acético es muy irritante] y 5 mL de ácido acético glacial. Agregue una barra magnética. Adapte un refrigerante al matraz en posición vertical y calentar a reflujo durante 15 minutos en la mantilla de calentamiento.

Etapa 2

Enseguida, vierta la mezcla de reacción caliente, lentamente sobre 50 mL de agua helada contenida en un vaso de precipitados de 100 mL. Enfriar el contenido del vaso en un cristalizador con hielo, separar por filtración al vacío el sólido con un embudo Büchner y lavar el precipitado con pequeñas porciones de agua helada, hasta obtener un pH neutro en el agua de filtración (agua que sale del embudo Büchner). Dejar secar la acetanilida sobre papel filtro al aire.

Etapa 3

Una vez que el producto esté seco, pesar para calcular el rendimiento y determinar el punto de fusión en un aparato Fischer-Jones (punto de fusión 113-115 °C).

NOTA: Conserve el producto en una caja de Petri desechable para desarrollar la segunda etapa de la síntesis de la *p*-nitroanilina. Destape la caja de Petri en su casa o en donde la vaya a guardar con el objetivo de que el producto esté seco para la etapa 2.

Cuestionario

1. Investigar hacia qué posición orientan los siguientes grupos funcionales en las reacciones de sustitución electrofílica aromática: fenol, amino, metilo, metoxilo, ciano, nitro, aldehído y carboxilo. ¿Cuáles son activantes (grupos donadores de densidad electrónica) y cuáles son desactivantes (grupos atractores de densidad electrónica)?
2. ¿Por qué causa no se emplea una alta concentración de ácido acético al preparar la acetanilida? y también ¿Por qué motivo no es deseable una baja concentración del mismo?
3. ¿Qué uso medicinal tiene la acetanilida?

Bibliografía

Brewster, R.Q. *Curso Práctico de Química Orgánica*, Editorial Alhambra, Madrid, 1970

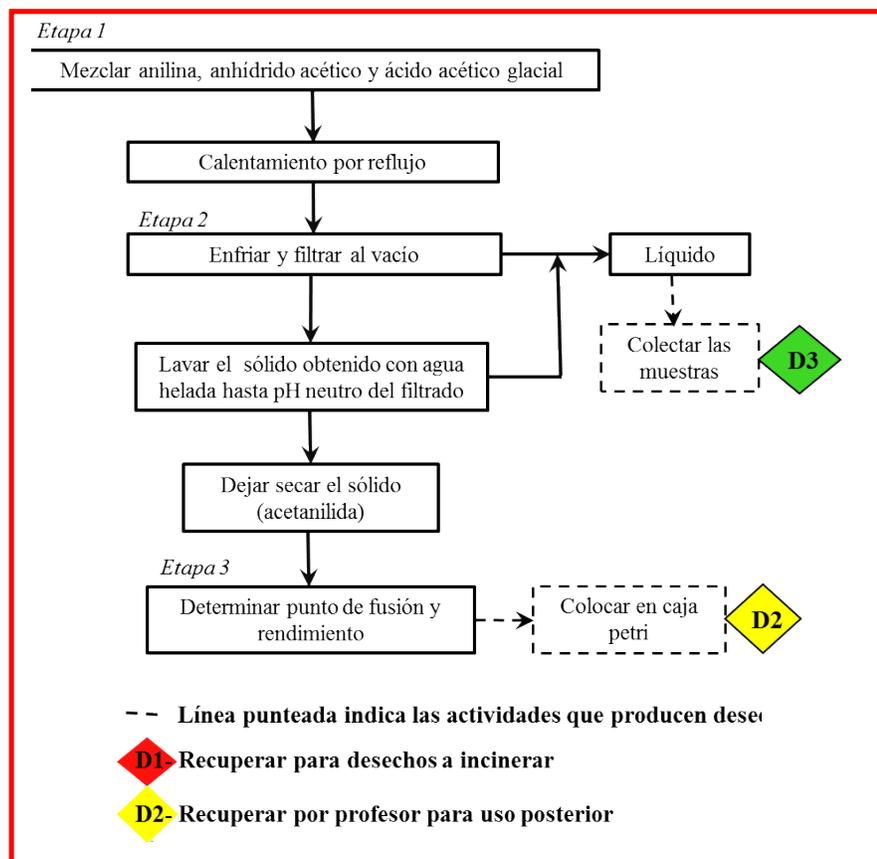
Cruz-Sosa, F., López y Célis, I., Haro-Castellanos, J.A., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica II*. UAM-Iztapalapa 2012, 87 pp.

Morrison, R.T., Boyd, R.N. *Química Orgánica*. 5ª Ed. Addison Wesley Longman de México, S.A. de C.V. México, 1998

Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Engel, R.G. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a small-scale approach*. Thomson Learning, Inc., Brooks/Cole. 2nd Ed., USA, 2005.

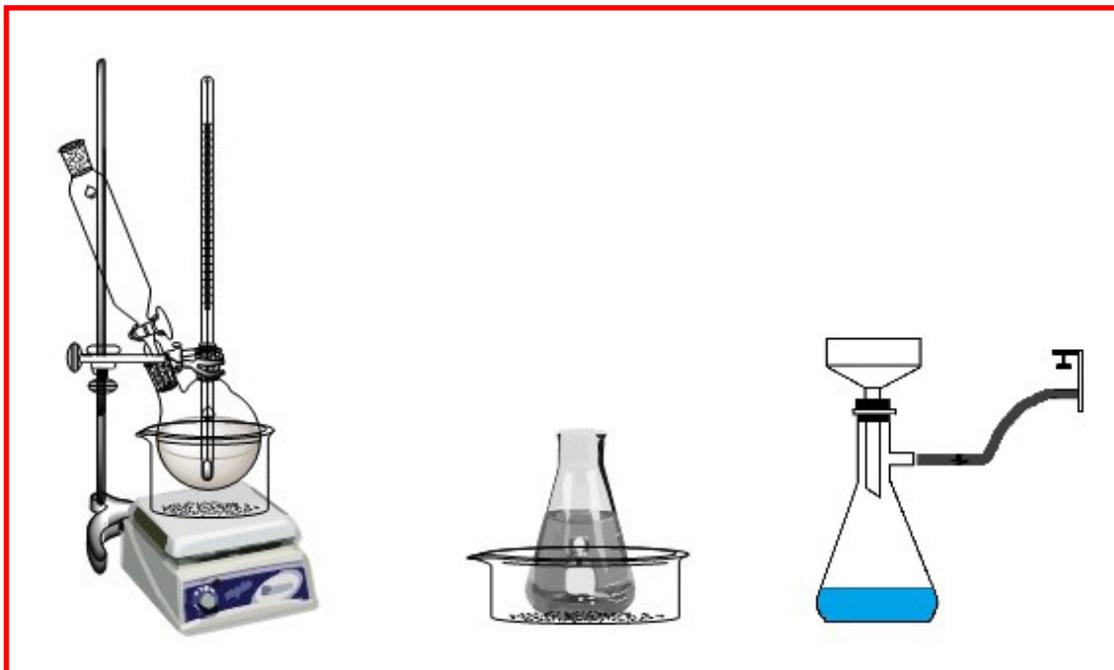
Vogel, A. I., (1989) *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Longman Scientific and Technical, London, 1989.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Etapa 2. Preparación de *p*-nitroacetanilida

Resumen gráfico

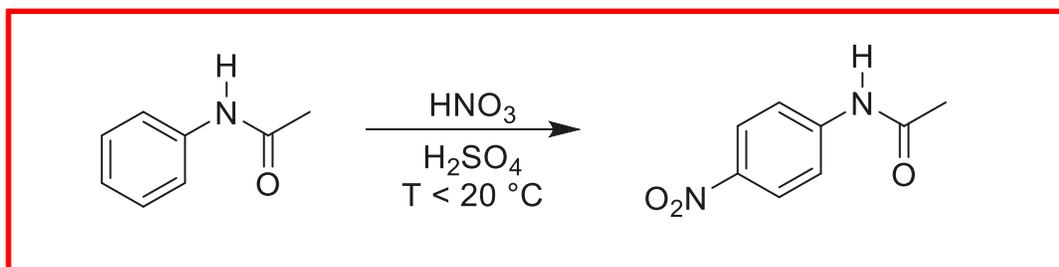


Investigación previa

- Reacción de nitración
- Sustitución electrofílica aromática
- Derivados de los ácidos carboxílicos
- Colorantes

Objetivo

- Efectuar la nitración de la acetanilida para obtener la *p*-nitroacetanilida.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Acetanilida
Soporte universal	Ácido nítrico
Parrilla eléctrica con agitación	Ácido sulfúrico
Barra magnética	Agua destilada
Cristalizador	Hielo
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	
Pipetas graduadas de 10 mL (2)	
Matraz Kitazato 500 mL	
Embudo Büchner	
Pipeta Pasteur	
Propipeta (2)	
Vaso de precipitados de 50 mL	
Microespátula	
Piseta con agua	
Termómetro	
Papel filtro	
Papel indicador de pH	
Mortero con pistilo	
Vaso de precipitados 100 mL	

Metodología

Etapa 1

En un matraz esférico de dos bocas de 100 mL coloque una barra magnética y 6 mL de ácido sulfúrico concentrado (medido con una pipeta graduada de 10 mL). Iniciar la agitación magnética y disolver poco a poco 3 g de acetanilida finamente pulverizada en un mortero

Etapa 2

Una vez que todo el sólido se haya disuelto, equipar el matraz esférico de dos bocas con un embudo de adición (la boca vertical con el termómetro y la otra boca con el embudo de adición), poner el embudo a enfriar en un baño de hielo con sal hasta que la temperatura de la mezcla al interior del matraz llegue a una temperatura cercana a los 0 °C y entonces agregar lentamente (gota a gota) 3 mL de ácido nítrico concentrado por medio de un embudo de adición cuidando que la temperatura de la mezcla no pase de 20 °C (si la temperatura excede esta temperatura el producto de reacción se oxida y se pierde), terminada la adición continuar la agitación por 15 min más en el baño de hielo.

Etapa 3

Verter la mezcla de reacción en un vaso de precipitados de 250 mL conteniendo 60 mL de agua destilada fría, dejar agitando por 5 min y después filtrar al vacío el material sólido con un embudo Büchner, lavando con agua destilada fría para eliminar el ácido, hasta pH neutro del agua del filtrado.

NOTA: Conserve el producto en una caja de Petri desechable para desarrollar la tercera etapa de la síntesis de la *p*-nitroanilina. Destape la caja de Petri en donde la vaya a guardar con el objetivo de que el producto esté seco para la etapa 3.

Cuestionario

1. ¿Por qué en la nitración de la acetanilida se forma casi exclusivamente el derivado sustituido en la posición para (*p*-)?
2. ¿Cuál grupo es un activador (grupo donador de electrones) más fuerte entre el grupo amino de la anilina y el grupo acetamido de la acetanilida? ¿Por qué?
3. La nitración de la anilina no acetilada da una mezcla de productos, aproximadamente dos tercios de *meta* (*m*-) y un tercio de *para* (*p*-). ¿Por qué?

Bibliografía

Brewster, R.Q. *Curso Práctico de Química*, Editorial Alhambra, Madrid, 1970

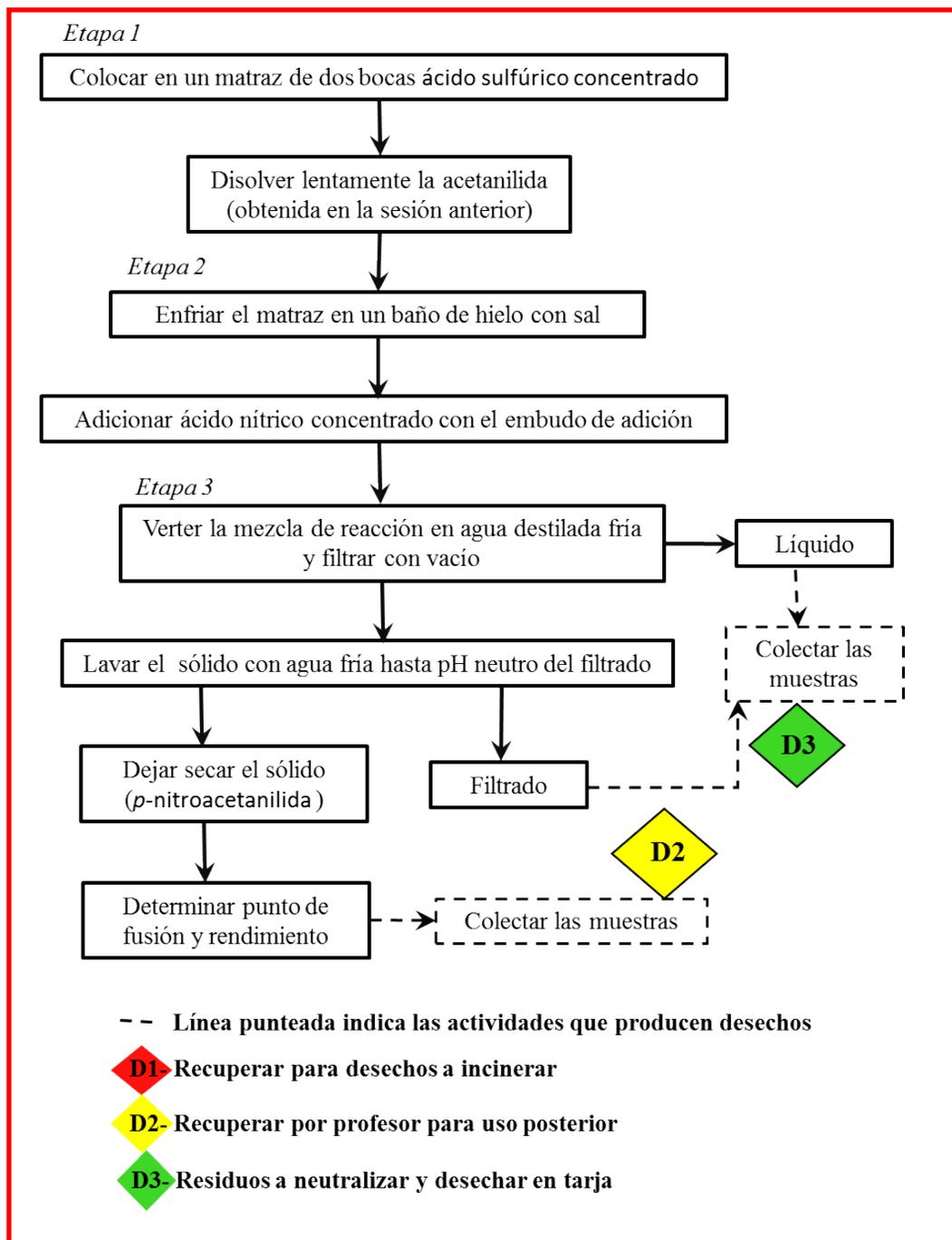
Cruz-Sosa, F., López y Célis, I., Haro-Castellanos, J.A., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica II*. UAM-Iztapalapa 2012, 87 pp.

Morrison, R.T., Boyd, R.N. *Química Orgánica*. 5ª Ed., Addison Wesley Longman de México, S.A. de C.V. México, 1998

Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Engel, R.G. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a small-scale approach*. Thomson Learning, Inc., Brooks/Cole. 2nd Ed., USA, 2005.

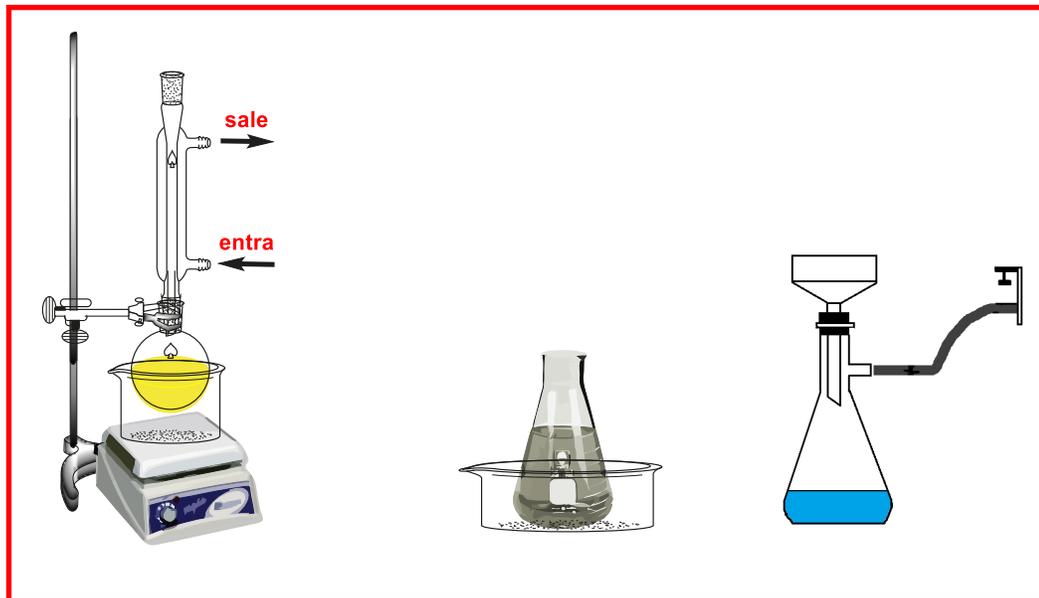
Vogel, A. I., (1989) *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Longman Scientific and Technical, London, 1989.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Etapa 3. Preparación de *p*-nitroanilina

Resumen gráfico

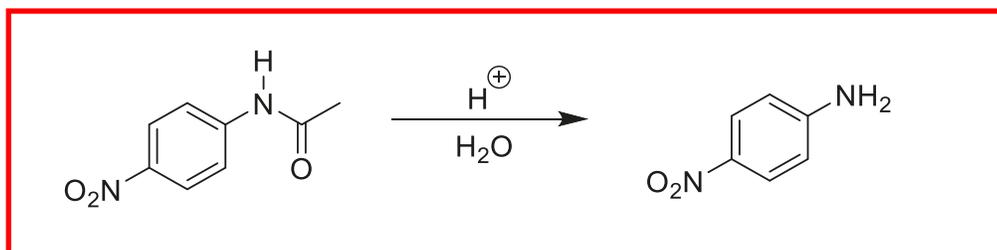


Investigación previa

- Hidrólisis en medio ácido
- Desprotección del grupo amino
- Transformación de una amida a una amina
- Colorantes

Objetivo

- Efectuar la hidrólisis en medio ácido de la *p*-nitroacetanilida para obtener la *p*-nitroanilina.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	<i>p</i> -nitroacetanilida
Soporte universal	Ácido clorhídrico concentrado
Mantilla eléctrica con agitación	Solución de hidróxido de sodio al 40%
Barra magnética	Agua destilada
Cristalizador	Hielo
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	
Probeta de 100 mL	
Matraz Kitazato 500 mL	
Embudo Büchner	
Matraz Erlenmeyer de 250 mL	
Vaso de precipitados de 50 mL	
Microspátula	
Piseta con agua	
Papel filtro	
Papel indicador de pH	
Termómetro	
Pipeta	
Propipeta	

Metodología

Etapa 1

En un matraz bola de 100 mL, coloque 2 g de *p*-nitroacetanilida y la barra magnética, añada una mezcla de 5 mL de ácido clorhídrico concentrado disuelto en 5 mL de agua destilada.

NOTA 1: Si el equipo no tiene los 2 g de *p*-nitroacetanilida obtenidos de la práctica anterior, ajustar el peso de la *p*-nitroacetanilida y los volúmenes de ácido clorhídrico concentrado y de agua.

Etapa 2

Adapte un refrigerante al matraz en posición vertical y caliente a reflujo durante 15 minutos con la mantilla de calentamiento hasta que la *p*-nitroacetanilida se haya disuelto y la mezcla de reacción se vuelva transparente, continúe el calentamiento por 15 minutos más.

NOTA 2: Si el sólido no se disuelve totalmente a los 15 minutos del calentamiento, agregue 5 mL más de ácido clorhídrico concentrado.

Etapa 3

Una vez que toda la *p*-nitroacetanilida se ha disuelto, transvase la mezcla de reacción a un matraz Erlenmeyer de 250 mL sumergido en un baño de hielo y cuando la temperatura se encuentre debajo de los 10 °C agregue una solución de hidróxido de sodio al 40% enfriada en hielo hasta obtener un pH alcalino (verifique con papel indicador que el pH sea de 8-9), se requieren aproximadamente de 20 a 30 mL de la solución básica. Enfriar, filtrar a vacío con un embudo Büchner, lavar con agua destilada fría hasta pH neutro del filtrado acuoso. Determinar el punto de fusión de la *p*-nitroanilina (punto de fusión teórico de la *p*-nitroanilina 146-148 °C) y pesar para calcular el rendimiento.

NOTA 3: Guarde el producto en una caja de Petri desechable y después de calcular el rendimiento y determinar el punto de fusión en un aparato Fischer-Jones entregue la *p*-nitroanilina al Profesor(a) para que lo deposite en un lugar seguro y no contamine.

Cuestionario

1. ¿Por qué razón se debe de nitrar la anilina en tres etapas?
2. ¿Cuál es el mecanismo de reacción para la hidrólisis de la *p*-nitroacetanilida?
3. ¿Por qué la *p*-nitroanilina es soluble en ácido clorhídrico?
4. ¿Cuál es la función de la disolución de NaOH al 40% para la obtención del producto final?
5. ¿Cuál es la importancia que tienen las aminas aromáticas en la industria química?

Bibliografía

Brewster, R.Q. *Curso Práctico de Química Orgánica*, Editorial Alhambra, Madrid, 1970

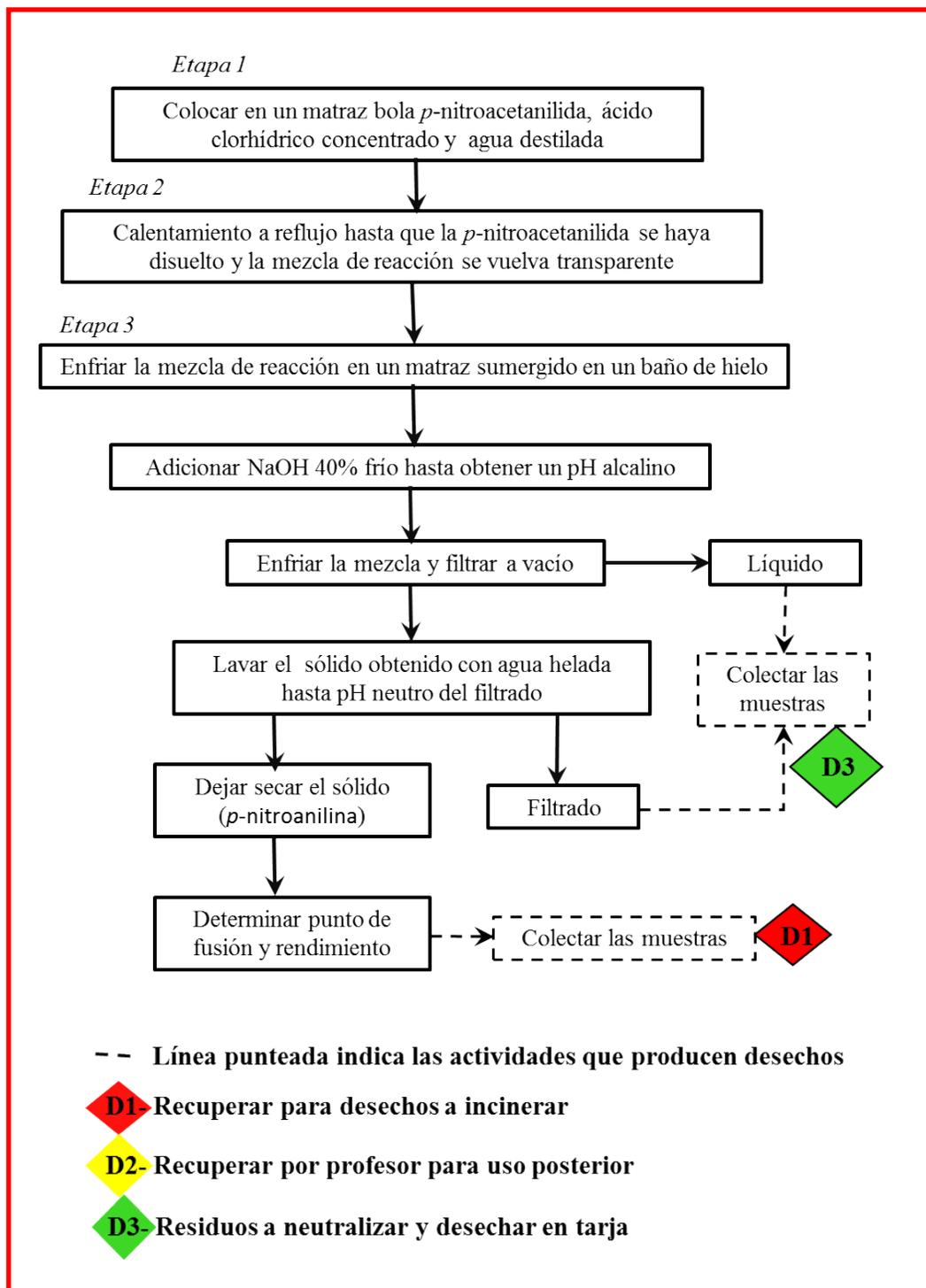
Cruz-Sosa, F., López y Celis, I., Haro-Castellanos, J.A., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica II*. UAM-Iztapalapa 2012, 87 pp.

Morrison, R.T., Boyd, R.N. *Química Orgánica*. 5ª Ed., Addison Wesley Longman de México, S.A. de C.V. México, 1998

Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Engel, R.G. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a small-scale approach*. Thomson Learning, Inc., Brooks/Cole. 2nd Ed., USA, 2005.

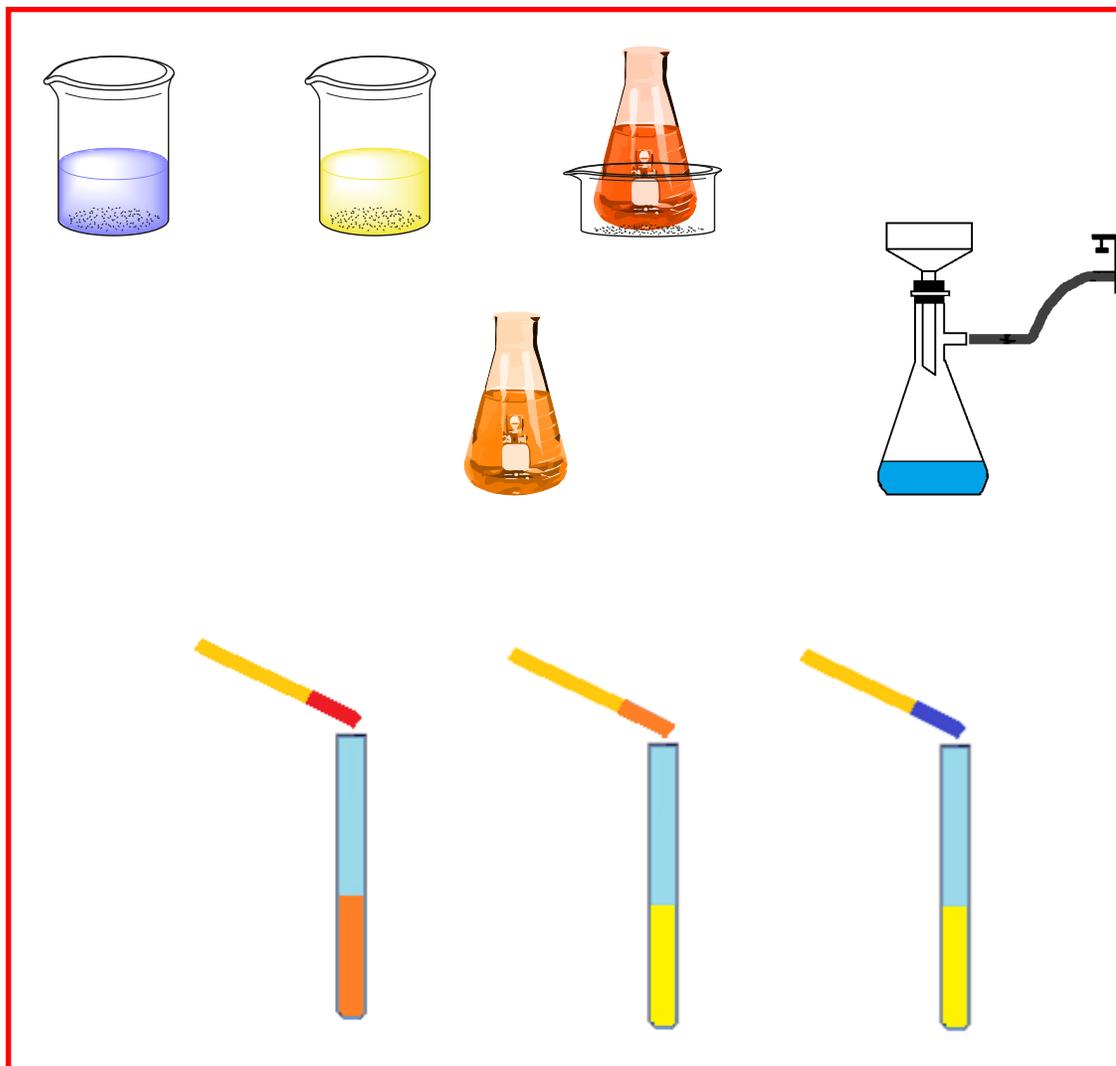
Vogel, A. I., (1989) *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Longman Scientific and Technical, London, 1989.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 6.2 Preparación de anaranjado de metilo

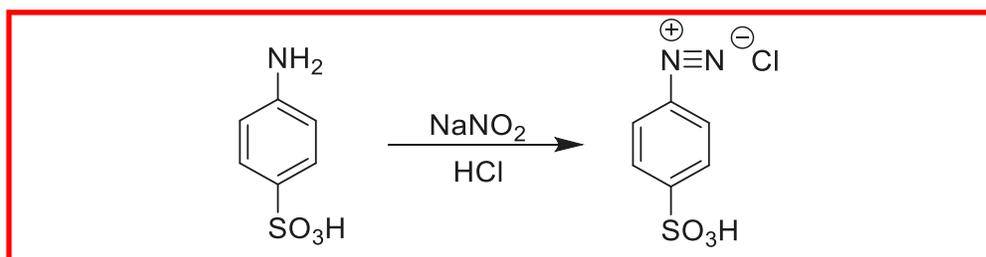
Investigación previa



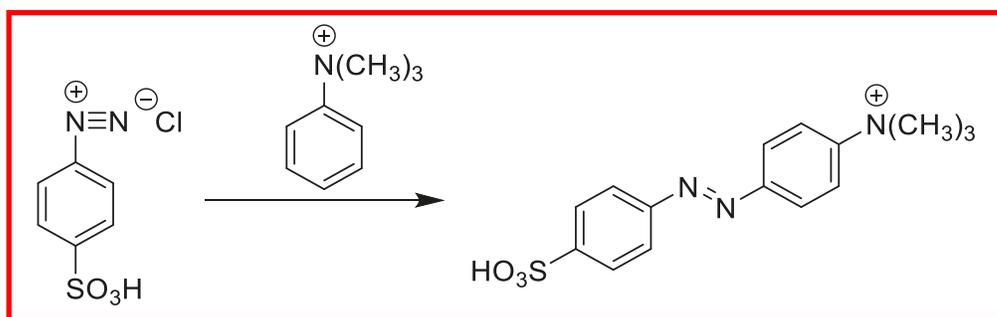
- Compuestos azo
- Sales de diazonio
- Indicadores ácido-base
- Reacciones de diazotación y de copulación
- Compuestos aromáticos con grupo donador de densidad electrónica

Objetivo

- Síntesis de un colorante o indicador mediante dos reacciones: diazotación y copulación.
- 1) La reacción de diazotación se efectúa, generalmente aminas aromáticas primarias por acción del ácido nitroso sobre la amina, en presencia de ácido mineral, esta reacción proporciona una sal de diazonio.



- 2) La reacción de copulación implica la reacción de la sal de diazonio con determinados compuestos aromáticos que contengan un grupo con tendencia a liberar electrones como son: $-OH$, $-NR_2$, $-NHR$ o bien $-NH_2$.



Material	Reactivos
Vaso de precipitados de 50 mL (4)	Ácido sulfanílico
Matraz Erlenmeyer de 125 mL	N,N-Trimetilaniлина
Pipetas de 5 mL (2)	Ácido clorhídrico 2N
Propipetas (2)	Ácido clorhídrico 1N
Pipeta Pasteur	Ácido clorhídrico 1%
Matraz Kitazato 500 mL	Hidróxido de sodio 2N
Embudo Büchner	Hidróxido de sodio 1N
Cristalizador	Hidróxido de sodio 1%
Espátula	Agua destilada
Piseta con agua	Hielo
Papel filtro	
Papel indicador de pH	

Metodología

Etapa 1

En un vaso de precipitados de 50 mL mezcle 1 g de ácido sulfanílico con 2.5 mL de NaOH 2N. Agregue esta mezcla a otro vaso de precipitados de 50 mL que contenga 0.4 g de nitrito de sodio en 5 mL de agua.

Etapa 2

Vierta la mezcla obtenida en la etapa 1 en un vaso de precipitados de 50 mL que contenga 2.5 mL de HCl 2N enfriado en hielo y después verter el producto resultante sobre una disolución de 0.6 g de *N,N*-dimetilanilina (densidad = 0.96 g/mL) en 5 mL de HCl 1N contenidos en un matraz Erlenmeyer de 125 mL.

Etapa 3

Neutralice la mezcla obtenida en la etapa 2 con NaOH 1N y en cuanto se tenga reacción ligeramente alcalina, se observa la sal sódica del colorante bajo la forma de cristales color pardo-anaranjado. Deje en reposo la mezcla durante 20 minutos y filtre en el embudo Büchner con vacío, añada al matraz Erlenmeyer la menor cantidad posible de agua destilada fría y con el agua lave el sólido formado.

Etapa 4

Disuelva una pizca de anaranjado de metilo en agua y adicione unas cuantas gotas de HCl 1%, vuelva a alcalinizar con una solución de NaOH 1%. Observe los cambios de color.

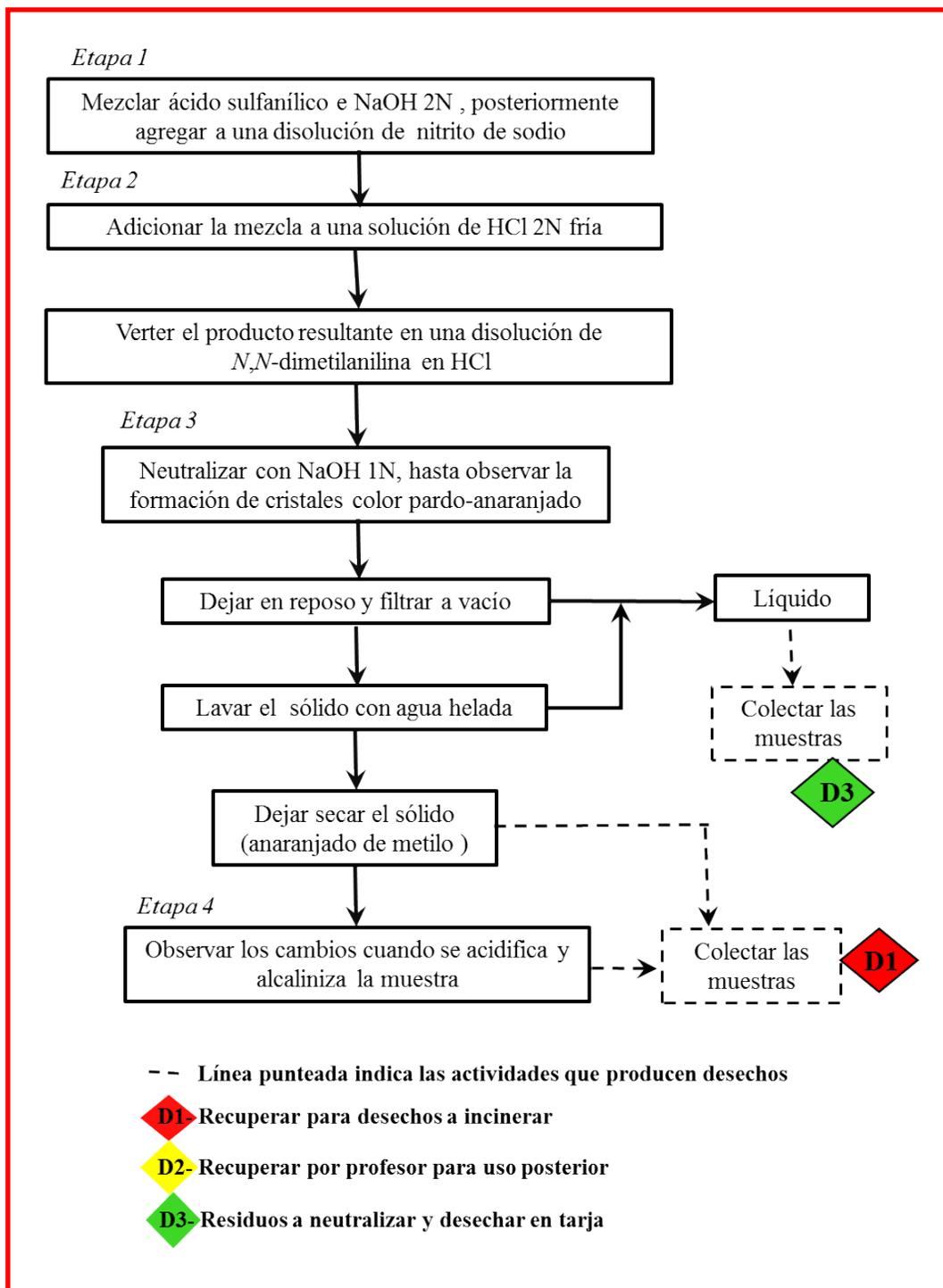
Cuestionario

1. Escribir el mecanismo de la reacción que se lleva a cabo para obtener anaranjado de metilo
2. Explique brevemente cuales son los compuestos azoicos y de tres ejemplos de ellos
3. Cuáles son los usos y aplicaciones del producto obtenido

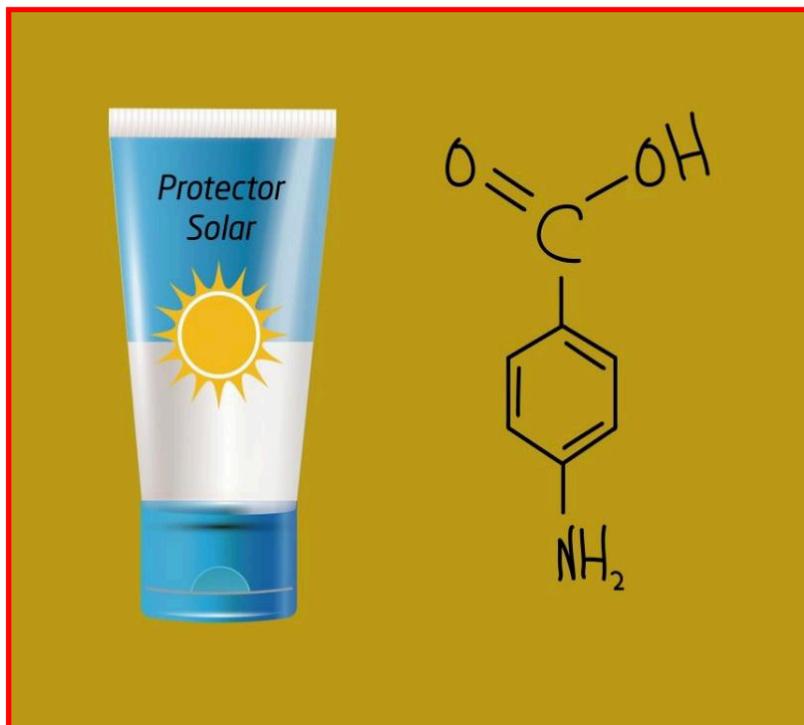
Bibliografía

- Brewster, R.Q. *Curso Práctico de Química Orgánica*, Editorial Alhambra, Madrid, 1970.
- Brewster, R.Q., Vander Werf, C.A., Mc Ewen, W.E. Obtención del anaranjado de metilo (un colorante diazoico). En: *Curso de Química Orgánica Experimental*, Editorial Alhambra, Madrid, España, pp. 175-177 1972
- Bruice Yurkanis, P. *Química Orgánica*. Pearson Educación 5ª Ed., México, 2008.
- Carey, F. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Ed., México, 1999
- Manual de Experimentos de Química Orgánica II*, Facultad de Química, UNAM., pp. 97-105. México, 1992
- Morrison, R.T., Boyd, R.N. *Química Orgánica*. 5ª Ed., Addison Wesley Longman de México, S.A. de C.V. México, 1998
- Vogel, A.I. *Practical Organic Chemistry*, Part 1, Scale Preparations, Longmans, 2nd Ed., London, 1970.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



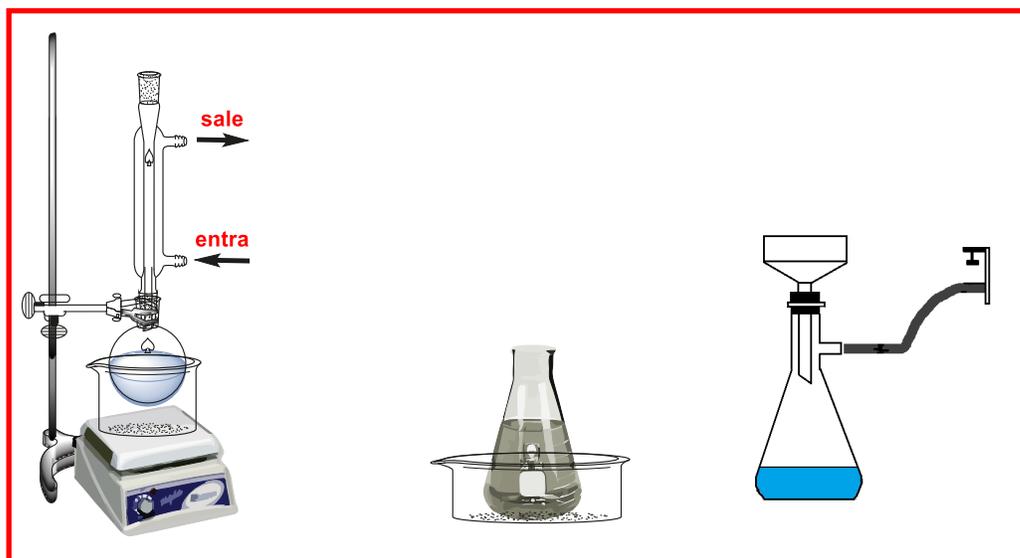
Capítulo 7. Aldehídos y cetonas



Práctica 7.1 Síntesis de ácido bencílico

Etapa 1. Síntesis de benzoína

Resumen gráfico

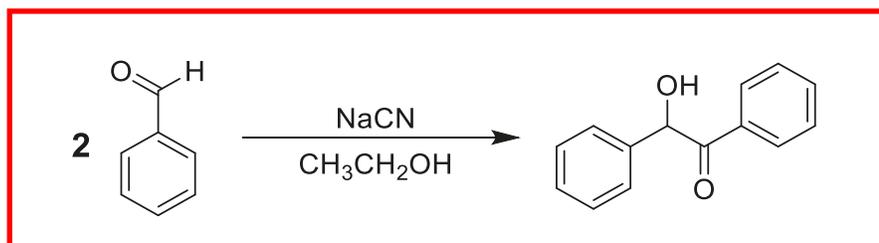


Investigación previa

- Cianohidrinas
- α -hidroxicetonas
- Aciloínas
- Condensación benzoinica

Objetivo

- Obtención de la benzoína, un intermediario en la síntesis del ácido bencílico.
- 1) El benzaldehído al exponerse a la acción de la solución de cianuro de sodio en presencia de un alcohol sufre una condensación para dar un compuesto con dos grupos funcionales.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Benzaldehído
Soporte universal	Cianuro de sodio (¡PRECAUCIÓN!)
Parrilla eléctrica con agitación	Etanol
Barra magnética	Agua destilada
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Hielo
Pipeta graduada de 5 mL	
Cristalizador	
Matraz Kitazato 500 mL	
Embudo Büchner	
Microespátula	
Propipeta	
Papel filtro	
Piseta con agua	

Metodología

Etapa 1

En un matraz redondo de 250 mL agregue la barra magnética, 1.5 g de cianuro de sodio (NOTA: este compuesto es altamente tóxico y debe de ser manejado con extrema precaución; absorbido en el organismo es altamente tóxico y puede llegar a ser mortal; en caso de entrar en contacto con los ojos lavar con agua abundante, si entra en contacto con la piel lavar con agua y jabón inmediatamente, si se inhala o deglute buscar ayuda médica inmediata), 15 mL de agua destilada y 25 mL de etanol, cuando el sólido se haya disuelto, adicione 15 mL de benzaldehído, caliente a reflujo durante 1 hora con agitación constante.

Etapa 2

Deje enfriar el matraz y vierta la mezcla de reacción lentamente sobre 100 mL de agua helada contenida en un vaso de precipitados de 250 mL sumergido en un cristalizador con hielo, separar por filtración al vacío el sólido con un embudo Büchner y lavar el precipitado con pequeñas porciones de agua helada, hasta obtener un pH neutro en el agua de filtración. Dejar secar la benzoína sobre papel filtro al aire.

Etapa 3

Una vez que el producto esté seco, pesar para calcular el rendimiento y determinar el punto de fusión en un aparato Fischer-Jones (punto de fusión 132 °C).

NOTA: Conserve el producto en una caja de Petri desechable para desarrollar la segunda etapa de la síntesis del ácido bencílico. Destape la caja de Petri en donde la vaya a guardar con el objetivo de que el producto esté seco para la etapa 2.

Cuestionario

1. Escriba el mecanismo de reacción de la obtención de la benzoína a partir de benzaldehído.
2. ¿Qué función realiza el ion cianuro en este tipo de reacciones?
3. ¿Por qué no se usa el grupo hidroxilo en lugar del grupo cianuro en la reacción?

Bibliografía

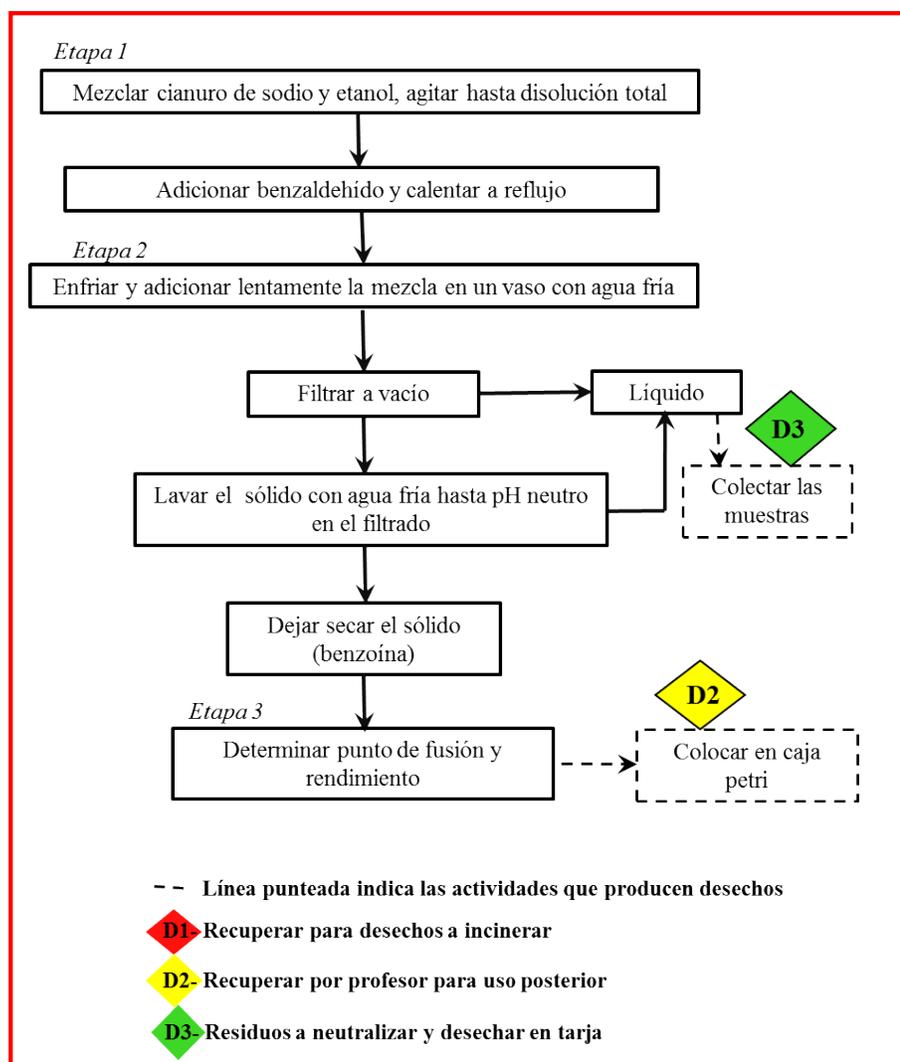
Domínguez, X.A., Domínguez, S. *Química Orgánica Experimental*. Limusa. México, 1982.

Fieser, L. *Experimentos de Química Orgánica*. Reverté. Barcelona, 1967.

Pine, S.H., Hendrickson, J.B., Cram, D.J., Hammond, G.S. *Química Orgánica*. McGraw-Hill 2ª Ed., México, 1988.

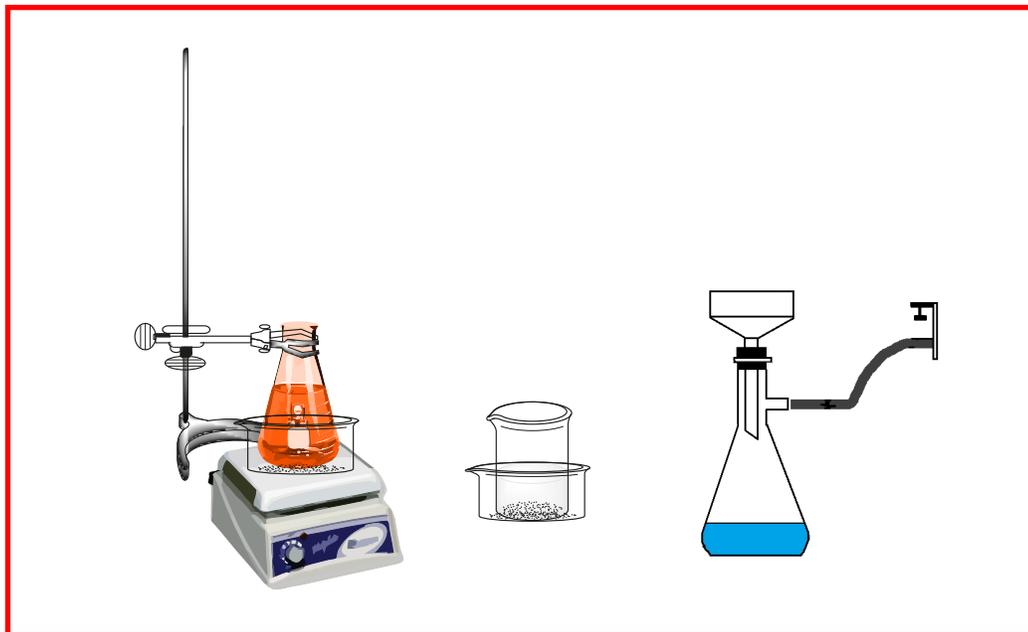
Vogel, A. I., (1989) *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Longman Scientific and Technical, London, 1989.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Etapa 2. Síntesis de bencilo

Resumen gráfico

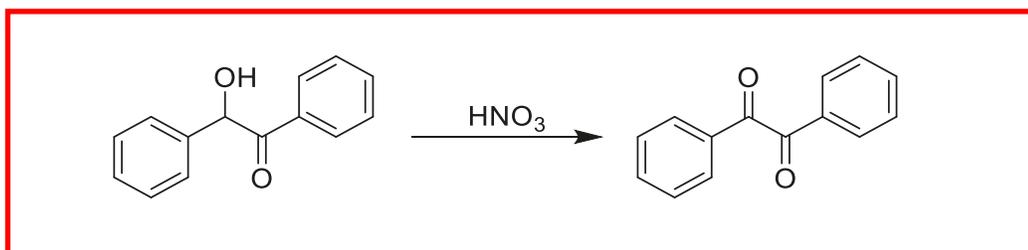


Investigación previa

- Oxidación
- α -Hidroxicetonas
- Diketonas
- α -Diketonas aromáticas

Objetivo

- Oxidación de un grupo hidroxilo de un carbono secundario perteneciente a la benzoina para obtenerse el bencilo (α -dicetona aromática).



Material	Reactivos
Matraz Erlenmeyer de 250 mL	Benzoína
Soporte universal	Ácido nítrico
Parrilla eléctrica con agitación	Etanol
Barra magnética	Agua destilada
Pinzas de tres dedos con nuez)	Hielo
Pipeta graduada de 10 mL	
Cristalizador	
Vaso de precipitados de 50 mL	
Matraz Kitazato 500 mL	
Embudo Büchner	
Espátula	
Propipeta	
Papel filtro	
Piseta con agua	

Metodología

Etapa 1

Colocar en un matraz Erlenmeyer de 250 mL 5 g de benzoína y 15 mL de ácido nítrico. Caliente la mezcla en una campana de extracción en baño María con agitación durante 1 hora o hasta que dejen de salir vapores de color café.

Etapa 2

Deje enfriar el matraz y vierta la mezcla de reacción lentamente sobre 100 mL de agua helada contenida en un vaso de precipitados de 250 mL sumergido en un cristalizador con hielo, separar por filtración al vacío el sólido con un embudo Büchner y lavar el precipitado con pequeñas porciones de agua helada, hasta obtener un pH neutro en el agua de filtración. Dejar secar el bencilo sobre papel filtro al aire.

Etapa 3

Una vez que el producto esté seco, pesar para calcular el rendimiento y determinar el punto de fusión en un aparato Fischer-Jones (punto de fusión 95 °C).

NOTA: Conserve el producto en una caja de Petri desechable para desarrollar la tercera etapa de la síntesis del ácido bencílico. Destape la caja de Petri en donde la vaya a guardar con el objetivo de que el producto esté seco para la etapa 3.

Cuestionario

1. Escriba el mecanismo de la reacción de oxidación de la benzoína a bencilo
2. ¿Qué tipos de óxido de nitrógeno se presentan en la reacción?
3. ¿Cuál es la toxicidad de los óxidos de nitrógeno y sus síntomas?

Bibliografía

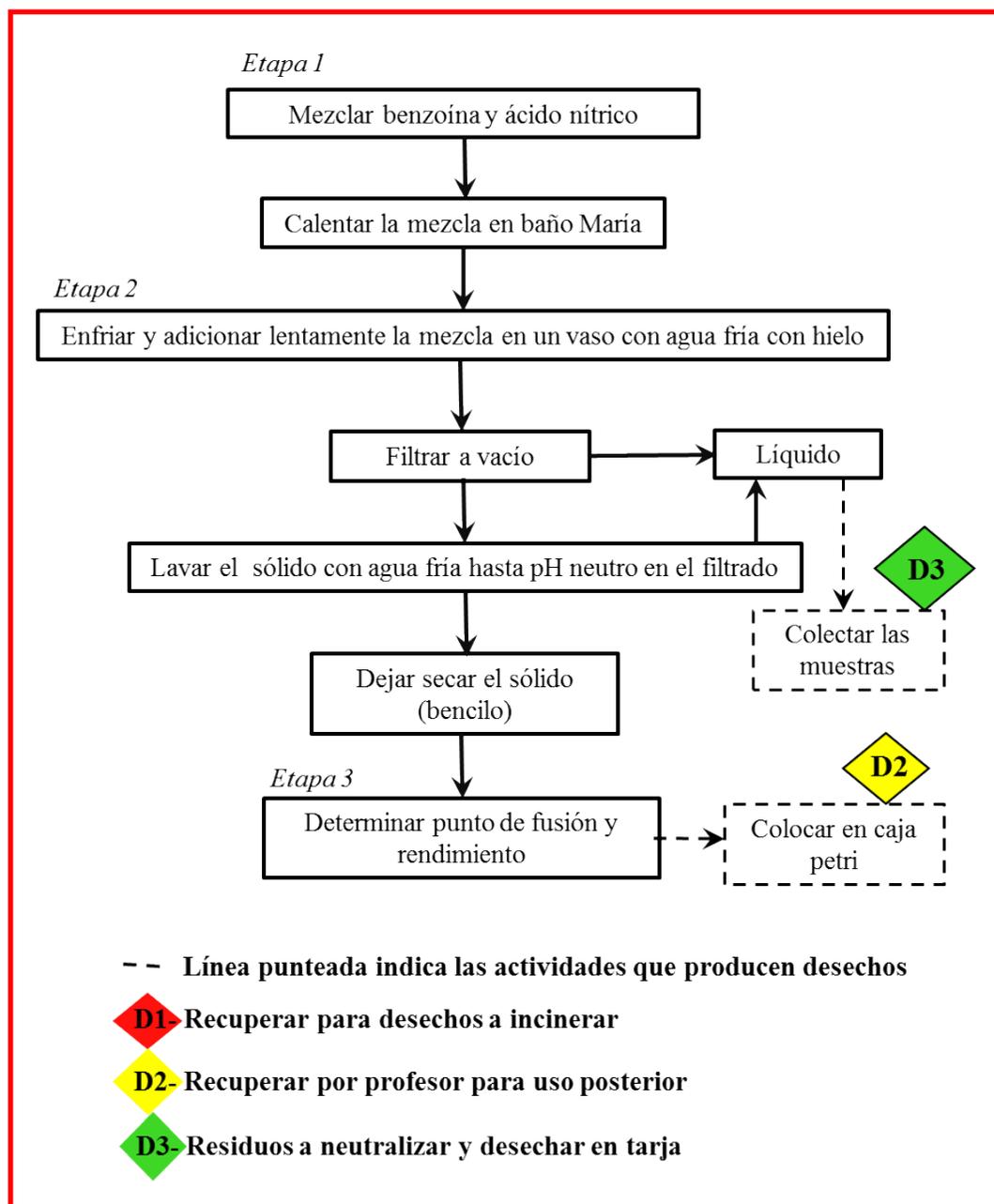
Domínguez, X.A., Domínguez, S. *Química Orgánica Experimental*. Limusa. México, 1982.

Fieser, L. *Experimentos de Química Orgánica*. Reverté. Barcelona, 1967.

Pine, S.H., Hendrickson, J.B., Cram, D.J., Hammond, G.S. *Química Orgánica*. McGraw-Hill 2ª Ed., México, 1988.

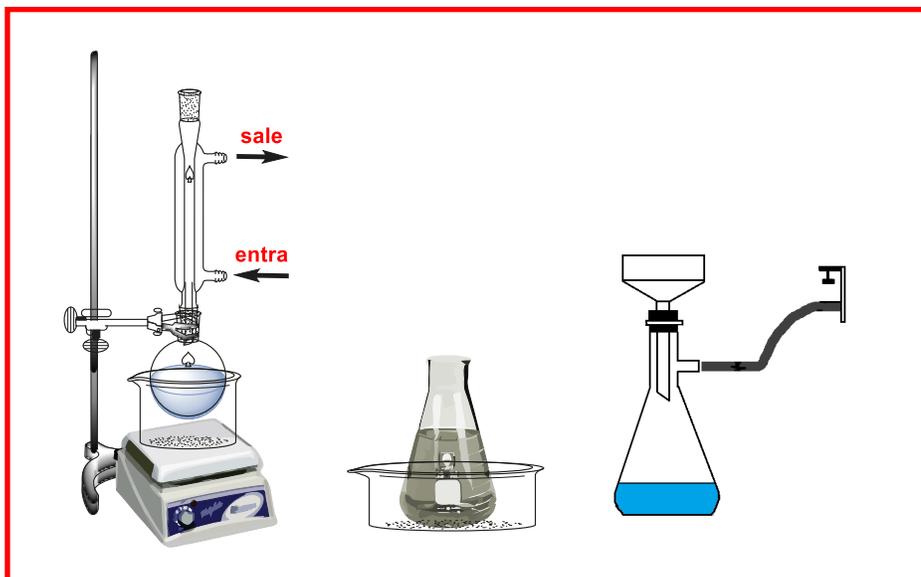
Vogel, A. I., (1989) *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Longman Scientific and Technical, London, 1989.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Etapa 3. Síntesis de ácido bencílico

Resumen gráfico

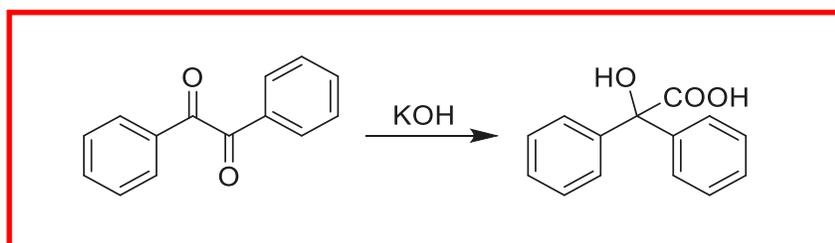


Investigación previa

- 1,2-diarildicetonas
- 1,2-difeniletanodiona
- Ácidos α -hidroxicarboxílicos
- Reagrupamiento molecular
- Migración de un carbanión

Objetivo

- Obtención de un ácido α -hidroxicarboxílico aromático como resultado del reagrupamiento de un grupo fenilo por la acción de una base fuerte.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Bencilo
Soporte universal	Hidróxido de potasio
Parrilla eléctrica con agitación	Ácido clorhídrico
Mantilla de calentamiento	Etol
Barra magnética	Agua destilada
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Hielo
Pipeta graduada de 10 mL (2)	
Cristalizador	
Matraz Kitazato 500 mL	
Embudo Büchner	
Espátula	
Propipeta	
Papel filtro	
Piseta con agua	

Metodología

Etapa 1

En un matraz redondo de 250 mL agregue la barra magnética, 2.5 g de hidróxido de potasio, 5 mL de agua destilada y 7.5 mL de etanol, cuando el sólido se haya disuelto, adicione 2.5 g de bencilo, caliente a reflujo durante 30 minutos con agitación constante.

Etapa 2.1 (opcional)

Si al terminar el reflujo, en el matraz redondo hay un sólido. Filtre el contenido del matraz utilizando un embudo Büchner con vacío. Disuelva el residuo que quedó en el embudo Büchner en un vaso de precipitados de 250 mL con 50 mL de agua fría, adicione ácido clorhídrico con agitación hasta pH ácido (vire del papel indicador a rojo) y filtre el precipitado de ácido bencílico utilizando vacío; lave éste completamente con agua fría (para remover el cloruro).

Etapa 2.2 (opcional)

Si al terminar el reflujo, en el matraz redondo no hubo sólido. Pase la mezcla de reacción a un vaso de precipitados de 250 mL y gradualmente acidifique la mezcla de reacción con ácido clorhídrico concentrado hasta pH ácido, verifique con papel indicador. Filtre el precipitado de ácido bencílico utilizando vacío; lave éste completamente con agua fría (para remover el cloruro). Determinar en un aparato Fischer-Jones el punto de fusión del ácido bencílico (punto de fusión teórico 150-152 °C) y el rendimiento

NOTA: Guarde el producto en una caja de Petri desechable y entregue el ácido bencílico al Profesor(a) para que lo deposite en un lugar seguro y no contamine.

Cuestionario

1. Escriba el orden óptimo migratorio en una transposición de los siguientes átomos o grupos: H-, -CH₃, CH₃-CH₂-, CH₃CO- y C₆H₅-
2. Escriba el mecanismo de la reacción para la obtención del ácido bencílico a partir de bencilo

Bibliografía

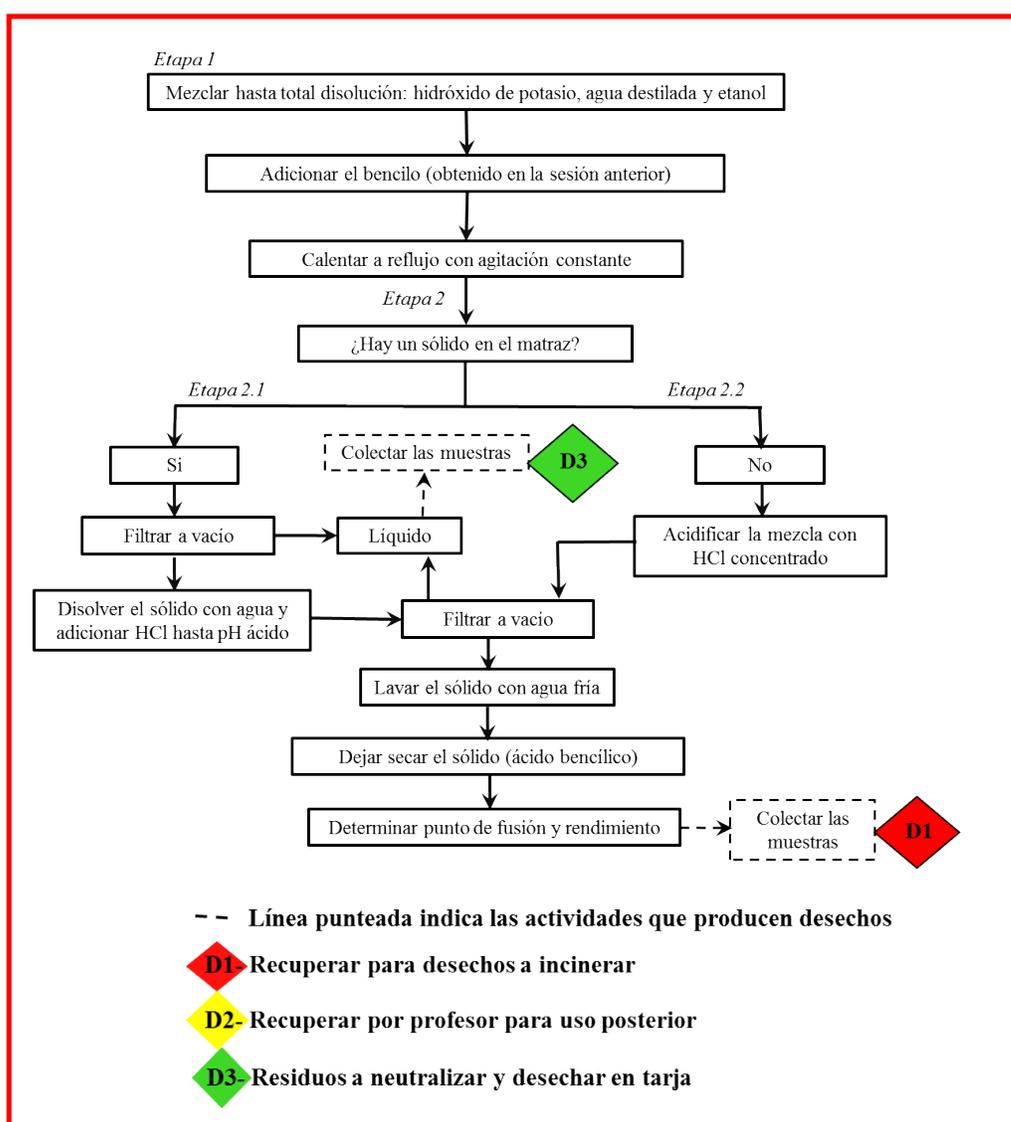
Domínguez, X.A., Domínguez, S. *Química Orgánica Experimental*. Limusa. México, 1982.

Fieser, L. *Experimentos de Química Orgánica*. Reverté. Barcelona, 1967.

Pine, S.H., Hendrickson, J.B., Cram, D.J., Hammond, G.S. *Química Orgánica*. McGraw-Hill 2ª Ed., México, 1988.

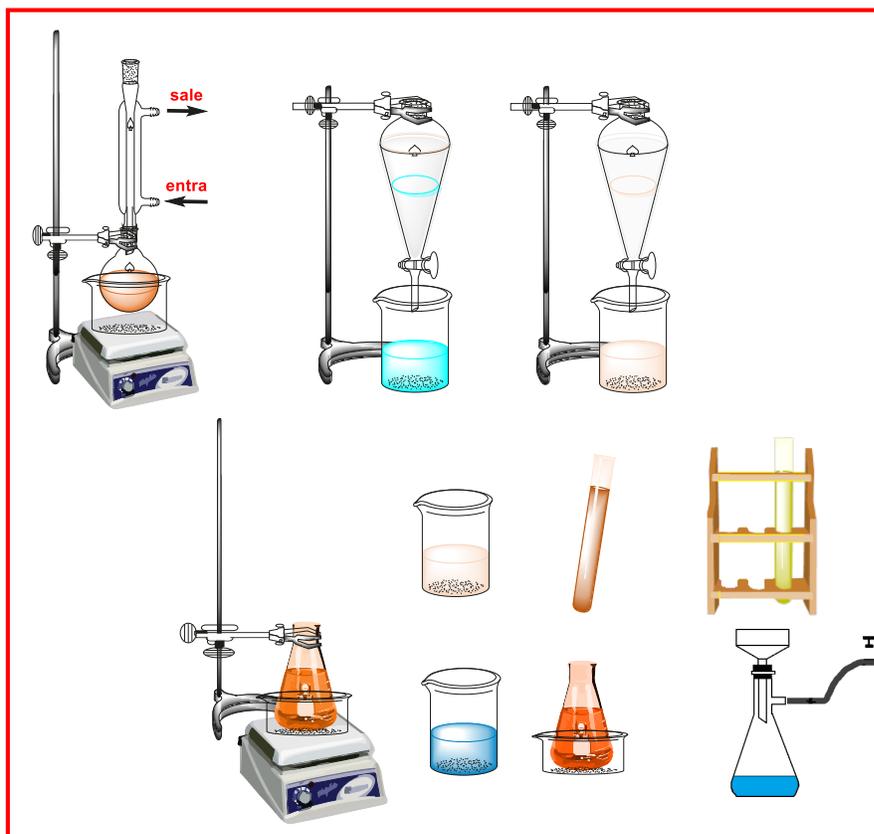
Vogel, A. I., (1989) *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Longman Scientific and Technical, London, 1989.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 7.2 Reacción de Cannizzaro: obtención de alcohol bencílico y ácido benzoico

Resumen gráfico



Investigación previa

- Reacción de Cannizzaro
- Dismutación de un aldehído sin hidrógeno en α
- Reacción de desproporción
- Transferencia de un ion hidruro H

Objetivo

- Obtención de alcohol bencílico y del ácido benzoico.
- 1) Dos moléculas de benzaldehído al exponerse a la acción de la solución de hidróxido de potasio concentrado sufren una desproporción para dar una mezcla de un alcohol y la sal de un ácido carboxílico, la sal en medio ácido regenera el ácido carboxílico.

Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Benzaldehído
Soporte universal	Hidróxido de potasio
Anillo metálico	Ácido clorhídrico
Mantilla eléctrica con agitación	Éter
Barra magnética	Sulfato de sodio anhidro
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Agua destilada
Pipeta graduada de 10 mL	Hielo
Cristalizador	
Matraz Kitazato 500 mL	
Embudo Büchner	
Espátula	
Propipeta	
Papel filtro	
Piseta con agua	

Metodología

Etapa 1

En un matraz de bola de 50 mL disuelva 3 g de hidróxido de potasio en 15 mL de agua. A esta solución básica adicione 5 mL de benzaldehído y caliente a reflujo durante 45 min. Después, enfríe el matraz con la mezcla de reacción a temperatura ambiente, después al chorro de agua y, si es necesario, adicione suficiente agua para disolver algún precipitado de benzoato de potasio que se haya quedado en el matraz.

Etapa 2

Vierta la mezcla en un embudo de separación, lave el matraz con 5 mL de éter y adicione éste al embudo de separación. Agite el embudo para asegurar una extracción eficiente del alcohol bencílico por el éter. Deje reposar el embudo de adición 5 minutos y separe la fase acuosa (inferior) en un vaso de precipitados, y la fase etérea (superior) en otro vaso de precipitados; regrese la fase acuosa al embudo de separación y vuelva a extraerla con otros 5 mL de éter, repita la operación de separación de las dos fases y combine los dos extractos etéreos (que contiene el alcohol bencílico). Guarde la solución acuosa para la separación del ácido benzoico.

Etapa 3

Obtención del alcohol bencílico (fase etérea). Trate los extractos etéreos combinados de la siguiente manera: Reúna la fase etérea y colóquela en un vaso de precipitados limpio y seco de 50 mL, agregue 2 g de sulfato de sodio anhidro, agite y deje reposar 5 minutos, después decante la fase etérea en un vaso de precipitados de 50 mL. Remueva el éter por evaporación con baño María (tener precaución con éste procedimiento, pues el éter puede explotar con cualquier flama). Mida el volumen del alcohol bencílico obtenido para calcular el rendimiento.

Etapa 4

Obtención del ácido benzoico (fase acuosa). En un cristizador con hielo coloque un vaso de precipitados de 250 mL que contenga una mezcla de 50 mL de ácido clorhídrico concentrado y 100 mL de agua fría, adicione la solución acuosa (fase inferior en el embudo de separación), terminada la adición continúe la agitación, verifique que el pH de la fase acuosa sea ácido con papel indicador. Filtre el precipitado en un embudo Büchner con vacío lavando con un agua fría. Pese el ácido benzoico obtenido cuando este seco para obtener el rendimiento.

NOTA: Guarde el ácido benzoico en una caja de Petri desechable y después de calcular el rendimiento y determinar el punto de fusión (122 °C) en un aparato Fischer-Jones entregue el ácido benzoico al Profesor(a) para que lo deposite en un lugar seguro y no contamine. El alcohol bencílico deposítelo en un frasco o garrafón destinado ubicado en el Laboratorio para guardar desechos líquidos.

Cuestionario

1. Escriba el mecanismo de la reacción de Cannizzaro con benzaldehído.
2. ¿Cuál compuesto se oxida y cual compuesto se reduce en la reacción?
3. Mediante reacciones, escriba una reacción de Cannizzaro cruzada entre dos aldehídos diferentes.
4. Defina condensación aldólica. Escriba un ejemplo mediante una reacción.
5. ¿Qué objeto tiene agregar ácido clorhídrico a la solución acuosa obtenida en la práctica?
6. ¿Qué aplicaciones tienen los productos obtenidos?

Bibliografía

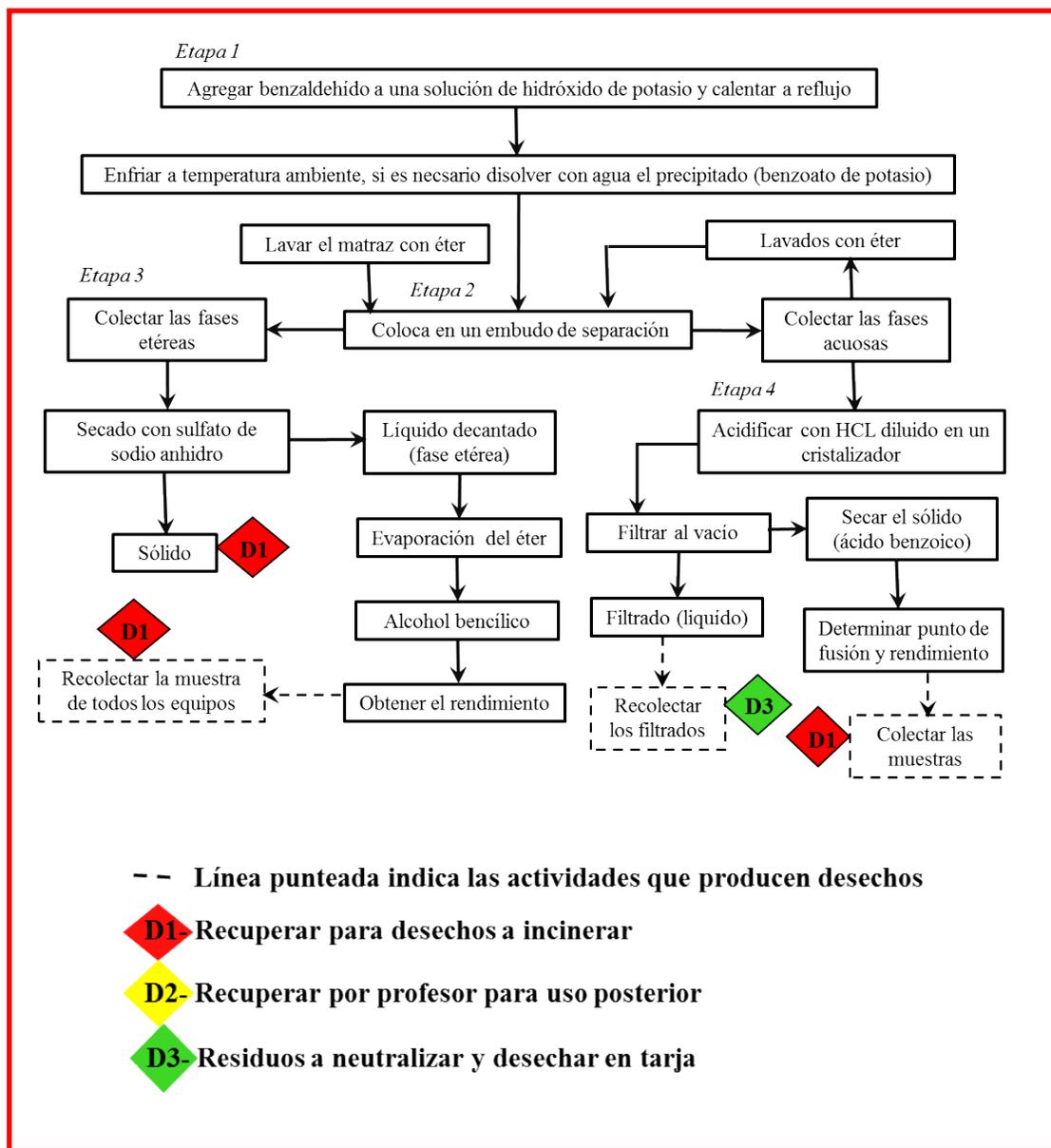
Brewster, R.Q. **Curso Práctico de Química Orgánica**, Editorial Alhambra, Madrid, 1970.

Cruz-Sosa, F., López y Celis, I., Haro-Castellanos, J.A., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp., 87. México, 2012.

Domínguez, X.A., Domínguez, S. *Química Orgánica Experimental*. Limusa. México, 1982.

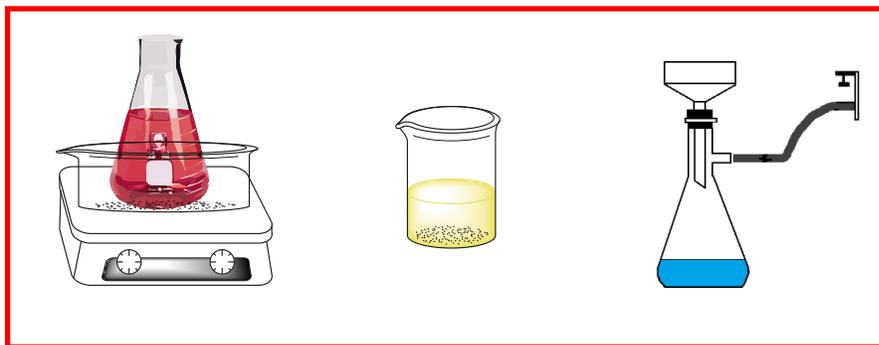
Vogel, A. I., (1989) *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Longman Scientific and Technical, London, 1989.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 7.3 Condensación de Claisen-Schmidt: Obtención de dibenzalacetona

Resumen gráfico

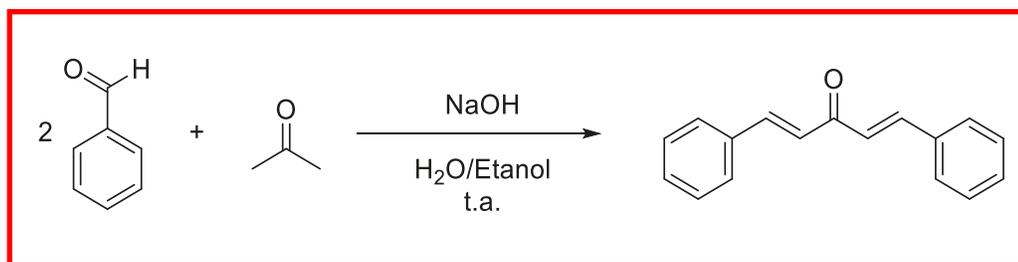


Investigación previa

- Reacciones de aldehídos y cetonas.
- Condensación aldólica y otros ejemplos de condensación de Claisen.
- Compuestos carbonílicos enolizables y no enolizables.
- Usos de la dibenzalacetona.

Objetivo

- Obtener un producto de uso comercial por condensación aldólica mixta.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Benzaldehído
Soporte universal	Hidróxido de sodio
Parrilla eléctrica con agitación	Acetona
Cristalizador	Etanol
Barra magnética	Agua destilada
Pinza de tres dedos con nuez	Hielo
Pipeta graduada de 5 mL	
Probeta graduada de 25 mL	
Termómetro	
Vaso de precipitados de 250 mL	
Matraz Erlenmeyer 125 mL	
Matraz Kitazato 500 mL	
Embudo Büchner	
Microspátula	
Propipeta	
Papel filtro	
Piseta con agua	
Pipeta pasteur con bulbo	

Metodología

Etapa 1

En un matraz Erlenmeyer de 125 mL se colocan 1.25 g de hidróxido de sodio, 12.5 mL de agua y 10 mL de etanol. Posteriormente se agrega, poco a poco y agitando 1.25 mL de benzaldehído y 0.5 mL de acetona. Se mantiene la agitación por 30 minutos, cuidando de mantener la temperatura entre 20 y 25 °C con un baño de agua. El precipitado que se forma se filtra a vacío, haciendo 3 lavados con agua fría (5 mL c/u).

Etapa 2

Posteriormente, se recristaliza de etanol.

NOTA 1: Si al recristalizar la solución se torna de un color rojizo, es posible que se encuentre aún alcalina, por lo que será necesario neutralizar la solución con una mezcla HCl:H₂O (1:1). Medir punto de fusión.

NOTA 2: Todos los residuos líquidos deberán ser tratados y NUNCA desechados a la tarja directamente. Los desechos acuosos deben ser neutralizados antes de desecharlos.

Cuestionario

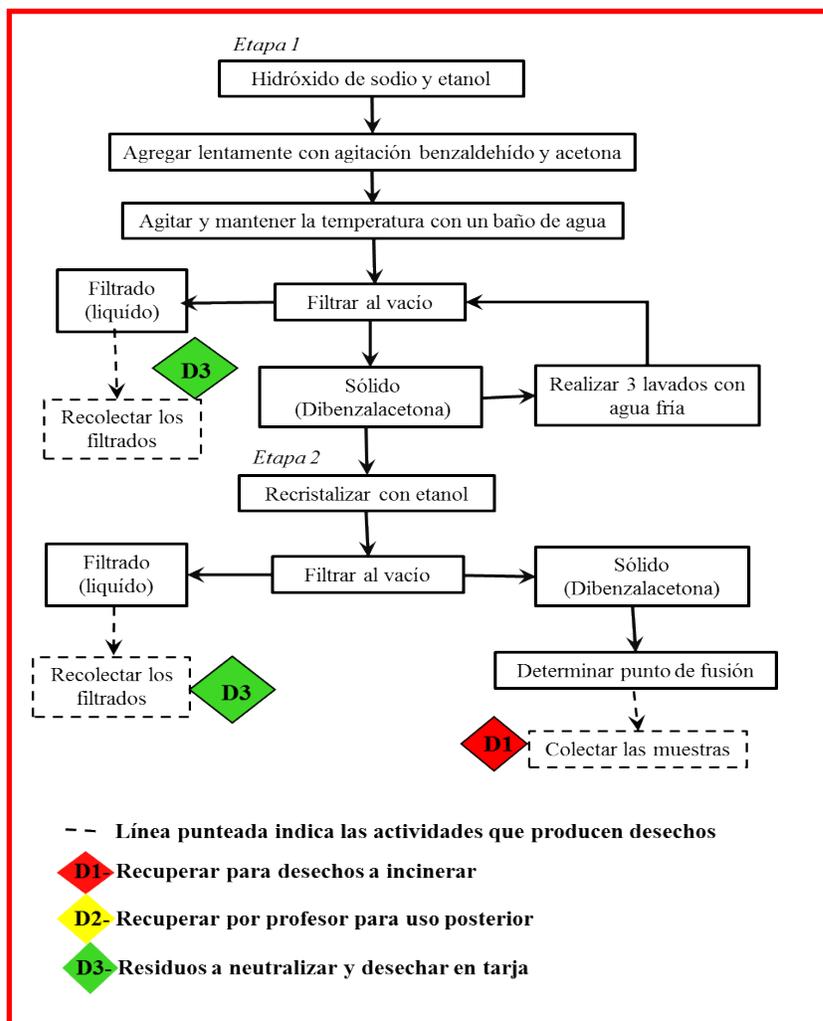
1. El orden de los factores sí altera el producto. ¿Por qué se debe de adicionar primero el benzaldehído y después la acetona a la mezcla de reacción?
2. Explica la razón por la que únicamente se obtiene un solo producto y no una mezcla.
3. ¿Qué es la crotonización? Explica este procedimiento haciendo el mecanismo de la reacción.
4. ¿Por qué es importante que la solución no esté alcalina al recrystalizar?

Bibliografía

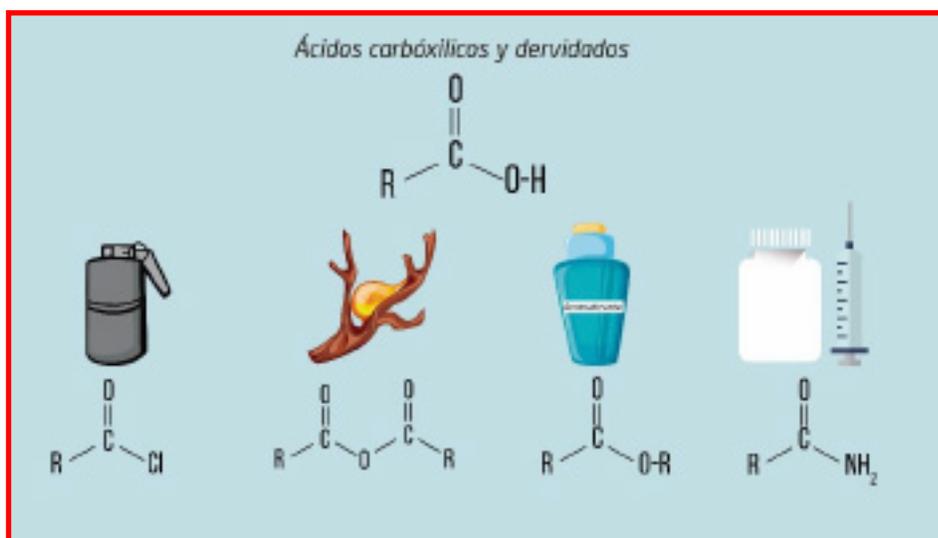
Bruice Yurkanis, P. *Química Orgánica*. Pearson Educación 5ª Ed., México, 2008.

Manual de Experimentos de Química Orgánica II, Facultad de Química, UNAM., pp. 109-113. México, 1992. NOTA: esta práctica ha sido tomada y modificada del presente Manual.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)

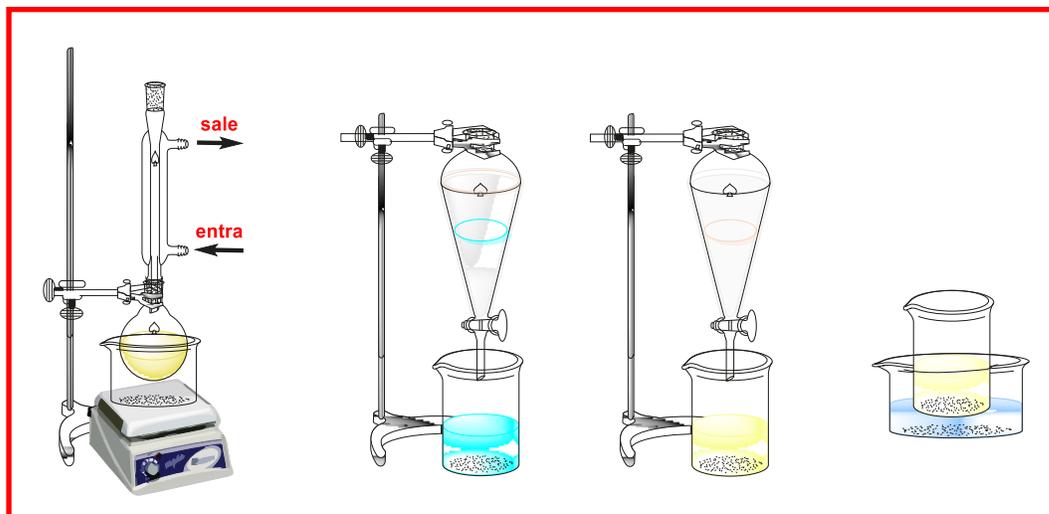


Capítulo 8. Ácidos carboxílicos y derivados



Práctica 8.1 Esterificación de Fischer

Resumen gráfico

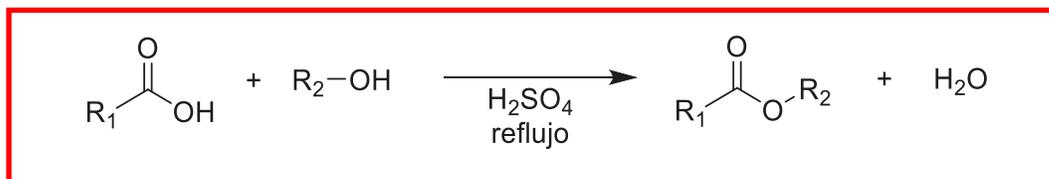


Investigación previa

- Ésteres
- Derivados de ácidos carboxílicos
- Esterificación de Fischer
- Equilibrio de reacción, principio de Le Chatelier
- Catálisis con ácidos minerales
- Aromas, aditivos

Objetivo

- Sintetizar un éster mediante la reacción de condensación de un ácido carboxílico con un alcohol en medio ácido.
- 1) Por ejemplo, la obtención del acetato de isoamilo (conocido como aceite de pera o aceite de plátano).



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Ácido acético
Soporte universal (2)	Ácido fórmico
Mantilla eléctrica con agitación	Ácido propiónico
Barra magnética	Alcohol etílico
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Alcohol etílico absoluto
Pipeta graduada de 10 mL	Alcohol butílico
Probeta graduada de 50 mL	Alcohol isoamílico
Vaso de precipitado de 100 mL (3)	Ácido sulfúrico concentrado
Espátula	Cloruro de sodio solución saturada
Propipeta	Bicarbonato de sodio al 10%
Papel filtro	Sulfato de sodio anhidro
Papel indicador de pH	Agua destilada
Piseta con agua	Hielo
Anillo metálico	
Cristalizador	
Vidrio de reloj	
Termómetro	
Cristalizador	
Embudo de vidrio	

Metodología

Etapa 1

En un matraz esférico de 50 mL añadir el alcohol (6 mL), el ácido carboxílico (9 mL) y la barra de agitación. A cada equipo, el profesor(a) indicará al inicio de la práctica qué mezcla (ácido carboxílico y alcohol) le corresponde. Posteriormente, añadir cuidadosamente 1.5 mL de ácido sulfúrico concentrado, vertiendo cuidadosamente por las paredes del matraz. Adaptar al matraz un refrigerante en posición vertical, de manera que se dé un reflujo del vapor que vaya condensando. Agitar la mezcla de reacción y cuidar que la ebullición sea suave.

Etapa 2

Mantener la mezcla a reflujo por 45 minutos (contados desde que comienza la ebullición), dejar enfriar a temperatura ambiente y añadir 10 mL de agua destilada. Separar las fases formadas en el embudo de separación (acuosa y orgánica); separe la fase acuosa inferior y lave la fase orgánica superior con una porción de 10 mL de la solución salina saturada y luego con dos porciones de la solución de bicarbonato de sodio al 10% (10 mL c/u); se hace un último lavado con agua destilada (10 mL) o hasta que el pH sea neutro. La fase acuosa se desecha (Ver nota).

NOTA 1: Neutralizar los desechos acuosos antes de tirarlos a la tarja.

Etapa 3

Separar la fase orgánica, verter en un vaso de precipitados, secar con sulfato de sodio anhidro (lo necesario hasta obtener un líquido transparente), posteriormente decantar en un vaso de precipitados para determinar el volumen obtenido y calcular el rendimiento. Si el profesor (a) lo cree pertinente, el producto se puede purificar por destilación.

NOTA 2: Con cuidado, compara el olor de tu producto con los reactivos iniciales. También puedes checar los productos de otros equipos. ¿A qué te recuerda el aroma de tu producto? ¿Y los de los otros equipos?

Cuestionario

1. ¿Qué papel juega el ácido en esta reacción? Explícalo dibujando el mecanismo de reacción.
2. Explica detalladamente cada uno de los pasos que se deben de seguir cuando se termina la reacción. Es decir, para qué se hacen los lavados, la adición de agua y diversas sales, etc.
3. Describe otros métodos para preparar ésteres. (al menos 3)
4. Bajo las condiciones de reacción que utilizaste no es posible alcanzar un rendimiento completo, ¿por qué no es posible? ¿Qué sería necesario hacer para lograr mejorar el rendimiento?
5. Enumera las aplicaciones de los ésteres producidos en la práctica.
6. ¿Qué significa que un aditivo alimentario tenga la calificación GRAS?

Bibliografía

Armarego W.L.F., Lin Chai, C.L. *Purification of Laboratory Chemicals*. 5th Ed., Elsevier Science, USA, 2003.

Bruice Yurkanis, P. *Química Orgánica. Pearson Educación* 5^a Ed., México, 2008.

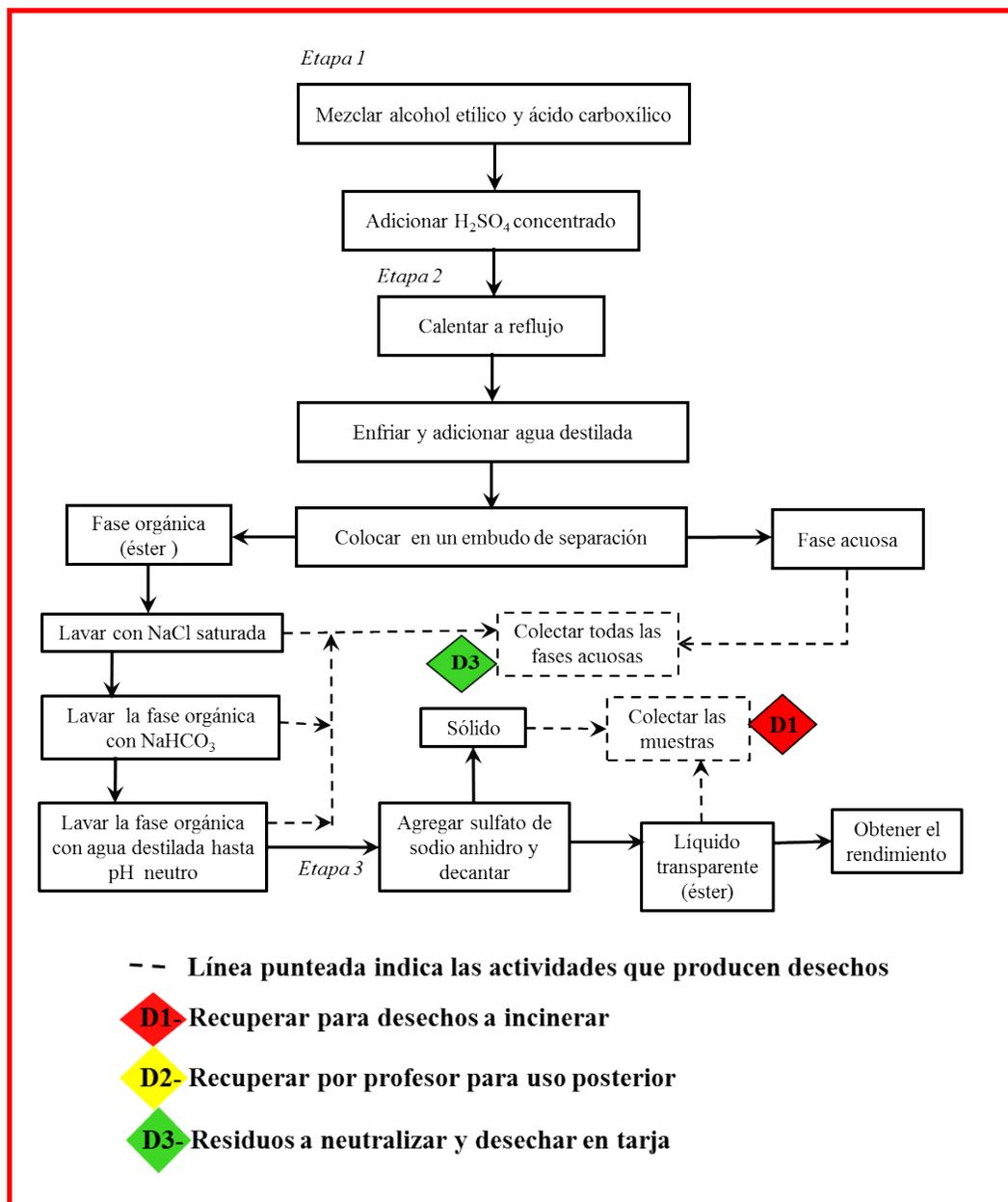
Cruz-Sosa, F., J.A., López y Célis, Haro-Castellanos, I., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 94, México, 2012.

McMurry, J. *Química Orgánica*. 6^a Ed., Thomson Paraninfo., pp. 344-345, México, 2008.

Olguin, S. *Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 60. México, 1996.

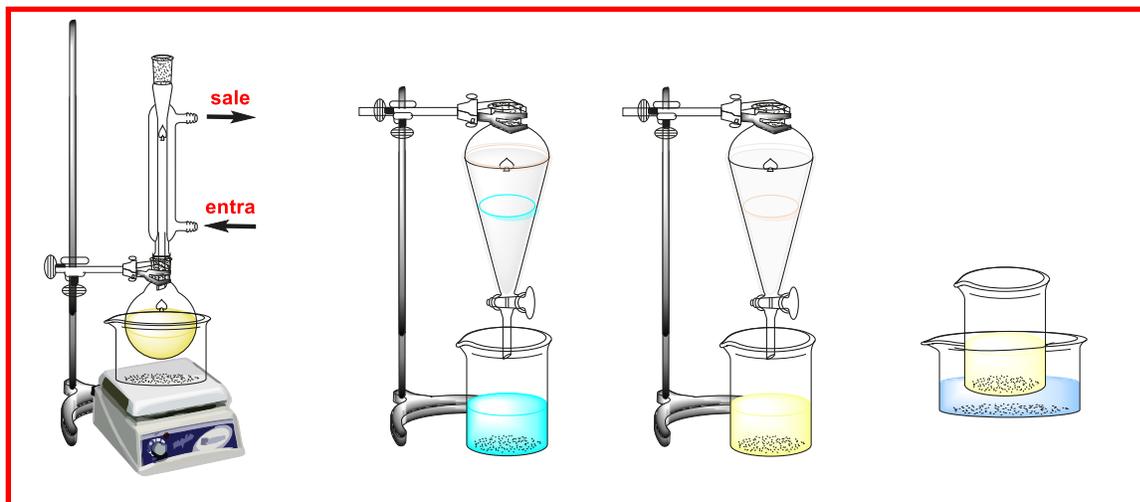
Wade, L.G. *Química Orgánica*. Volumen 1 y 2. 7^a Ed., Pearson Educación. México, 2011.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 8.2 Obtención de salicilato de metilo

Resumen gráfico

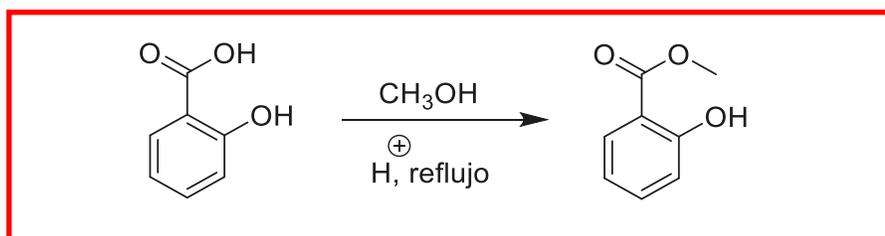


Investigación previa

- Ésteres
- Derivados de ácidos carboxílicos
- Esterificación de Fischer
- Equilibrio de reacción, principio de Le Chatelier
- Catálisis con ácidos minerales
- Compuestos biológicamente activos: medicamentos

Objetivo

- Preparar un éster mediante la reacción de condensación del ácido salicílico y metanol en medio ácido.
- 1) El ácido salicílico contiene un grupo carboxilo y un grupo fenol, ambos grupos funcionales pueden formar ésteres. El carboxilo del ácido salicílico y el hidroxilo del alcohol reaccionan en medio ácido para dar un éster.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Ácido salicílico
Soporte universal	Ácido sulfúrico concentrado
Parrilla eléctrica con agitación	Metanol
Mantilla de calentamiento	Bicarbonato de sodio al 10%
Barra magnética	Sulfato de sodio anhidro
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Agua destilada
Pipeta graduada de 10 mL (2)	Hielo
Probeta graduada de 50 mL	
Embudo de separación de 250 mL	
Vaso de precipitado de 100 mL (3)	
Espátula	
Propipeta	
Papel filtro	
Papel indicador de pH	
Piseta con agua	

Metodología

Etapa 1

En un matraz esférico de 100 mL coloque 3 g de ácido salicílico, 9 mL de metanol y la barra de agitación. Posteriormente, añadir cuidadosamente 3 mL de ácido sulfúrico concentrado, resbalándolo por las paredes del matraz. Adaptar al matraz un refrigerante en posición vertical, de manera que se dé un reflujo del vapor que vaya condensando. Agite la mezcla de reacción y cuide que la ebullición sea suave.

Etapa 2

Mantener la mezcla a reflujo por 45 minutos (contados desde que comienza la ebullición), dejar enfriar a temperatura ambiente y añadir 15 mL de agua destilada. Separar las fases formadas en el embudo de separación (acuosa y orgánica); separe la fase acuosa inferior y lave la fase orgánica superior con una porción de 20 mL de la solución salina y luego con dos porciones de la solución de bicarbonato de sodio al 10% (15 mL c/u); se hace un último lavado con agua destilada (10 mL) o hasta que el pH sea neutro. La fase acuosa se desecha (ver nota).

NOTA 1: Debes de neutralizar los desechos acuosos antes de tirarlos a la tarja.

Etapa 3

La fase orgánica se separa, se vierte en un vaso de precipitados, se seca con sulfato de sodio anhidro (lo suficiente hasta que se tenga un líquido transparente), se decanta en un vaso de precipitados limpio y seco y se mide el volumen obtenido para calcular el rendimiento. Si queda tiempo suficiente, el producto se puede purificar por destilación.

NOTA 2: El salicilato de metilo deposítelo en un frasco o garrafón destinado ubicado en el Laboratorio para guardar desechos líquidos.

Cuestionario

1. Investigue el mecanismo de reacción de la práctica.
2. ¿Cuál es el uso industrial del salicilato de metilo? Mencione tres ejemplos.

Bibliografía

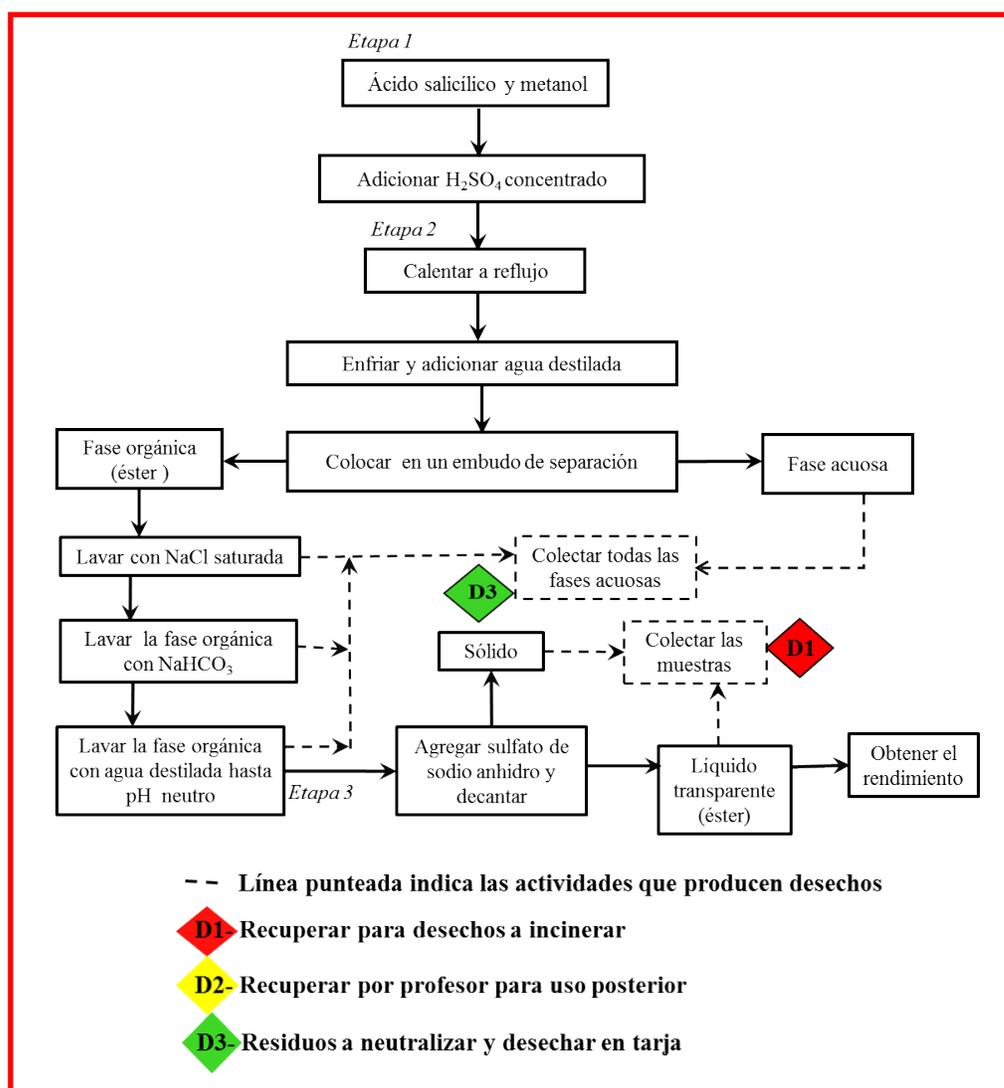
Eaton, David. *Laboratory investigations in organic Chemistry*. McGraw-Hill Book Company. NY, USA, 1989.

Domínguez, X.A. y Domínguez S. *Química Orgánica Experimental*. Limusa. México, 1982.

Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Engel, R.G. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a small-scale approach*. Thomson Learning, Inc., Brooks/Cole. 2nd Ed., pp. 353-356. USA, 2005.

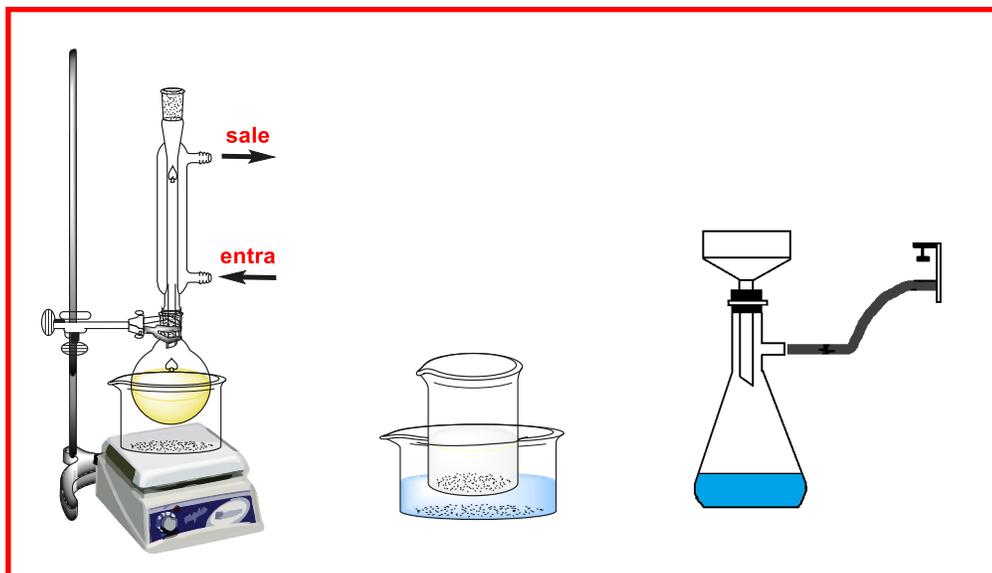
Vogel, A. I. *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Longman Scientific and Technical, London, 1989.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 8.3 Obtención de ácido acetilsalicílico (aspirina^{MR})

Resumen gráfico

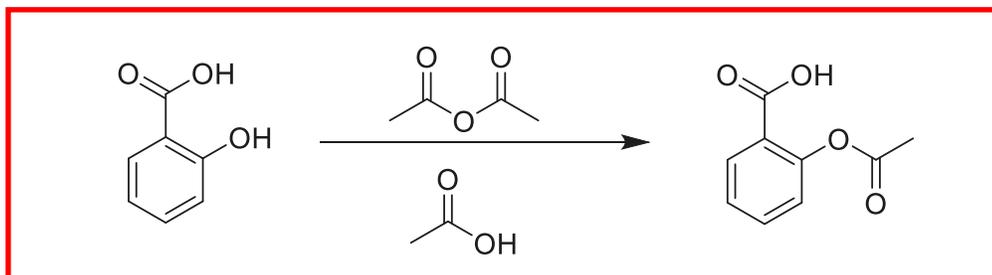


Investigación previa

- Ésteres
- Derivados de ácidos carboxílicos
- Reacción de acetilación
- Ácido acetilsalicílico
- Compuestos biológicamente activos: analgésicos

Objetivo

- Preparar un éster mediante la reacción de condensación del ácido salicílico con anhídrido acético en medio ácido.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Ácido salicílico
Soporte universal	Anhídrido acético
Parrilla eléctrica con agitación	Ácido sulfúrico concentrado
Barra magnética	Solución saturada de bicarbonato de sodio
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Sulfato de sodio anhidro
Pipeta graduada de 10 mL	Agua destilada
Cristalizador	Hielo
Probeta graduada de 50 mL	
Vaso de precipitado de 250 mL (2)	
Vaso de precipitado de 500 mL	
Microespátula	
Embudo Büchner	
Matraz Kitazato de 500 mL	
Propipeta	
Papel filtro	
Papel indicador de pH	
Piseta con agua	

Metodología

Etapa 1

En un matraz esférico de 250 mL coloque 5 g de ácido salicílico, después agregue 10 mL de anhídrido acético y la barra de agitación. Inicie la agitación y posteriormente, añadir cuidadosamente 0.5 mL de ácido sulfúrico concentrado, resbalándolo por las paredes del matraz. Adaptar al matraz un refrigerante en posición vertical y calentar en baño María por debajo del punto de ebullición del agua.

Etapa 2

Mantener la mezcla a reflujo por 15 minutos (contados desde el agua del baño María esté caliente), dejar enfriar a temperatura ambiente y añadir con precaución 5 mL de agua destilada fría destilada fría y después añade 35 mL más. Transfiera la mezcla a un vaso de precipitados de 250 mL y enfríe en un cristalizador con hielo, hasta que precipite un sólido. En caso de que no precipite raspe las paredes del vaso con una microespátula para inducir la precipitación, manteniendo el matraz sumergido en el baño de hielo.

Etapa 3

A la suspensión anterior, manteniendo la agitación magnética, agregue poco a poco 50 mL de una solución acuosa saturada de bicarbonato de sodio (con cuidado para que la espuma no se derrame) y continúe la agitación hasta que termine la formación de burbujas (que indica la formación de la sal del ácido). Filtre la solución con vacío, deseche el sólido en caso de haberse formado y coloque el filtrado acuoso en un vaso de precipitados, agregue gota a gota ácido clorhídrico concentrado hasta pH ácido, enfríe con hielo la suspensión obtenida hasta la formación de un precipitado, filtre con vacío y lave con agua destilada fría hasta pH neutro.

NOTA: Guarde el producto en una caja de Petri desechable y después de calcular el rendimiento y determinar el punto de fusión (138 °C) en un aparato Fischer-Jones. Por decisión del equipo se pueden quedar con la aspirina o entregarlo al Profesor(a) para que lo deposite en un lugar seguro y no contamine.

Cuestionario

- 1.Cuál es el propósito de tratar el ácido acetilsalicílico formado con la solución acuosa saturada de bicarbonato de sodio
- 2.Cuál es la función de un catalizador
3. Describa otro método de esterificación de fenoles.
4. Cuáles son los usos y aplicaciones del producto obtenido

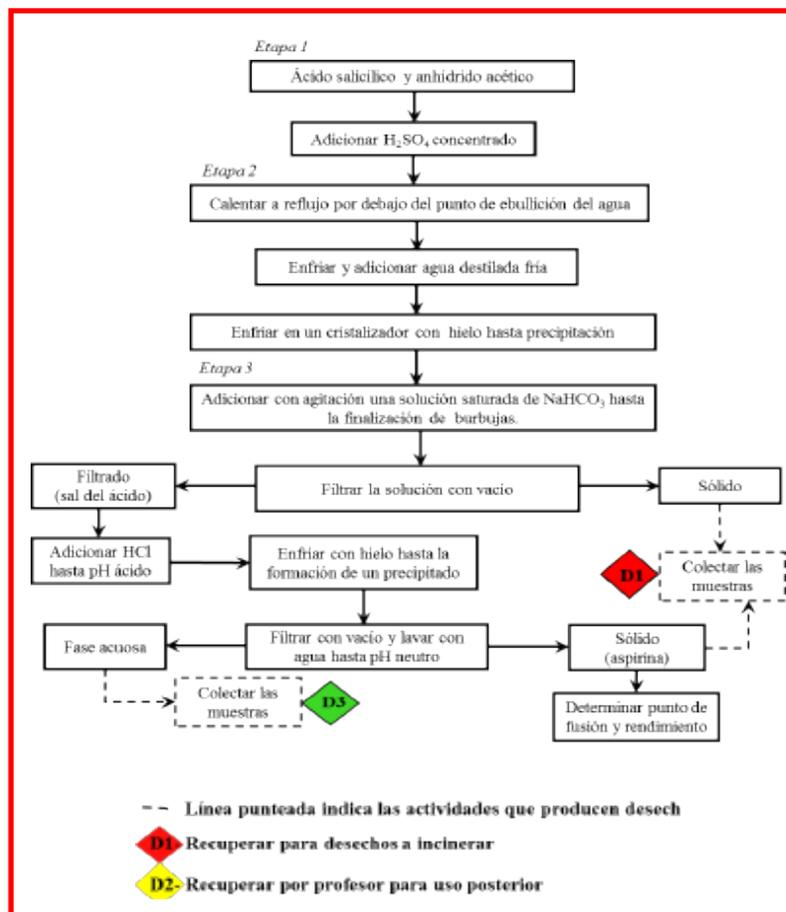
Bibliografía

Brewster, R.Q. *Curso Práctico de Química Orgánica*, Editorial Alhambra, Madrid, 1970.

Cruz-Sosa, F., López y Célis, I., Haro-Castellanos, J.A., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica II*. UAM-Iztapalapa pp., 87. México, 2012.

Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Engel, R.G. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a small-scale approach*. Thomson Learning, Inc., Brooks/Cole. 2nd Ed., USA, 2005.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 8.4 Saponificación: preparación de jabón

Resumen gráfico

Investigación previa

- Derivados de ácidos carboxílicos
- Aceites y grasas
- Sales de ácidos carboxílicos
- Reacción de saponificación, hidrólisis alcalina
- Formación de micelas, moléculas anfipáticas
- Jabón

Objetivo

- Obtener jabón mediante la reacción de saponificación de una grasa en medio básico.

Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Grasa vegetal o animal
Soporte universal	Hidróxido de potasio Etanol
Parrilla eléctrica con agitación	Cloruro de sodio solución saturada
Barra magnética	Agua destilada
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Hielo
Pipeta graduada de 10 mL	Gasa
Cristalizador (2)	
Probeta graduada de 1000 mL	
Matraz Erlenmeyer de 500 mL	
Espátula	
Vaso de precipitados de 1 L	
Vidrio de reloj	
3 tubos de ensaye	
Propipeta	
Papel filtro	
Papel indicador de pH	
Piseta con agua	

Metodología

Etapa 1

En un matraz esférico de 250 mL coloque 5 g de grasa vegetal y la barra de agitación. Agregue 50 mL de una solución etanólica de hidróxido de potasio 1N (KOH 1N = 56 g/L). Adaptar al matraz un refrigerante en posición de reflujo y caliente en baño María durante 45 minutos con agitación. Suspenda el calentamiento y continúe agitando en el agua caliente la mezcla de reacción durante 15 minutos. Enfíe y compruebe que la saponificación está completa disolviendo un poco de jabón formado en 10 mL de agua destilada, no deben observarse gotas de grasa en la parte superior.

Etapa 2

Trasvase la mezcla de reacción a un matraz Erlenmeyer de 500 mL, añada 120 mL de agua destilada y continúe la agitación, luego agregue 50 mL de una solución saturada de cloruro de sodio y siga agitando durante 15 minutos. En seguida vacíe el contenido del matraz Erlenmeyer en un vaso de precipitados de 1000 mL y colóquelo en un baño de hielo, usando el cristizador, agite con una espátula o una varilla de vidrio; si nota que el jabón no precipita añada el volumen necesario de la solución saturada de cloruro de sodio hasta que precipite el jabón.

Etapa 3

Debido a que la filtración por medio del embudo Büchner y el matraz Kitazato es demasiado lenta, se recomienda al equipo colocar el sólido formado en una tela de gasa doblada cuatro veces y exprimir para liberar el agua.

NOTA: Guarde el producto en una caja de Petri desechable y pese el jabón cuando esté seco. Por decisión del equipo se pueden quedar con el jabón o entregarlo al Profesor(a) para que lo deposite en un lugar seguro y no contamine.

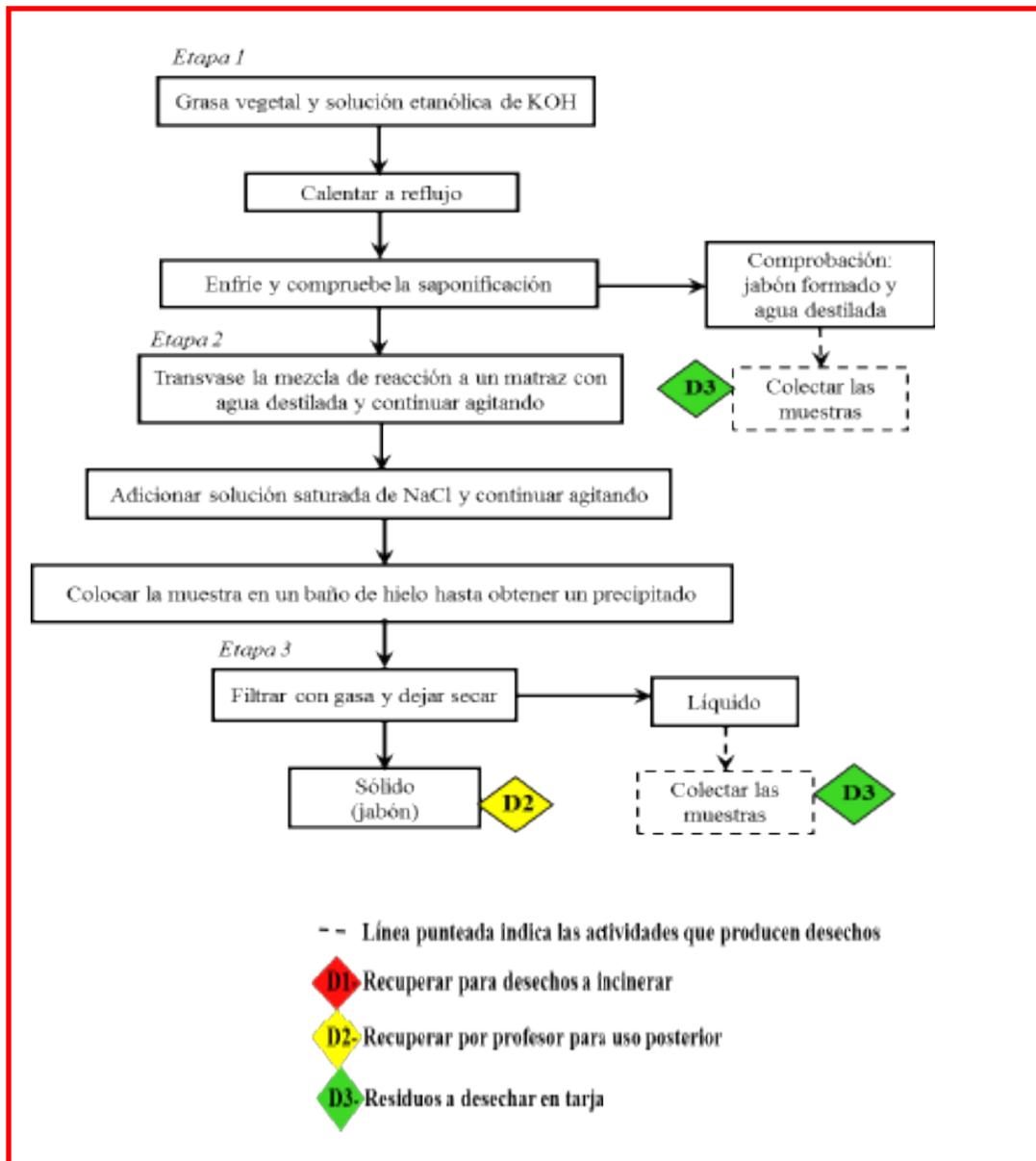
Cuestionario

1. Describa cómo ejerce su acción limpiadora el jabón.
2. ¿Cuál es la razón de agregar la solución jabonosa obtenida con una solución saturada de cloruro de sodio?
3. ¿Qué es un champú? Investigue cuáles son sus principales componentes.
4. ¿Cuál es la diferencia entre el jabón sólido para el baño y el jabón líquido para las manos?

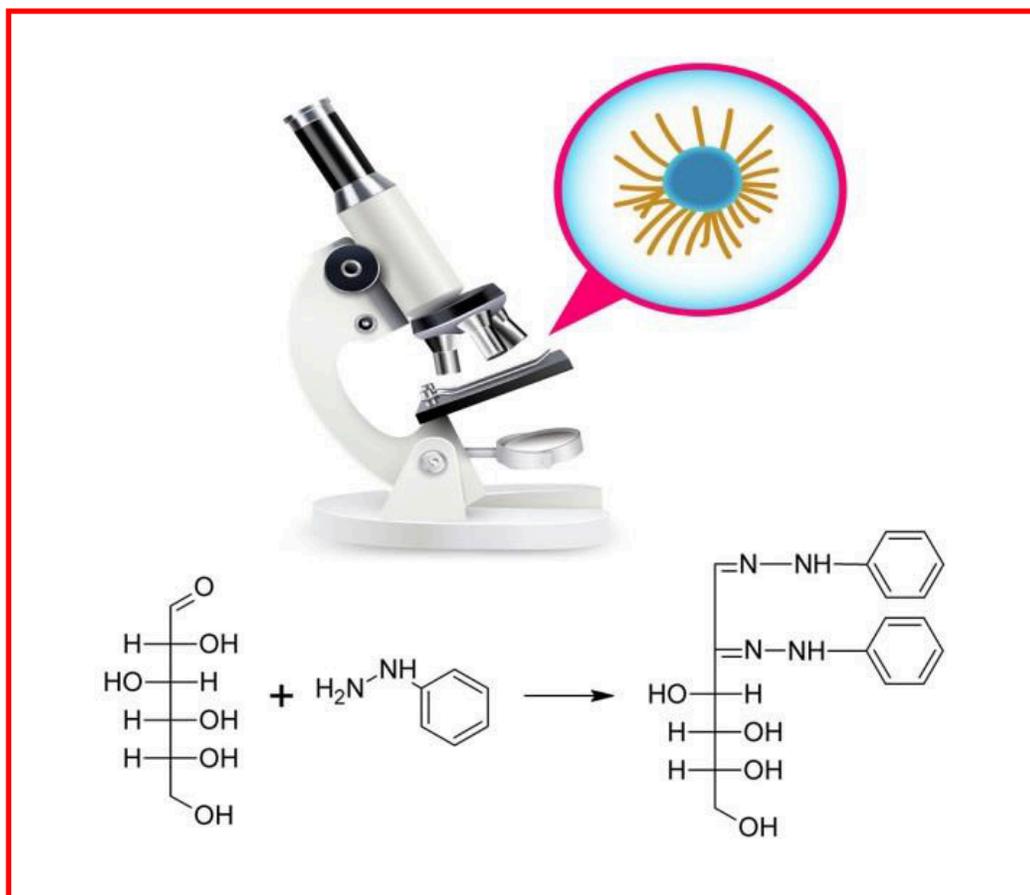
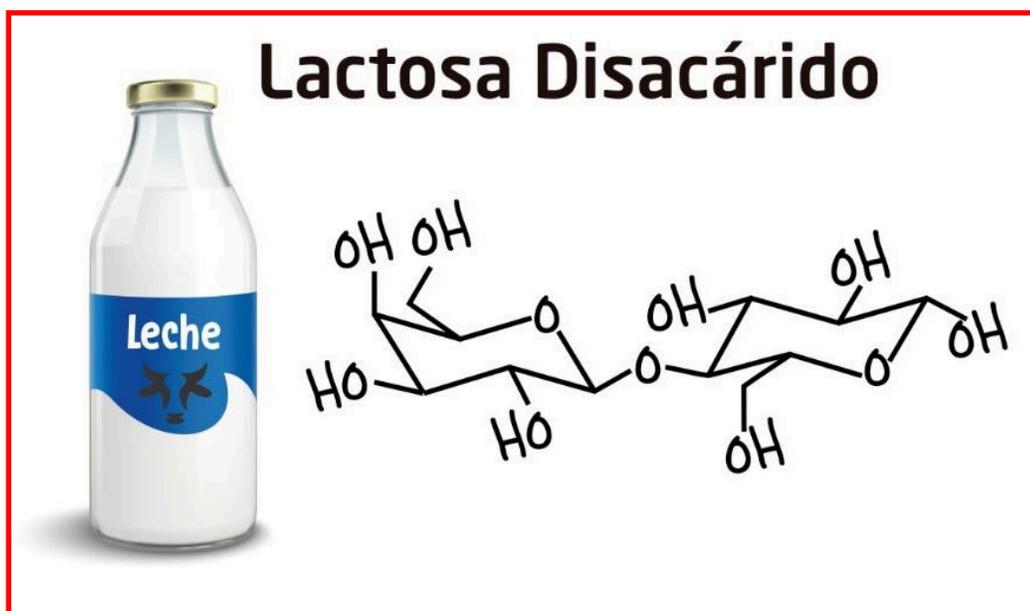
Bibliografía

- Fessenden R.J., Fessenden J.S. *Techniques and Experiments for Organic Chemistry*. Boston: Weber & Schmidt, USA, 1983.
- Fieser, L. *Experimentos de Química Orgánica*. Reverté. Barcelona, 1967.
- Olguín, S. *Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 39-42. México, 1996.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Engel, R.G. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a small-scale approach*. Thomson Learning, Inc., Brooks/Cole. 2nd Ed., USA, 2005.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)

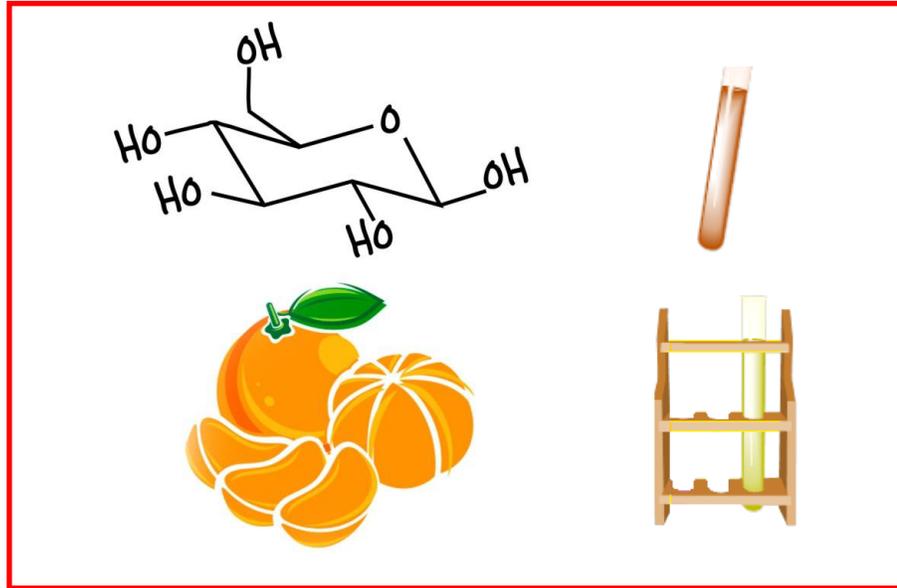


Capítulo 9. Carbohidratos



Práctica 9.1 Análisis de monosacáridos y disacáridos en alimentos

Resumen gráfico

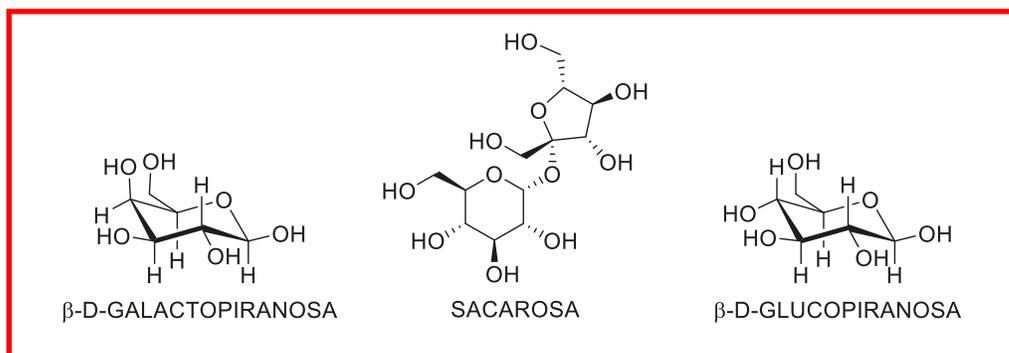


Investigación previa

- Carbohidratos
- Aldosas y cetosas
- Monosacáridos y disacáridos
- Osazonas
- Identificación de azúcares

Objetivo

- Realizar pruebas fitoquímicas que permitan demostrar la presencia de algunos monosacáridos y disacáridos en diferentes productos de origen natural, mediante la comparación con estándares



Material	Reactivos
Parrilla eléctrica con agitación	Reactivo de Fehling
Embudo de filtración tallo corto	Reactivo Benedict
Matraz Erlenmeyer de 25 mL (2)	Fenilhidrazina y ácido acético glacial o
Mortero con pistilo	Clorhidrato de fenilhidrazina y acetato de
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	sodio
Pipeta graduada de 1 mL	Carbón activado (si fuera necesario)
Pipeta graduada de 2 mL	Ácido clorhídrico
Pipeta graduada de 5 mL	Glucosa
Probeta 25 mL	Fructosa
Cristalizador	Mandarina
Gradilla para tubos de ensayo	Leche
Tubos de ensayo (6)	Agua destilada
Papel de filtro	

Metodología

Etapa 1

- a) Preparación del reactivo de Fehling (Licor de Fehling)

Solución A: Disuelva 1.75 g de sulfato cúprico (cristales pequeños, cuidadosamente seleccionados que no presenten señales de fluorescencia o de humedad adherida), en agua y afore a un volumen de 50 mL.

Solución B: Prepare 50 mL de una solución de hidróxido de sodio al 5%, y después añada 7.5 g de tartrato de sodio y potasio cristalizado.

NOTA: Almacene por separado las soluciones en recipientes pequeños bien cerrados (resistente a los álcalis para la solución). Mezcle volúmenes iguales de las soluciones A y B, al momento de su uso.

- b) Preparación del reactivo de fenilhidrazina (fenilhidrazina o clorhidrato de fenilhidrazina)

Mezcle 2 g de fenilhidrazina, 2 mL de ácido acético glacial y 18 mL de agua. Filtre con carbón activado si la solución no está clara.

NOTA: se puede utilizar clorhidrato de fenilhidrazina en lugar de la fenilhidrazina.

Mezcle 2 g de clorhidrato de fenilhidrazina, 3 g de acetato de sodio y 15 mL de agua destilada. Filtre con la ayuda de carbón activado.

Etapa 2

- a) Tubo I Determinación de azúcares reductores

Mezcle 1 mL de solución A y 1 mL de solución B (reactivo de Fehling), adicione 2 o 3 gotas de una solución de glucosa al 10% y caliente a ebullición en baño María durante 8 minutos. Al calentar el tubo, la solución de glucosa y licor de Fehling, que a temperatura ambiente se había mantenido de color azul, se decolora y se observa la formación de un precipitado rojo. Repita el experimento usando una disolución de sacarosa con la misma concentración. Compare los resultados.

- b) Tubo II Formación de osazonas

Disuelva 0.2 g del carbohidrato (glucosa, fructosa o sacarosa) en 5 mL de agua en un tubo de ensayo, agregue 3 mL del reactivo de fenilhidrazina. Caliente la mezcla en un baño María durante 10 a 20 minutos.

Observe los cristales en un microscopio de bajo poder o bien filtre los cristales y determine el punto de fusión. El tiempo de formación de la osazona y la apariencia de los cristales será diferente para los distintos azúcares.

Etapa 3

Análisis de azúcares reductores (monosacáridos) en alimentos

- a) Tome una mandarina, elimine la cáscara, y corte en trozos pequeños. Obtenga el jugo machacando con el pistilo en un mortero y agregue 10 mL de agua. Filtre por gravedad para liberar de impurezas el jugo suficiente para ocupar la mitad de un tubo de ensaye, el resto del jugo se reserva para un ensayo posterior. En seguida agregue al tubo 2.5 mL de Licor de Fehling, A + B, caliente suavemente a temperatura de ebullición y observe que el tubo adquiere un color verde oscuro ante la presencia de Licor de Fehling y al calentarse se observa la formación de un precipitado rojo. NOTA: Debido a que en el primer experimento realizado con la sustancia testigo: glucosa (monosacárido), al agregarle Licor de Fehling A + B y calentar también se forma un precipitado rojo, se puede inferir la presencia de monosacáridos (glucosa) en la fruta de la mandarina.
- b) En un tubo de ensaye adicione leche hasta la mitad, agregue 2.5 mL de Licor de Fehling, A + B, caliente a la llama y observe que la leche, en su color natural (blanco), al mezclarse con el Licor de Fehling, se torna de un color violeta. Si al calentar la solución, se forma un precipitado rojo, se puede inferir que la leche contiene monosacáridos.

Etapa 4

Análisis en alimentos

En un tubo de ensaye adicione hasta la mitad jugo de mandarina, agregue 3 mL del reactivo de fenilhidrazina, caliente la mezcla en baño de agua durante 10 a 20 minutos. NOTA: observe los cristales en un microscopio óptico o bien filtre los cristales y determine el punto de fusión. Compare con el resultado obtenido en la prueba del tubo II en la Etapa 2.

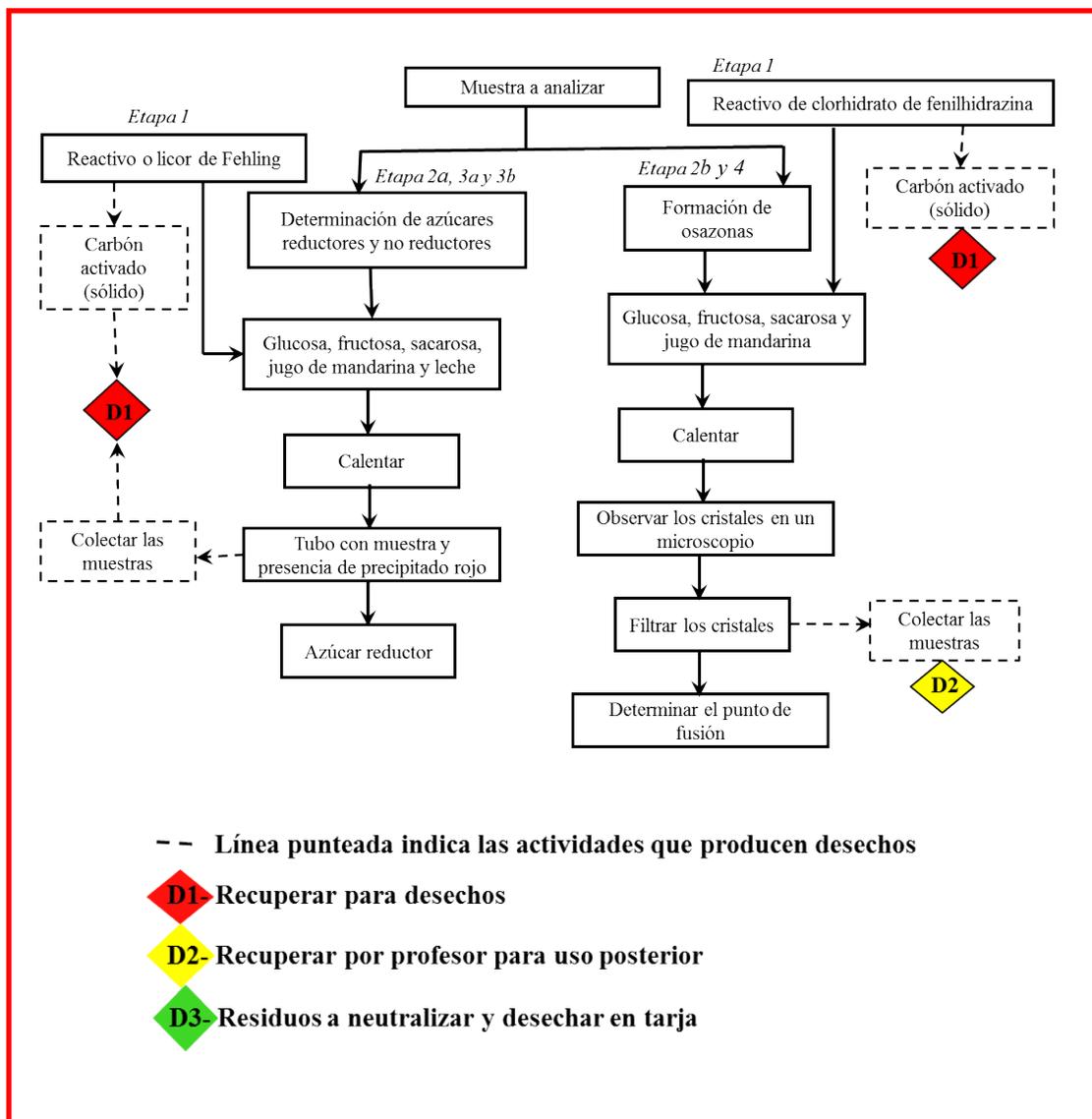
Questionario

1. ¿Cuál es la función del acetato de sodio en la reacción?
2. Escriba las estructuras de los cuatro pares de epimeros de las aldohexosas de seis carbonos de la serie "D" e indique que osazona se obtendría de cada par.
3. ¿En qué casos dos o más azúcares pueden formar la misma osazona?
4. ¿Qué efecto puede tener la fenilhidrazina en el organismo humano?
5. ¿Por qué razón se utiliza el clorhidrato de fenilhidrazina como reactivo en lugar de usar fenilhidrazina base directamente?

Bibliografía

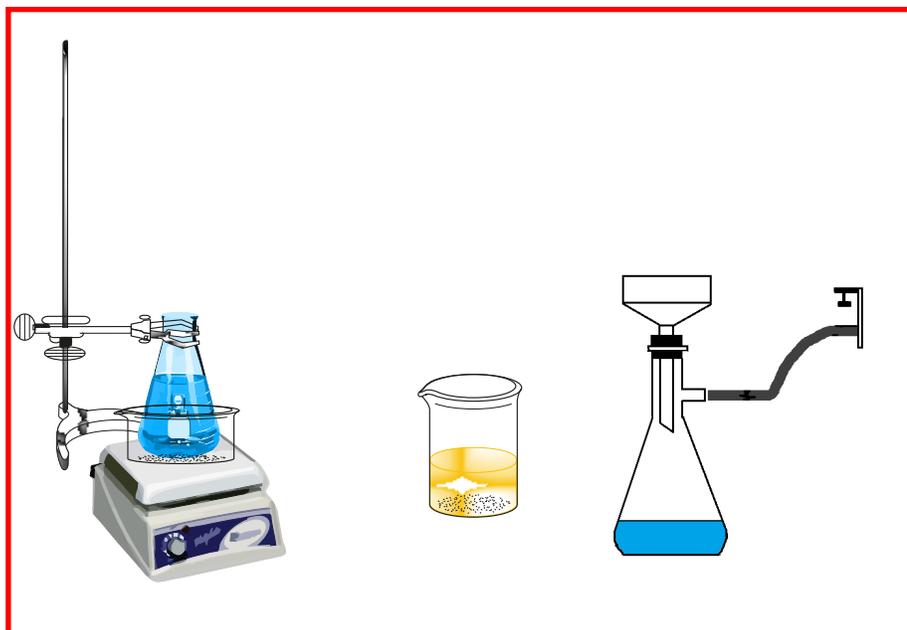
- Ávila Zárraga J. G., García Manrique C., Cruz Gavilán García, I., León Cedeño F., Méndez Stivalet J. M., Pérez Cendejas G., Rodríguez Argüello M. A., Salazar Vela G., Sánchez Mendoza A., Santos Santos E., Soto Hernández R. M. *Química Orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico*. UNAM 1ª Ed., pp. 431-454. México, 2001.
- Arias García, L, Hernández Vázquez, L, Navarro Ocaña, A, *Manual de Laboratorio de Productos Naturales para el Módulo de Obtención de Materias Primas para la Producción de Medicamentos*. UAM-Xochimilco, 1a Ed., 106 pp. México, 2014. NOTA: esta práctica ha sido tomada y modificada del presente Manual.
- González, C., Blázquez, C., Castiñeira, M., Menghini, F., Navarro, F., Nelson, C., Shukuya, D. *Trabajo Práctico N° 2 de Biología. Reconocimiento de los compuestos orgánicos*. Colegio Nacional de Buenos Aires, Argentina, 2006. Disponible en: http://www.alipso.com/monografias3/Reconocimiento_de_los_compuestos_organicos/index.php/>. [26 de abril de 2012].

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 9.2 Preparación de glucosazona

Resumen gráfico

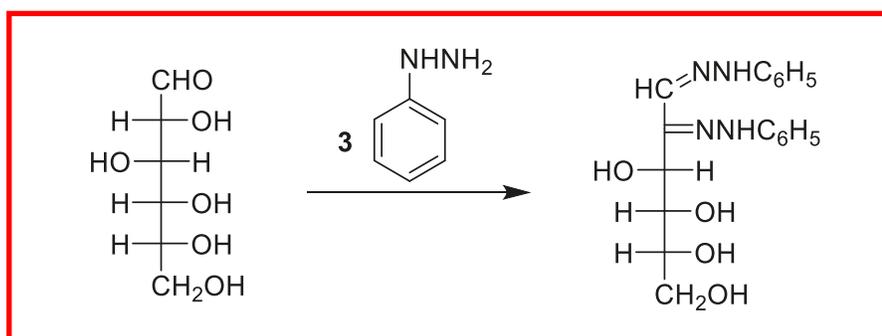


Investigación previa

- Carbohidratos
- Aldosas
- Monosacáridos
- Osazonas de monosacáridos

Objetivo

- Obtención de la osazona de la D-glucosa.
- 1) La formación de la osazona destruye el centro asimétrico adyacente al grupo carbonilo. Los azúcares son en general solubles en agua y difícilmente pueden recristalizarse, sin embargo, sus osazonas precipitan en agua y presentan un punto de fusión bien definido, por lo cual este tipo de derivados se utiliza para identificar monosacáridos.



Material	Reactivos
Matraz Erlenmeyer de 125 mL	D-glucosa
Soporte universal	Clorhidrato de fenilhidrazina
Parrilla eléctrica con agitación	Acetato de sodio anhidro
Barra magnética	Agua destilada
Pinzas de tres dedos con nuez	Hielo
Pipeta graduada de 10 mL	
Cristalizador	
Probeta graduada de 100 mL	
Matraz Kitasato 500 mL	
Embudo Büchner	
Espátula	
Propipeta	
Papel filtro	
Piseta con agua	

Metodología

Etapa 1

En un matraz Erlenmeyer de 125 mL disuelva 3 g de acetato de sodio anhidro o trihidratado y 2 g de clorhidrato de fenilhidrazina en 20 mL de agua (precaución: evite el contacto con la fenilhidrazina ya que es tóxica). Agregue una barra magnética y coloque el matraz en la mantilla de calentamiento. Proceda a la agitación magnética hasta la disolución de los reactivos Finalmente añada 1 g de D-glucosa.

Etapa 2

Caliente el matraz de reacción en baño María hasta que precipite un sólido, que es la glucosazona, tiempo aproximado 30 minutos. Enfríe a temperatura ambiente con agitación magnética y después en un baño de hielo (use el mismo cristalizador del baño maría cambiándole el agua caliente por hielo), continuando con la agitación magnética.

Etapa 3

NOTA 1: Debido a que se obtiene poca cantidad de la glucosazona (mg del producto) se sugiere al equipo tarar el papel filtro en balanza analítica (registrar el peso de papel filtro) antes de colocarse en el embudo Büchner para filtrar con vacío. Lave tres veces con agua fría y seque el producto al aire en una caja Petri desechable. Pesar para calcular el rendimiento, descontando el peso del papel filtro.

NOTA 2: Guarde el producto en una caja de Petri desechable y después de calcular el rendimiento y determinar el punto de fusión (138 °C) en un aparato Fischer-Jones. Entregue la glucosazona al Profesor(a) para que lo deposite en un lugar seguro y no contamine.

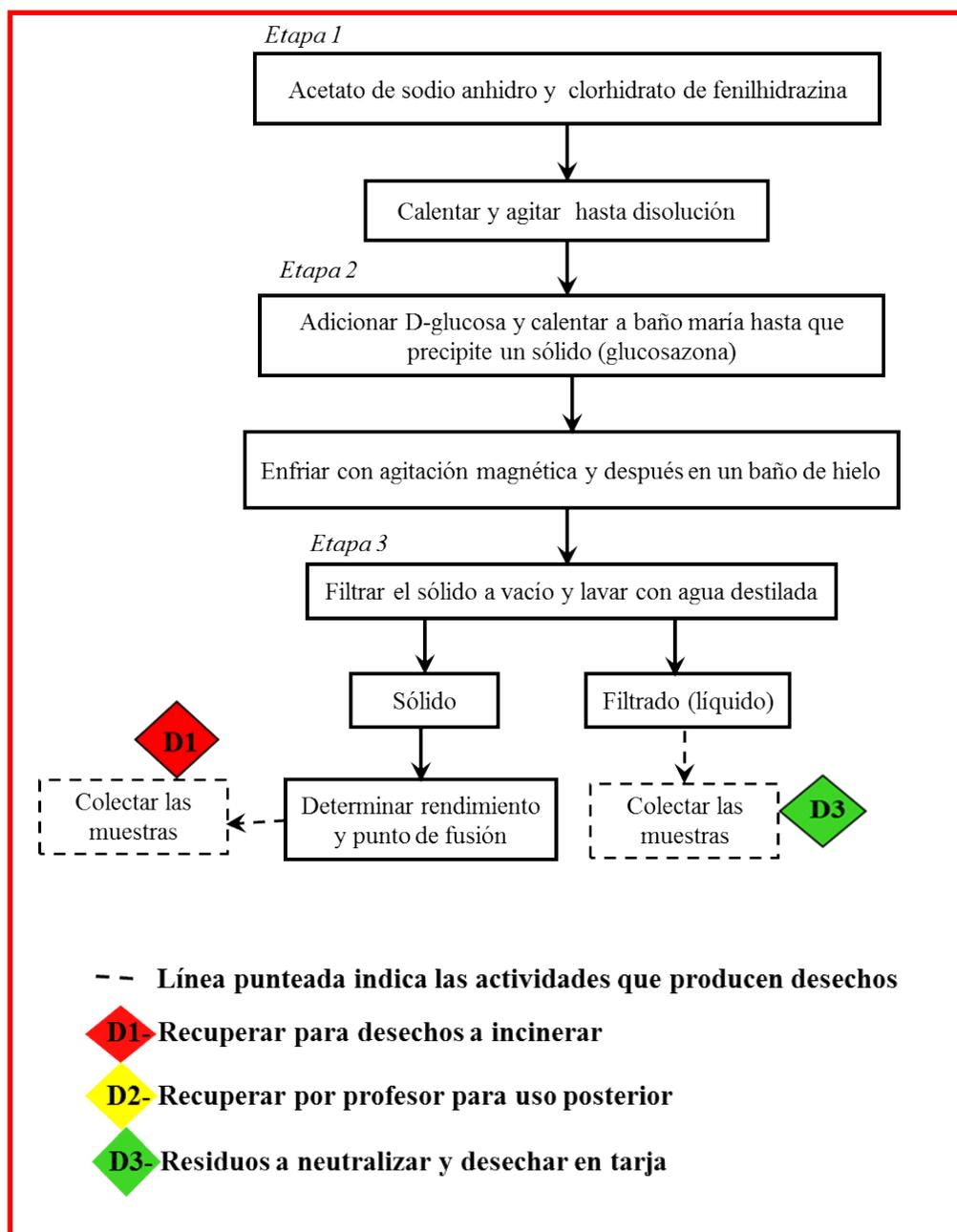
Cuestionario

1. ¿Cuál es la función del acetato de sodio en la reacción?
2. Escriba las estructuras de los cuatro pares de epímeros de las aldohexosas de seis carbonos de la serie "D" e indique que osazona se obtendría de cada par.
3. ¿En qué casos dos o más azúcares pueden formar la misma osazona?
4. ¿Qué efecto puede tener la fenilhidrazina en el organismo humano?
5. ¿Por qué razón se utiliza el clorhidrato de fenilhidrazina como reactivo en lugar de usar fenilhidrazina base directamente?

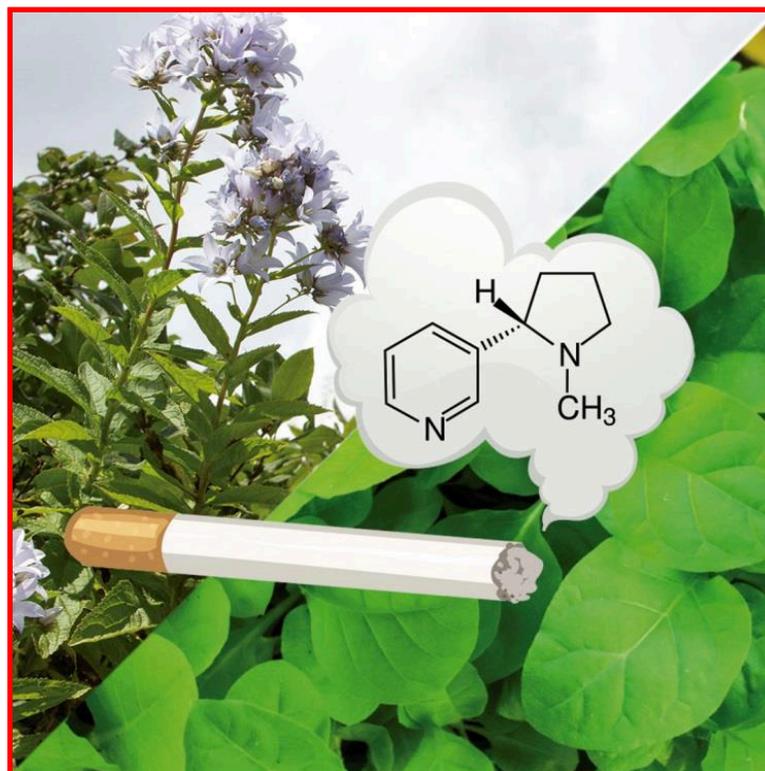
Bibliografía

- Ávila Zárraga J. G., García Manrique C., Cruz Gavilán García, I., León Cedeño F., Méndez Stivalet J. M., Pérez Cendejas G., Rodríguez Argüello M. A., Salazar Vela G., Sánchez Mendoza A., Santos Santos E., Soto Hernández R. M. *Química Orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico*. UNAM 1ª Ed., pp. 431-454. México, 2001.
- Carey, F. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Ed., pp.122-127, México, 1999.
- Cruz-Sosa, F., López y Célis, I., Haro-Castellanos, J.A., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica II*. UAM-Iztapalapa pp.87. México, 2012.
- Wade, L.G. *Química Orgánica*. Volumen 1 y 2. 7ª Ed., Pearson Educación. México, 2011.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)

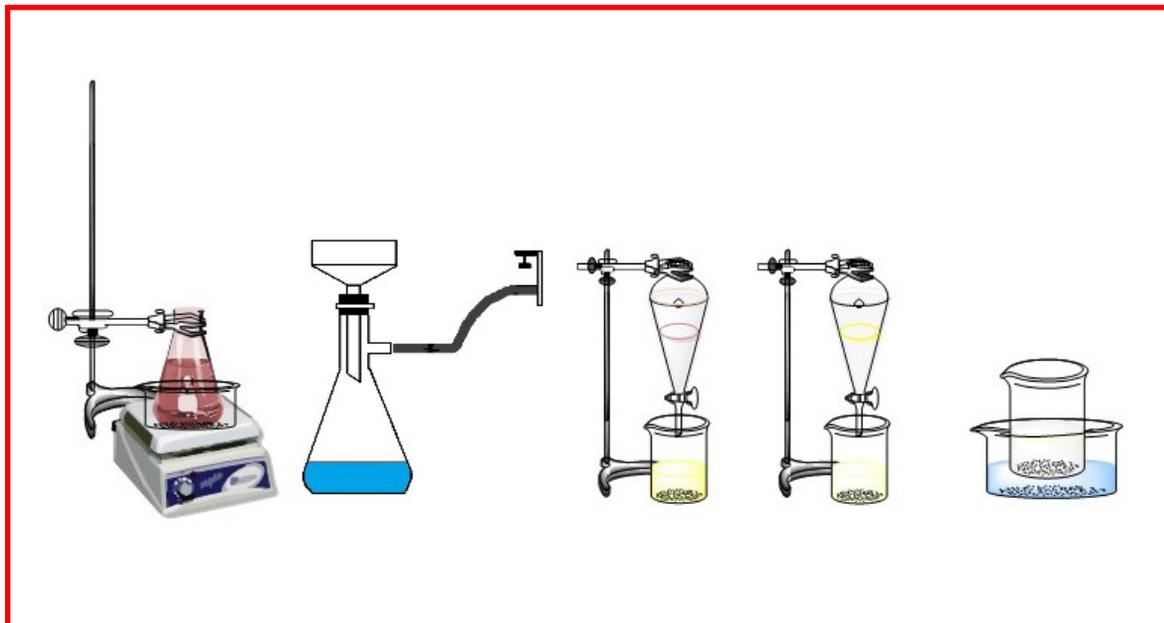


Capítulo 10. Compuestos heterocíclicos



Práctica 10.1 Extracción de cafeína

Resumen gráfico

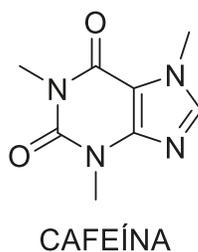


Investigación previa

- Alcaloides
- *Coffea arabica*
- Café
- Cafeína
- Bebidas comerciales con cafeína.

Objetivo

- Aislar la cafeína del grano del café por medio de una extracción y realizar su purificación por recristalización.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Muestra de café
Soporte universal (2)	Cloruro de metileno
Parrilla eléctrica con agitación	Alcohol etílico
Barra magnética	Carbonato de sodio
Cristalizador	Sulfato de sodio anhidro
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	Agua destilada
Pipeta graduada de 10 mL	Hielo
Probeta graduada de 100 mL	
Vaso de precipitado de 100 mL (2)	
Matraz Erlenmeyer de 250 mL	
Embudo de separación de 250 mL	
Embudo Büchner	
Matraz Kitasato de 250 mL	
Mortero con pistilo	
Espátula	
Propipeta	
Papel filtro	
Anillo metálico	
Vidrio de reloj	
Piseta con agua	

Metodología

Etapa 1

Percolación. Pesa en la balanza 10 g de café. Transfiérela al matraz bola de 100 mL y añade 50 mL de agua destilada. Posteriormente pesa 3 g de carbonato de sodio y adiciónalos a la mezcla. Coloca el matraz en la parrilla de calentamiento a baño María y calienta a ebullición con agitación magnética suave y constante durante 20 minutos. Pasado este tiempo filtra la mezcla a vacío cuando aún está caliente y deja enfriar a temperatura ambiente.

Etapa 2

Extracción. Una vez que el filtrado está atemperado, colócalo en el embudo de separación y añádele 30 mL del disolvente elegido (cloruro de metileno). Realiza la extracción agitando suavemente por 2 minutos para evitar la formación de emulsiones; separa la fase orgánica y resérvala. Repite la extracción de la fracción acuosa 2 veces más con otros 60 mL (30 mL c/u) del disolvente. Junta las 3 fracciones de disolvente orgánico y agrega un poco de sulfato de sodio anhidro al extracto orgánico para absorber el agua remanente. Decanta cuidadosamente en un matraz bola y evapora el disolvente por destilación simple (usando baño María). Deja enfriar y pesa el matraz de bola con la cafeína sólida.

NOTA: Pesa el matraz vacío antes de añadir la mezcla, para que por diferencia conozcas la cantidad de sólido que obtendrás.

Etapa 3

Recristalización. Manteniendo una agitación constante añade poco a poco agua a la cafeína mientras calientas la mezcla, hasta que el sólido se disuelva. Es muy importante usar la menor cantidad de agua para lograr esto. Posteriormente deja enfriar lentamente a temperatura ambiente y luego coloca el matraz en el cristizador con hielo y espera la formación de los cristales de cafeína. Filtra los cristales al vacío y pésalos. Mide punto el punto fusión (235 °C) y reporta la cantidad de cafeína por g de muestra que hayas obtenido.

Cuestionario

1. Dibuja la estructura de la cafeína e identifica en ella TODOS los grupos funcionales que la conforman.
2. ¿Para qué se usa el carbonato de sodio en la extracción de la cafeína?
3. ¿En qué otra bebida se encuentra presente la cafeína además del café? ¿En qué proporción?
4. La teofilina y la teobromina son moléculas similares a la cafeína, ¿dónde se pueden encontrar esas moléculas? ¿Cómo se clasifican? Dibuja sus estructuras y señala sus diferencias.
5. ¿De dónde se obtiene la cafeína que se añade a la Coca-Cola y otras bebidas del tipo?

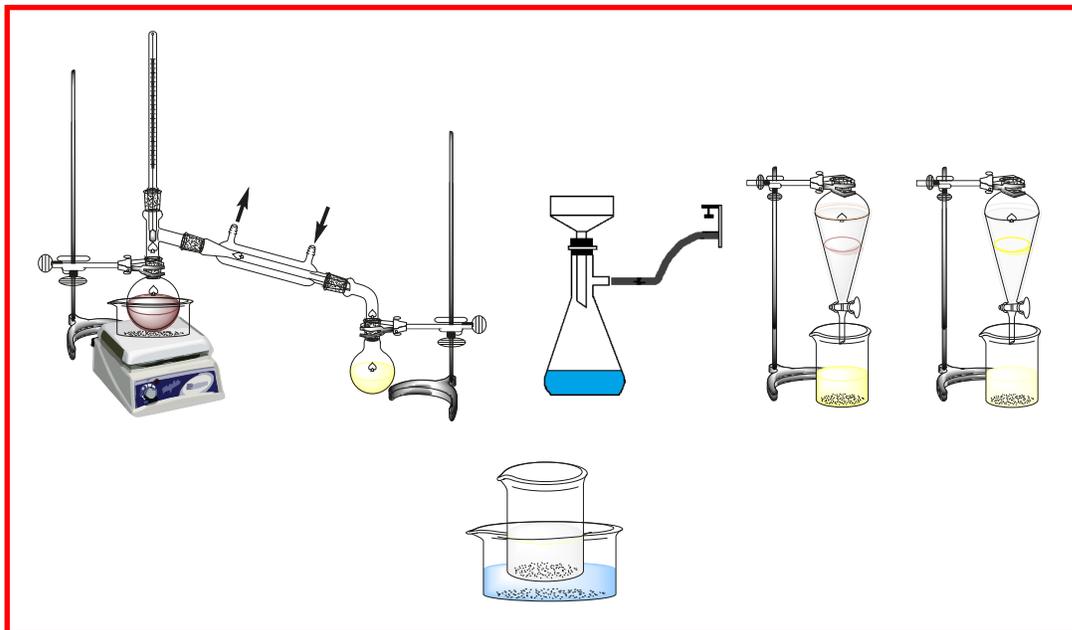
Bibliografía

Arias García, L, Hernández Vázquez, L, Navarro Ocaña, A, *Manual de Laboratorio de Productos Naturales para el Módulo de Obtención de Materias Primas para la Producción de Medicamentos*. UAM-Xochimilco, 1a. ed., 106 pp. México, 2014.

García Sánchez, M.A. *Manual de Prácticas de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 122. México, 2002.

Práctica 10.2 Extracción de nicotina

Resumen gráfico



Investigación previa

- Alcaloides
- *Nicotiana tabacum* L.
- Nicotina
- Tabaco

Objetivo

- Aislar la nicotina de a partir de tabaco molido de cigarros con hidróxido de sodio, filtración al vacío y posterior extracción con éter etílico.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	Tabaco en polvo de cigarros
Soporte universal (2)	Éter etílico
Parrilla eléctrica con agitación	Hidróxido de sodio al 5%
Barra magnética	Agua destilada
Cristalizador	
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	
Pipeta graduada de 10 mL	
Probeta graduada de 100 mL	
Vaso de precipitado de 100 mL (2)	
Matraz Erlenmeyer de 250 mL	
Embudo de separación de 250 mL	
Embudo Büchner	
Matraz Kitasato de 500 mL	
Mortero con pistilo	
Espátula	
Propipeta	
Papel filtro	
Piseta con agua	

Metodología

Etapa 1

Preparación de la muestra. Pesa en la balanza 10 g de tabaco obtenido de cigarros previamente molido en un mortero. Transfiérela al matraz bola de 500 mL y añade 100 mL de hidróxido de sodio al 5%, coloca el matraz en la parrilla eléctrica con agitación y mantén la agitación magnética suave y constante durante 15 minutos (NOTA 1: sin calentar); pasado este tiempo filtre la mezcla a vacío en un embudo Büchner. NOTA 2: guarda el filtrado en un vaso de precipitados. El residuo sólido que quedo en el embudo Büchner se vuelve a transferir al matraz bola de 500 mL y añade 30 mL de agua destilada y se agita por 10 minutos, vuelve a filtrar la mezcla a vacío en un embudo Büchner y junta el segundo filtrado con el primer filtrado. Finalmente, el residuo de tabaco se desecha en el cesto de la basura.

Etapa 2

Extracción. Transferir el filtrado a un embudo de separación y adicionar 25 mL de éter etílico para extraer la fase acuosa (capa inferior), invierte el embudo de separación varias veces para permitir la homogeneización de los reactivos. Realice la extracción agitando suavemente por 2 minutos para evitar la formación de emulsiones; separe la fase orgánica en un vaso de precipitados de 100 mL y resérvala. Repite la extracción de la fracción acuosa dos veces más con otros 25 mL de éter etílico (cada vez con 25 mL de éter etílico). Junta las 3 fracciones de disolvente orgánico y evapora el disolvente por destilación simple (usando baño maría). Al evaporar el éter etílico se obtiene un residuo aceitoso, la nicotina.

Cuestionario

1. La nicotina es soluble en disolventes orgánicos a pH alcalino, da el mecanismo de reacción entre la nicotina diprotonada y el hidróxido de sodio.
2. En muy bajas concentraciones la nicotina se encuentra en otras especies de plantas de la familia Solanácea. Mencione al menos tres plantas que la contengan.

3. La nicotina es el principal alcaloide del tabaco. ¿A qué tipo de compuestos orgánicos se les llama alcaloides?
4. Escriba al menos tres efectos de la nicotina en el cuerpo humano

Bibliografía

Ávila Zárraga J. G., García Manrique C., Cruz Gavilán García, I., León Cedeño F., Méndez Stivalet J. M., Pérez Cendejas G., Rodríguez Argüello M. A., Salazar Vela G., Sánchez Mendoza A., Santos Santos E., Soto Hernández R. M. *Química Orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico*. UNAM 1ª Ed., México, 2001.

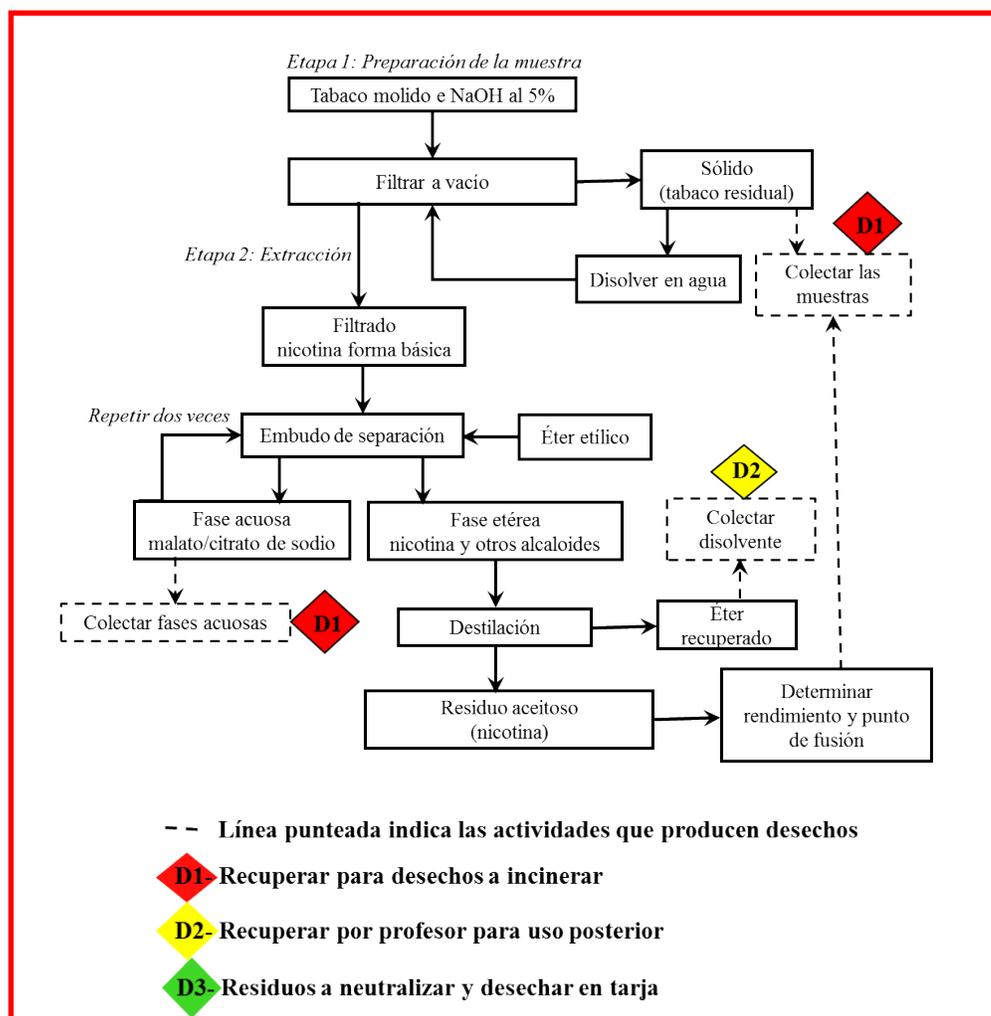
Harborne, J.B. 1991. *Alkaloids. In: Phytochemical Methods*. Chapman and Hall, pp. 192 – 201. New York, EUA, 1991.

Ikan, R. *Natural Products. A Laboratory Guide*. Academic Press, London England, 1992.

Qayyum, I., Fazal-ur-Rehman y Ibrahim, M.S. (2018). Extraction of nicotine (3-(1-methyl-2-pyrrolidinyl pyridine) from tobacco leaves separated from gold live classic brand cigarettes by solvent extraction approach and characterization via IR analysis. *Biosciences Biotechnology Research Asia*, 15(4): 799 – 804.

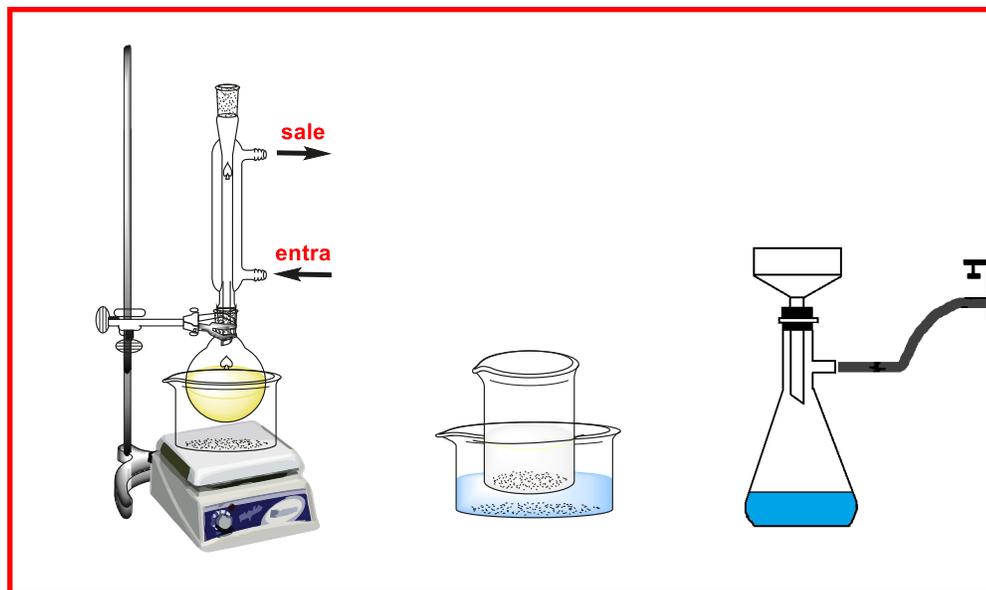
Shriner, R.L., Fuson, R.C., Curtin D.Y. *Identificación Sistemática Compuestos Orgánicos*. 2ª Ed., Limusa-Wiley, México, 2002.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Práctica 10.3 Obtención de bencimidazol

Resumen gráfico

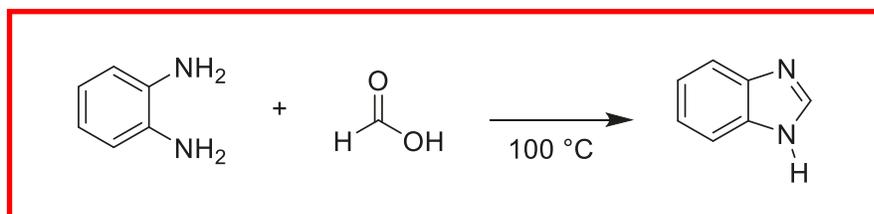


Investigación previa

- Compuestos aromáticos heterocíclicos
- Benzoderivados nitrogenados posición 1,3
- Formación de ciclos de 5 miembros fusionados al benceno
- Compuestos biológicamente activos: bencimidazoles

Objetivo

- Preparar el bencimidazol mediante la reacción entre la *o*-fenilendiamina y el ácido fórmico para la formación de un ciclo de cinco miembros con nitrógenos en posición-1,3 fusionado al benceno.



Material	Reactivos
Equipo Quickfit	<i>o</i> -fenilendiamina
Soporte universal	Ácido fórmico
Parrilla eléctrica con agitación	Hidróxido de sodio
Mantilla de calentamiento	Agua destilada
Barra magnética	Hielo
Pinzas de tres dedos con nuez (2)	
Pipeta graduada de 5 mL	
Cristalizador	
Probeta graduada de 50 mL	
Vaso de precipitado de 100 mL	
Microespátula	
Embudo Büchner	
Matraz Kitasato de 500 mL	
Pipeta Pasteur	
Propipeta	
Papel filtro	
Papel indicador de pH	
Piseta con agua	

Metodología

Etapas

Etapas 1
En un matraz esférico de 50 mL coloque 1.2 g de *o*-fenilendiamina, después agregue 2.8 mL de ácido fórmico al 90% y una barra magnética. Coloque el matraz dentro de una mantilla de calentamiento y ponga al matraz un refrigerante en posición vertical con mangueras, caliente a reflujo con agitación por 1 h.

Etapas 2

Pasado este tiempo, enfriar el matraz de reacción a temperatura ambiente y verter la mezcla de reacción en un vaso de precipitados de 100 mL, enfriar en un baño de hielo el vaso de precipitados con la mezcla de reacción, agregar gota a gota una solución de hidróxido de sodio al 10% hasta pH básico, para que precipite un sólido.

Etapas 3

Enfríe en un baño de hielo el vaso de precipitados con el precipitado formado, filtre con vacío y lave con agua destilada fría hasta pH neutro. Seque lo más posible, pese para determinar el rendimiento y calcule el punto de fusión del producto (171 °C) en un aparato Fischer-Jonhs.

NOTA: Guarde el producto en una caja de Petri desechable y entregue el producto formado al Profesor(a) para que lo deposite en un lugar seguro y no contamine.

Cuestionario

1. ¿Cuál sería el producto de reacción entre la *o*-fenilendiamina y el ácido acético en lugar de utilizar ácido fórmico en la reacción de obtención del benzimidazol? Dibuja el esquema de esa reacción.
2. ¿Cuál es la función del hidróxido de sodio al 10% en la precipitación del producto de reacción?
3. ¿Para qué indicaciones terapéuticas se aplican algunos derivados del benzimidazol? Por ejemplo: albendazol, mebendazol, benomilo, etc.

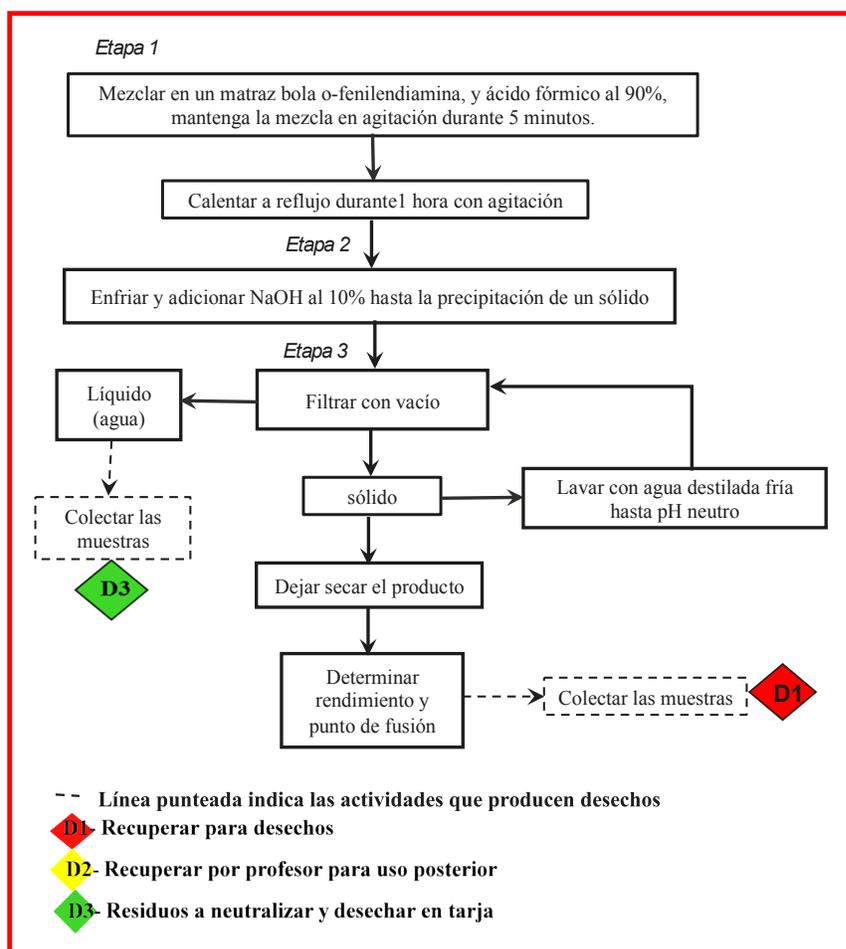
Bibliografía

Acheson, R.M. *Química Heterocíclica*, 3ª Ed. Publicaciones Cultural, México, 1981.

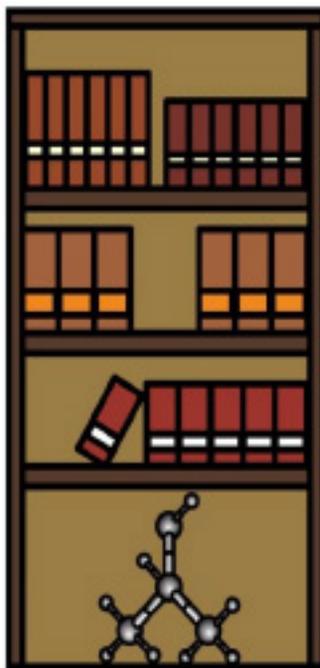
Paquette, A. *Fundamentos de Química Heterocíclica*. Limusa, México, 1999.

Vogel, A. I. *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Longman Scientific and Technical, London, 1989.

Diagrama de flujo (disposición de residuos)



Bibliografía General



- Acheson, R.M. *Química Heterocíclica*, 3ª Ed. Publicaciones Cultural, México, 1981.
- Arias García, L, Hernández Vázquez, L, Navarro Ocaña, A, *Manual de Laboratorio de Productos Naturales para el Módulo de Obtención de Materias Primas para la Producción de Medicamentos*. UAM-Xochimilco, 1a Ed., 106 pp. México, 2014.
- Armarego W.L.F., Lin Chai, C.L. *Purification of Laboratory Chemicals*. 5th Ed., Elsevier Science, USA, 2003.
- Ávila Zárraga J. G., García Manrique C., Cruz Gavilán García, I., León Cedeño F., Méndez Stivalet J. M., Pérez Cendejas G., Rodríguez Argüello M. A., Salazar Vela G., Sánchez Mendoza A., Santos Santos E., Soto Hernández R. M. *Química Orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico*. UNAM 1ª Ed., México, 2001.
- Barba Chávez, J.M.A., López Cruz, J.I., Cruz Sosa F. *Manual de Prácticas de Laboratorio Análisis Funcional Orgánico*. UAM-Iztapalapa pp. 107. México, 2013.
- Brewster, R.Q. *Curso Práctico de Química Orgánica*, Editorial Alhambra, Madrid, 1970.
- Bruice Yurkanis, P. *Química Orgánica*. Pearson Educación 5ª Ed., México, 2008.
- Carey, F. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Ed., México, 1999.
- Cruz-Sosa, F., J.A., López y Célis, Haro-Castellanos, I., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa pp. 94, México, 2012.
- Cruz Sosa F.; Haro Castellanos J.A., López y Celis I., Alatorre Santamaría S. *Guía Temática para el curso de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa México, 2015.
- Cruz-Sosa, F., López y Célis, I., Haro-Castellanos, J.A., Barba Chávez, J.M.A. *Manual de Prácticas de Laboratorio Química Orgánica II*. UAM-Iztapalapa México, 2012.
- Domínguez, X.A. y Domínguez S. *Química Orgánica Experimental*. Limusa. México, 1982.
- Eaton, David C. *Laboratory Investigations in Organic Chemistry*. McGraw- Hill. Inc. New York USA, 1989.
- Fessenden R.J., Fessenden J.S. *Techniques and Experiments for Organic Chemistry*. Boston: Weber & Schmidt, USA, 1983.

- Fieser, L. *Experimentos de Química Orgánica*. Reverté. Barcelona, 1967.
- Fox, M.A. Whitesell, J.K. *Química Orgánica*. 2ª Ed., McGraw-Hill, México, 1999.
- García Sánchez, M.A. *Manual de Prácticas de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa México, 2002.
- González, C, Blázquez, C, Castiñeira, M, Menghini, F, Navarro, F, Nelson, C., Shukuya, D. *Trabajo Práctico N° 2 de Biología. Reconocimiento de los compuestos orgánicos*. Colegio Nacional de Buenos Aires. Argentina, 2006. Disponible en: <http://www.alipso.com/monografias3/Reconocimiento_de_los_compuestos_organicos/index.php/>. [26 de abril de 2012].
- Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press Taylor & Francis Group Boca Raton FL, 57th Ed., USA, 1997.
- Harborne, J.B. 1991. *Alkaloids. In: Phytochemical Methods*. Chapman and Hall, pp. 192 – 201. New York, EUA, 1991.
- Ikan, R. *Natural Products. A Laboratory Guide*. Academic Press, London England, 1992.
- Instructivo del funcionamiento interno y operativo para regular el uso de los servicios e instalaciones de los laboratorios de docencia. División de Ciencias Biológicas y de la salud de la UAM-Iztapalapa. Aprobado por el Consejo Académico de la UAM-Iztapalapa en sesión número 314 del 9 de noviembre de 2009.
- Manual de Experimentos de Química Orgánica II*. Facultad de Química, UNAM. México, 1992.
- McMurry, J. *Química Orgánica*. 6ª Ed., Thomson Paraninfo. México, 2008.
- Merck. *The Merck Index*. Whitehouse Station, 14th Ed., N.J. USA. 2006.
- Morrison, R.T., Boyd, R.N. *Química Orgánica*. 5ª Ed., Addison Wesley Longman de México, S.A. de C.V. México, 1998.
- Olguin, S. *Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa México, 1996.
- Paquette, A. *Fundamentos de Química Heterocíclica*. Limusa, México, 1999.
- Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S., Engel, R.G. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a small-scale approach*. Thomson Learning, Inc., Brooks/Cole. 2nd Ed., USA, 2005.
- Pirrung, M.C. *The Synthetic Organic Chemist's Companion*. John Wiley & Sons. USA, 2007.
- Pine, S.H., Hendrickson, J.B., Cram, D.J., Hammond, G.S. *Química Orgánica*. McGraw-Hill 2ª Ed., México, 1988.
- Qayyum, I., Fazal-ur-Rehman y Ibrahim, M.S. (2018). Extraction of nicotine (3-(1-methyl-2-pyrrolidinyl pyridine) from tobacco leaves separated from gold live classic brand cigarettes by solvent extraction approach and characterization via IR analysis. *Biosciences Biotechnology Research Asia*, 15(4): 799-804.
- Shriner, R.L., Fuson, R.C., Curtin D.Y. *Identificación Sistemática Compuestos Orgánicos*. 2a Ed., Limusa-Wiley, México, 2002.
- Sociedad Americana de Química (2003). Seguridad en los laboratorios Químicos Académicos. Volumen 1 Prevención de accidentes para estudiantes universitarios 7a edición.
- Vogel, A. I. *Textbook of Practical Organic Chemistry*, 5th Ed., Longman Scientific and Technical, London, 1989.
- Vogel, A.I. *Practical Organic Chemistry, Part 1, Scale Preparations*, 2nd Ed., Longmans London, 1970
- Wade, L.G. *Química Orgánica*. Volumen 1 y 2. 7ª Ed., Pearson Educación. México, 2011.
- Williamson, K.L. *Macroscopic and Microscopic Organic Experiments*. D.C. Heath and Company, 2nd Ed., EUA, 1994.
- Wingrove, A.S. *Química Orgánica*. Harla, Harper & Row Latinoamericana. 1ª Ed., México, 1981.

ANEXO 1

Indicaciones para el desarrollo del informe e instrucciones para el registro de resultados (formato tradicional y póster)

Carátula

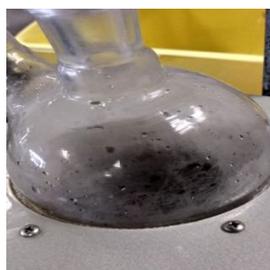
- 1) Título de la práctica
- 2) Número del equipo
- 3) Integrantes del equipo: apellidos y nombre(s) en orden alfabético
- 4) Clave del grupo de Química Orgánica
- 5) Nombre del Profesor(a)
- 6) Trimestre vigente.

Introducción

Breve introducción al tópico de la práctica. La introducción deberá tener una extensión entre 200 a 300 palabras. Al final de la introducción se deberá incluir el objetivo del trabajo.

Metodología

La representación gráfica de las etapas del desarrollo experimental realizado en la práctica de laboratorio se podrá elaborar con imágenes que cada equipo tomará en cada etapa del proceso (ver ejemplo).



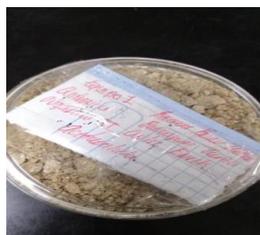
Matraz esférico con reactivos



Reflujo



Precipitación



Producto

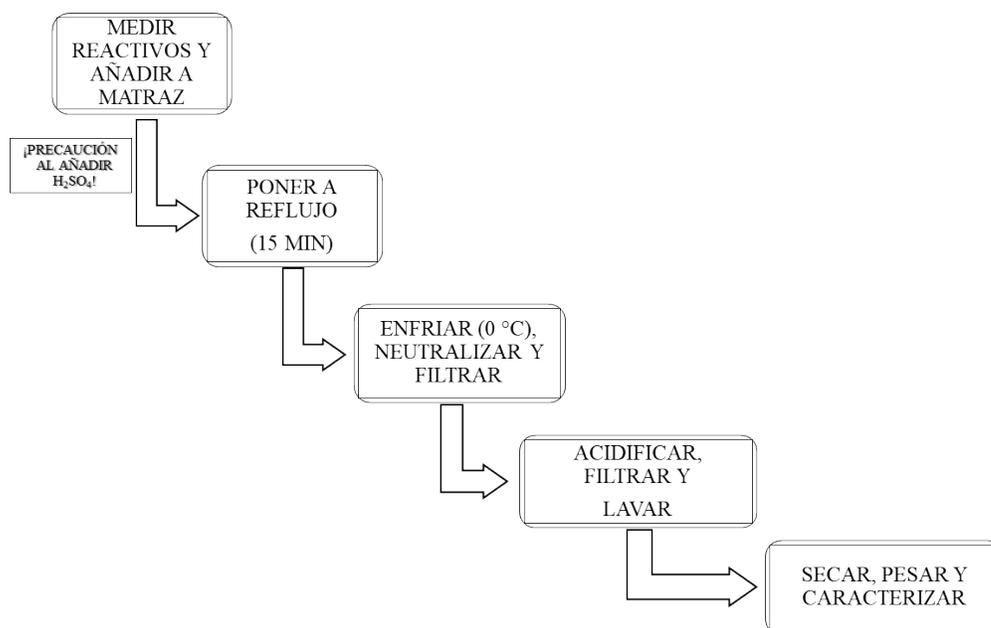


Lavado



Filtrado

Además de la representación gráfica con imágenes, se deberá elaborar una representación gráfica de las etapas del desarrollo experimental realizado en la práctica de laboratorio con símbolos gráficos, los cuales estarán unidos entre sí con flechas que indican la dirección de flujo del proceso (ver ejemplo).

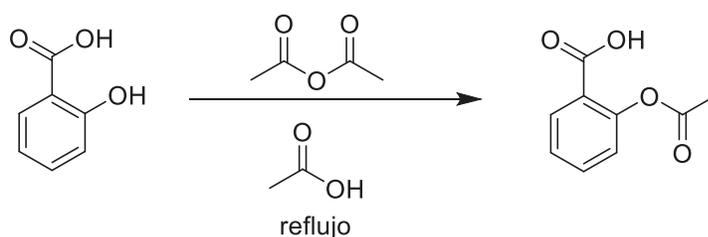


Caracterización:

- Apariencia, color
- Punto de fusión

Registro de resultados

Registro de resultados en compuestos orgánicos sólidos. Pesar el compuesto sólido obtenido cuando esté completamente seco en una balanza electrónica digital. Calcular el rendimiento en % (ver ejemplo) y el punto de fusión. Con base en las fichas técnicas de los reactivos, consulte su pureza.



Nombre	Ácido salicílico	Anhídrido acético	Ácido sulfúrico	Ácido acetilsalicílico
Cantidad	5 g	10 mL (10.8 g)	0.5 mL	–
PM (g/mol)	138.12	102.09	–	180.16
Moles (mol)	0.0362	0.1058	catalizador	1
Equivalentes	1	2.9	catalizador	0.0362
Producto (mol)	–	–	–	–

Cálculos:

Determinación del reactivo limitante:

$$\text{Recordar que } n=m/\text{PM} \quad \delta=m/V$$

Donde n = no. de moles (mol), m = masa (g), PM = peso molecular (g/mol), δ = densidad, V = volumen (mL).

Ácido salicílico

$$n = (5 \text{ g}) / (138.12 \text{ g/mol}) = 0.0362 \text{ mol REACTIVO LIMITANTE}$$

Anhídrido acético

$$m = (V)(\delta) = (10 \text{ mL})(1.08 \text{ g/mL}) = 10.8 \text{ g}; n = (10.8 \text{ g}) / (102.09 \text{ g/mol}) = 0.1058 \text{ mol}$$

Determinación del rendimiento (%)

Ya que el reactivo limitante fue determinado, la estequiometría de la reacción nos dice que por cada mol de ácido salicílico obtendremos una mol de ácido acetilsalicílico. Así, la cantidad máxima de producto (en moles) deberá ser 0.0362 mol (no. de moles máximo teórico). Suponiendo que se obtuvieron 6.32 g de producto, se tiene que:

Ácido acetilsalicílico

$$n = (6.32 \text{ g}) / (180.16 \text{ g/mol}) = 0.0351 \text{ mol (no. de moles práctico)}$$

El rendimiento se calcula dividiendo el no. de moles obtenido entre el no. de moles máximo teórico y el resultado se multiplica por 100%:

$$\begin{aligned} \text{Rendimiento} &= [(\text{no. moles práctico}) / \text{no. de moles máximo teórico}] \times 100\% \\ &= [(0.0351 \text{ mol}) / (0.0362 \text{ mol})] \times 100\% \\ &= 97\% \end{aligned}$$

Presentación de los resultados en compuestos orgánicos líquidos. Medir el volumen obtenido del compuesto líquido obtenido con una pipeta. Para calcular el rendimiento del compuesto líquido obtenido en % se debe de tomar en cuenta la densidad para convertir los mililitros a gramos.

$$\delta = m/V, \quad \delta = \text{densidad}, \quad m = \text{masa (g)} \quad V = \text{volumen (mL)}$$

Discusión

La discusión de los resultados obtenidos se hará con base en el rendimiento en % del o de los productos orgánicos obtenidos y en relación con el rendimiento teórico del o de los productos obtenidos. Hacer un análisis de la hipótesis planteada y si esta fue refutada o validada.

Conclusión

La conclusión guarda una relación directa con los objetivos. Por lo tanto, se hará con base en el desarrollo de la metodología (si hubo problemas de temperatura, ensamble del equipo y/o falta de algún reactivo) y si se obtuvieron los compuestos esperados, el rendimiento alcanzado y la pureza del compuesto obtenido.

Cuestionario

Contestar el cuestionario que se incluye en cada práctica del presente Manual

Bibliografía

Elaborar una lista en orden alfabético de los libros, manuales o artículos consultados

Ejemplos de cómo escribir las referencias:

Carey, F. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Ed., pp.122-127, México, 1999.

García Sánchez, M.A. *Manual de Prácticas de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa México, 2002.

McMurry, J. *Química Orgánica*. 6ª Ed., Thomson Paraninfo. México, 2008.

Merck. The Merck Index. Whitehouse Station, 14th Ed., N.J. USA. 2006.

Olguin, S. *Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa México, 1996.

United States Department of Agriculture. Foreign Agricultural Service , 2010. Corn Area, Yield, and Production. [En línea] (Actualizado).

Laboratorio Integral de Química Orgánica

Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa

Departamento de Biotecnología

Profesor:

NÚMERO Y TÍTULO DE LA PRÁCTICA CENTRADO, CON LETRAS MAYÚSCULAS Y NEGRITAS (LETRA ARIAL 11)

Apellido e inicial del nombre de los autores. Letra Arial 11, centrado.

Ejemplo: Salas A., Fuentes-Vargas F.M., García-Islas H.M.

Numero de Equipo:

Palabras clave: tres palabras clave (Arial 10, centrado).

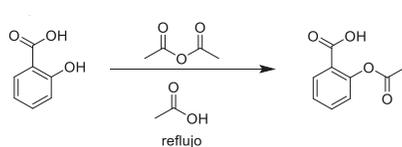
Introducción. Utiliza este formato (Tamaño de hoja, márgenes, interlineado, tipo de letra, etc.), tomando en cuenta el tamaño de hoja, encabezado, márgenes, tipo y tamaño de fuente. Optimiza el espacio para escribir los aspectos más importantes de tu trabajo. En la sección de Introducción, proporciona información que resalte la importancia de la práctica. Numera las referencias en el orden en que las citas y en el texto solo debe aparecer el número correspondiente [1].

Objetivo. Define claramente el objetivo general de la práctica.

Metodología. La metodología se hará con base en fotografías que el equipo tomará en cada etapa del desarrollo experimental y la ilustrarán en un diagrama de flujo.



Resultados y Discusión. Pesar el compuesto sólido obtenido cuando esté completamente seco en una balanza electrónica digital. Calcule el rendimiento en % y el punto de fusión. Para un compuesto orgánico líquido, medir el volumen obtenido y calcular el rendimiento en %. Con base en bibliografía actual discute tus resultados.



PM = 138 g	PM = 180 g	rendimiento práctico %
materia prima ácido salicílico	producto (aspirina) ácido acetil salicílico	6.52 g _____ 100%
		peso del producto obtenido (g) _____ X%
$X = \frac{5 \text{ g (materia prima)} \times 180 \text{ g}}{138 \text{ g}}$		
X = 6.52 g		$X = \frac{\text{g (producto)} \times 100}{6.52 \text{ g}}$

Conclusiones. La conclusión se hará con base en el desarrollo de la metodología: si se obtuvieron los compuestos esperados, el rendimiento alcanzado (%) y la pureza del compuesto obtenido (punto de fusión).

Cuestionario. En una hoja aparte contestar el cuestionario que se incluye en cada práctica del presente Manual.

Bibliografía. Escribe las referencias en letra Arial 9. Puedes incluir de dos a tres referencias. Numera las citas en el texto en orden de aparición y entre paréntesis cuadrados.

1. Carey, F. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Ed., pp.122-127, México, 1999
2. García Sánchez, M.A. *Manual de Prácticas de Química Orgánica I*. UAM-Iztapalapa, México, 2002

Laboratorio Integral de Química Orgánica

Se terminó de imprimir en diciembre de 2020,
con un tiraje de 200 ejemplares, más sobrantes para reposición.



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

UNIDAD IZTAPALAPA

División de Ciencias Biológicas y de la Salud

Av. Ferrocarril San Rafael Atlixco, Núm. 186,
Col. Leyes de Reforma 1 A Sección,
Alcaldía Iztapalapa, C.P. 09310,
Ciudad de México, Tel. 55 5804 4600

ISBN 978-607-28-1971-9



9 786072 819719 >