



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA

Manual de prácticas de laboratorio Química Orgánica II



Francisco **Cruz Sosa**

Ignacio **López y Célis**

Jorge Armando **Haro Castellanos**

José María Adolfo **Barba Chávez**



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA**

Dr. Enrique Fernández Fassnacht
Rector General

Mtra. Iris Santacruz Fabila
Secretaria General

UNIDAD IZTAPALAPA

Dr. Javier Velázquez Moctezuma
Rector

Dr. Óscar Jorge Comas Rodríguez
Secretario

Dr. Rubén Román Ramos
Director de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud

Dr. Octavio Loera Corral
Jefe del Departamento de Biotecnología.

Dra. Milagros Huerta Coria
Coordinadora de Extensión Universitaria

Lic. Adrián Felipe Valencia Llamas
Jefe de la Sección de Producción Editorial

Primera Impresión 2012

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
UNIDAD IZTAPALAPA

Av. Michoacán y La purísima
Iztapalapa, 09340. México, D. F.

Impreso y hecho en México/*Printed in Mexico*

Índice

Prólogo	5
Introducción	7
Práctica 1.	Síntesis de aspirina: obtención de ácido acetilsalicílico.	9
Práctica 2.	Reacción de Cannizzaro: obtención de alcohol bencílico y ácido benzoico	17
Práctica 3.	Síntesis de p-nitroanilina en tres etapas: 1a etapa, acetilación de anilina para la protección del grupo amino.	27
Práctica 4.	Síntesis de p-nitroanilina en tres etapas: 2a etapa, nitración de la acetanilida.	35
Práctica 5.	Síntesis de p-nitroanilina en tres etapas: 3a etapa, hidrólisis de p-nitroacetanilida.	43
Práctica 6.	Síntesis de paracetamol en dos etapas: 1a etapa, reducción de p-nitroacetanilida.	51
Práctica 7.	Síntesis de paracetamol en dos etapas: 2a etapa, diazoación y desplazamiento nucleofílico.....	61
Práctica 8.	Formación de osazonas.	69
Práctica 9.	Saponificación: hidrólisis de glicéridos (ésteres de la glicerina) para la obtención de un jabón.....	81

Prólogo

El presente *Manual de prácticas de laboratorio de Química Orgánica II* es elaborado como parte del trabajo de una comisión académica, integrada por profesores de la División de CBS que imparten de forma continua los cursos de química orgánica y análisis funcional orgánico, la cual fue coordinada por el M. en C. Jorge Haro Castellanos. En primera instancia, se buscó dar continuidad al proceso de actualización de los planes y programas de las licenciaturas en Ingeniería Bioquímica Industrial e Ingeniería de los Alimentos; así como atender los requisitos para el trabajo en los Laboratorios de docencia que se plasman en el *“Instructivo del Funcionamiento Interno y Operativo para Regular el Uso de los Servicios e Instalaciones de los Laboratorios de Docencia”*, aprobado por el Consejo Académico de la Unidad Iztapalapa, en la Sesión número 314 del 9 de noviembre de 2009.

El alumno encontrará una guía integral para realizar las actividades de laboratorio de la UEA de Química Orgánica II, ampliando los conocimientos adquiridos en los cursos de química general y química orgánica. Dentro de los aspectos novedosos del manual, resalta el hecho de la vinculación de la parte práctica con el contenido teórico de la UEA, así como la pertinencia del equipo y reactivos acordes con las facilidades de la División de CBS. De igual forma, se destaca la claridad de objetivos y metodología, esta última se describe por etapas acorde con las operaciones unitarias involucradas, de forma similar a los procesos industriales. De igual forma se incluye un cuestionario de evaluación y la bibliografía correspondiente. A diferencia de otros textos, este manual incluye el mecanismo de reacción, mismo que facilitará la comprensión de las reacciones que se presenten a lo largo del desarrollo experimental. Asimismo, se presenta un esquema donde se muestra en forma gráfica el montaje del equipo empleado y un diagrama de flujo para el manejo de residuos, Cada práctica presenta una tabla que resume de forma clara y precisa los aspectos de seguridad necesarios para el manejo de cada uno de los reactivos empleados, resaltando así el compromiso de los docentes y alumnos por el cuidado hacia la vida y el ambiente.

Por el contenido y el formato en que se presentan cada una de las prácticas, este manual se dirige sobre todo a alumnos de licenciatura; sin embargo, esta obra también puede considerarse material de referencia para profesionales y docentes en el campo.

Este manual es el resultado del esfuerzo conjunto de los miembros de la comisión, en el que a lo largo de varios meses de trabajo, dejaron plasmado su ánimo y entrega por la docencia, así como su amplia experiencia y pasión por el tema. Los autores realizaron una extensa revisión de textos, discutieron y defendieron sus puntos de vista, no solo en el ámbito de la docencia, sino en el impacto que tiene esta UEA, tanto en la formación académica de nuestros alumnos como en el ejercicio de su profesión. En este manual también se incorporan los comentarios que se recibieron por parte de docentes de otras instituciones académicas, ya que el trabajo fue presentado en el tema de educación del XXXII Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química en 2011.

Felicitó a los autores por el cuidado en la preparación y selección del material, pero sobre todo aprecio de manera encarecida el entusiasmo y compromiso al atender el llamado para la creación de esta obra. Sin duda la planta académica da vida y es la columna vertebral de esta *Casa abierta al tiempo*.

Dr. Octavio Loera Corral
Jefe del Departamento de Biotecnología
Universidad Autónoma Metropolitana

Introducción

En la Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad Iztapalapa, se está llevando a cabo la actualización de los planes y programas de estudio de las licenciaturas de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud, de acuerdo a las Políticas Operativas de Docencia (PODIS) aprobadas por el Consejo Académico de la Unidad el 28 de enero de 2003. Las PODIS tienen como propósito armonizar la organización académica y propiciar el desarrollo coherente de la docencia en la Unidad, por lo que ahora se realiza a cabo un proceso formativo integral para la organización del modelo educativo sobre la base de cuatro ámbitos: 1) la flexibilidad curricular; 2) la corresponsabilidad; 3) el manejo de lenguas extranjeras; y 4) la vinculación docencia – investigación. Como consecuencia de lo anterior, los programas de teoría de las Unidades de Enseñanza – Aprendizaje (UEA) de Química Orgánica I y II se actualizaron recientemente.

Por otra parte, en el Instructivo del Funcionamiento Interno y Operativo para Regular el Uso de los Servicios e Instalaciones de los Laboratorios de Docencia (FIORUSILD), aprobado por el Consejo Académico en la Sesión número 314 del 9 de noviembre del 2009, se señala con toda precisión que *“Toda UEA que contemple en su programa de estudios actividades experimentales (prácticas de laboratorio) deberá contar con un manual de prácticas. En este se señalarán los objetivos, la programación de las actividades, la relación de los equipos, materiales y artículos consumibles que serán utilizados, así como la disponibilidad de los mismos. Además, se incluirá información explícita acerca de las medidas de seguridad y, en su caso, las concernientes a la disposición de residuos o desechos que deberán observarse de acuerdo con las indicaciones de los Anexos referidos en el Artículo 27”* (Artículo 3 del capítulo I, Disposiciones Generales). De igual forma, el procedimiento se encuentra indicado en el Artículo 4 del mismo capítulo: *“Los manuales de prácticas mencionados en el Artículo anterior deberán ser elaborados por los profesores involucrados en la impartición de la UEA correspondiente, a solicitud del Director de la División o del Jefe de Departamento, y aprobados por el Consejo Divisional respectivo; asimismo, deberán ser revisados anualmente, y en su caso actualizados, en atención a las necesidades propias de la UEA.”*

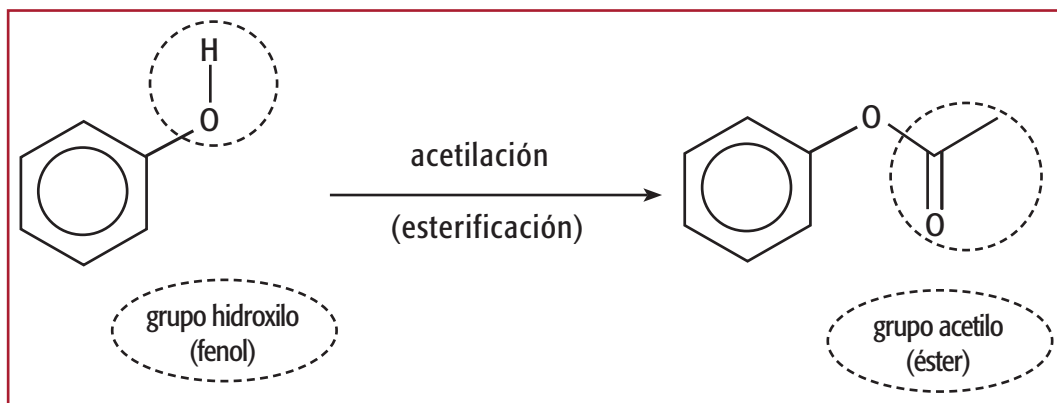
Con base en lo anterior, en el presente trabajo se presenta el *Manual para el curso de Laboratorio de Química Orgánica II*, elaborado por la comisión designada por la Jefa del Departamento de Biotecnología, Dra. Edith Ponce Alquicira (2008-2012), e integrada por los autores de la presente obra, teniendo como directrices para su elaboración: 1) La vinculación con el programa de teoría; 2) La actualización de los métodos; y 3) La obtención de productos representativos del área académica.

Práctica 1

Síntesis de aspirina: obtención de ácido acetilsalicílico

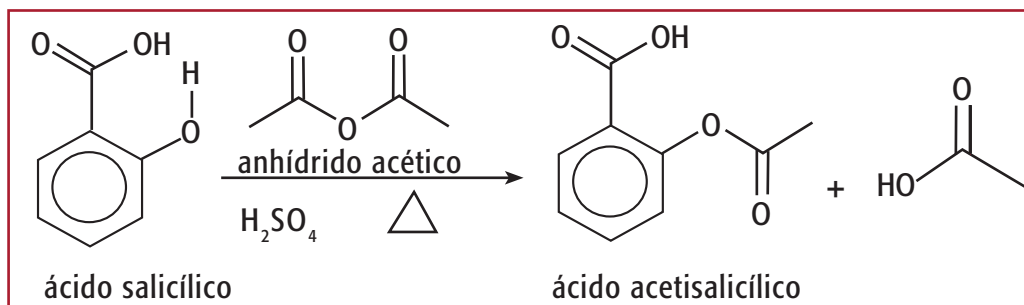
Vinculación con el programa de teoría

La obtención de ésteres es una reacción característica y muy utilizada en la industria. Esta reacción está indicada en el punto 1.7.3 del programa de teoría del curso de Química Orgánica II.



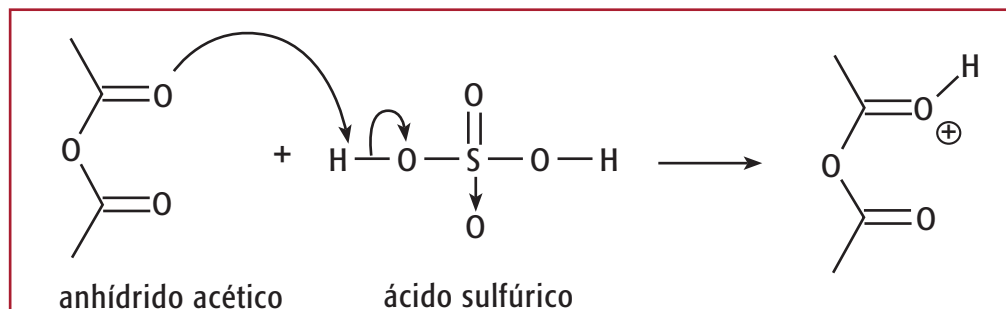
Objetivo

Efectuar la reacción de esterificación de un fenol, ejemplificado con la transformación de ácido salicílico a ácido acetilsalicílico (aspirina) mediante la reacción del grupo hidroxilo del ácido salicílico por acción del anhídrido acético con ácido sulfúrico (catalizador).

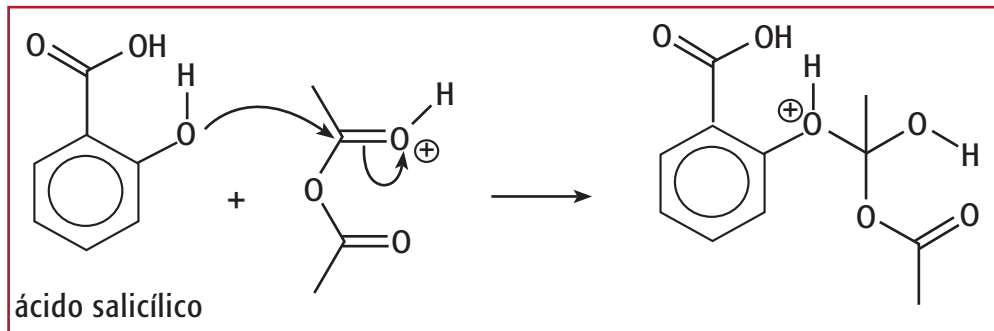


Mecanismo de reacción

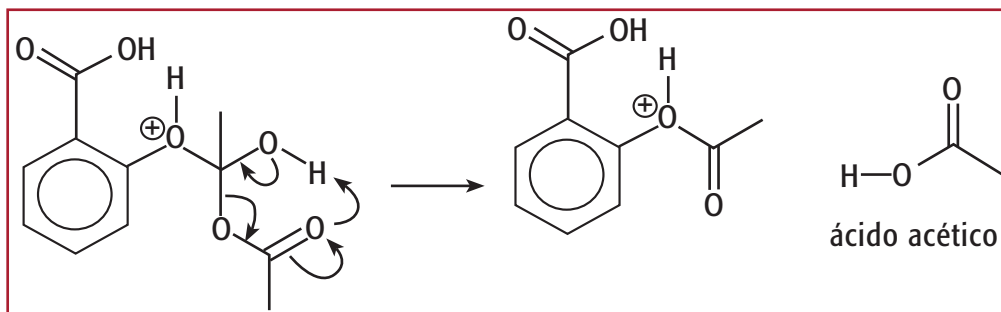
Primer paso: protonación.



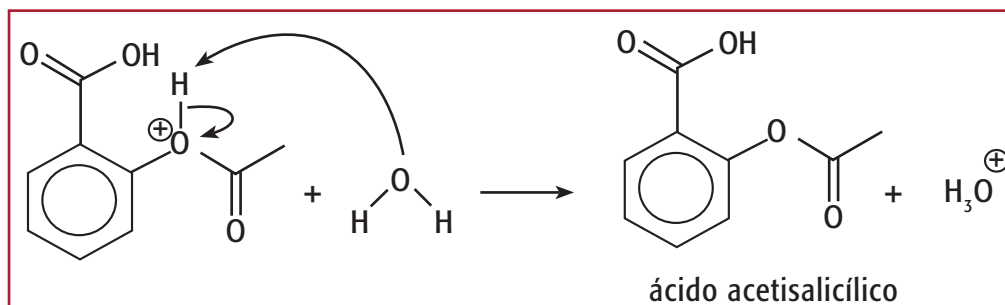
Segundo paso: Adición.



Tercer paso: Eliminación.



Cuarto paso: Desprotonación.



Material

- 1 aparato Fisher–Johns
 - 2 cristalizadores
 - 1 embudo Büchner
 - 1 equipo Quickfit
 - 1 matraz Kitasato de 250 mL
 - 1 micro espátula
 - 2 papeles filtro
 - * papel pH
 - 2 Parrillas eléctricas con agitación
 - 2 pinzas “3 dedos”
 - 1 pipeta graduada de 10 mL
 - 3 pisetas con agua
 - 2 portaobjetos
 - 1 propipeta
 - 2 soportes universales
 - 3 vasos de precipitados de 250 mL
- * La cantidad necesaria indicada por el profesor

Reactivos

- ácido salicílico
- ácido clorhídrico
- ácido sulfúrico
- agua destilada
- anhídrido acético
- bicarbonato de sodio
- etanol
- hielo

Desarrollo**Etapa 1. Desarrollo de la reacción.**

En un matraz esférico de 250 mL (Figura 1) coloque 5 g de ácido salicílico, después agregue 10 mL de anhídrido acético (medidos con una pipeta equipada con una propipeta), inicie la agitación magnética y en seguida adicione 10 gotas de ácido sulfúrico. Caliente durante 15 minutos el matraz de reacción en un baño maría, manteniendo la temperatura entre 70 y 80 °C y continuando la agitación.

Etapa 2. Precipitación del producto (ácido acetilsalicílico).

Estando el matraz todavía caliente, retírelo del baño maría y agregue lentamente 5 mL de agua fría (precaución: la mezcla de reacción puede reaccionar violentamente con el agua y salpicar). Después adicione de una sola vez 35 mL de agua fría. Transfiera la mezcla a un vaso de precipitados de 250 mL y enfríe en un cristizador con hielo, hasta que precipite un sólido. En caso de que no precipite raspe las paredes del vaso con una micro espátula para inducir la precipitación, manteniendo el matraz sumergido en el hielo.

Etapa 3. Purificación y doble filtración.

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 (Figura 2), 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 formada, filtre con vacío (Figura 2) y lave con agua destilada fría hasta pH neutro.

Etapa 4. Recristalización.

Disuelva el sólido en la mínima cantidad de etanol en caliente (Figura 3), agregue agua hasta que se ponga turbia la solución y se continúa calentando a ebullición hasta que se disuelva el sólido (si no se logra disolver agregar un poco más de etanol en caliente), al enfriarse la solución aparecen los cristales.

Etapa 5. Caracterización del producto.

Con una **microespátula** tome unos cristales del producto y colóquelos en un **portaobjetos** para determinar su punto de fusión en el **aparato Fisher-Johns**. Punto de fusión informado: 138 °C.

NOTA:

El ácido acetilsalicílico sobrante que no haya sido utilizado deberá colectarse en un recipiente proporcionado por el laboratorista. **NO DESECHARLO.**

En la bitácora elabore una lista de las propiedades fisicoquímicas, usos y precauciones que se deberán tener con los reactivos que se utilizan en la práctica. Incluya un diagrama de flujo y el cuestionario resuelto.

Equipo



Figura 1. Calentamiento con agitación.

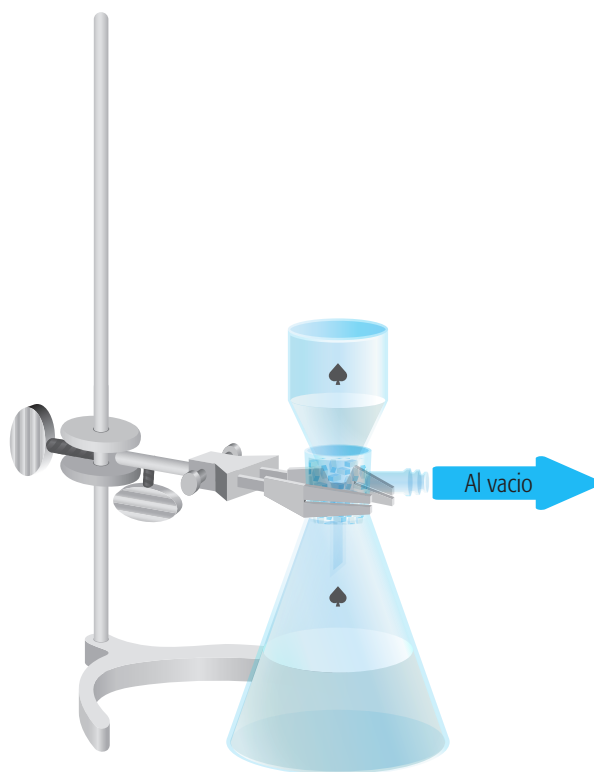


Figura 2. Filtración al vacío.

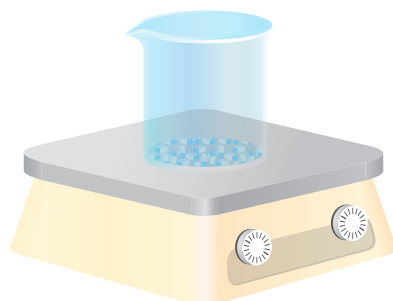
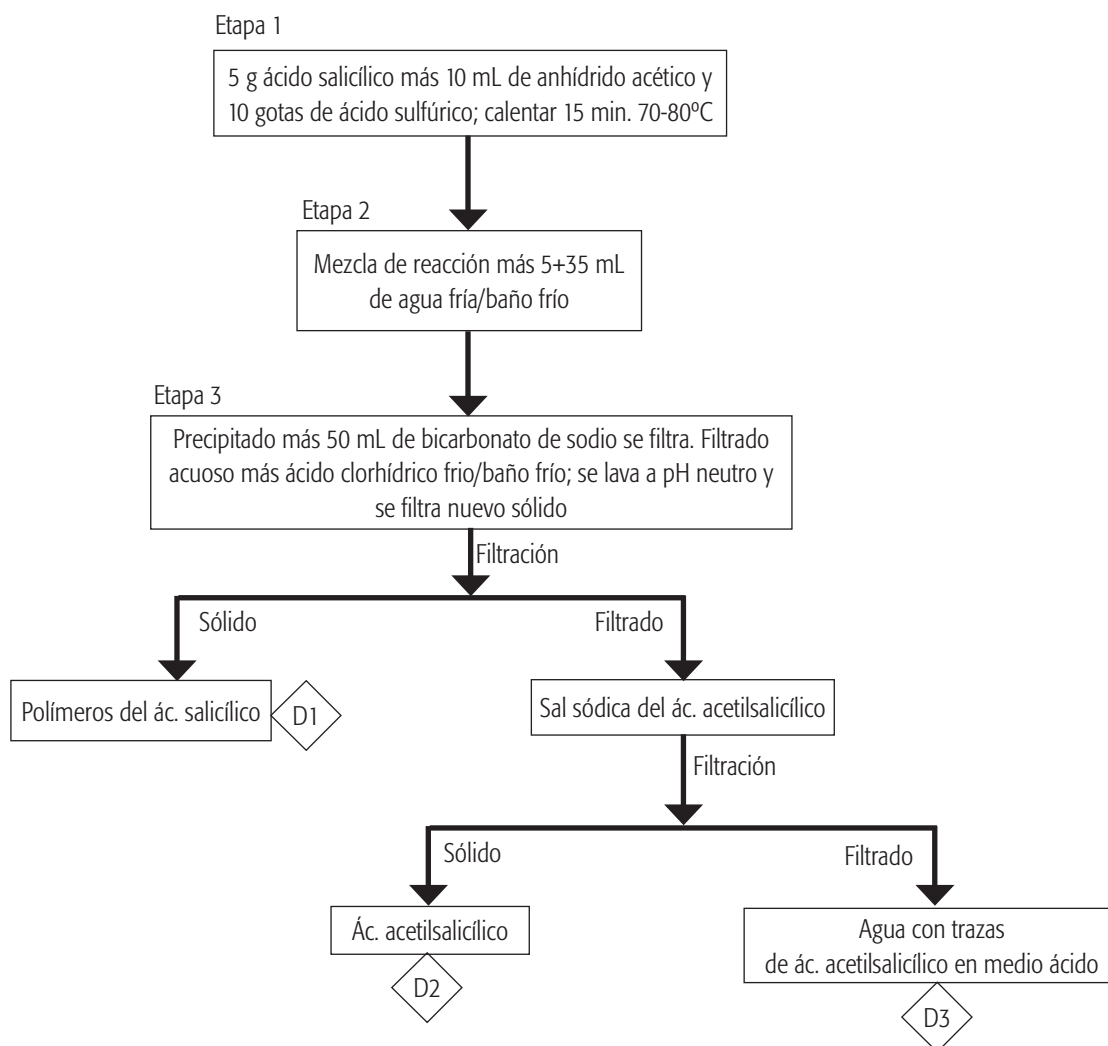


Figura 3. Recristalización.

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. ¿Por qué cuando se recrystaliza el ácido acetilsalicílico se solubiliza en la mínima cantidad de etanol en caliente, y después se agrega agua?
4. Describa otro método de esterificación de fenoles.
5. ¿Cuáles son los usos y aplicaciones del producto obtenido?
6. Consultando la bibliografía, haga una lista de las propiedades fisicoquímicas, y el uso y precauciones que se deben tener con los reactivos que se utilizaron en la práctica.

Diagrama: Manejo de residuos









D1 – Recuperar para desechos a incinerar.

D2 – Recuperar por el profesor para uso posterior.

D3 – Residuos a neutralizar y desechar en la tarja.

Bibliografía

Textos:

-  Bruice Yurkanis, P. **2008**. *Química Orgánica*. Pearson Educación México, 5ª Edición, p. 865. México.
-  Carey, Francis A. **1999**. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Edición, p. 879-880. México.
-  Fox, Marye A., Whitesell, J. K. **2000**. *Química Orgánica*. Addison Wesley Longman, 2ª Edición, p. 558. México.
-  Mc Murry, J. **2008**. *Química Orgánica*. Thomson Paraninfo, 7ª Edición, p. 807. México.
-  Morrison, R. T., Boyd, R. N. **1990**. *Química Orgánica*. Pearson Addison Wesley, 5ª Edición, p. 997-998. México.
-  Solomons Graham, T. W. **2002**. *Química Orgánica*. Editorial Limusa S.A. de C.V., 2ª Edición, p. 1136. México.

Textos de Laboratorio y Manuales:

-  The Merck Index. **2006**. 14th Edition, p.145, Whitehouse Station, N.J., EUA.

Medidas de Seguridad

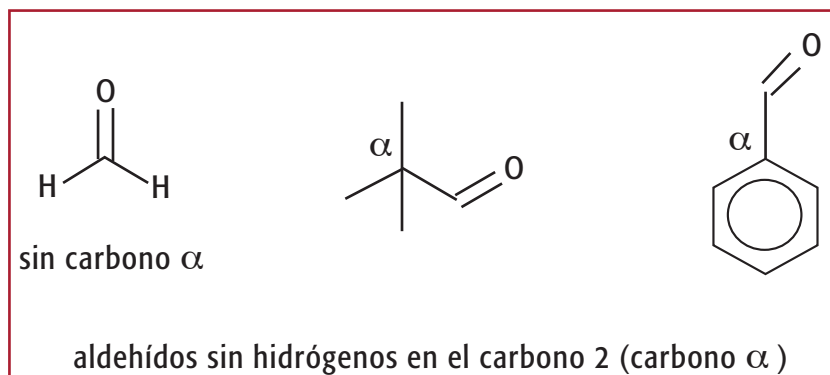
Sustancia	Primeros auxilios				Derrame	Desecho y tratamiento
	Contacto con piel	Contacto con ojos	Inhalación	Ingestión		
Ácido acetilsalicílico	Lavar inmediatamente la zona dañada con agua en abundancia. Si ha penetrado en la ropa, quitela y continúe lavando la piel con agua abundante.	Lavar inmediatamente con agua corriente asegurándose de abrir bien los párpados. Avisar al oftalmólogo.	Mover al afectado al aire fresco. Si no respira, dar respiración artificial y mantenerlo en reposo.	No provocar vómito. En caso de que la víctima esté inconsciente, dar a beber un poco de agua o leche.	Avisar al profesor. Barrer y asegurarse que los residuos se han neutralizado.	No tirar al drenaje. Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.
Ácido sulfúrico	Lavar inmediatamente la zona dañada con agua en abundancia. Si ha penetrado en la ropa, quitela y continúe lavando la piel con agua abundante.	Lavar inmediatamente con agua corriente asegurándose de abrir bien los párpados. Avisar al oftalmólogo.	Mover al afectado al aire fresco. Avisar al médico	No provocar vómito. Beber agua en abundancia. No efectuar medidas de neutralización. Avisar al médico	Avisar al profesor. Neutralize con sosa cáustica diluida, cal o carbonato de sodio. No tire al drenaje.	No tirar caño. Los restos deberán colectarse en el recipiente destinado para tal propósito. El profesor dispondrá estos residuos de acuerdo a tecnología aprobada y a la legislación local.
Anhídrido acético	Lavar la zona dañada con jabón neutro y abundante agua. Si ha penetrado en la ropa, quitarla inmediatamente y continuar lavando con agua. Si persisten molestias, busque atención médica.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos como mínimo, abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado al aire fresco, aflojar la ropa y buscar atención médica. Si no respira, dele respiración artificial. Si respira con dificultad, dele oxígeno. Proporcione atención médica.	No induzca vómito. Dar agua o leche en abundancia. Afloje las ropas. Si la víctima está inconsciente, dar respiración artificial y mantener en reposo y caliente. Proporcionar atención médica.	Avisar al profesor. Neutralize con sosa cáustica diluida, cal o carbonato de sodio. No tirar al drenaje.	No tirar caño. Los restos deberán colectarse en el recipiente destinado para tal propósito. El profesor dispondrá estos residuos de acuerdo a tecnología aprobada y a la legislación local.
Etolol	Lavar con agua	Enjuague los ojos con agua corriente durante 15 minutos, abriendo los párpados y retirando los lentes de contacto. Busque atención médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco. Si no respira, dele respiración artificial. Si respira con dificultad, dar oxígeno. Proporcione atención médica.	No inducir vómito. Aflojar ropa y collares, corbatas, cinturones o cintos. Si la víctima no respira realizar respiración boca a boca. Busque atención médica inmediata.	Avisar al profesor. Eliminar fuentes de ignición para evitar incendio. Ventilar el área. Absorber el líquido residual en arena o absorbente inerte y trasladarlo a la campana de extracción. Lavar con agua.	Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.

Práctica 2

Reacción de Cannizzaro: obtención de alcohol bencílico y ácido benzoico.

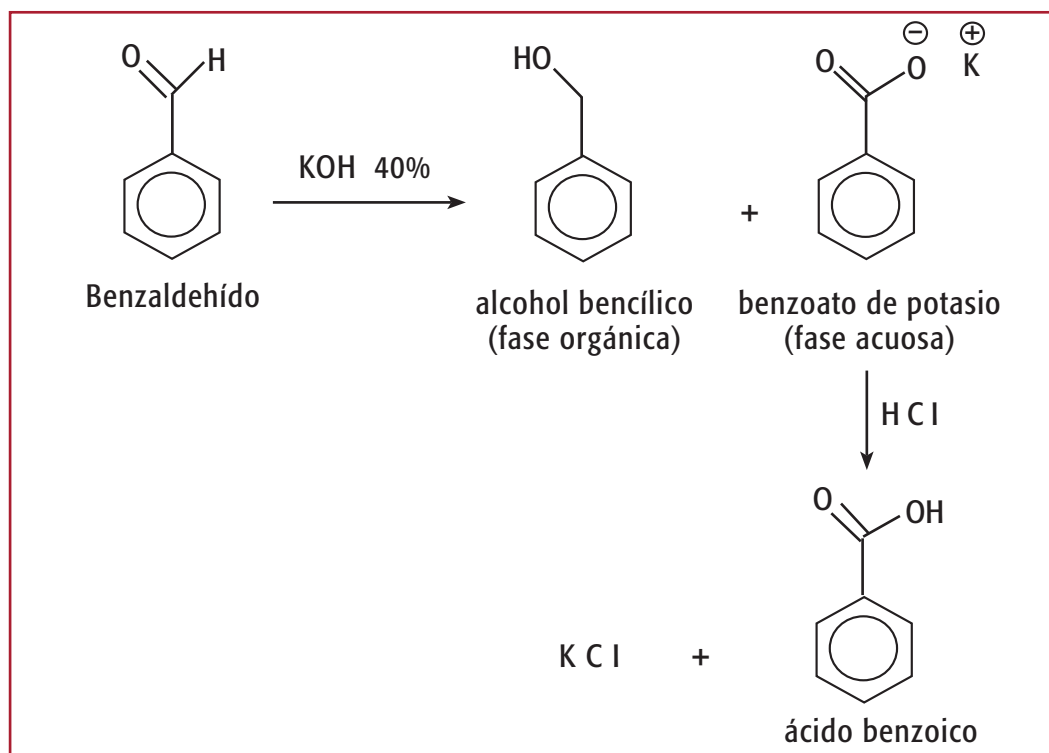
Vinculación con el programa de teoría

La reacción de Cannizzaro, un proceso químico de dismutación o desproporción (auto oxidación-reducción), característico de aldehídos que no poseen hidrógenos en el carbono (C_2), forma parte del programa de teoría de Química Orgánica II, en particular del punto 3.12 incluido en el tema 3, aldehídos y cetonas.



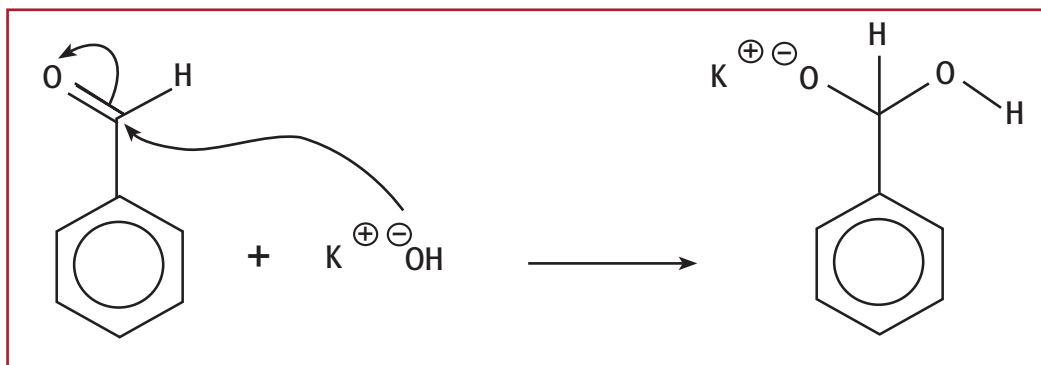
Objetivo

Llevar a cabo la reacción de autoxidación-reducción con el benzaldehído para dar una mezcla de alcohol bencílico y ácido benzoico al exponerse a la acción de una base concentrada y posterior neutralización.

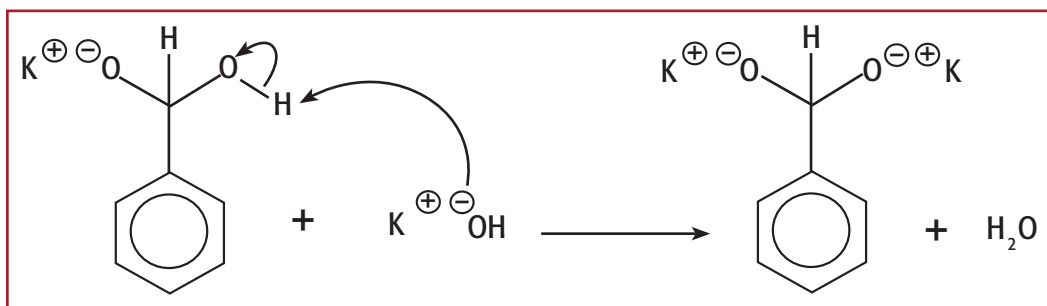


Mecanismo de reacción

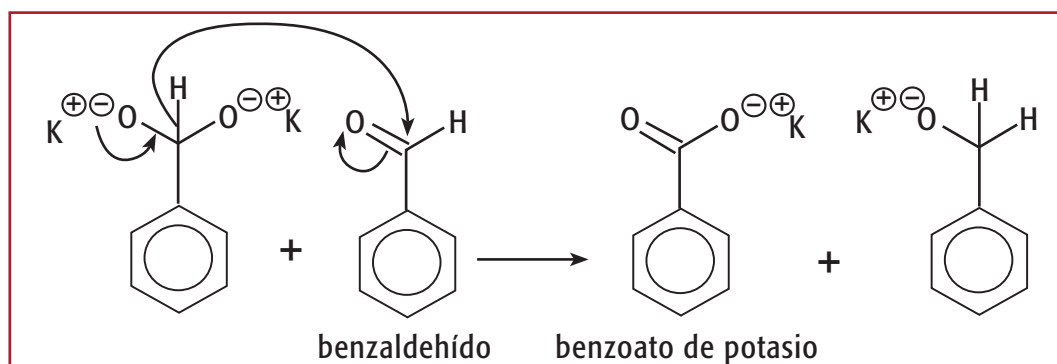
Primer paso: Ataque nucleofílico del ion hidroxilo al carbono del grupo carbonilo.



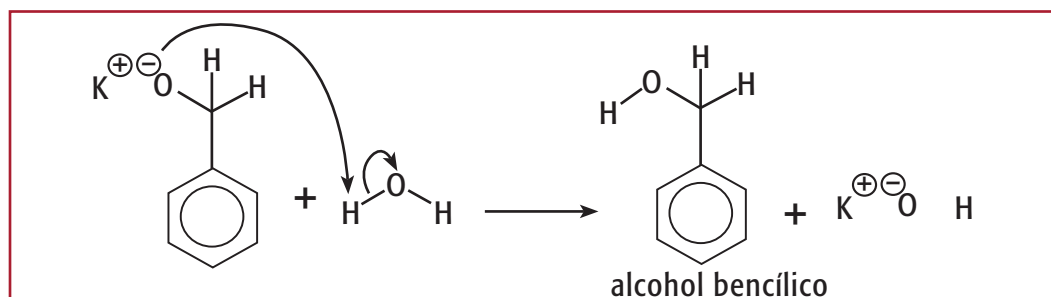
Segundo paso: Formación del dianión.



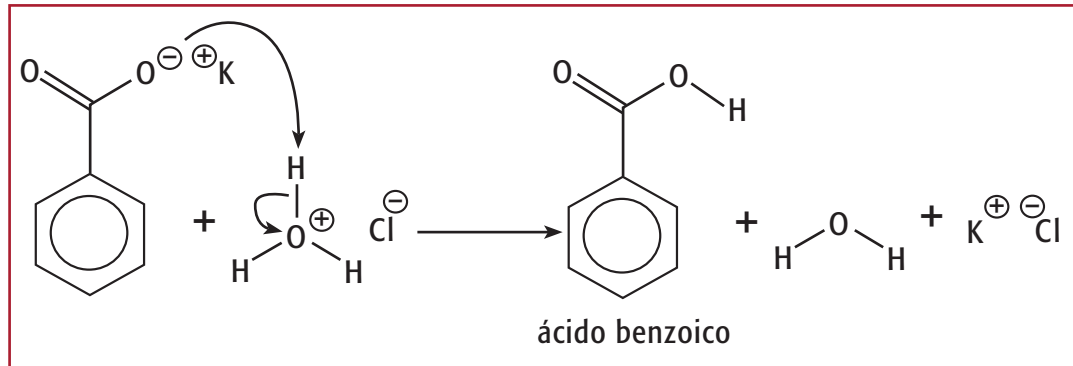
Tercer paso: Transferencia de un ion hidruro desde el dianión a una segunda molécula de benzaldehído.



Cuarto paso: Formación del alcohol bencílico.



Quinto paso: Formación del ácido benzoico.



- Material**
- 3 cristalizadores
 - 1 embudo Büchner
 - 1 equipo Quickfit
 - 3 mangueras
 - 1 mantilla de calentamiento
 - 3 matraces Kitasato 250 mL
 - 3 papeles filtro, papel pH
 - 1 parrilla eléctrica con agitación
 - 2 pinzas de "3 dedos"
 - 1 pipeta graduada de 10 mL
 - 1 piseta con agua
 - 1 probeta de 100 mL
 - 1 propipeta
 - 1 reóstato
 - 2 soportes universales
 - 3 vasos de precipitados de 100 mL
 - 1 vaso de precipitados de 250 mL

- Reactivos**
- ácido clorhídrico
 - agua destilada
 - benzaldehído
 - éter etílico
 - hidróxido de potasio
 - hielo
 - sulfato de sodio anhidro

Desarrollo

Etapa 1. Reflujo.

En el **matraz esférico** del **equipo ilustrado en la** Figura 1, disuelva 5 g de **hidróxido de potasio** en 25 mL de **agua**. A esta solución básica adicione 8 mL de **benzaldehído** y caliente a reflujo durante 1 h. Después, enfríe hasta temperatura ambiente el matraz con la mezcla de reacción, sumergiéndolo en un **cristalizador** con **agua-hielo**, si es necesario, adicione suficiente **agua** con agitación para disolver algún precipitado de **benzoato de potasio** que se haya quedado en el matraz.

Etapa 2. Extracción.

Vierta la mezcla en un **embudo de separación** (Figura 2), lave el **matraz esférico** con 25 mL de **éter etílico** y adicione este al **embudo de separación**. Agite el embudo para asegurar una extracción eficiente del **alcohol bencílico** por el **éter etílico**. Deje reposar el embudo de **separación** 5 minutos (quitando el tapón), luego 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 25 mL de **éter etílico**; repita la operación de separación de las dos fases y combine los dos extractos etéreos (que contienen el **alcohol bencílico**). Guarde la solución acuosa para la separación del ácido benzoico.

Etapa 3. Obtención del alcohol bencílico (fase etérea).

Coloque el extracto etéreo en un **vaso de precipitados** que esté perfectamente seco, elimine el agua presente adicionando 10 g de **sulfato de sodio anhidro** y agitando. Después decante la solución etérea en un vaso de precipitados de 100 mL seco y limpio. Elimine el **éter etílico** por destilación en baño de agua tibia (Figura 3) (tener precaución con este procedimiento, pues el **éter etílico** puede explotar con cualquier fuente de ignición). Mida el volumen del **alcohol bencílico** obtenido con una pipeta para calcular el rendimiento.

Etapa 4. Obtención del ácido benzoico (fase acuosa).

Vierta con precaución y agitando magnéticamente, la solución acuosa (obtenida al final de la etapa 2) en un **vaso de precipitados de 250 mL** que contenga una mezcla preparada por la adición cuidadosa de 50 mL de **ácido clorhídrico** concentrado en 100 mL de **agua fría**. Terminada la adición continúe con la agitación y verifique con **papel indicador** que el pH de la solución sea ácido. Si la suspensión está caliente, enfríela a temperatura ambiente, filtre el precipitado en un embudo **Büchner con vacío** (Figura 4) y lave con **agua fría** hasta pH neutro. Deje secar el **ácido benzoico** obtenido y péselo para obtener el rendimiento.

NOTA:

El **alcohol bencílico** y el **ácido benzoico** obtenidos deberán colectarse en recipientes proporcionados por el laboratorista. **NO DESECHARLOS.**

En la bitácora elabore una lista de las propiedades fisicoquímicas y uso de los reactivos que se utilizan en la práctica. Incluya el cuestionario resuelto.

Equipo

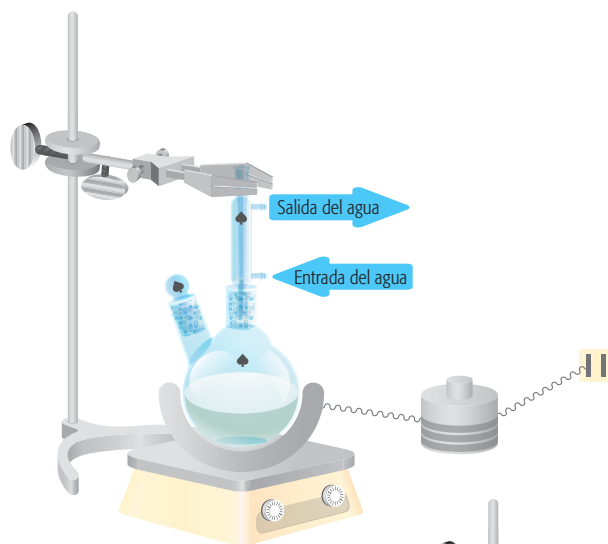


Figura 1. Calentamiento para reflujo con agitación.

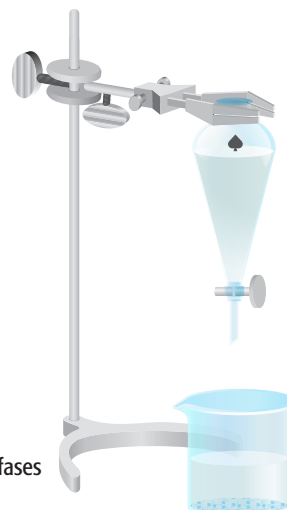


Figura 2. Separación de fases

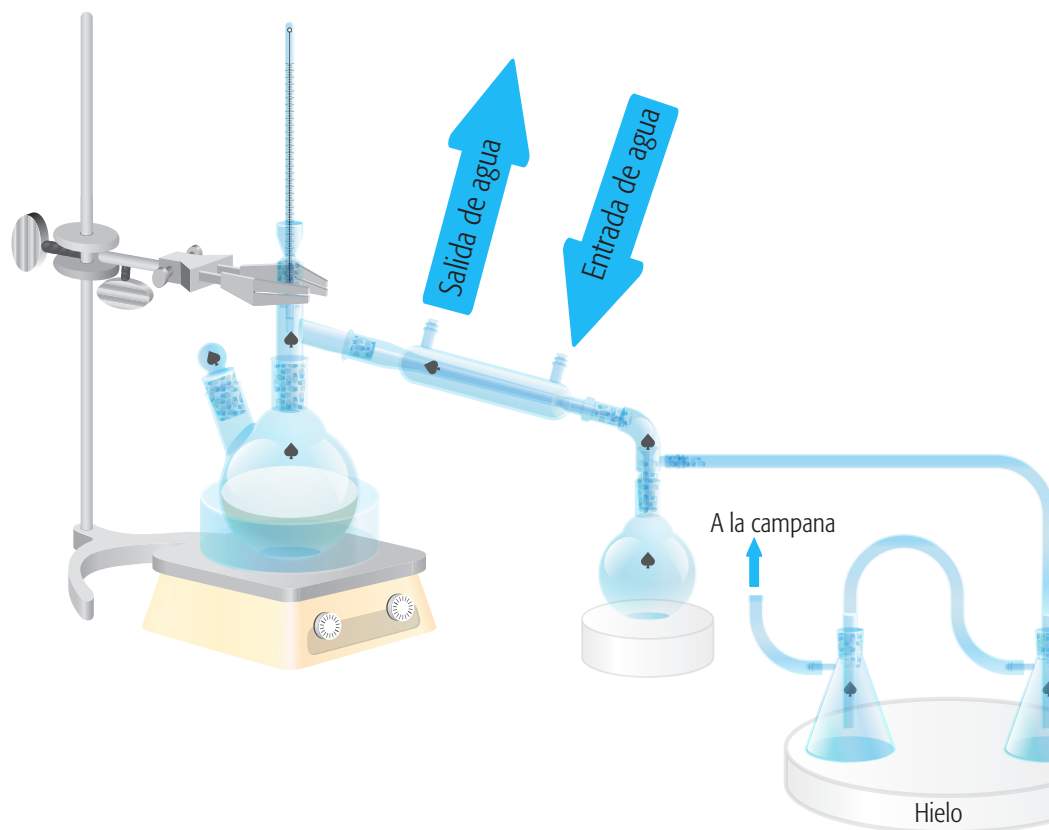
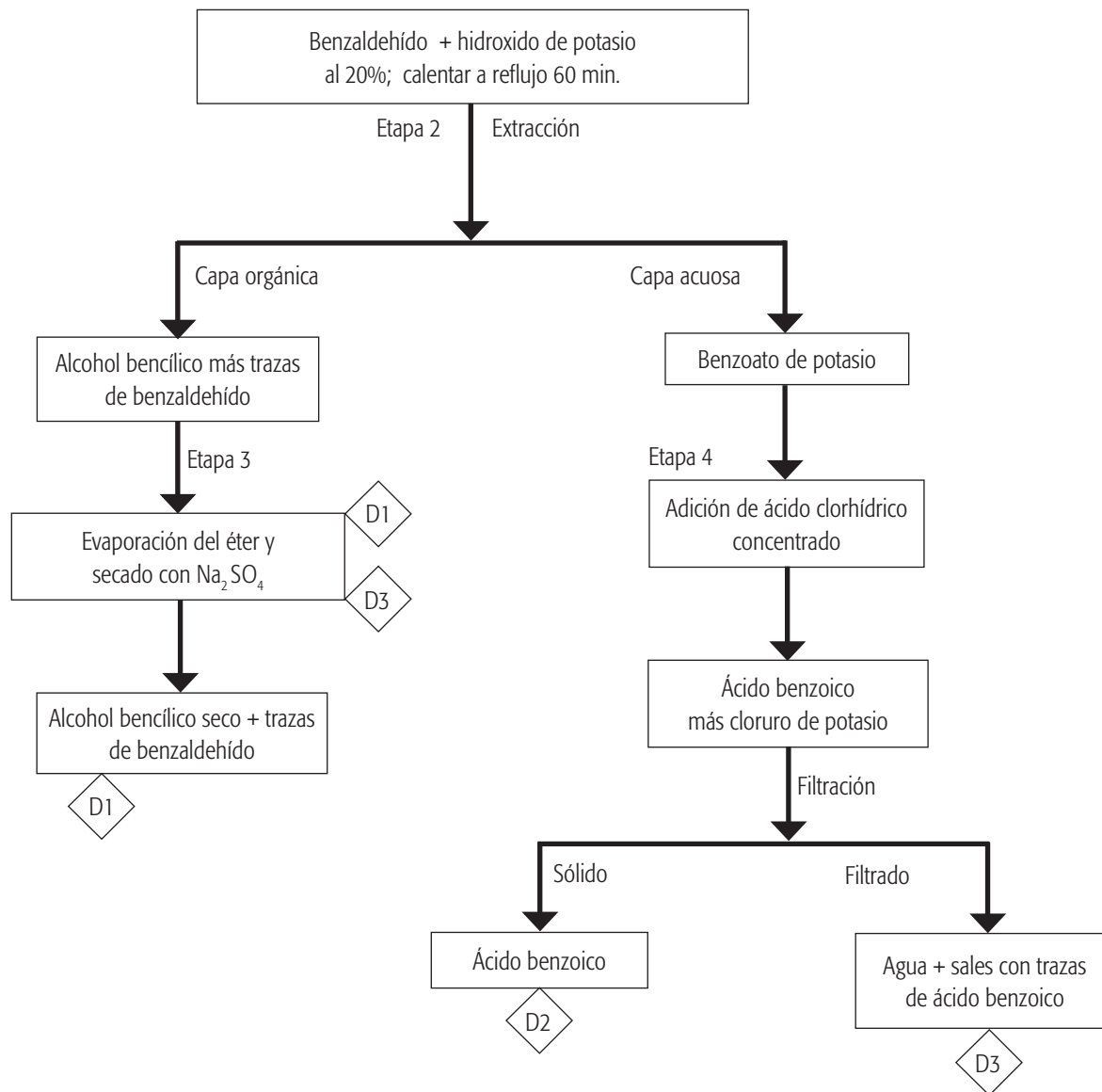


Figura 3. Destilación sencilla.

Cuestionario

1. En la reacción de Cannizzaro cuando una mezcla de dos aldehídos reacciona, ésta suele dar todos los productos posibles. Sin embargo, si uno de ellos es formaldehído, la reacción genera casi exclusivamente formiato de sodio y el alcohol correspondiente al otro aldehído. De un ejemplo de esta reacción de Cannizzaro cruzada.
2. ¿Qué compuesto se oxida y cuál se reduce en la reacción de la pregunta anterior?
3. ¿A qué se le llama condensación aldólica? Escriba un ejemplo mediante una reacción.
4. ¿Qué objeto tiene agregar ácido clorhídrico a la solución acuosa obtenida en la práctica?
5. ¿Qué aplicaciones tienen los productos obtenidos?
6. Consultando la bibliografía, haga una lista de las propiedades fisicoquímicas, y el uso y precauciones que se deben tener con los reactivos que se utilizaron en la práctica.

Manejo de residuos







D1 – Recuperar para desechos a incinerar.

D2 – Recuperar por el profesor para uso posterior.



D3 – Residuos a neutralizar y desechar en la tarja.

Bibliografía

Textos

-  Fox, Marye A., Whitesell, J. **2000**. *Química Orgánica*. Addison Wesley Longman, 2ª Edición, p. 607-608 México.
-  Mc Murry, J. **2008**. *Química Orgánica*. Thomson Paraninfo, 7ª Edición, p. 724. México.
-  Morrison, R. Boyd, R. **1990**. *Química Orgánica*. Pearson Addison Wesley, 5ª Edición, p. 771-772. México.
-  Solomons G. **1979**. *Química Orgánica*. Editorial Limusa S.A. de C.V., 1ª Edición, p. 743-744. México.

Textos de Laboratorio y Manuales

-  The Merck Index. **2006**. 14th Edition, p.145, Whitehouse Station, N.J., EUA.
-  Vogel, A. **1996**. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*. Prentice Hall, 5ª Edición, EUA.

Medidas de seguridad

Sustancia	Primeros auxilios				Derrame	Desecho y tratamiento
	Contacto con piel	Contacto con ojos	Inhalación	Ingestión		
Ácido clorhídrico	Lavar inmediatamente la zona dañada con agua en abundancia. Si ha penetrado en la ropa, quitarla inmediatamente y continuar lavando la piel con agua abundante.	Lavar inmediatamente con agua corriente asegurándose de abrir bien los párpados. Avisar al oftalmólogo.	Mover al afectado al aire fresco. Si no respira, dar respiración artificial y mantenerlo caliente y en reposo, no dar a ingerir nada. Si está consciente, suministrar oxígeno, y mantenerlo sentado.	No provocar vómito. En caso de que la víctima esté inconsciente, dar respiración artificial y mantenerla en reposo y caliente. Si está consciente dar a beber un poco de agua continuamente.	Avisar al profesor. Ventilar el área. Neutralizar con bicarbonato de sodio o mezcla 50:50 de hidróxido de calcio y cal. Barrer y asegurarse que los residuos se han neutralizado antes de desechar al drenaje.	Diluir con agua cuidadosamente, neutralizar con carbonato de calcio o cal. La disolución resultante puede vertirse al drenaje, con abundante agua.
Benzaldehído	Retirar la ropa y lavar con abundante agua y jabón no abrasivo. Tenga especial cuidado de limpiar los pliegues. Si la irritación persiste, busque atención médica.	Enjuague los ojos con agua corriente durante 15 minutos, manteniendo los párpados bien abiertos para eliminar el producto. Si persiste el dolor, consulte a un oftalmólogo.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco y buscar atención médica.	Enjuague la boca con agua fresca, induzca el vómito solamente si está consciente.	Avisar al profesor. Limpiar el área afectada.	No tirar al drenaje. Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.
Éter etílico	Lavar con abundante agua y jabón no abrasivo. Tenga especial cuidado de limpiar los pliegues, grietas y la ingle. Si la irritación persiste, busque atención médica.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos como mínimo, abriéndole los párpados eventualmente (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco, aflojar la ropa y buscar atención médica. Si no respira, dar respiración artificial. Si respira con dificultad dar oxígeno. Proporcionar atención médica.	No inducir vómito al menos que indique el personal médico. Aflojar ropa y collares, corbatas, cinturones o cintos. Si la víctima no respira realizar respiración boca a boca. Busque atención médica inmediata.	Avisar al profesor. Eliminar fuentes de ignición para evitar incendio. Ventilar el área. Absorber el líquido residual en absorbente inerte y trasladarlo a la campana de extracción para evaporar. Lavar con agua.	Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.
Hidróxido de potasio	Retire la ropa contaminada y lave con abundante agua y jabón no neutro. Si la irritación persiste, busque atención médica.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos, abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto cuando sea posible) y proporcionar asistencia médica.	Lleve al afectado al aire fresco. Si no respira, dar respiración artificial. Manténgalo en reposo. Proporcione atención médica.	Lave la boca con agua. Si está consciente suministre abundante agua. No induzca vómito. Busque atención médica inmediata.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y entregar al profesor. Lavar el residuo con suficiente agua. Enjuague con agua el área afectada.	Colóquelo en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.

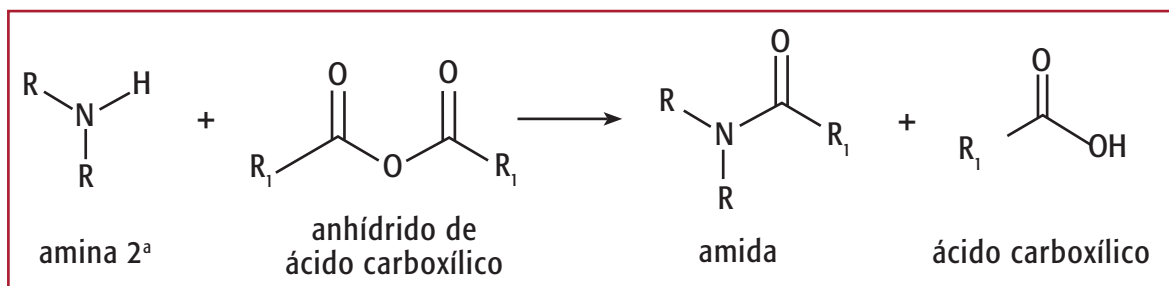
Sustancia	Primeros auxilios				Derrame	Desecho y tratamiento
	Contacto con piel	Contracto con ojos	Inhalación	Ingestión		
Sulfato de sodio anhidro	Lavar con agua abundante, después quitar la ropa contaminada y lavar de nuevo. Proporcionar asistencia médica.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado al aire fresco y buscar atención médica. Proporcionar atención médica.	Enjuagar la boca. No provocar el vómito. Proporcionar asistencia médica.	Barrer la sustancia derramada e introducirla en un recipiente tapado. Recoger cuidadosamente el residuo, trasladarlo a continuación a un lugar seguro. No absorber en aserrín u otros absorbentes combustibles.	Lo que no se pueda conservar para recuperación o reciclaje debe ser manejado como desecho peligroso y enviado a una instalación de residuos.

Práctica 3

Síntesis de *p*-nitroanilina en tres etapas: 1a etapa, acetilación de anilina para la protección del grupo amino

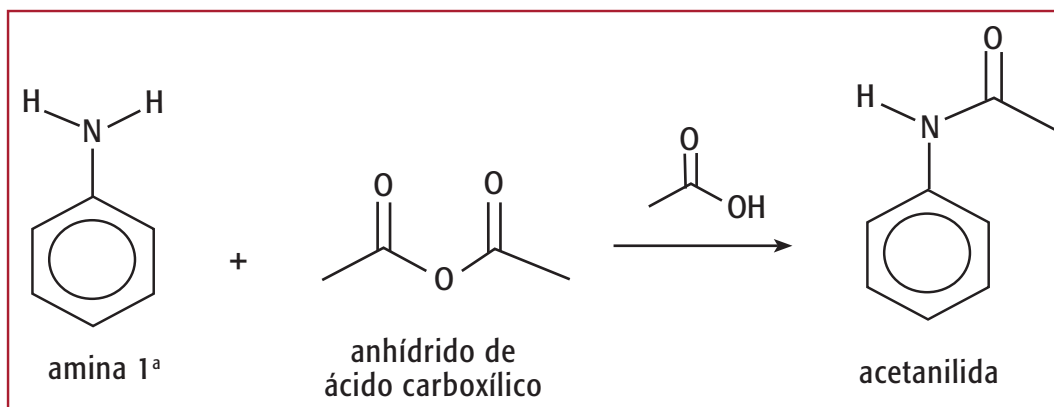
Vinculación con el programa de teoría

Las aminas primarias y secundarias reaccionan con anhídridos de ácido para producir amidas.

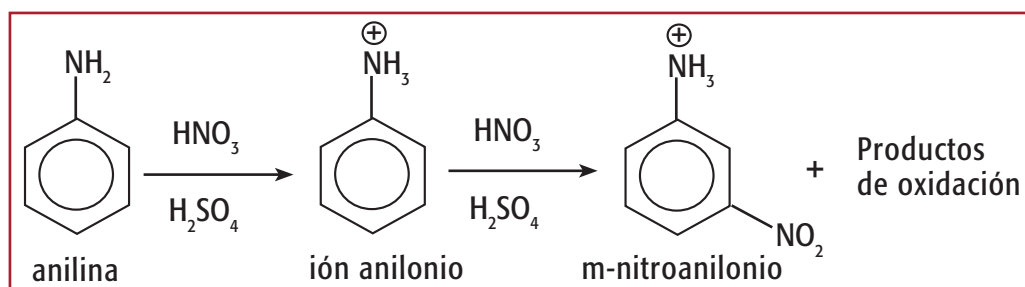


La reacción a realizar en esta práctica, acetilación de anilina para la obtención de acetanilida, es por una parte, una reacción característica de las aminas, la cual se aborda en el punto 2.5 del programa de teoría, pero además se vincula con el programa mediante el punto 1.7.4 correspondiente a la preparación de amidas como parte de los derivados de los ácidos carboxílicos (Tema 1 del programa de teoría).

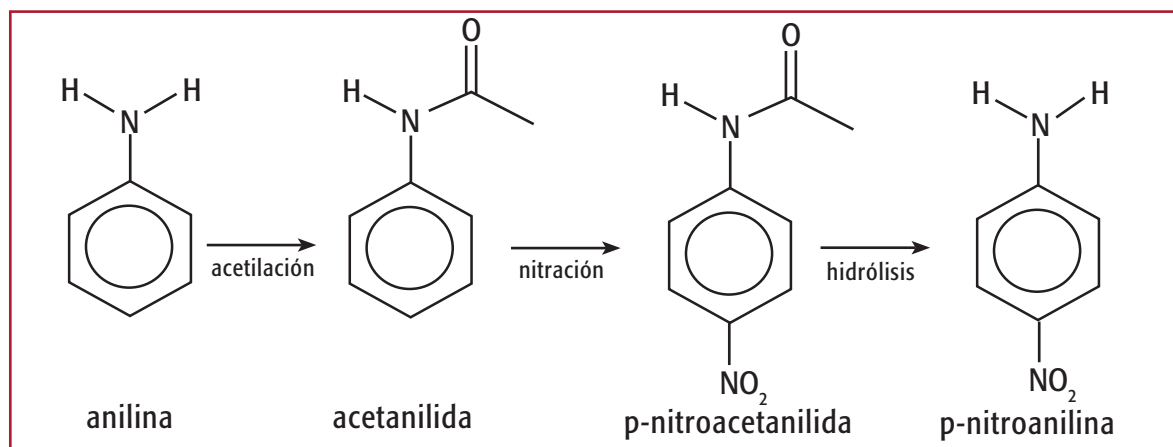
Objetivo



Efectuar la acetilación de la anilina para obtener *p*-nitroacetanilida con el propósito de proteger el grupo amino de reacciones indeseables cuando se lleve a cabo la reacción de nitración en la siguiente práctica (segunda etapa de la obtención de *p*-nitroacetanilida), ya que la nitración directa de la anilina no conduce al producto deseado (*p*-nitroanilina), sino al isómero *meta* debido a la formación del ion anilinio (además de la susceptibilidad a la oxidación de las aminas por el ácido nítrico):



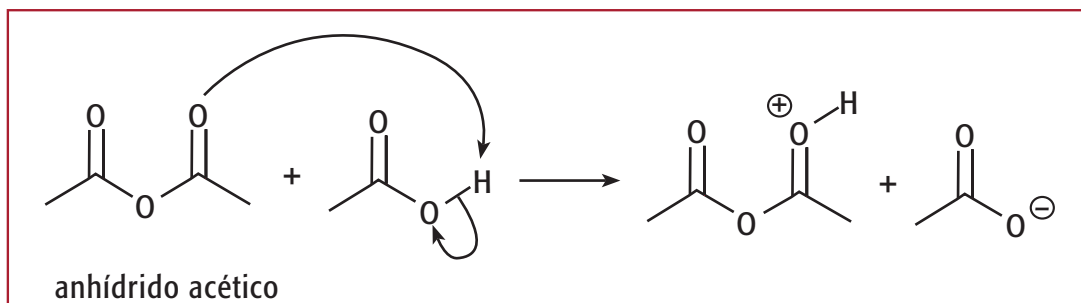
Por tal razón, la obtención de *p*-nitroanilina se realiza mediante un proceso global que comprende tres reacciones:



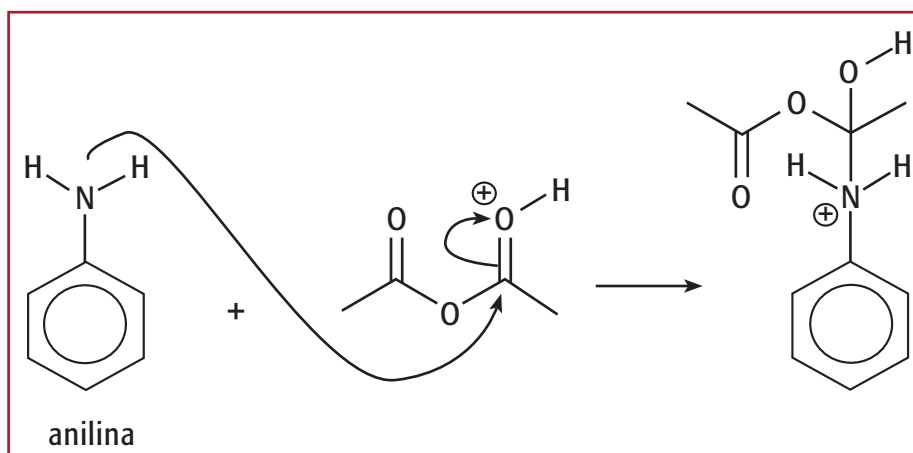
De estas tres reacciones de la Figura anterior, la primera se desarrolla en la presente práctica.

Mecanismo de reacción

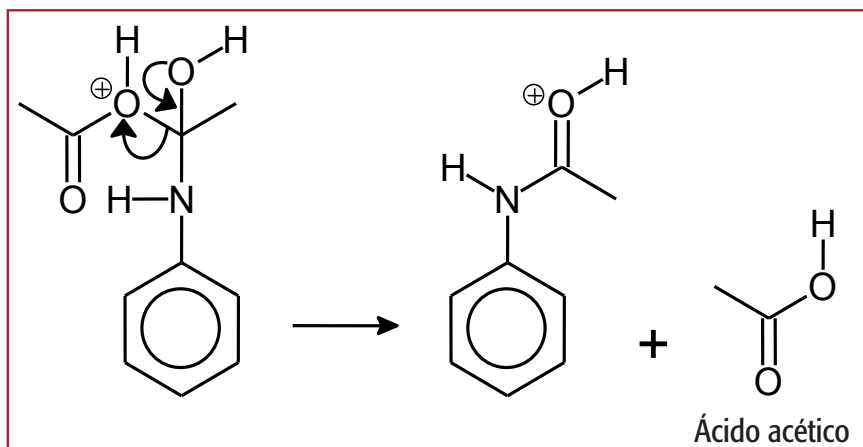
Primer paso: Protonación del grupo carbonilo del anhídrido acético.



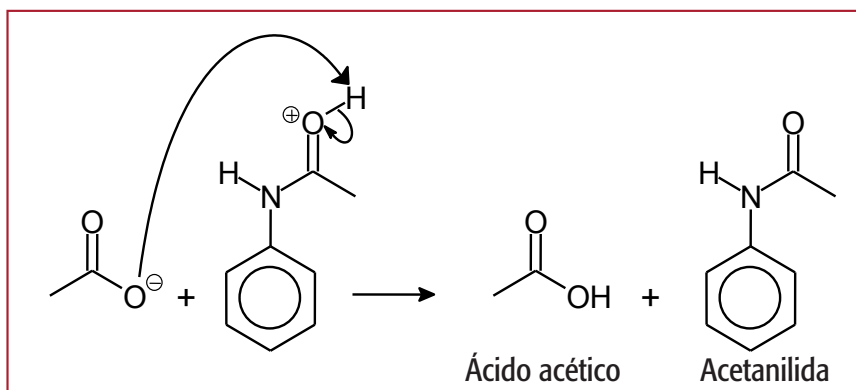
Segundo paso. Adición:



Tercer paso. Eliminación



Cuarto paso. Desprotonación

**Material**

- 1 Aparato Fischer Johns
- 1 Barra magnética
- 1 Cristalizador
- 1 Embudo Büchner
- 1 Equipo Quickfit
- 1 Mantilla de calentamiento
- 1 Matraz Kitasato
- 1 Papel filtro
- 1 Parrilla eléctrica con agitación
- 1 Pinza de tres dedos
- 3 Pipetas graduadas de 10 mL
- 1 Piseta con agua
- 1 Propipeta
- 1 Reóstato
- 1 Soporte universal
- 2 Vasos de precipitados de 100 mL
- 1 Vaso de precipitados de 250 mL

Reactivos

- Ácido acético glacial
- Agua destilada
- Anilina
- Anhídrido acético
- Hielo

Desarrollo

Etapa 1. Reflujo.

En un **matraz esférico de 250 mL** coloque 12 mL de **anilina** (medir con **pipeta y propipeta**), 12 mL de **anhídrido acético** [precaución: el anhídrido acético es muy irritante] y 10 mL de **ácido acético glacial**. Agregue una **barra magnética**. Adapte un **refrigerante** al **matraz** en posición vertical (Figura 1) y caliente durante 15 minutos con la **mantilla de calentamiento** conectada al **reóstato**.

Etapa 2. Filtración.

Enseguida, vierta la mezcla de reacción caliente, lentamente sobre 100 mL de **agua** helada contenida en un **vaso de precipitados de 250 mL**. Enfríe el contenido del vaso en un **crystalizador con hielo**, luego filtre al vacío en **embudo Büchner** y **matraz Kitasato** (Figura 2), lave el precipitado con pequeñas porciones de **agua** helada (en **vaso de precipitados de 100 mL**), hasta obtener un pH neutro en el agua de filtración. Deje secar la **acetanilida** sobre papel filtro al aire.

Etapa 3. Rendimiento y caracterización.

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

NOTA:

Conserve el producto para la segunda etapa a desarrollar en la siguiente práctica.

Equipo

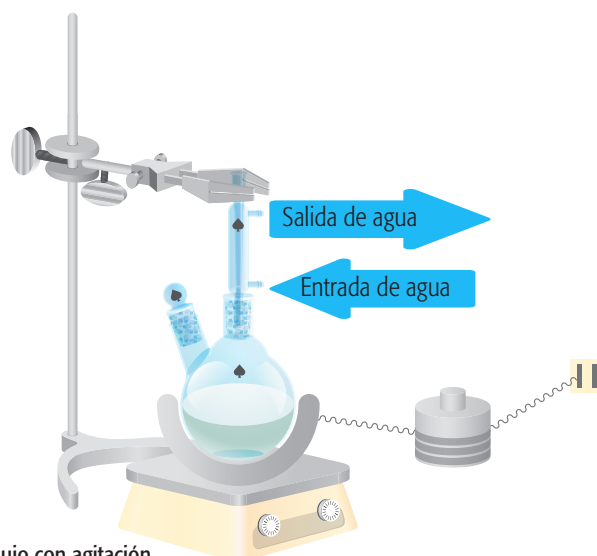


Figura 1. Calentamiento para reflujo con agitación.

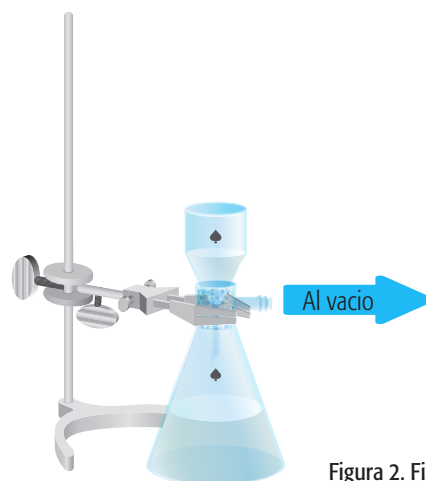
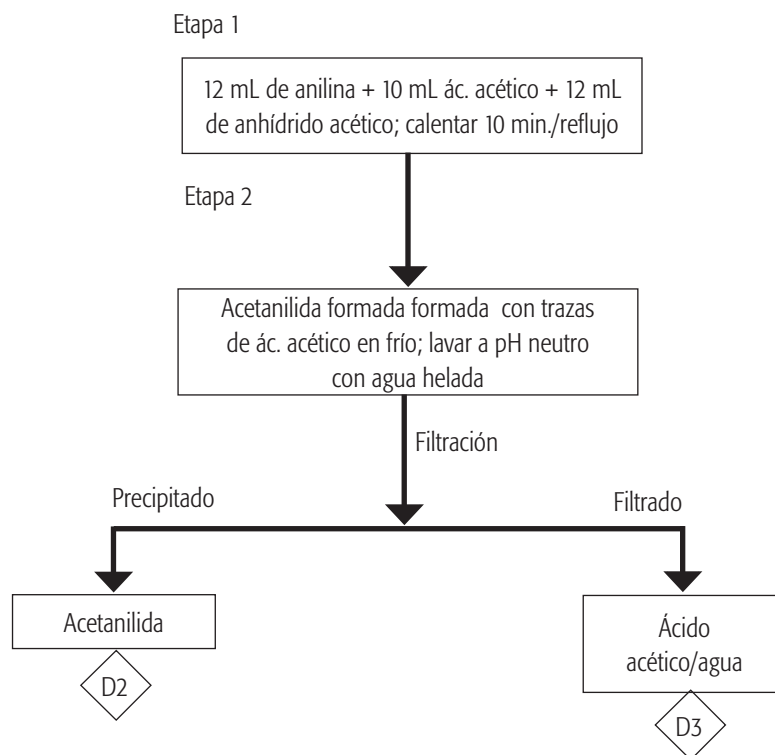


Figura 2. Filtración al vacío.

Cuestionario

1. Mediante estructuras de resonancia (complejo sigma) indique por qué el grupo amino protonado de la anilina (ion anilonio) es un grupo desactivante y orientador *meta*.
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. El método preferido para la síntesis de la acetanilida es usar el anhídrido acético como reactivo, siendo el método que se utiliza en esta práctica, pero las aminas pueden ser acetiladas de varias formas. Mencione qué otro reactivo se puede usar para la acetilación de la anilina.
4. Consultando la bibliografía, haga una lista de las propiedades fisicoquímicas, el uso y precauciones que se deben tener con los reactivos que se utilizaron en la práctica.
5. ¿Qué uso medicinal tiene la acetanilida?

Manejo de residuos



D2 – Recuperar por el profesor para uso posterior.

D3 – Residuos a neutralizar y desechar en la tarja.

Bibliografía

Textos:

 Bruice Yurkanis, P. **2008**. *Química Orgánica*. Pearson Educación México, 5ª Edición, p. 821. México.

 Carey, F. **1999**. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Edición, p. 821. México.

 Mc Murry, J. **2008**. *Química Orgánica*. Thomson Paraninfo, 7ª Edición, p. 939-940. México.

 Morrison, R. Boyd, R. **1990**. *Química Orgánica*. Pearson Addison Wesley, 5ª Edición, p. 937. México.

 Solomons G. **2002**. *Química Orgánica*. Editorial Limusa S.A. de C.V., 2ª Edición, p. 816. México.

 Wade, L. **2004**. *Química Orgánica*. Pearson Prentice Hall, 5ª edición, p. 860. Madrid.

Textos de Laboratorio y Manuales:

 Ávila, J., García, C., Gavilán, I., et. al. **2001**. *Química Orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico*. UNAM, 1a Edición, p. 418-419. México.

 The Merck Index. **2006**. 14th Edition, p.145. Whitehouse Station, N.J., EUA.

Medidas de seguridad

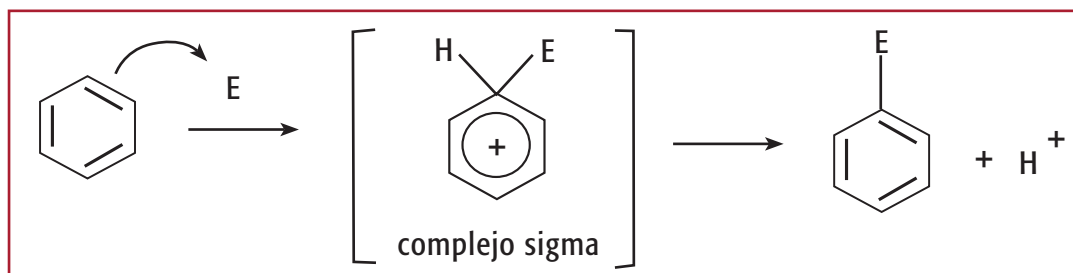
Sustancia	Primeros auxilios				Derrame	Desecho y tratamiento
	Contacto con piel	Contracto con ojos	Inhalación	Ingestión		
Ácido acético glacial	Lavar inmediatamente con jabón y agua. Si ha penetrado en la ropa, quitarla y continuar lavando la piel con agua abundante. Proporcionar asistencia médica.	Lavar con agua durante 15 minutos abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco, aflojar la ropa y buscar atención médica. Evitar respiración artificial. Si respira con dificultad, dar oxígeno. Proporcionar atención médica.	No inducir el vómito. Si está consciente, suministrar agua abundante. No administrar nada por la boca si está inconsciente. Aflojar ropas y prendas. Búsqueda de atención médica inmediata.	Avisar al profesor. Ventilar el área. Neutralizar con bicarbonato de sodio o mezcla 50:50 de hidróxido de calcio y cal. Limpiar el lugar.	Neutralizar con hidróxido de sodio diluido o carbonato de sodio y tirar al drenaje.
Anhidrido acético	Lave la zona afectada con jabón neutro y abundante agua. Si ha penetrado en la ropa, quitarla inmediatamente y continuar lavando con agua. Si persisten molestias, busque atención médica.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos como mínimo, abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco, aflojar la ropa y buscar atención médica. Si no respira, dar respiración artificial. Si respira con dificultad, dar oxígeno. Proporcionar atención médica.	No induzca vómito. Dar agua o leche en abundancia. Afloje las ropas. Si la víctima está inconsciente, dar respiración artificial y mantenerla en reposo y caliente. Proporcionar atención médica.	Avisar al profesor. Neutralizar con sosa cáustica diluida, cal o carbonato de sodio. No tirar al drenaje.	No tirar al caño. Los restos deberán colectarse en recipiente destinado para tal propósito. El profesor dispondrá estos residuos de acuerdo con la tecnología aprobada a la legislación local.
Anilina	Retirar la ropa contaminada y lavar la piel con abundante agua, si es necesario con regadera. Proporcionar atención médica.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos como mínimo, abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco. Mantenerlo en reposo en posición confortable para respirar. Proporcionar atención médica.	Dar a beber inmediatamente agua o leche. Nunca dar nada por la boca a una persona que se encuentre inconsciente. Induzca el vómito. Solicitar asistencia médica de inmediato.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y entregar al profesor. Lavar con agua el área afectada.	Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.

Práctica 4

Síntesis de *p*-nitroanilina en tres etapas: 2a etapa, nitración de la acetanilida

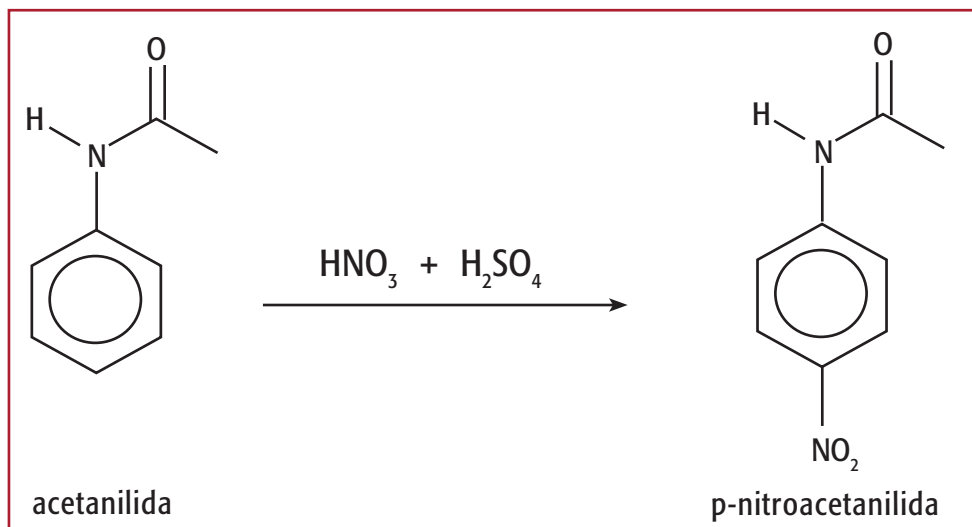
Vinculación con el programa de teoría

La nitración de la acetanilida es una reacción de sustitución electrofílica aromática (SEA) típica de los compuestos aromáticos, donde un hidrógeno del anillo aromático es sustituido por un grupo nitro. Cuando el anillo aromático que se nitra tiene un grupo activador, el ataque electrofílico del ion nitronio ($^+\text{NO}_2$) se produce preferentemente en la posición *para*. Esta práctica se vincula con el punto 2.7 (reacciones de sustitución en aminas aromáticas) del programa de teoría.



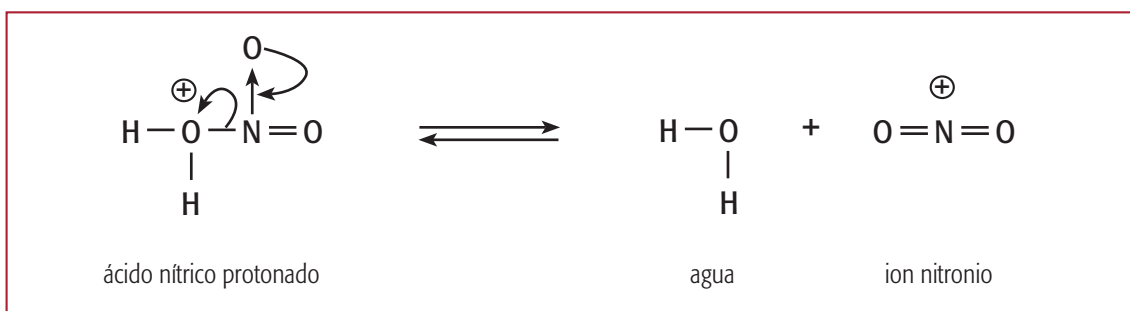
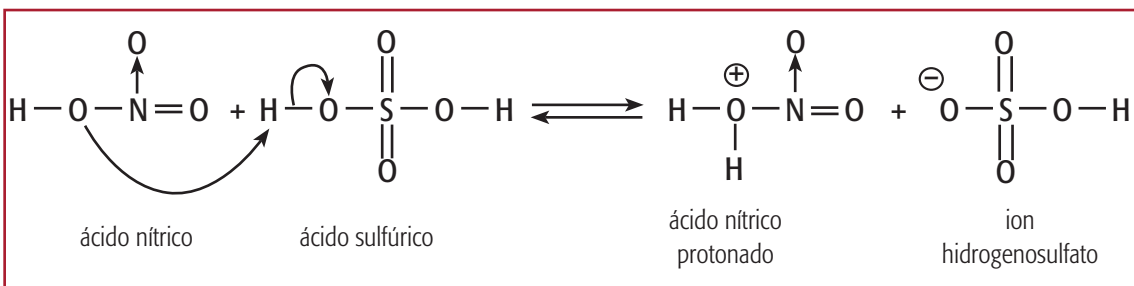
Objetivo

El alumno efectuará la nitración de la acetanilida para obtener la *p*-nitroacetanilida, como un intermediario en la síntesis de *p*-nitroanilina que es menos reactivo que la anilina, aun cuando es también un sustrato aromático activado frente una reacción de sustitución electrofílica aromática.

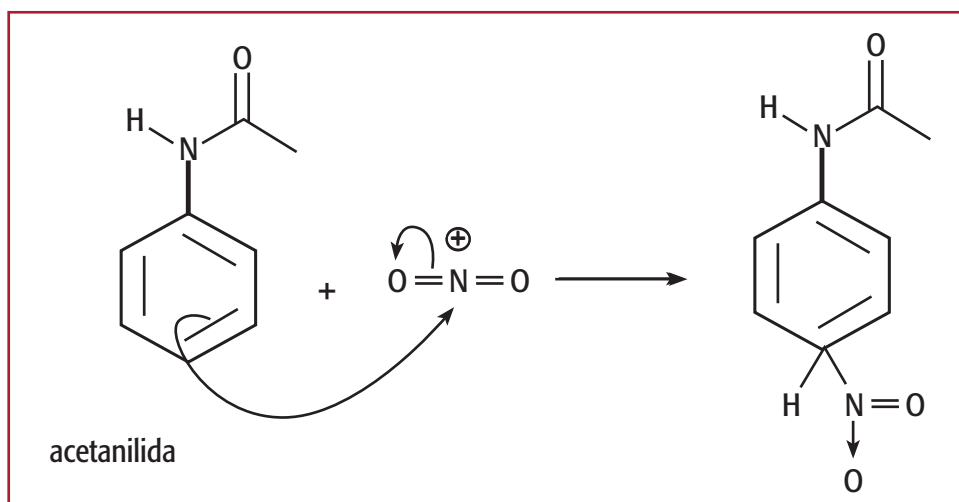


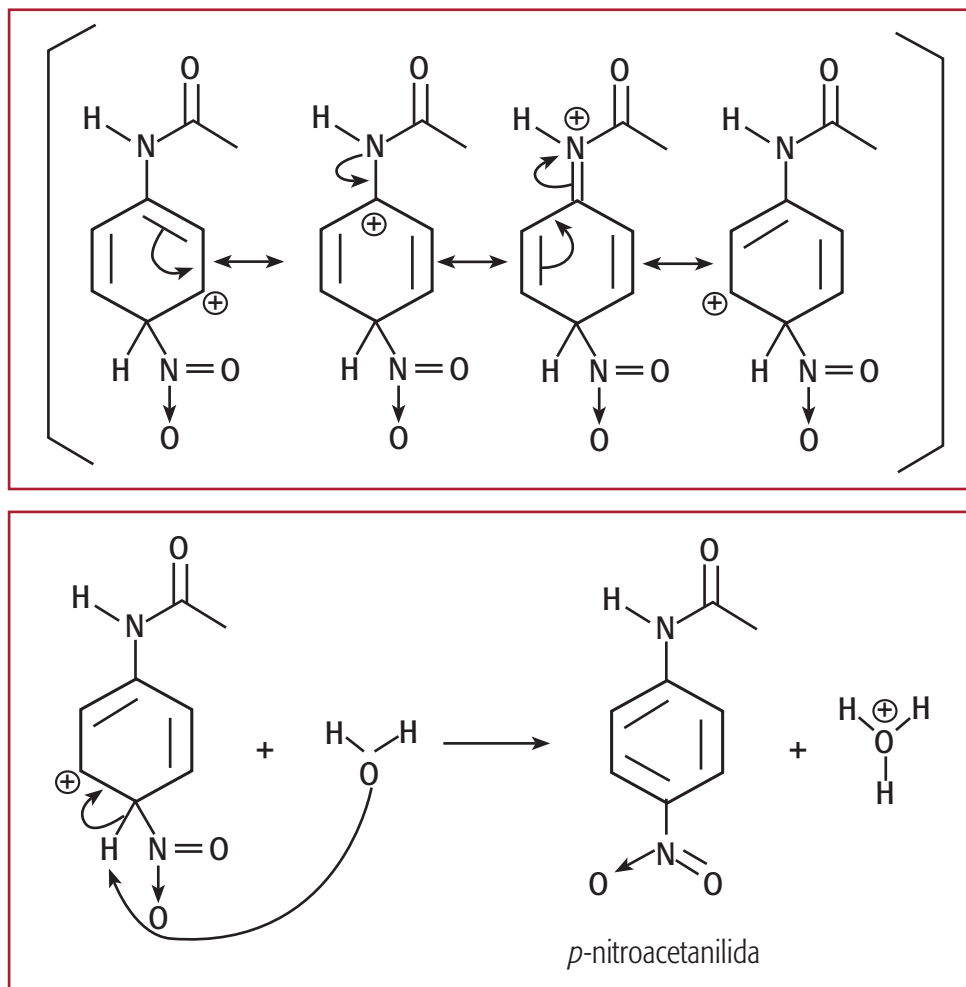
Mecanismo de reacción

Paso 1: Formación del electrófilo (ion nitronio).



Paso 2: Sustitución electrofílica aromática en posición *para* de la acetanilida.



**Material**

- 1 agitador magnético
- 1 cristalizador mediano
- 1 embudo de cuello ancho
- 2 embudos de adición
- 1 espátula
- 1 matraz esférico de dos bocas de 250 mL
- 1 mortero con pistilo
- 1 papel filtro
- 1 papel pH
- 1 parrilla de agitación
- 1 pinza de tres dedos
- 1 pipeta graduada de 10 mL
- 1 piseta con agua
- 1 propipeta
- 1 soporte universal
- 1 termómetro de -20 a 100°C
- 1 trampa o bomba de vacío
- 1 vaso de precipitados de 500 mL

Reactivos

- ácido sulfúrico
- acetanilida
- ácido nítrico
- hielo frapé
- sal
- agua destilada

Desarrollo

Etapa 1. Disolución de la *acetanilida* en ácido sulfúrico.

En el **matraz esférico** (Figura 1), coloque un **agitador magnético** y 9 mL de **ácido sulfúrico concentrado** (medidos con la **pipeta graduada de 10 mL** equipada con **propipeta**). Iniciar la agitación magnética y disolver 4 g de **acetanilida** finamente pulverizada en el **mortero**, agregándola poco a poco.

Etapa 2. Adición de *ácido nítrico*.

Una vez que toda la acetanilida se haya disuelto, equipar el **matraz esférico** de dos bocas de acuerdo con la Figura 2 y ponerlo a enfriar en un baño de **hielo-sal**; continuar con la agitación hasta que la temperatura de la mezcla llegue a 0 °C; entonces agregar lentamente (gota a gota) 4.4 mL de **ácido nítrico** concentrado por medio del **embudo de adición**, cuidando que la temperatura de la mezcla no rebase los 20 °C (si la temperatura excede los 20 °C el producto de reacción se oxida y se pierde). Terminada la adición, continuar la agitación por 15 min. más sin agregar más hielo o sal.

Etapa 3. Filtración.

Verter la mezcla de reacción en un vaso de precipitados de 500 mL conteniendo 120 mL de **agua destilada** fría, y dejar agitando 5 minutos. Luego separar el material sólido por filtración al vacío (Figura 3), lavando con **agua destilada** fría para eliminar el ácido, hasta pH neutro del agua del filtrado.

NOTA:

La *p*-nitroacetanilida obtenida (la cual se va a usar en la siguiente práctica) deberá presentar un punto de fusión de 214-216° C. Pesar para calcular el rendimiento.

La acetanilida sobrante que no haya sido utilizada deberá colectarse en un recipiente proporcionado por el laboratorista. NO DESECHARLA.

Equipo

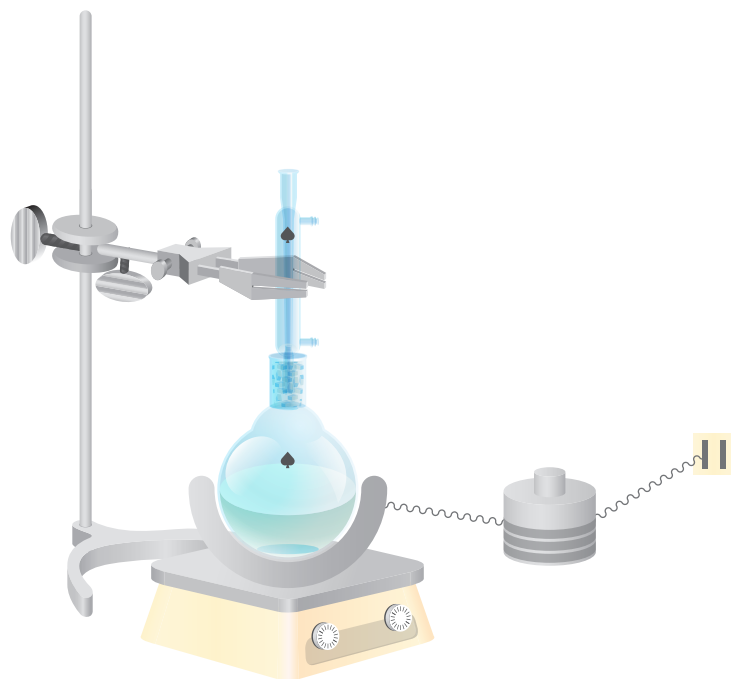


Figura 1. Disolución con agitación.

Figura 2. Adición.

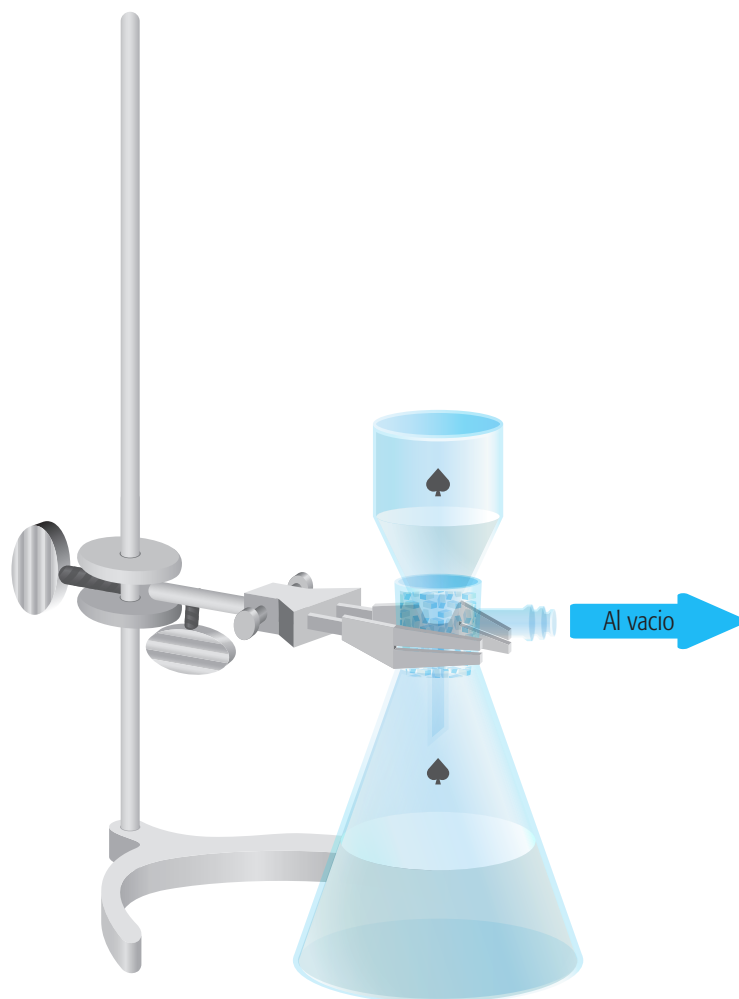
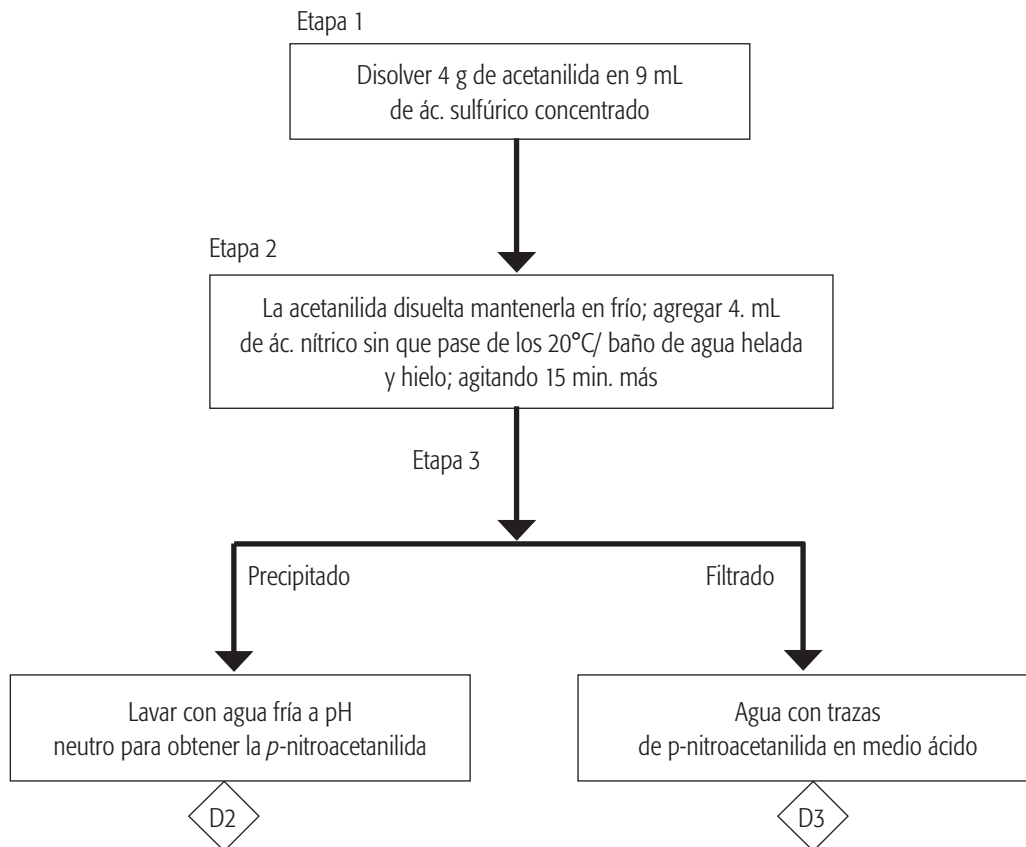


Figura 3. Filtración al vacío.

Cuestionario

1. ¿Por qué en la nitración de la acetanilida se forma casi exclusivamente el derivado sustituido en *para*?
2. ¿Cuál grupo es un activador 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?
4. Para evitar que el grupo amino se protone en medio ácido, o que haya di o trisustituciones y además evitar que el grupo amino se oxide, entonces se protege al grupo amino formando el grupo acetamido. ¿Cuáles son las características que debe cumplir el grupo acetamido para que se considere protector?
5. ¿Para qué se usa la *p*-nitroacetanilida?

Manejo de residuos









D1 – Recuperar para desechos a incinerar.

D2 – Recuperar por el profesor para uso posterior.

D3 – Residuos a neutralizar y desechar en la tarja.

Bibliografía

Textos:

-  Bruice Yurkanis, P. **2008**. *Química Orgánica*. Pearson Educación México, 5ª Edición, p. 821. México.
-  Carey, Francis A. **1999**. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Edición, p. 821. México.
-  Morrison, R. T., Boyd, R. N. **1990**. *Química Orgánica*. Pearson Addison Wesley, 5ª Edición, p. 951. México.
-  Mc Murry, J. **2008**. *Química Orgánica*. Thomson Paraninfo, 7ª Edición, p. 551-552. México.
-  Solomons Graham, T. W. **2002**. *Química Orgánica*. Editorial Limusa S. A. de C.V. 2ª Edición, p. 816. México.
-  Wade, L. **2004**. *Química Orgánica*. Pearson Prentice Hall, 5ª edición, p. 860. Madrid.

Textos de Laboratorio y Manuales:

-  The Merck Index. **2006**. 14th Edition, p.145. Whitehouse Station, N.J., EUA.

Medidas de seguridad

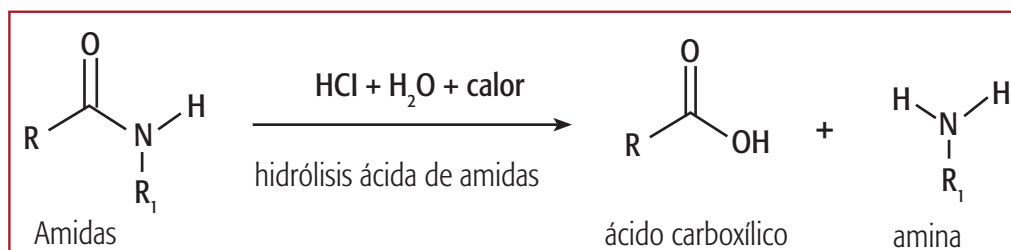
Sustancia	Primeros auxilios				Derrame	Desecho y tratamiento
	Contacto con piel	Contracto con ojos	Inhalación	Ingestión		
Acetanilida	Lavar con agua en abundancia. Usar regadera si es necesario. Quitar, secar y lavar la ropa contaminada. Si continúa la irritación, proporcionar asistencia médica.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos, manteniendo los párpados abiertos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco. En caso de paro respiratorio emplear método de reanimación cardiopulmonar. Si respira con dificultad, dar oxígeno. Proporcionar atención médica.	Lavar la boca con bastante agua. Dar a beber abundante agua. Inducir vómito solo si está consciente. Aflojar ropas y prendas. Busque atención médica inmediata.	Avisar al profesor. Ventilar el área. Limpiar el lugar.	No tirar al drenaje. Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.
Ácido nítrico	Lave la zona dañada con agua en abundancia. Si ha penetrado en la ropa, quitarla inmediatamente y continuar lavando la piel con agua abundante.	Lavar inmediatamente con agua corriente, asegurándose de abrir bien los párpados. Avisar al oftalmólogo.	Mover al afectado al aire fresco. Avisar al médico.	No provocar vómito. Beber agua en abundancia. No efectúe medidas de neutralización. Avisar al médico.	Avisar al profesor. Neutralizar con sosa cáustica diluida, cal o carbonato de sodio. No tire al drenaje.	No tire al caño. Los restos deberán colectarse en el recipiente destinado para tal propósito. El profesor dispondrá estos residuos de acuerdo con tecnología aprobada y con la legislación local.
Ácido sulfúrico	Lave la zona dañada con agua en abundancia. Si ha penetrado en la ropa, quitarla inmediatamente y continuar lavando la piel con agua abundante.	Lavar inmediatamente con agua corriente, asegurándose de abrir bien los párpados. Avisar al oftalmólogo.	Mover al afectado al aire fresco. Avisar al médico.	No provocar vómito. Beber agua en abundancia. No efectúe medidas de neutralización. Avisar al médico.	Avisar al profesor. Neutralizar con sosa cáustica diluida, cal o carbonato de sodio. No tire al drenaje.	No tire al caño. Los restos deberán colectarse en el recipiente destinado para tal propósito. El profesor dispondrá estos residuos de acuerdo con tecnología aprobada y con la legislación local.
<i>p</i> -nitroacetanilida	Retirar la ropa contaminada y lavar con abundante agua y jabón.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos como mínimo, abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco. Mantenerlo en reposo en posición confortable para respirar. Proporcionar atención médica.	Consultar inmediatamente al médico.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y entregar al profesor. Lavar el residuo con suficiente agua. Enjuagar con agua el área afectada.	Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.

Práctica 5

Síntesis de *p*-nitroanilina en tres etapas: 3a etapa, hidrólisis de *p*-nitroacetanilida

Vinculación con el programa de teoría

La hidrólisis de la *p*-nitroacetanilida para obtener la *p*-nitroanilina, se contextualiza en el tema "hidrólisis de amidas" revisado en la sección 1.7.4 del programa de teoría, así como también en "preparación de aminas" revisado en la sección 2.3. Puesto que las amidas se hidrolizan en medios ácidos o básicos con calentamiento formando aminas y ácidos carboxílicos, esta práctica también se relaciona con el tema "obtención de ácidos carboxílicos", ubicado en la sección 1.6 del correspondiente programa.

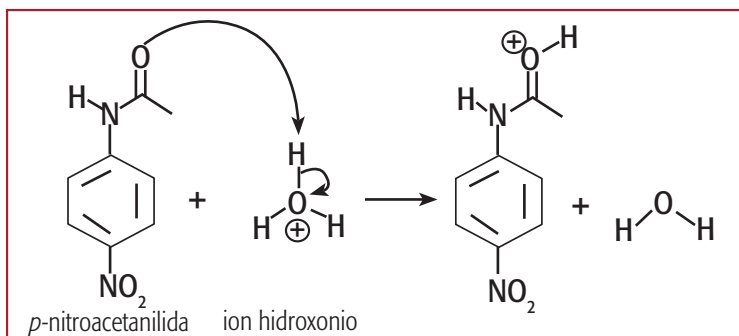


Objetivo

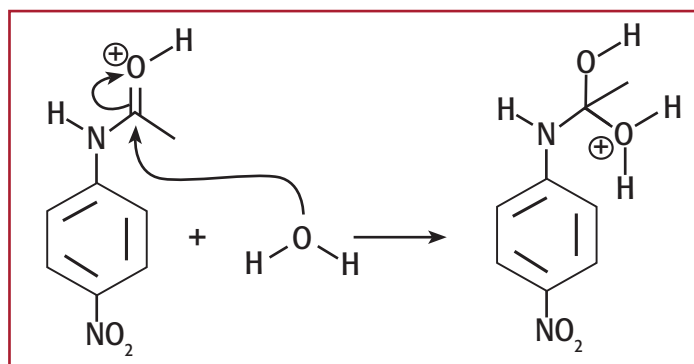
Efectuar la hidrólisis en medio ácido de la *p*-nitroacetanilida para obtener la *p*-nitroanilina.

Mecanismo de reacción

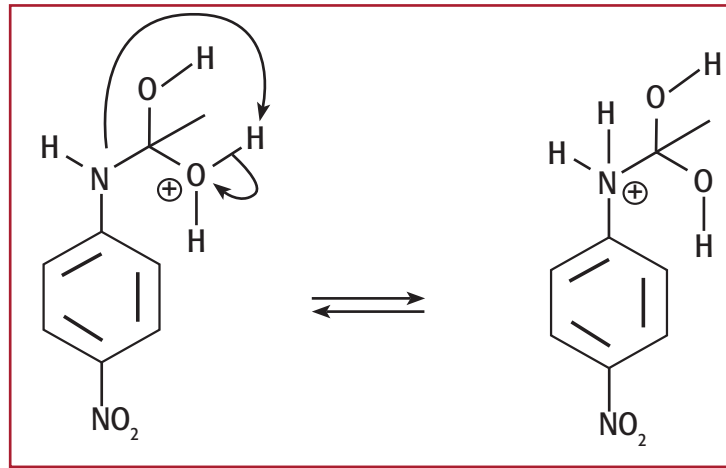
Primer paso: Protonación.



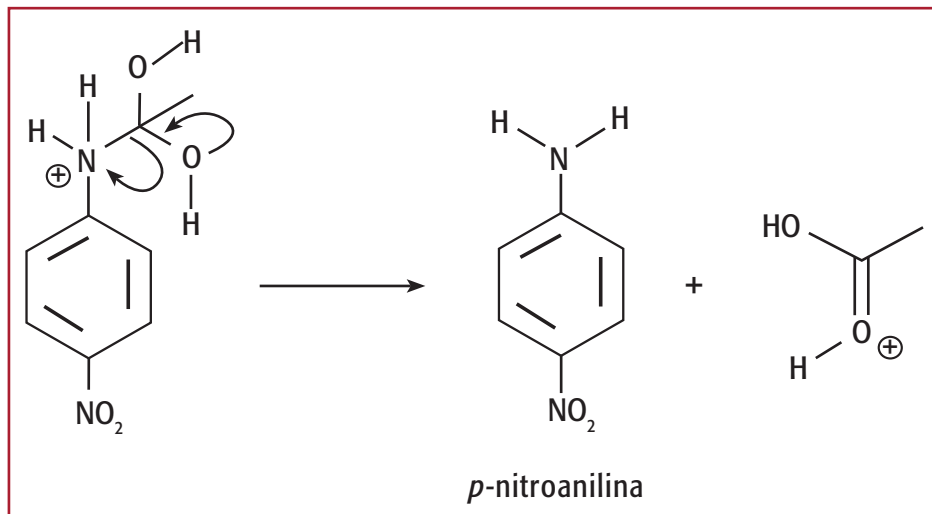
Segundo paso: Adición nucleofílica.



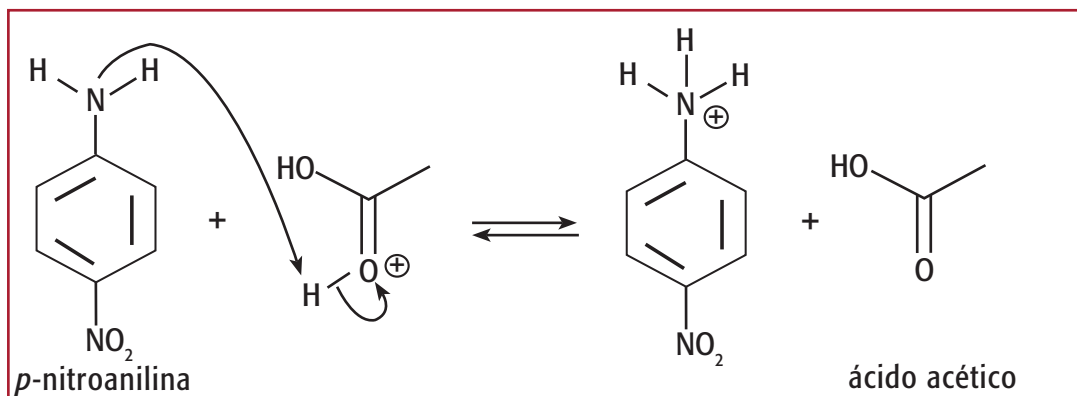
Tercer paso: Equilibrio intra-molecular ácido-base.



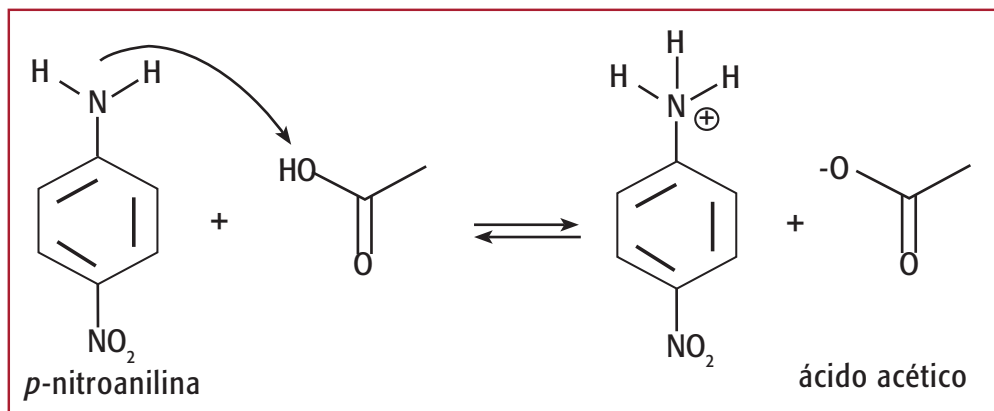
Cuarto paso: Eliminación.



Quinto paso: Equilibrio inter-molecular ácido-base. Formación de la sal de anilonio y el ácido carboxílico.



Sexto paso: Liberación de la *p*-nitroanilina por desprotonación del ion anilonio debido al cambio del pH de ácido a básico con hidróxido de sodio.



Material

- 1 barra de agitación magnética
- 1 bomba o trampa de vacío
- 1 embudo Büchner
- 1 equipo Quickfit
- 1 manguera para vacío
- 2 mangueras para agua.
- 1 mantilla de calentamiento
- 1 matraz Erlenmeyer de 250 mL
- 1 microspátula
- 1 papel filtro
- 1 Papel pH
- 1 parrilla eléctrica con agitación
- 1 pinza para refrigerante
- 1 piseta con agua destilada
- 1 probeta de 50 mL
- 1 reóstato
- 1 soporte universal
- 1 termómetro

Reactivos

- ácido clorhídrico concentrado
- agua destilada
- hidróxido de sodio 40%
- hielo
- p*-nitroacetanilida

Desarrollo

Etapa 1: Preparación de la mezcla de reacción.

En el **matraz bola** de 100 mL (del equipo mostrado en la Figura 1), coloque la **barra de agitación magnética**, 7.5 g de ***p*-nitroacetanilida** (obtenida en la práctica anterior) y una mezcla de 17.5 mL **ácido clorhídrico concentrado** y 17.5 mL de **agua destilada**.

Etapa 2: Reflujo.

Encienda el **reóstato** para calentar la mezcla de reacción a reflujo. Una vez que toda la ***p*-nitroacetanilida** se ha disuelto (10 a 15 minutos), continúe calentando 15 minutos más. Si la disolución de la ***p*-nitroacetanilida** no se completa, agregue 10 mL más de **ácido clorhídrico concentrado**.

Etapa 3: Cambio de pH: liberación de la *p*-nitroanilina.

Trasvase la mezcla de reacción a un **matraz Erlenmeyer** de 250 mL sumergido en **hielo** (Figura 2), y cuando la temperatura se encuentre debajo de 10°C, agregue una solución de **hidróxido de sodio** al 40% enfriada en hielo, hasta obtener un pH alcalino (verifique con **papel pH**), con lo cual precipita la ***p*-nitroanilina**. Se requieren aproximadamente de 20 a 30 mL de la solución básica.

Etapa 4: Filtración: aislamiento del producto.

Enfríe la suspensión obtenida al final de la etapa 3 y filtre con vacío (Figura 3), luego lave con **agua destilada** fría (5°C) hasta pH neutro del filtrado acuoso. Deje secar el producto.

Etapa 5: Determinación del punto de fusión.

Determine el punto de fusión en el **equipo Fisher-Johns** y compárelo con el teórico de la **p-nitroanilina** (146°-148°C).

Etapa 6: Cálculo del rendimiento.

Pese el producto (**p-nitroanilina**) ya seco y calcule el rendimiento teórico y el rendimiento práctico.

Equipo

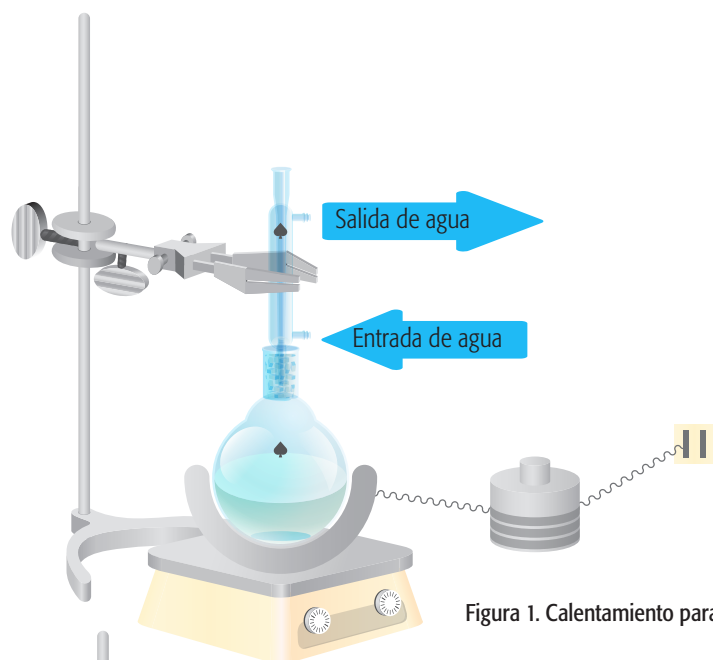


Figura 1. Calentamiento para reflujo con agitación.



Figura 2. Cambio de pH.

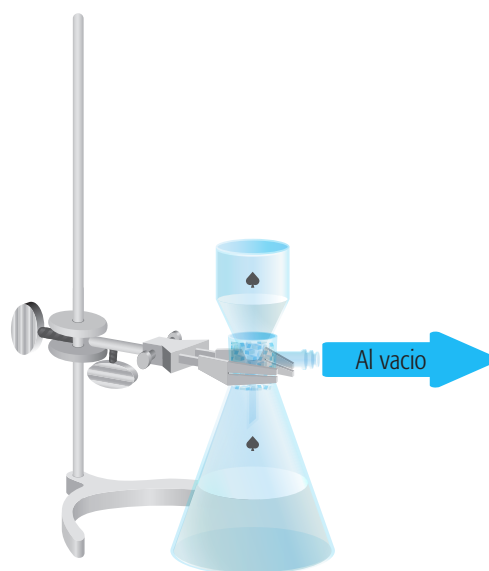
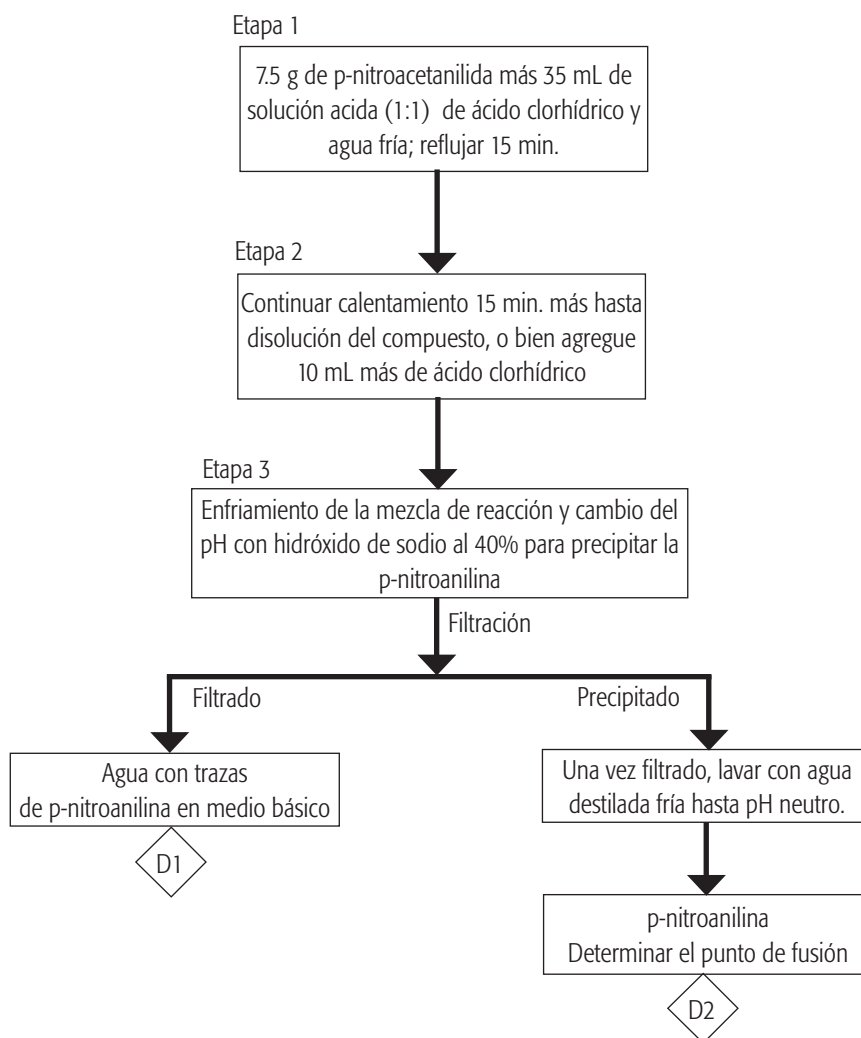


Figura 3. Filtración al vacío.

Cuestionario

1. ¿Cuál es el motivo de nitrar la anilina en tres etapas?
2. ¿Cuál es el mecanismo de reacción para la hidrólisis básica de la *p*-nitroacetanilida?
3. ¿Por qué la *p*-nitroanilina es soluble en ácido clorhídrico?
4. ¿Cuál es la importancia que tienen las aminas aromáticas en la industria química?
5. Informe los rendimientos obtenidos.
6. Consultando la bibliografía, haga una lista de las propiedades fisicoquímicas, el uso y precauciones que se deben tener con los reactivos que se utilizaron en la práctica.
7. ¿Qué uso tiene la *p*-nitroanilina?

Manejo de residuos









D1 – Recuperar para desechos a incinerar.

D2 – Recuperar por el profesor para uso posterior.

Bibliografía

Textos:

-  Bruice Yurkanis, P. **2008**. *Química Orgánica*. Pearson Educación México, 5ª Edición, p. 821. México.
-  Carey, Francis A. **1999**. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Edición, p. 821, México.
-  Mc Murry, J. **2008**. *Química Orgánica*. Thomson Paraninfo, 7ª Edición, p. 814-815. México.
-  Morrison, R. T., Boyd, R. N. **1990**. *Química Orgánica*. Pearson Addison Wesley, 5ª Edición, p. 951. México.
-  Solomons Graham, T. W. **2002**. *Química Orgánica*. Editorial Limusa S.A. de C.V., 2ª Edición, p. 816. México.
-  Wade, L. **2004**. *Química Orgánica*. Pearson Prentice Hall, 5ª edición, p. 860. Madrid.

Textos de Laboratorio y Manuales:

-  The Merck Index. **2006**. 14th Edition, p.145. Whitehouse Station, N.J., EUA.

Medidas de seguridad

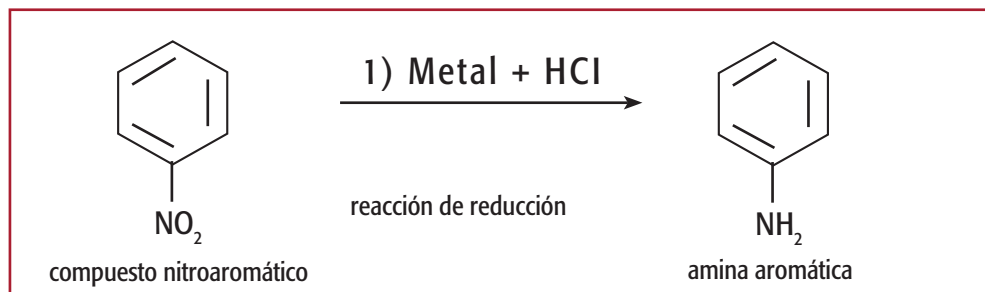
Sustancia	Primeros auxilios				Derrame	Desecho y tratamiento
	Contacto con piel	Contracto con ojos	Inhalación	Ingestión		
Acetanilida	Lavar con agua en abundancia. Usar regadera si es necesario. Quitar, secar y lavar la ropa contaminada. Si continúa la irritación, proporcionar asistencia médica.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos, manteniendo los párpados abiertos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco. En caso de paro respiratorio emplear método de reanimación cardiopulmonar. Si respira con dificultad, dar oxígeno. Proporcionar atención médica.	Lavar la boca con bastante agua. Dar a beber abundante agua. Inducir vómito solo si está consciente. Aflojar ropas y prendas. Busque atención médica inmediata.	Avisar al profesor. Ventilar el área. Limpiar el lugar.	No tirar al drenaje. Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.
Ácido nítrico	Lavar la zona dañada con abundante agua. Si afectó la ropa, quitarla inmediatamente y continuar lavando la piel con agua abundante.	Lavar inmediatamente con agua corriente, asegurándose de abrir bien los párpados. Avisar al oftalmólogo	Mueva al afectado al aire fresco. Avise al médico.	No provocar vómito. Beber agua en abundancia. No efectuar medidas de neutralización. Avisar al médico.	Avisar al profesor. Neutralice con sosa cáustica diluida, cal o carbonato de sodio. No tire al drenaje.	No tire al caño. Los restos deberán colectarse en recipiente destinado para tal propósito. El profesor dispondrá estos residuos de acuerdo a tecnología aprobada y a la legislación local.
Ácido sulfúrico	Lave la zona dañada con agua en abundancia. Si ha penetrado en la ropa, quitarla inmediatamente y continuar lavando la piel con agua abundante.	Lavar inmediatamente con agua corriente, asegurándose de abrir bien los párpados. Avisar al oftalmólogo.	Mover al afectado al aire fresco. Avisar al médico.	No provocar vómito. Beber agua en abundancia. No efectúe medidas de neutralización. Avisar al médico.	Avisar al profesor. Neutralizar con sosa cáustica diluida, cal o carbonato de sodio. No tire al drenaje.	No tire al caño. Los restos deberán colectarse en el recipiente destinado para tal propósito. El profesor dispondrá estos residuos de acuerdo a tecnología aprobada y a la legislación local.
<i>p</i> -nitroacetanilida	Retirar la ropa contaminada y lavar con abundante agua y jabón.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos como mínimo, abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco. Mantenerlo en reposo en posición confortable para respirar. Proporcionar atención médica.	Consultar inmediatamente al médico.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y entregar al profesor. Lavar el residuo con suficiente agua. Enjuagar con agua el área afectada.	Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.

Práctica 6

Síntesis de paracetamol en dos etapas: 1a etapa, reducción de *p*-nitroacetanilida

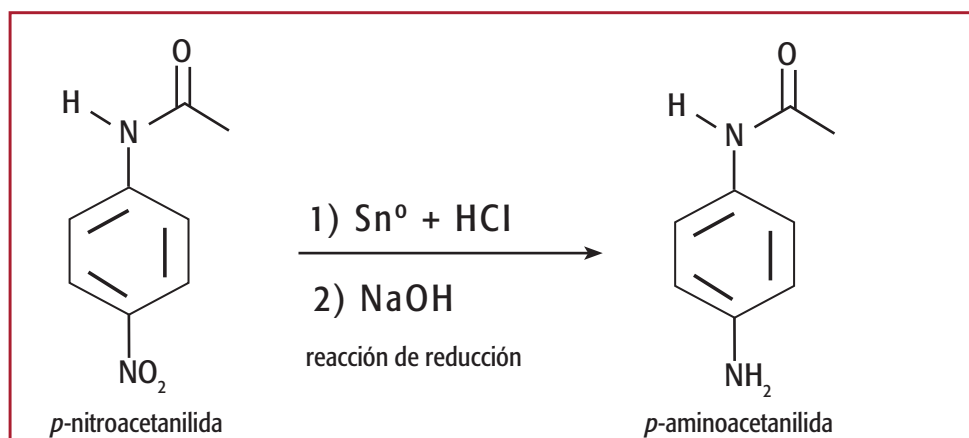
Vinculación con el programa de teoría

La reacción involucrada en esta práctica se relaciona con el tópico "Preparación de aminas", ubicado en el punto 2.3 del tema 2 del programa de teoría de la Química Orgánica II, correspondiente a "Aminas".

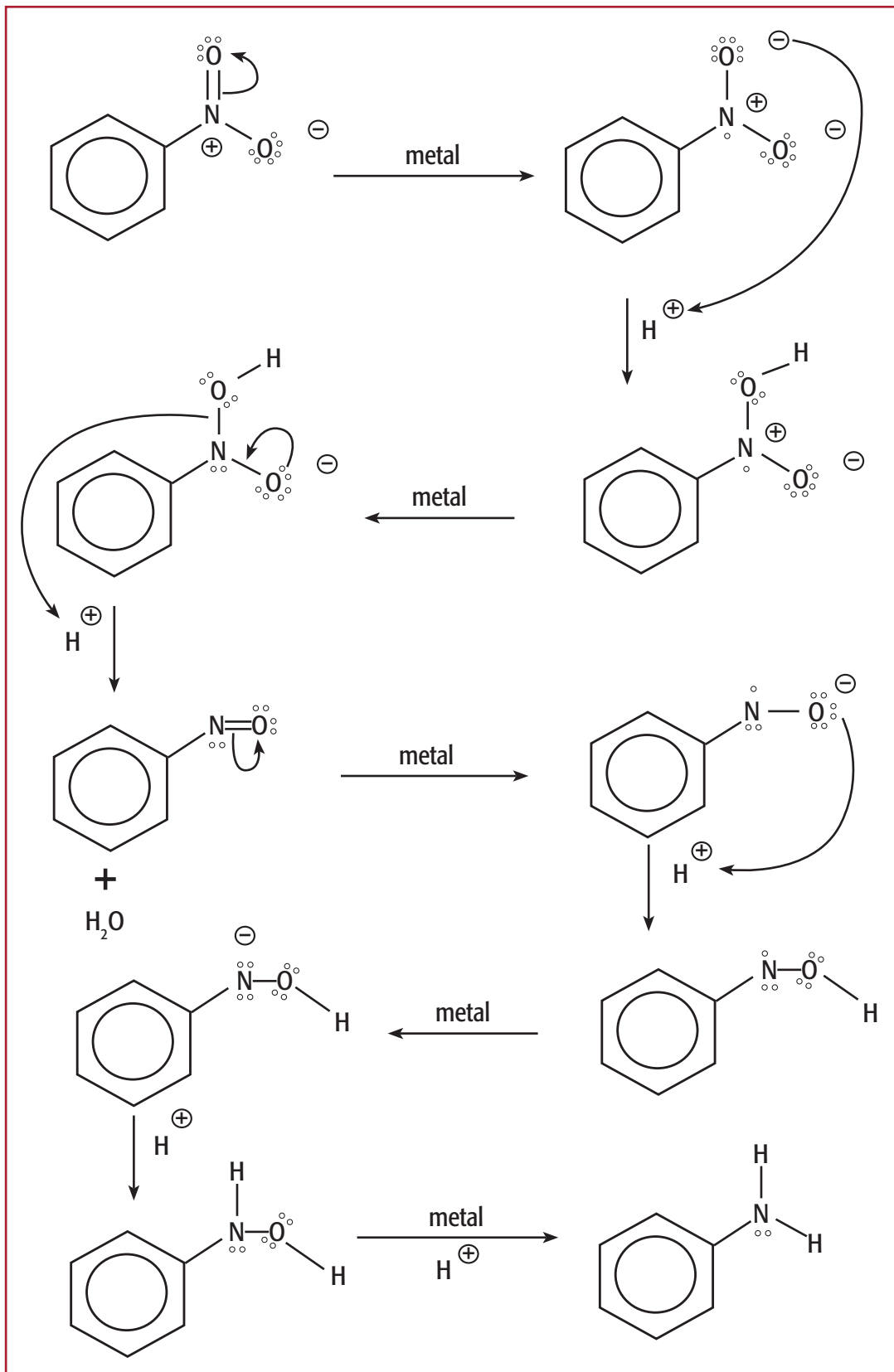


Objetivo

El alumno efectuará la reducción de la *p*-nitroacetanilida para obtener la *p*-aminoacetanilida. El grupo nitro se reduce mediante el sistema metal/ácido (M/H^+) formando el grupo amino.



Mecanismo de reacción



Material

- 1 barra magnética
- 1 cristalizador
- 1 equipo Quickfit
- 1 frasco boca ancha 50 mL
- 3 mangueras
- 1 papel pH
- 1 parrilla eléctrica con agitación
- 3 pinzas de tres dedos
- 1 pipeta graduada de 10 mL
- 1 piseta con agua
- 1 probeta graduada de 100 mL
- 1 propipeta
- 3 soportes universales
- 1 vaso de precipitados de 100 mL
- 1 vaso de precipitados de 250 mL
- 1 vaso de precipitados de 500 mL

Reactivos

- ácido clorhídrico concentrado
- agua destilada
- cloruro de metileno
- cloruro de sodio
- estaño
- hidróxido de sodio
- hielo
- p*-nitroacetanilida

Desarrollo**Etapa 1.** *Preparación del equipo y reactivos.*

En el **matraz esférico** de 250 mL (del **equipo Quickfit**) mostrado en la Figura 1, coloque 10 g de *p*-nitroacetanilida, 25 g de **estaño** granulado y una **barra magnética**.

Etapa 2. *Inicio de la reacción.*

Encienda la agitación magnética suave y añada 50 mL de **ácido clorhídrico** concentrado en porciones de 5 mL, a través del **refrigerante** de reflujo y con la **pipeta graduada** equipada con la **propipeta**. Enseguida se produce una reacción exotérmica (**CUIDADO: SE DESPRENDE HIDRÓGENO, EVITAR FUENTE DE IGNICIÓN**). Si fuera necesario, agregue un poco de **hielo** al agua del **cristalizador** para evitar que la temperatura se eleve demasiado causando evaporación dentro del **matraz esférico**. Es necesario tomar en cuenta que la mezcla debe de estar caliente pero sin llegar a hervir. Continúe agregando las siguientes porciones 5 mL de **ácido clorhídrico** de la misma forma que la primera.

Etapa 3. *Terminación de la reacción.*

Una vez que se han agregado los 50 mL de **ácido clorhídrico**, encienda la **parrilla** para calentar el baño maría sin llegar a ebullición y mantenga el calentamiento por 20 minutos, con agitación moderada.

Etapa 4. *Liberación del producto (la amina) por cambio de pH.*

Coloque la mezcla de reacción en un **vaso de precipitados** de 500 mL sumergido en **hielo** (Figura 2), y con agitación magnética agregue lentamente 100 mL de una solución de **hidróxido de sodio** al 40% (previamente enfriada en hielo) hasta obtener un pH alcalino (verificar con **papel pH**).

Etapa 5. *1ª. Separación del producto: destilación por arrastre con vapor.*

Coloque el contenido del matraz en el **equipo** para destilación por arrastre con vapor (Figura 3) y proceda a destilar hasta coleccionar el destilado.

Etapa 6. 2ª. Separación del producto: extracción.

Trasvase el destilado obtenido en la etapa anterior: de la **probeta** a un **matraz Erlenmeyer** y agregue 5 g de **cloruro de sodio**, agite magnéticamente hasta disolución de la sal, luego decante el líquido a un **embudo de separación** (Figura 4) y extraiga el producto con 20 mL de **cloruro de metileno**, deje reposar 5 minutos y proceda a separar las fases, colocando la fase superior (acuosa) en un **vaso de precipitados** de 100 mL, y la inferior (**cloruro de metileno**) en **vaso de precipitados** de 250 mL. Repita la extracción dos veces más y reúna los tres extractos orgánicos (de **cloruro de metileno**) en el matraz de 250 mL.

Etapa 7. Secado del producto y evaporación del disolvente.

Seque la solución orgánica (**cloruro de metileno**) obtenida en la etapa anterior, agregando 5 g de **hidróxido de sodio** sólido y agítandola magnéticamente por 10 min. A continuación decante a un **vaso de precipitados** de 100 mL y evapore el **diclorometano** con **baño maría** en la campana de extracción (p.eb. = 40°C) utilizando el equipo de la Figura 2 pero en lugar de hielo, agua calentada con la parrilla.

Etapa 8. Almacenamiento del producto para la siguiente práctica.

Pese y guarde el producto de reacción en un **frasco** cubierto con papel aluminio almacenándolo en el refrigerador, para realizar la parte 2 de la síntesis del **paracetamol** en la siguiente práctica.

Equipo

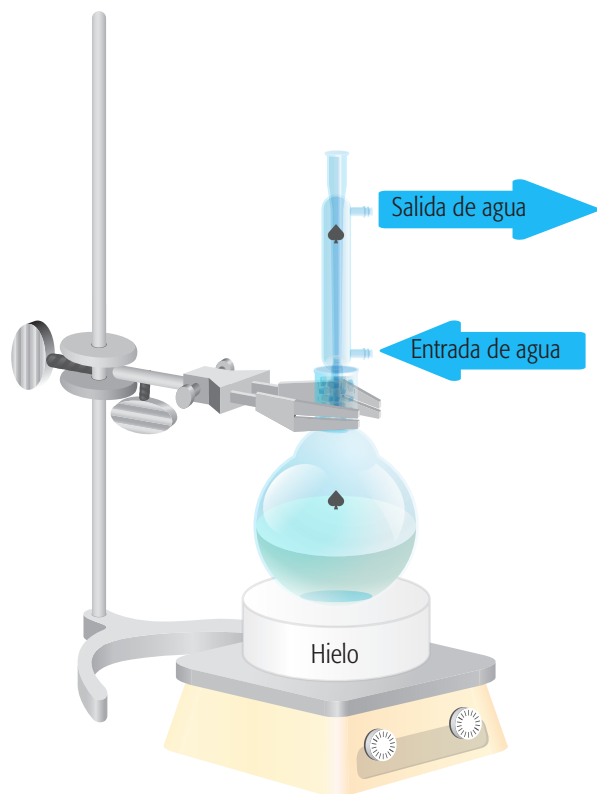


Figura 1. Enfriamiento con agitación.

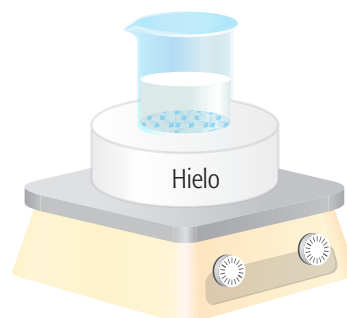


Figura 2. Cambio de pH con agitación.

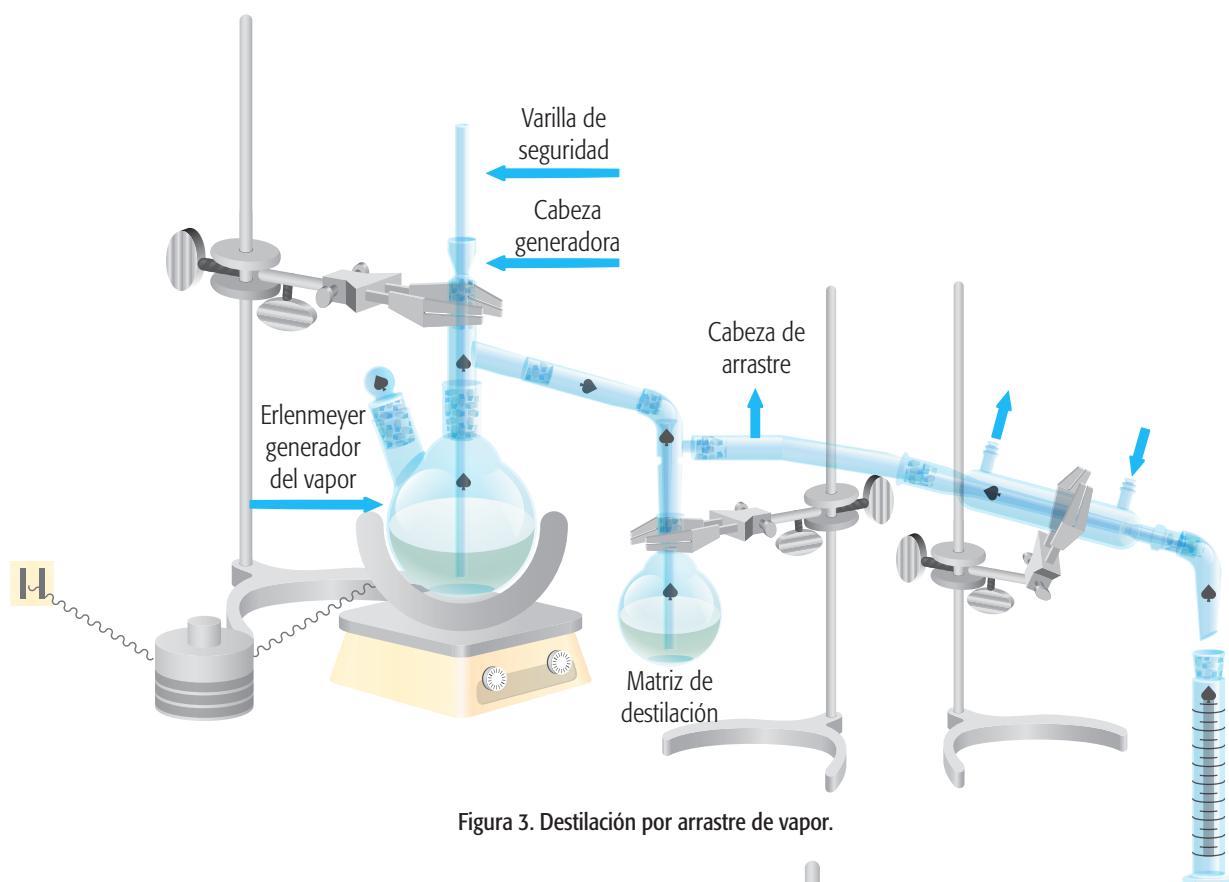


Figura 3. Destilación por arrastre de vapor.

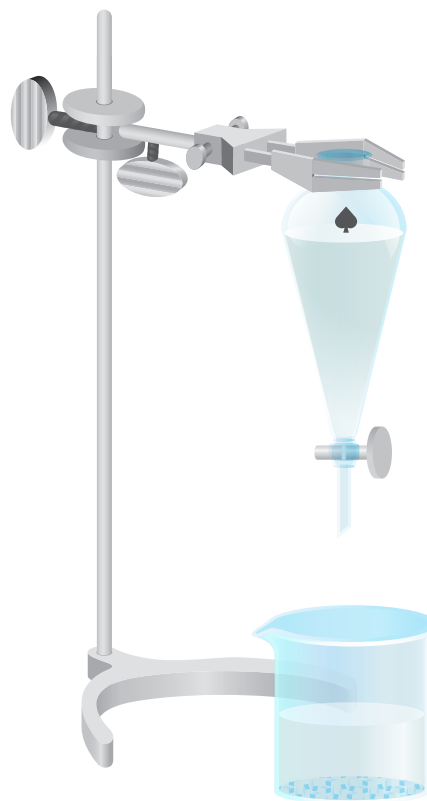
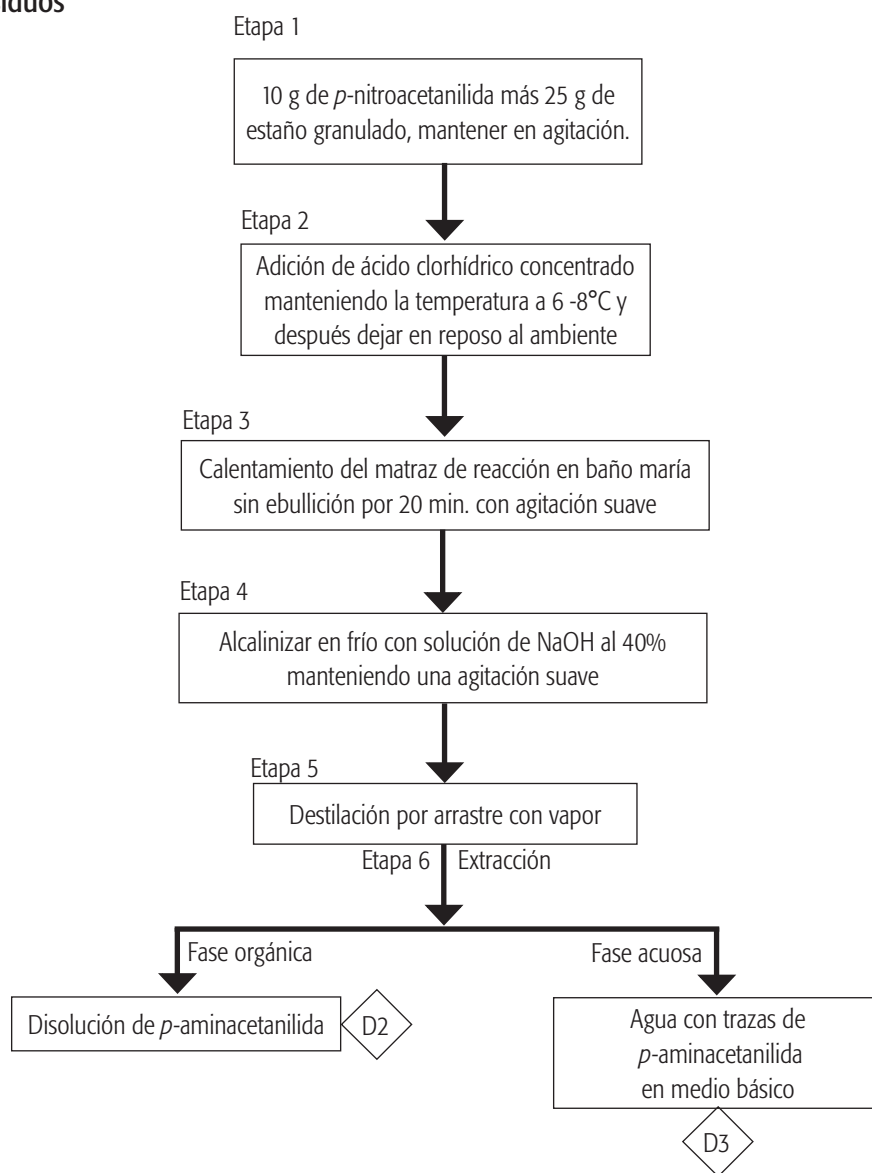


Figura 4. Separación de fases.

Cuestionario

1. ¿Qué otros sistemas metal/ácido existen para reducir el grupo nitro?
2. ¿Qué otros métodos existen para la reducción del grupo nitro que no utilicen el sistema metal/ácido?
3. Si en el anillo aromático hay dos o más grupos nitro, se puede reducir uno de ellos sin que se alteren los demás. ¿Cómo se efectuaría dicha reducción selectiva?
4. ¿Cuál es la importancia que tienen los compuestos amino en la industria química?
5. Informe los rendimientos obtenidos.

Manejo de residuos









D2 – Recuperar por el profesor para uso posterior.



D3 – Residuos a neutralizar y desechar en la tarja.

Bibliografía

Textos:

-  Carey, F. **1999**. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Edición, p. 820-821. México.
-  Mc Murry, J. **2008**. *Química Orgánica*. Thomson Paraninfo, 7ª Edición, p. 928. México.
-  March, J. **1991**. *Advanced Organic Chemistry*. McGraw-Hill Book Co. pp. 1126. México.
-  Morrison, R. T., Boyd, R. N. **1990**. *Química Orgánica*. Pearson Addison Wesley, 5ª Edición, p.947-949. México.
-  Solomons G. **2002**. *Química Orgánica*. Editorial Limusa S.A. de C.V. 2ª Edición, p. 1014. México.
-  Wade, L. **2004**. *Química Orgánica*. Pearson Prentice Hall, 5ª edición, p. 860. Madrid.

Textos de Laboratorio y Manuales:

-  The Merck Index. **2006**. 14th Edition, p.145, Whitehouse Station, N.J., EUA.
-  Vogel, A. 1996. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*. Prentice Hall, 5ª Edición, EUA.

Medidas de seguridad (parte 1)

Sustancia	Primeros auxilios				Derrame	Desecho y tratamiento
	Contacto con piel	Contracto con ojos	Inhalación	Ingestión		
Ácido clorhídrico	Lavar inmediatamente la zona dañada con agua en abundancia. Si ha penetrado en la ropa, quitarla inmediatamente y continuar lavando la piel con agua abundante.	Lavar inmediatamente con agua corriente asegurándose de abrir bien los párpados. Avise al oftalmólogo.	Mover al afectado a aire fresco. Si no respira, dar respiración artificial y mantenerlo caliente y en reposo, no dar a ingerir nada. Si está consciente, suministrar oxígeno, y mantenerlo sentado.	No provocar vómito. En caso de que la víctima esté inconsciente, dar respiración artificial y mantenerla en reposo y caliente. Si está consciente dar a beber un poco de agua continuamente.	Avise al profesor. Ventile el área. Neutralizar con bicarbonato de sodio o mezcla 50:50 de hidróxido de calcio y cal. Barrer y asegurarse que los residuos se han neutralizado antes de hechar al drenaje.	Diluir con agua cuidadosamente, neutralizar con carbonato de calcio o cal. La disolución resultante puede vertirse al drenaje con abundante agua.
Cloruro de metileno	Lavar con agua	Enjuagar los ojos con agua corriente durante 15 minutos, manteniendo los párpados abiertos y retirando las lentes de contacto. Busque atención médica.	Llevar al afectado a aire fresco. Si no respira, dar respiración artificial. Si respira con dificultad, dar oxígeno. Proporcionar atención médica.	Dar agua en abundancia si está consciente y proporcionar atención médica. Mantener a la víctima abrigada y en reposo.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y proceder a eliminación de los residuos. Lavar el residuo con suficiente agua. Enjuague con agua el área afectada.	Colóquelo en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo..
Hidróxido de sodio	Retire la ropa contaminada y lave con abundante agua y jabón neutro. Si la irritación persiste, busque atención médica.	Lavar con abundante agua durante 15 minutos como mínimo abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcione asistencia médica.	Lleve al afectado al aire fresco. Si no respira, dar respiración artificial. Si respira con dificultades, dar oxígeno. Manténgalo abrigado y en reposo. Proporcione atención médica.	Lave la boca con agua. Si está consciente, suministre abundante agua. No induzca vómito. Busque atención médica inmediata.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y entregar al profesor. Lavar el residuo con suficiente agua. Enjuague con agua el área afectada.	Colóquelo en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.

Medidas de seguridad (parte 2)

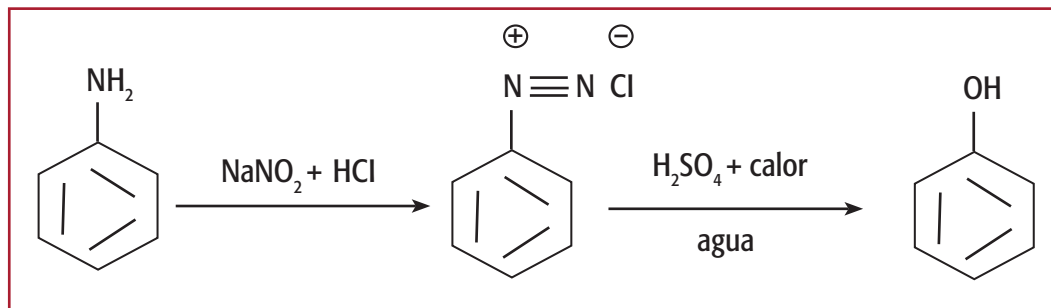
Sustancia	Primeros auxilios				Derrame	Desecho y tratamiento
	Contacto con piel	Contracto con ojos	Inhalación	Ingestión		
<i>p</i> -aminoacetanilida	Retirar la ropa contaminada y lavar con abundante agua y jabón.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos como mínimo, abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado al aire fresco. Mantenerlo en reposo en posición confortable para respirar. Proporcionar asistencia médica.	Consultar inmediatamente al médico.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y entregar al profesor. Lavar el residuo con suficiente agua. Enjuague con agua el área afectada.	Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.
<i>p</i> -nitroacetanilida	Retirar la ropa contaminada y lavar con abundante agua y jabón.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos como mínimo, abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco. Mantenerlo en reposo en posición confortable para respirar. Proporcionar atención médica.	Consultar inmediatamente al médico.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y entregar al profesor. Lavar el residuo con suficiente agua. Enjuague con agua el área afectada.	Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.
<i>p</i> -nitroanilina	Retirar la ropa contaminada y lavar la piel con abundante agua si es necesario con regadera. Proporcionar atención médica.	Lavar con abundante agua durante 15 minutos como mínimo, abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado al aire fresco. Mantenerlo en reposo en posición confortable para respirar. Proporcionar atención médica.	Si esta consciente, inducir vómito y proporcionar atención médica.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y entregar al profesor. Lavar con agua el área afectada.	Verter en el recipiente designado por el profesor y entregarlo al mismo.

Práctica 7

Síntesis de paracetamol en dos etapas:
2a etapa, diazoación y desplazamiento nucleofílico.

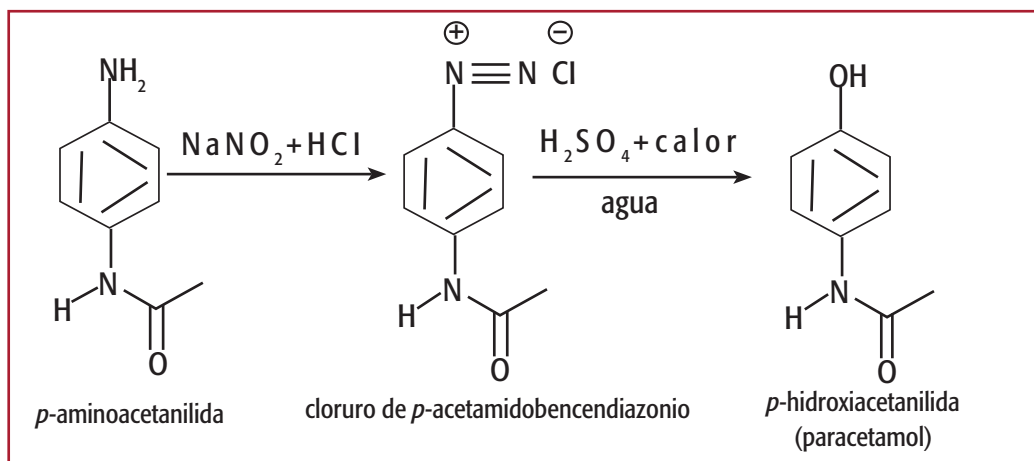
Vinculación con el programa de teoría

El programa de teoría contiene en la sección 2.11, el tópico "Sales de diazonio, preparación y reacciones", cuyo desarrollo experimental se lleva a cabo en esta práctica mediante el ejemplo de la síntesis de paracetamol.



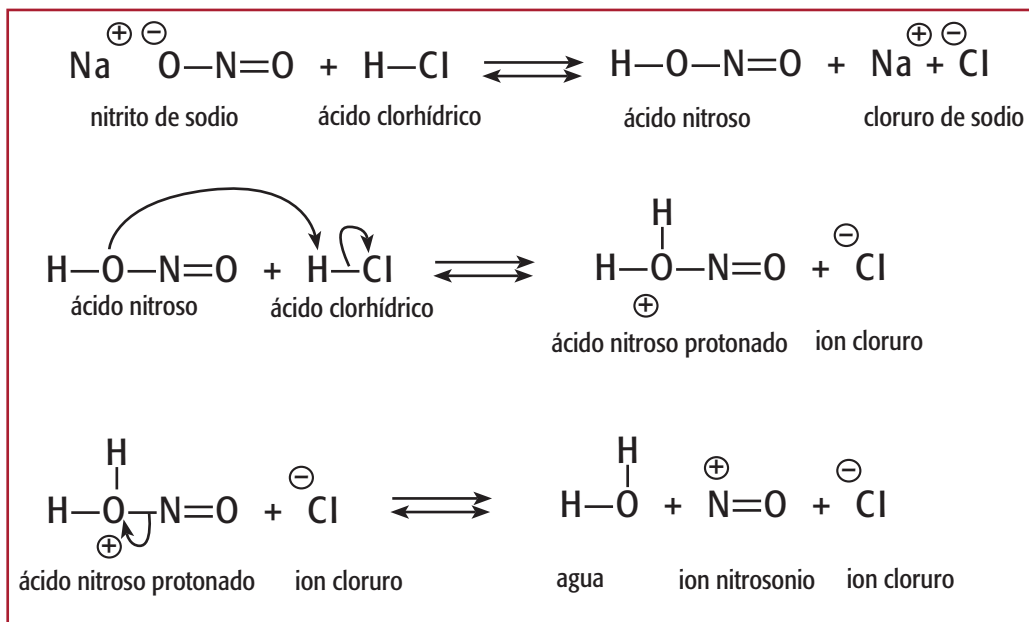
Objetivo

El alumno sintetizará el paracetamol (*p*-hidroxiacetanilida) por medio de la reacción de la *p*-aminoacetanilida con nitrito de sodio en medio ácido para obtener la respectiva sal de diazonio y su posterior reacción de desplazamiento nucleofílico con agua en medio ácido.

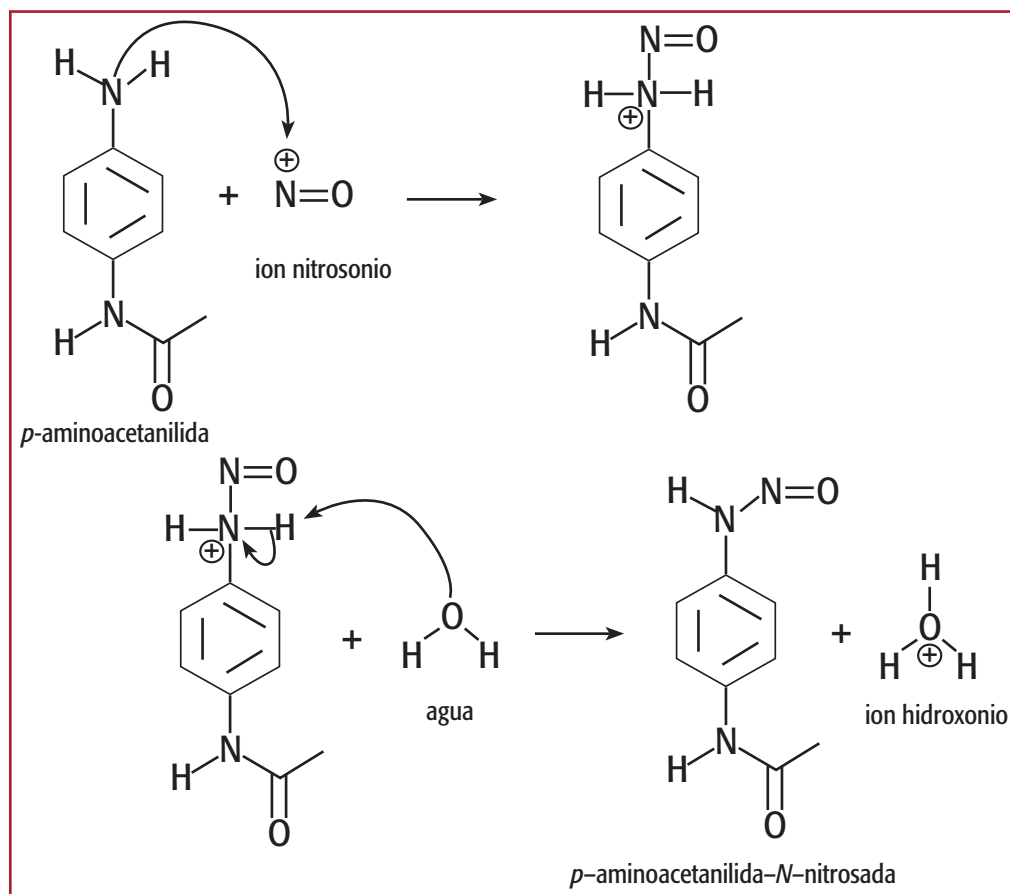


Mecanismo de reacción

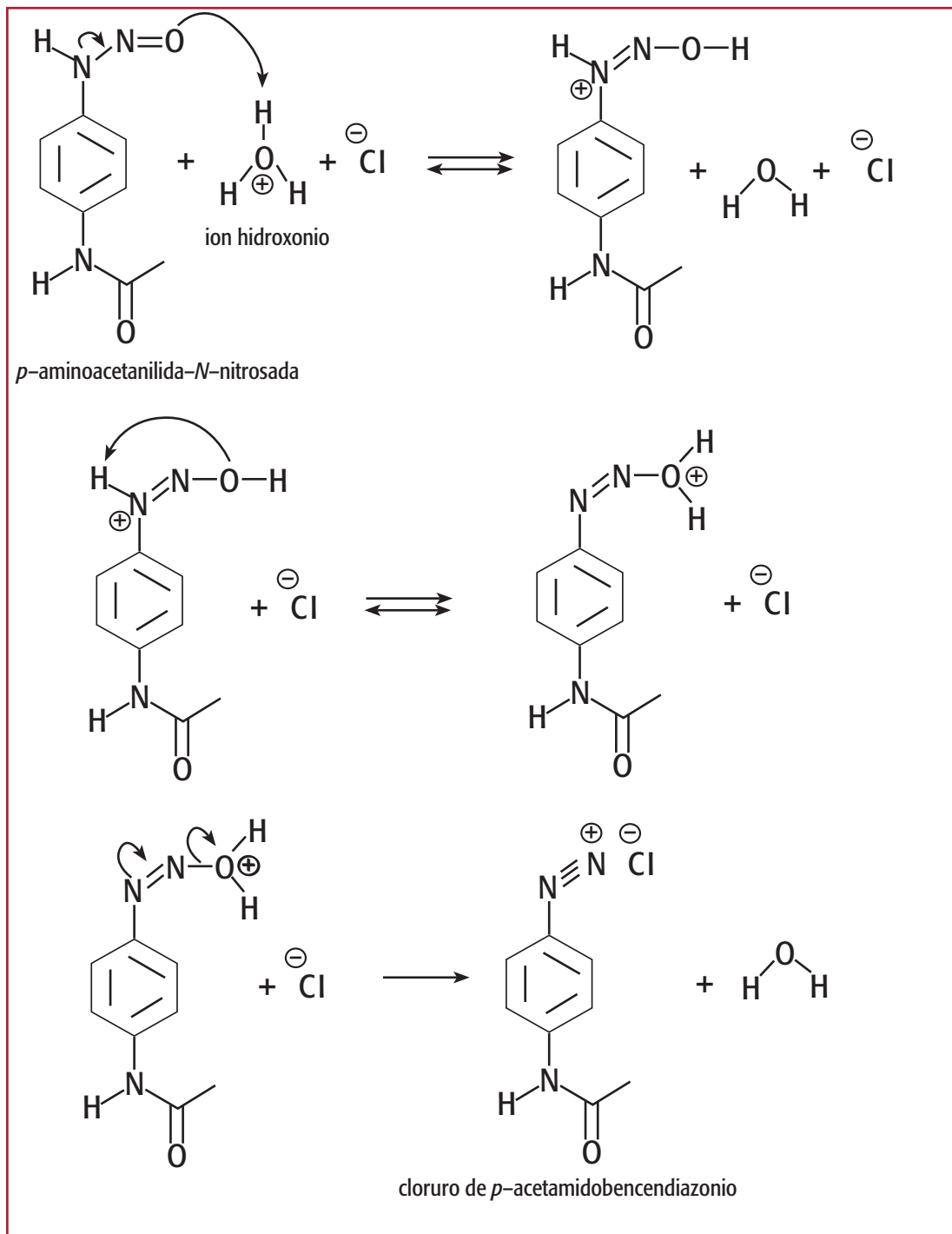
Primer paso: Formación del catión nitrosonio.



Segundo paso: Formación de la *N*-nitrosoamina.



Tercer paso: Formación de la sal de diazonio.



Material

- 1 barra magnética
 - 1 cristizador
 - 1 embudo Büchner
 - 1 manguera para vacío
 - 1 matraz Erlenmeyer de 125 mL
 - 2 matraces Erlenmeyer de 250 mL
 - 1 matraz Kitasato de 250 mL
 - 2 papeles filtro
 - * papel pH
 - 1 parrilla de calentamiento con agitación
 - 2 pinzas de tres dedos
 - 2 pipetas graduadas de 10 mL
 - 1 piseta para agua destilada
 - 1 propipeta
 - 1 soporte universal
 - 1 termómetro de -10 a 100 °C
- * La cantidad necesaria indicada por el profesor

Reactivos

- agua destilada
- ácido clorhídrico 1N y 2N
- hielo
- nitrito de sodio
- p*-aminoacetanilida

Desarrollo

Etapa 1. Preparación del equipo y reactivos.

En un **matraz Erlenmeyer** de 125 mL (Figura 1) coloque 5 g de *p*-aminoacetanilida, agregue 12.5 mL de **ácido clorhídrico 2N** (use **pipeta graduada** de 10 mL y **propipeta**) y 12.5 mL de **agua destilada** (use **pipeta graduada** de 10 mL y **propipeta**). Inicie la agitación magnética y enfríe la mezcla con hielo (en el **cristizador**) hasta alcanzar una temperatura entre 0 y 5 °C (use **termómetro** de -10 a 100 °C).

Etapa 2. Obtención de la sal de diazonio.

Continuando con la agitación magnética, vierta la mezcla obtenida en la etapa anterior sobre un **matraz Erlenmeyer** de 250 mL que contenga 2 g de **nitrito de sodio** disueltos en 25 mL de **agua destilada** fría y mantenga el matraz de reacción en el baño de **hielo**. Una vez terminada la adición, quite el baño de **hielo** y deje agitando magnéticamente la mezcla hasta que alcance la temperatura ambiente.

Etapa 3. Obtención del paracetamol.

Vierta el producto resultante de la etapa 2, en 25 mL de **ácido clorhídrico 1N** contenidos en un **matraz Erlenmeyer** de 250 mL. Caliente a baño maría durante 30 min. con agitación magnética, empleando el equipo de la Figura 1 en el que sustituya el **hielo** por agua caliente. Deje en reposo la mezcla durante 15 min. y enfríe con **hielo**.

Etapa 4. Separación del producto por filtración.

Filtre con vacío (Figura 2) y lave con agua hasta pH neutro (use **papel pH**). El producto final (**paracetamol**) se puede recrystalizar con agua y se puede caracterizar por el punto de fusión (169 °C).

Equipo



Figura 1. Enfriamiento con agitación.

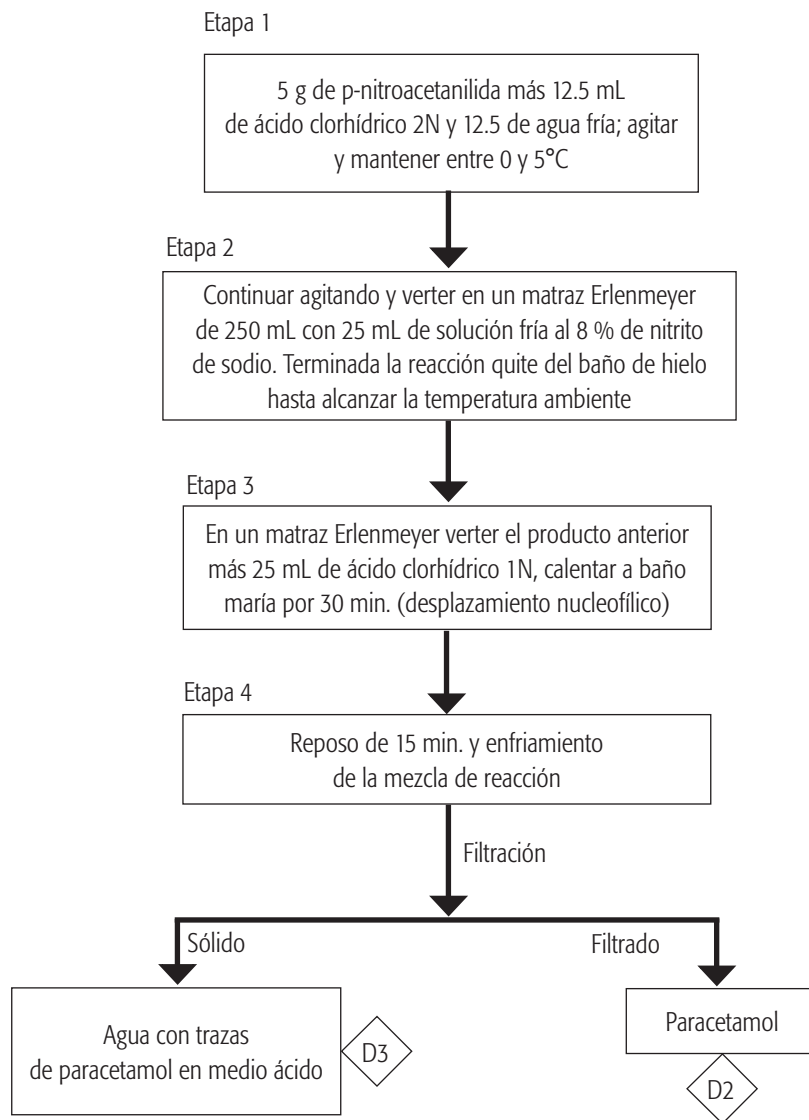


Figura 2. Filtración al vacío.

Cuestionario

1. Otra ruta de obtención del paracetamol es a partir de la acetilación del *p*-aminofenol. Escriba el mecanismo de reacción.
2. Explique qué es un compuesto azo y dé un ejemplo.
3. ¿Cuáles son los usos y aplicaciones del producto obtenido?
4. Escriba los cálculos necesarios para preparar las dos soluciones de HCl (1N y 2N) con un volumen final de 100 mL.
5. Consultando la bibliografía, haga una lista de las propiedades fisicoquímicas y el uso del producto.

Diagrama: Manejo de residuos









D2 – Recuperar por el profesor para uso posterior.



D3 – Residuos a neutralizar y desechar en la tarja.

Bibliografía

Textos:

-  Bruice Yurkanis, P. **2008**. *Química Orgánica*. Pearson Educación México, 5ª Edición, p. 704-705. México.
-  Carey, Francis A. **1999**. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Edición, p. 824-825. México.
-  Mc Murry, J. **2008**. *Química Orgánica*. Thomson Paraninfo, 7ª Edición, p. 941-942. México.
-  Morrison, R. T., Boyd, R. N. **1990**. *Química Orgánica*. Pearson Addison Wesley, 5ª Edición, p. 956-958. México.
-  Solomons Graham, T. W. **2002**. *Química Orgánica*. Editorial Limusa S.A. de C.V. 2ª Edición, p. 1023. México.
-  Wade, L. **2004**. *Química Orgánica*. Pearson Prentice Hall, 5ª edición, p.870-872. Madrid.

Textos de Laboratorio y Manuales:

-  The Merck Index. **2006**. 14th Edition, p.145, Whitehouse Station, N.J., EUA.
-  Vogel, A. **1996**. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*. Prentice Hall, 5ª Edición, EUA.

Medidas de seguridad

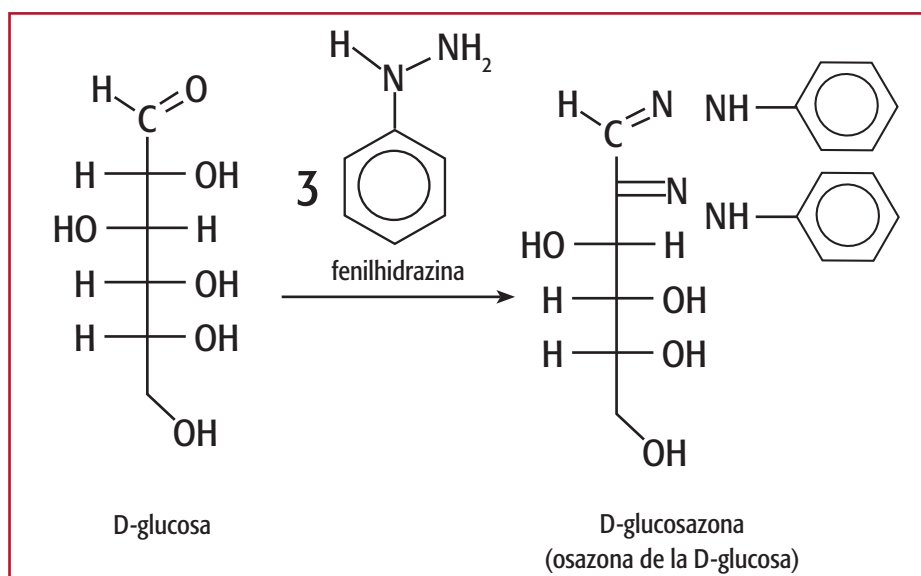
Sustancia	Primeros auxilios				Derrame	Desecho y tratamiento
	Contacto con piel	Contracto con ojos	Inhalación	Ingestión		
Ácido clorhídrico	Lavar inmediatamente la zona dañada con agua en abundancia. Si ha penetrado en la ropa, quitarla inmediatamente y continuar lavando la piel con agua abundante.	Lavar inmediatamente con agua corriente asegurándose de abrir bien los párpados. Avisar al oftalmólogo.	Mover al afectado al aire fresco. Si no respira, dar respiración artificial y mantenerlo caliente y en reposo, no dar a ingerir nada. Si está consciente, suministrar oxígeno, y mantenerlo sentado.	No provocar vómito. En caso de que la víctima esté inconsciente, dar respiración artificial y mantenerla en reposo y caliente. Si está consciente dar a beber un poco de agua continuamente.	Avisar al profesor. Ventilar el área. Neutralizar con bicarbonato de sodio o mezcla 50:50 de hidróxido de calcio y cal. Barrer y asegurarse que los residuos se han neutralizado antes de desechar al drenaje.	Diluir con agua cuidadosamente, neutralizar con carbonato de calcio o cal. La disolución resultante puede vertirse al drenaje, con abundante agua.
Nitrito de sodio	Retirar la ropa, lavar con abundante agua y busque atención médica.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado al aire fresco, aflojar la ropa y buscar atención médica. Si no respira dar respiración artificial. Proporcionar atención médica.	No provocar vómito, no dar a beber nada. Enjuagar la boca y proporcionar asistencia médica.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y entregar al profesor. Lave el residuo con suficiente agua. enjuague con agua el área afectada.	Verter en el recipiente designado por el profesor y entreguelo al mismo.
<i>p</i> -aminoacetanilida	Retirar la ropa contaminada y lavar con abundante agua y jabón.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado al aire fresco. Mantenerlo en reposo en posición confortable para respirar. Proporcionar atención médica.	Consultar inmediatamente al médico.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y entregar al profesor. Lave el residuo con suficiente agua. Enjuague con agua el área afectada.	Verter en el recipiente designado por el profesor y entréguelo al mismo.
Paracetamol (<i>p</i> -hidroxiacetanilida)	Lavar con abundante agua.	Lavar con agua abundante durante 15 minutos abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado al aire fresco. Mantenerlo en reposo en posición confortable para respirar. Proporcionar atención médica.	Enjuagar la boca. provocar el vómito (únicamente en personas conscientes). Dar a beber agua abundante. Proporcionar asistencia médica.	Avisar al profesor. Recoger el material en envases secos y entregar al profesor. Lavar el residuo con suficiente agua. Enjuague con agua el área afectada.	Verter en el recipiente designado por el profesor y entréguelo al mismo.

Práctica 8

Formación de osazonas

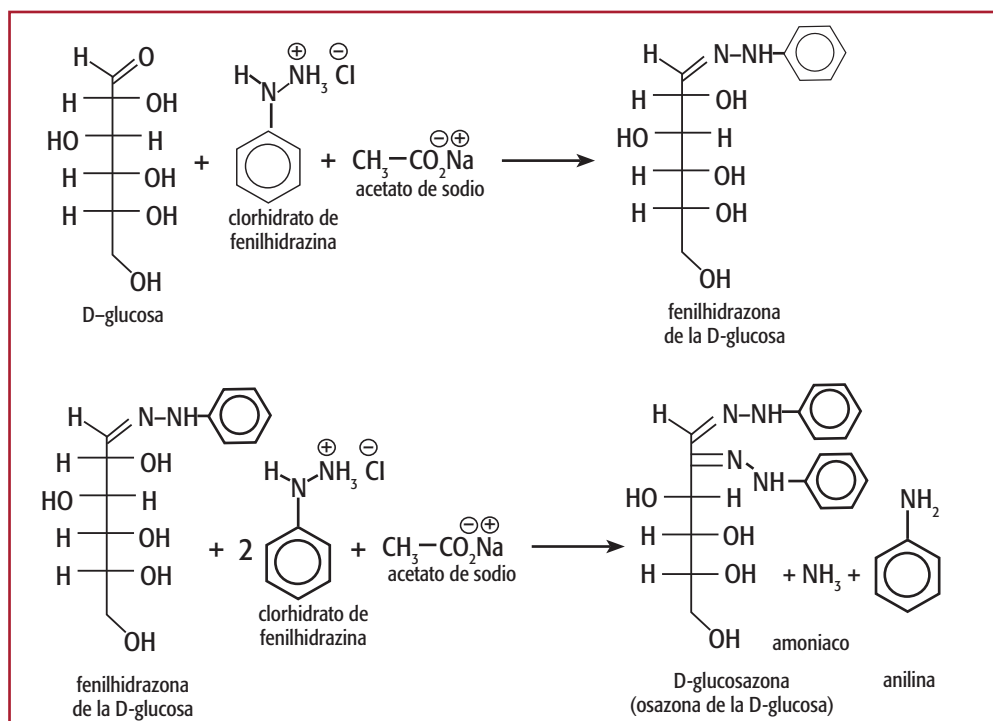
Vinculación con el programa de teoría

La temática de esta práctica se relaciona con el punto 4.8 del programa de teoría correspondiente al tema 4, "Carbohidratos".



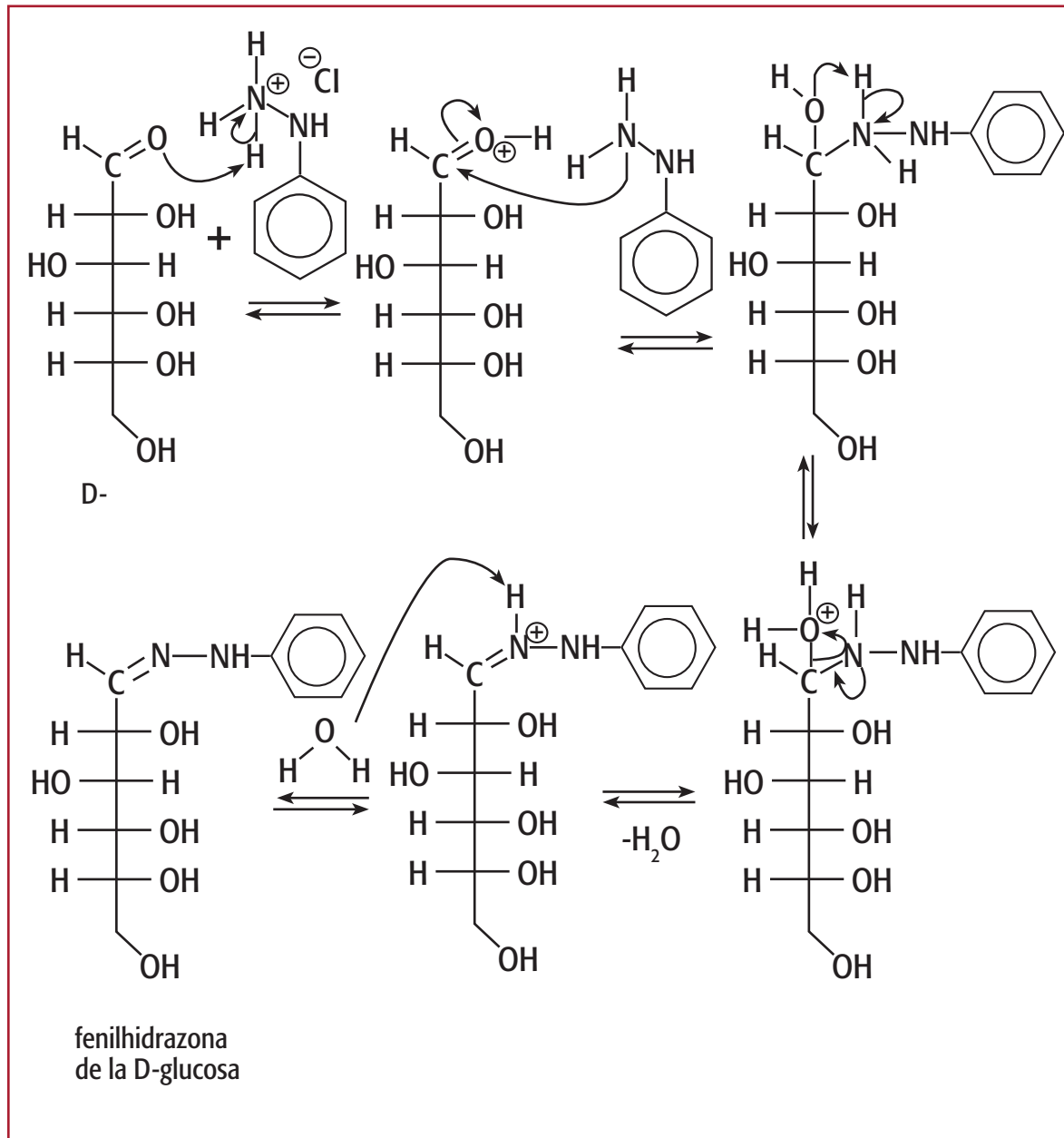
Objetivo

El alumno hará reaccionar uno de los 16 monosacáridos con fenilhidrazina para obtener la respectiva osazona, que es un derivado de los mismos el cual se puede identificar mediante sus constantes físicas.

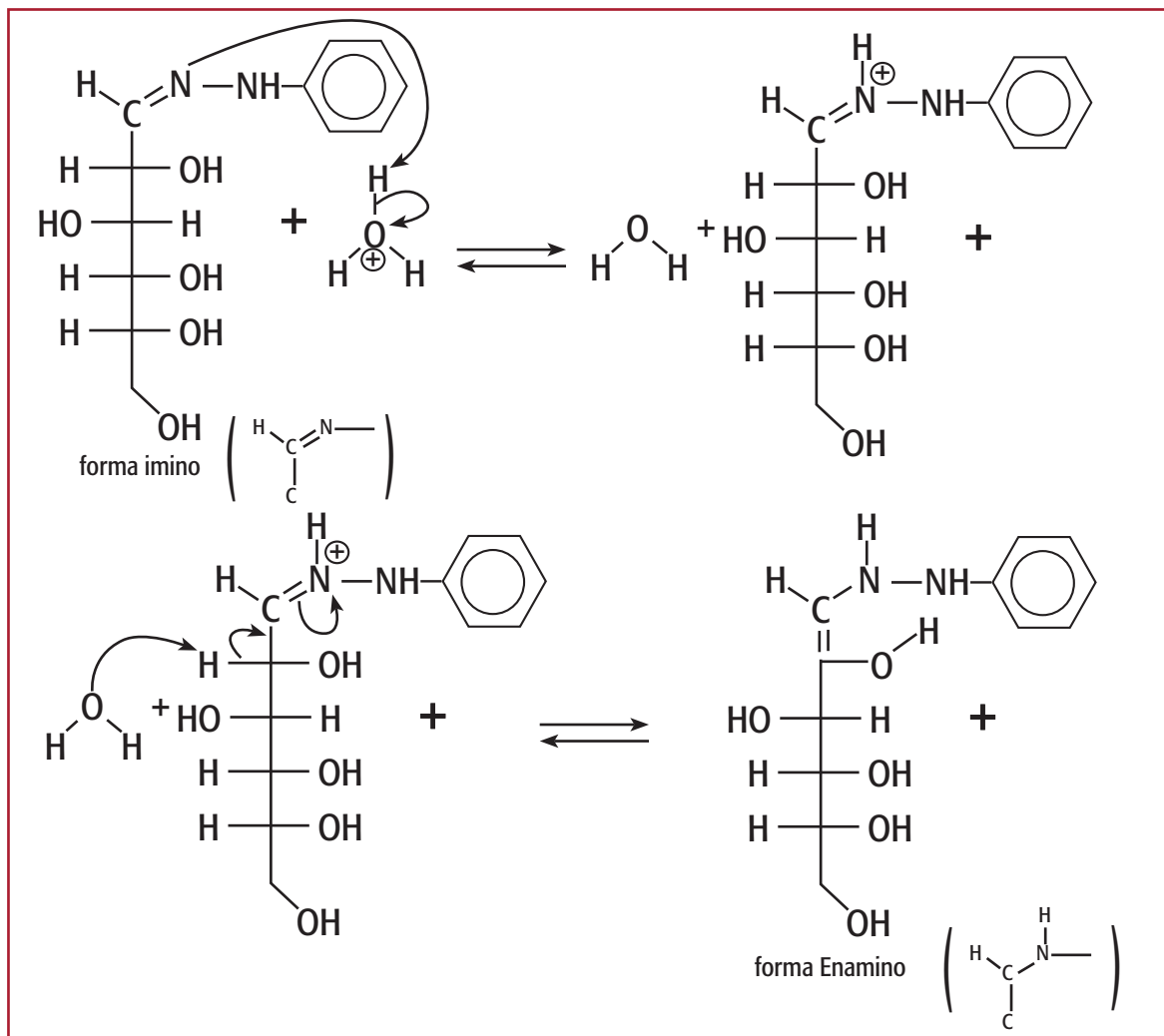


Mecanismo de reacción

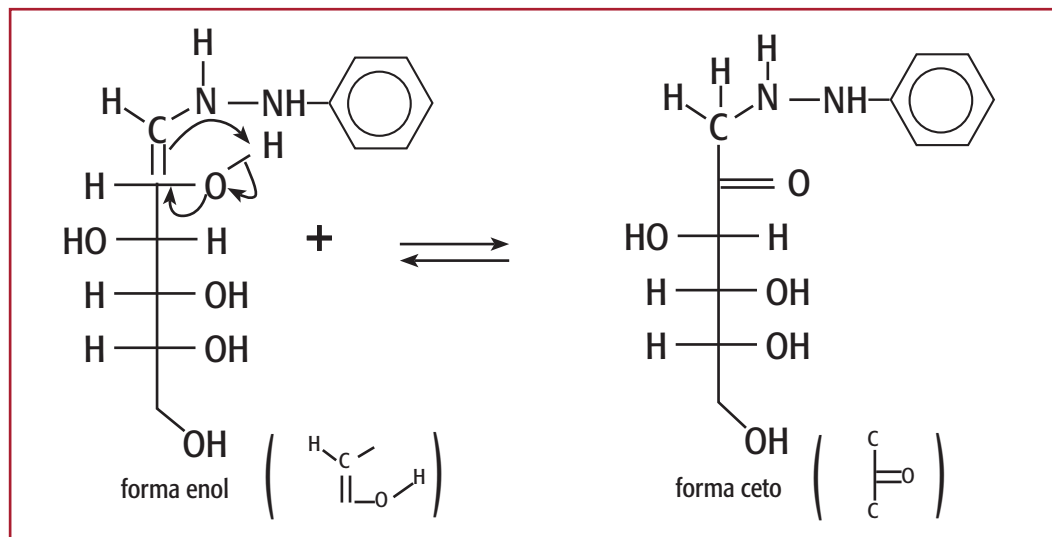
Primer paso: Formación de la primera fenilhidrazona.



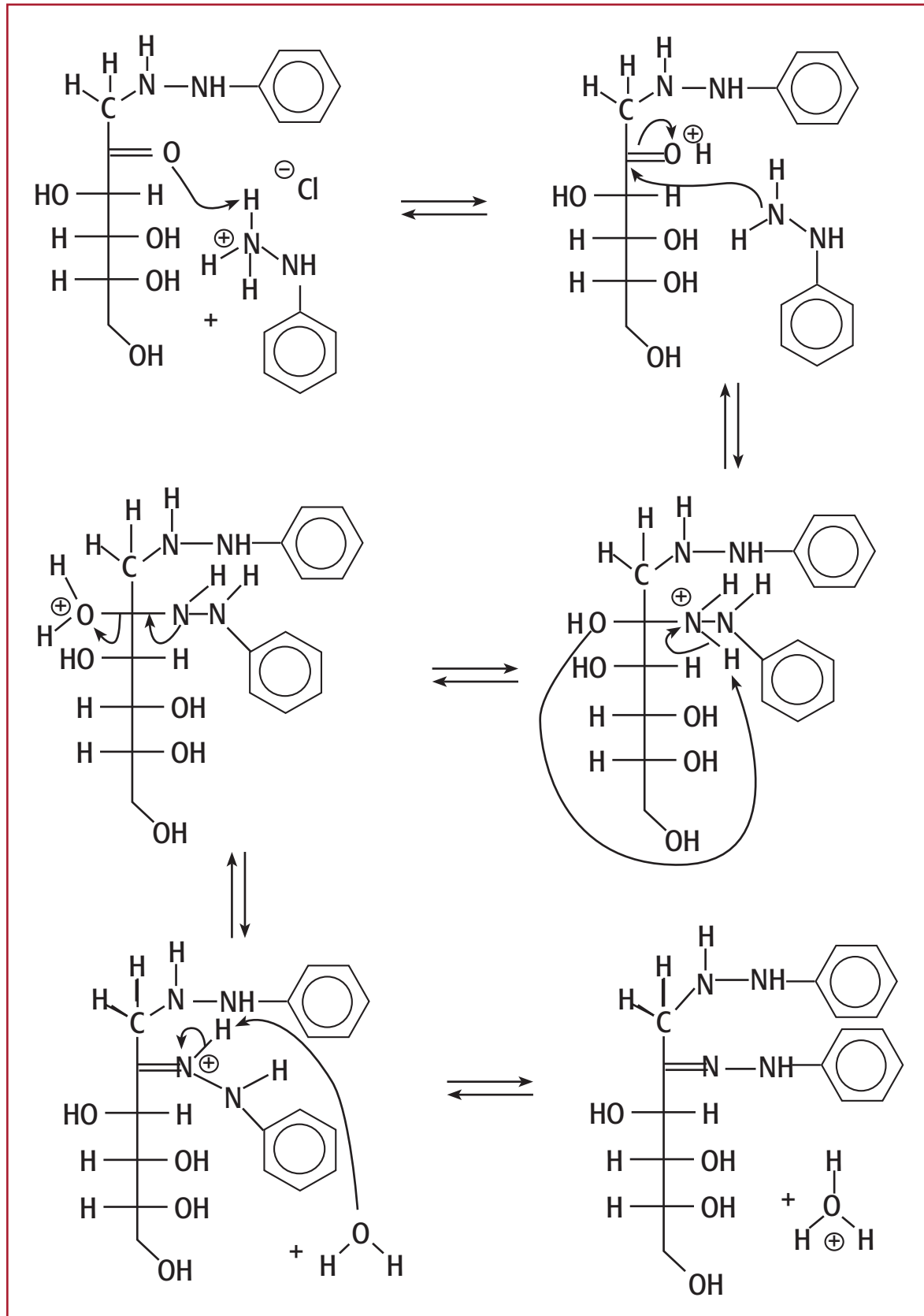
Segundo paso: Tautomería imino-enamina.



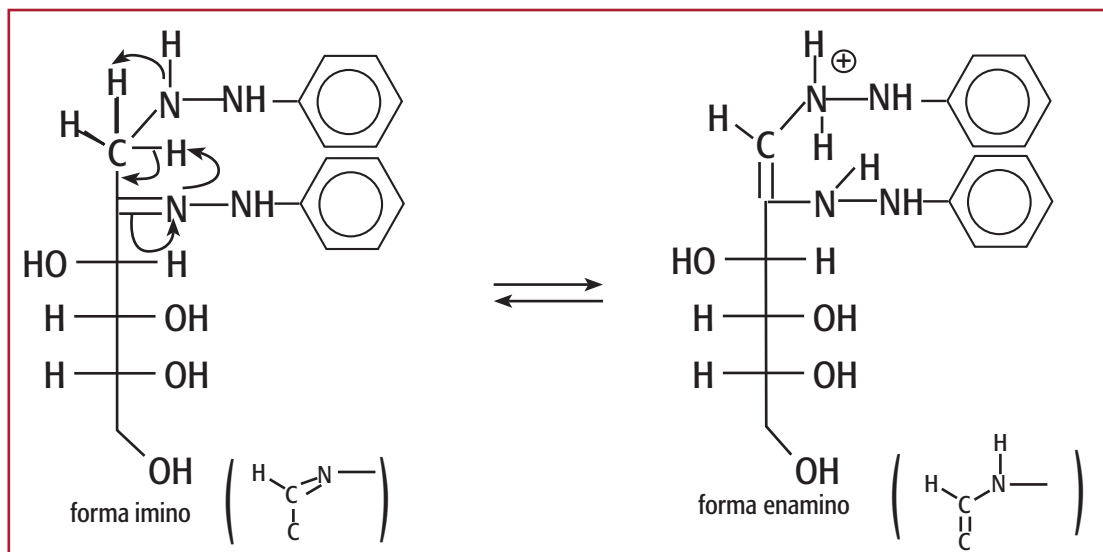
Tercer paso: Tautomería ceto-enol



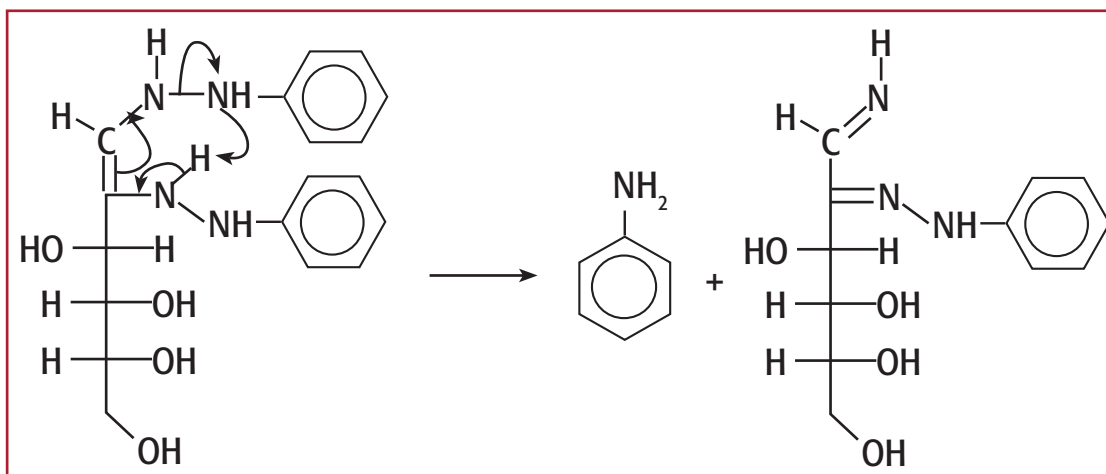
Cuarto paso: Formación de la segunda fenilhidrazona de la D-glucosa.



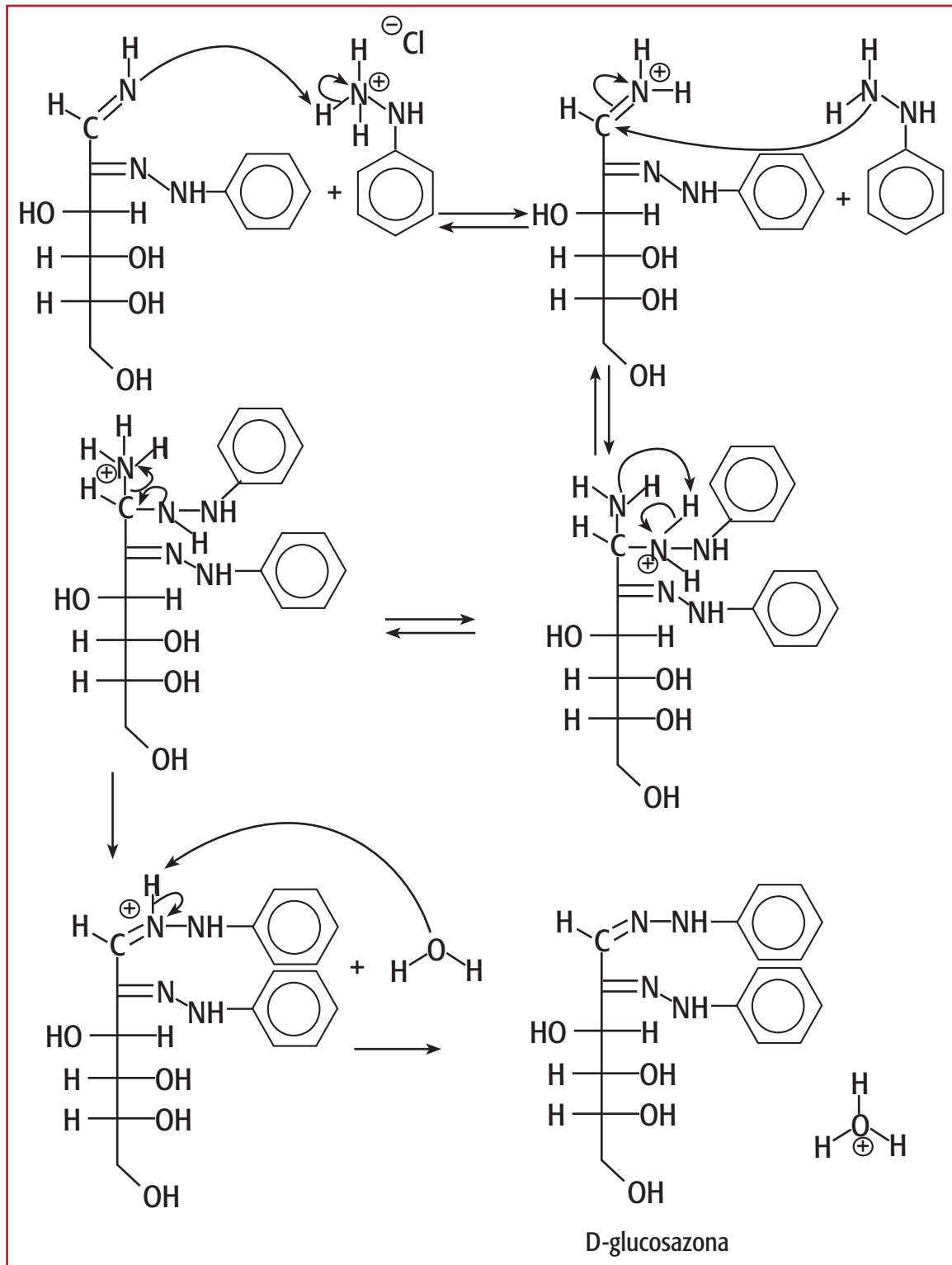
Quinto paso: Segunda tautomería imino-enamina



Sexto paso: Proceso de reducción de los nitrógenos y oxidación de los carbonos 1 y 2, con formación de la imino-fenilhidrazona.



Séptimo paso: Formación de la D-glucosazona.



Material

- 1 barra magnética
- 1 cristalizador
- 1 embudo Büchner
- 1 matraz Erlenmeyer de 125 mL
- 1 matraz Kitasato de 250 mL
- 1 parrilla de calentamiento con agitación
- 1 pinza de tres dedos
- 1 piseta con agua
- 1 probeta graduada de 50 mL
- 1 soporte universal
- 1 manguera para vacío
- 1 papel filtro

Reactivos

- acetato de sodio
- agua destilada
- clorhidrato de fenilhidrazina
- d-glucosa
- hielo

Desarrollo**Etapa 1.** *Disolución de los reactivos.*

En un **matraz Erlenmeyer de 125 mL** coloque 3 g de **acetato de sodio** (puede ser anhidro o hidratado) y 2 g de **clorhidrato de fenilhidrazina** en 20 mL de **agua destilada** (use la **probeta de 50 mL**), agregue una **barra magnética** y coloque el **matraz** en la **parrilla de calentamiento con agitación** (Figura 1). Proceda a la agitación magnética hasta la disolución de los reactivos (precaución: evite el contacto con la fenilhidrazina ya que es tóxica).

Etapa 2. *Reacción para la obtención de la D-glucosazona.*

A la solución anterior añada 1 g de **D-glucosa** y caliente el **matraz** de reacción en **baño maría** (**cristalizador**, Figura 2), hasta que precipite un sólido amarillo-naranja, que es la **D-glucosazona** (el tiempo aproximado de la reacción es de 30 minutos). Deje enfriar el **matraz** 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. *Separación del producto por filtración.*

Pese el **papel filtro** en la **balanza analítica** antes de colocarlo en el **embudo Büchner** y, a continuación, filtre el sólido con vacío (Figura 2). Lave con **agua destilada** fría y seque el producto al aire.

Etapa 4. *Cálculo del rendimiento.*

Una vez seco, pese el papel filtro con el producto. Para obtener el peso del producto reste el peso del papel filtro.

NOTA:

La glucosazona sobrante que no haya sido utilizada deberá colectarse en un recipiente proporcionado y entregar al profesor. NO DESECHARLA.

En la bitácora, elabore una lista de las propiedades fisicoquímicas y uso de los reactivos que se utilizan en la práctica.

Equipo



Figura 1. Enfriamiento con agitación.

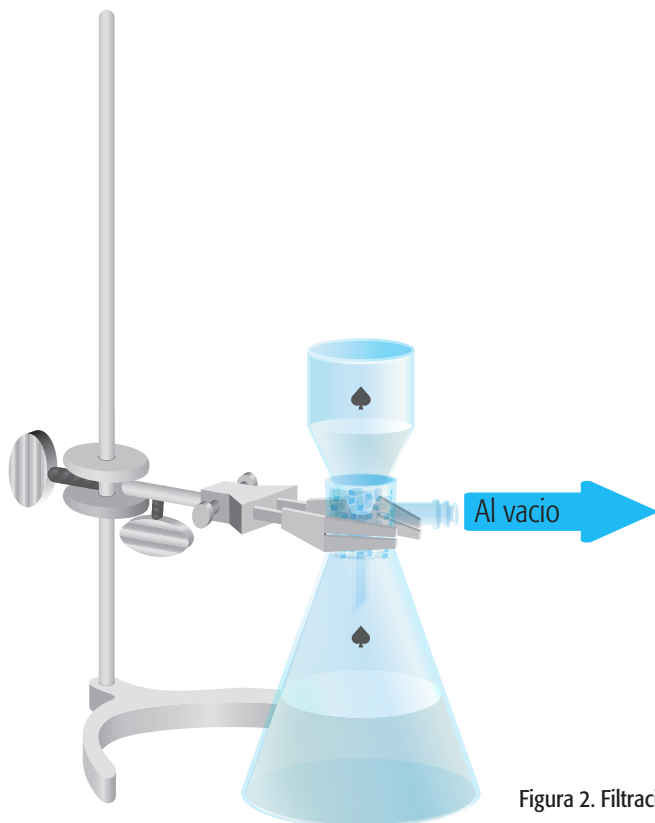
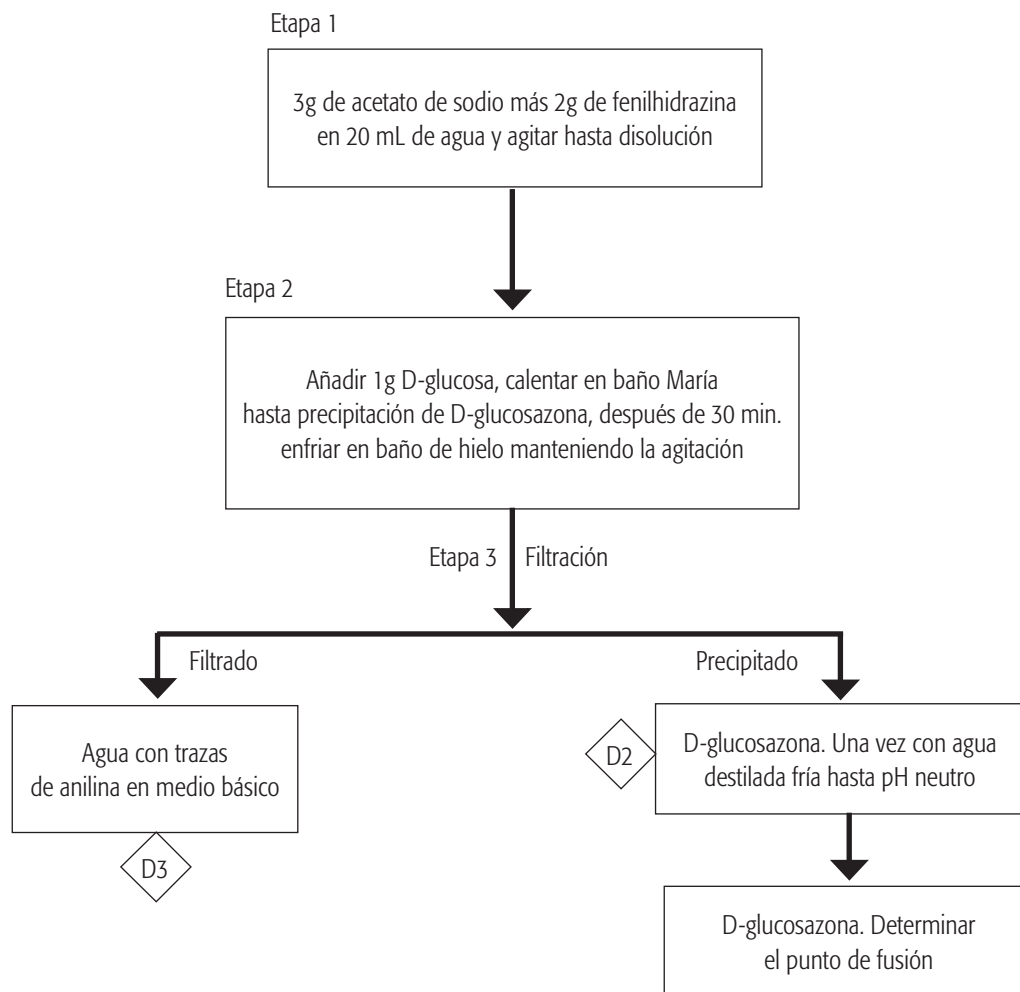


Figura 2. Filtración al vacío.

Manejo de residuos



D2 – Recuperar por el profesor para uso posterior.






D3 – Residuos a neutralizar y desechar en la tarja.

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 qué osazona se obtendría de cada par.
3. ¿En qué casos dos o más azúcares pueden formar la misma osazona?
4. Por qué razón se utiliza el clorhidrato de fenilhidrazina como reactivo en lugar de usar la fenilhidrazina directamente.
5. ¿Consultando la bibliografía, haga una lista de las propiedades fisicoquímicas, y el uso y precauciones que se deben tener con los reactivos que se utilizaron en la práctica?

Bibliografía

Textos:

-  Bruice Yurkanis, P. **2008**. *Química Orgánica*. Pearson Educación México, 5ª Edición, p. 987-988. México.
-  Mc Murry, J. **2008**. *Química Orgánica*. Thomson Paraninfo, 7ª Edición, p. 1013. México.
-  Morrison, R. T., Boyd, R. N. **1990**. *Química Orgánica*. Pearson Addison Wesley, 5ª Edición, p. 1265-1266. México.
-  Solomons Graham, T. W. **2002**. *Química Orgánica*. Editorial Limusa S.A. de C.V. 2ª Edición, p. 1215-1216. México.
-  Wade, L. **2004**. *Química Orgánica*. Pearson Prentice Hall, 5ª edición, p. 1080. Madrid.

Textos de Laboratorio y Manuales:

-  Ávila, J., García, C., Gavilán, I., et. al. **2001**. *Química Orgánica. Experimentos con un enfoque ecológico*. UNAM, 1a Edición, p. 418-419. México.
-  The Merck Index. **2006**. 14th Edition, p.145. Whitehouse Station, N.J., EUA.

Medidas de seguridad

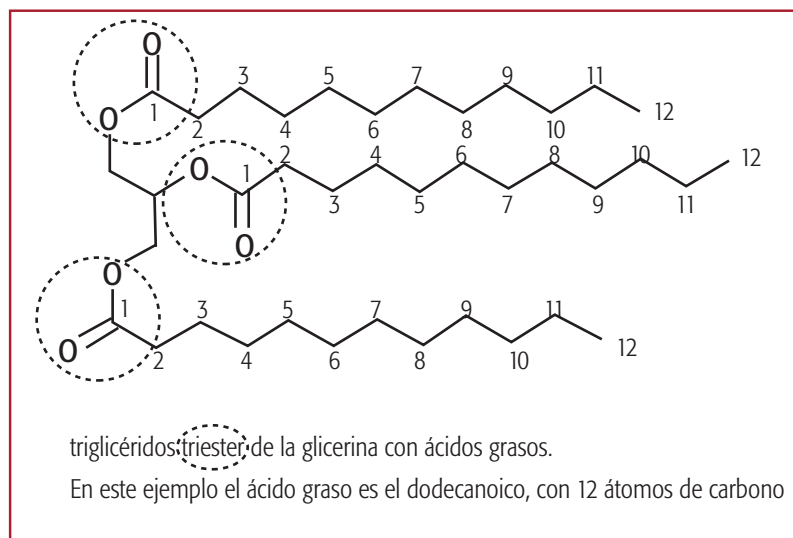
Sustancia	Primeros auxilios				Derrame	Desecho y tratamiento
	Contacto con piel	Contracto con ojos	Inhalación	Ingestión		
Acetato de sodio	Lavar inmediatamente la zona dañada con agua en abundancia. Si ha penetrado en la ropa, quitarla inmediatamente y continuar lavando la piel con agua abundante. Consultar al médico.	Lavar con agua durante 15 minutos abriéndole los párpados (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco, aflojar la ropa y buscar atención médica. Si no respira, dar respiración artificial. Si respira con dificultad, dar oxígeno. Proporcionar atención médica.	No inducir el vómito a menos que lo indique el médico. No administrar nada por la boca. Aflojar ropas y prendas. Busque atención médica inmediata.	Avisar al profesor. Ventilar el área. Recoger los residuos con guantes, colocarlos en un recipiente y entregar al profesor. No tirar al drenaje.	No tirar al caño. Los restos deberán colectarse en el recipiente destinado para tal propósito. El profesor dispondrá estos residuos de acuerdo con la tecnología aprobada y con la legislación local.
Clorhidrato de fenilhidrazina	Quitar las ropas contaminadas, lavar la piel con agua abundante o ducharse y proporcionar asistencia médica.	Enjuague los ojos con agua corriente durante 15 minutos, manteniendo los párpados abiertos y retirando las lentes de contacto. Busque atención médica.	Llevar al afectado a un lugar con aire fresco. Si no respira, dar respiración artificial. Si respira con dificultad, dar oxígeno. Proporcionar atención médica.	Si la víctima aún está consciente, hacer que beba mucha agua, provocar vómito, administrar carbón activo (20-40g de suspensión al 10%), Llamar enseguida al médico.	Avisar al profesor. Eliminar fuentes de ignición para evitar incendio. Ventilar el área. Absorber el líquido residual en absorbente inerte y trasladarlo a la campana de extracción para evaporar. Lavar con agua.	No tirara al caño. Los restos deberán colectarse en el recipiente destinado para tal propósito. El profesor dispondrá estos residuos de acuerdo con la tecnología aprobada y con la legislación local.

Práctica 9

Saponificación: hidrólisis de glicéridos (ésteres de la glicerina) para la obtención de un jabón

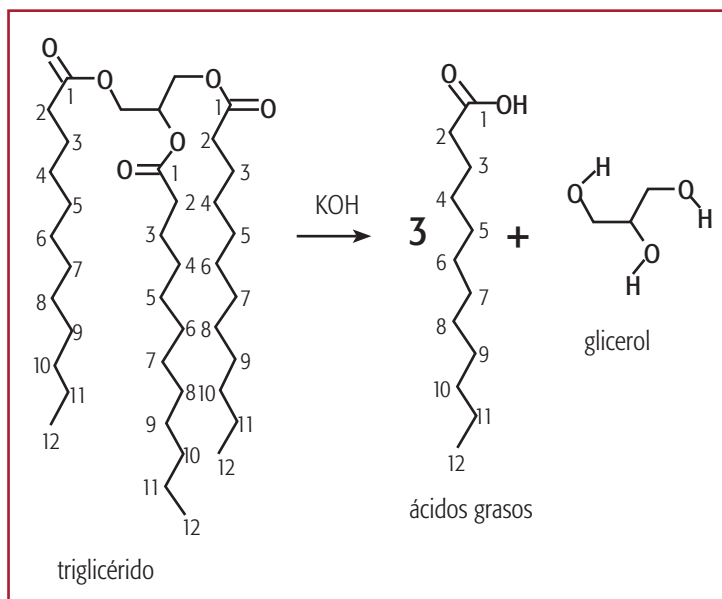
Vinculación con el programa de teoría

Esta práctica se relaciona con el punto 1.8, Reacción de saponificación, jabones y su funcionamiento, correspondiente al tema uno del programa de teoría, "Ácidos carboxílicos y sus derivados". A estos últimos pertenecen los ésteres y, particularmente, los triésteres de la glicerina con ácidos grasos, los cuales son constituyentes fundamentales de las grasas vegetales.



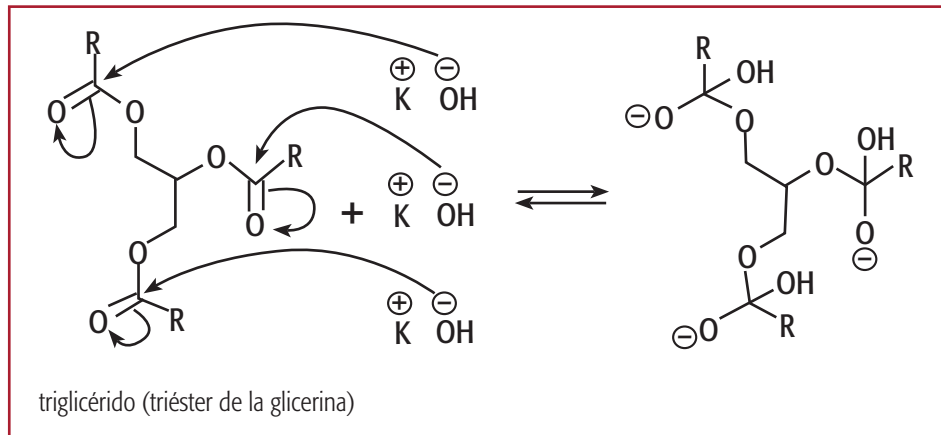
Objetivo

Efectuar la reacción de hidrólisis de los triglicéridos (ésteres de la glicerina con ácidos grasos de C_{12} a C_{24}) de grasas o aceites vegetales en medio básico, para obtener sales alcalinas de los ácidos carboxílicos de 12 a 24 átomos de carbono, los cuales tienen aplicación comercial y se usan como jabones en el ámbito doméstico. Esta reacción se conoce industrialmente como saponificación, derivada del término inglés *soap*, que significa jabón.

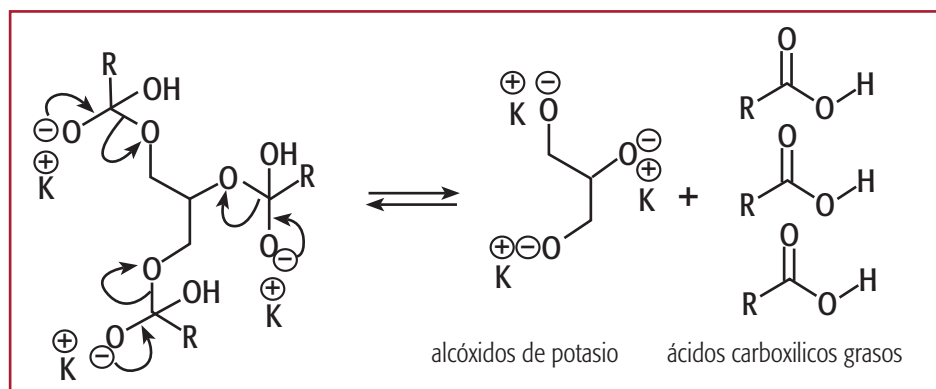


Mecanismo de reacción

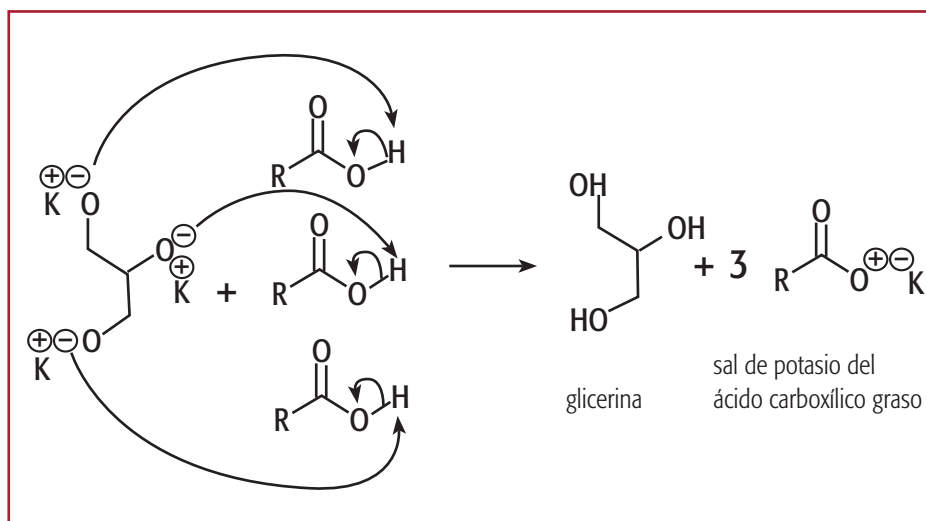
Primer paso. Adición del ion hidróxido sobre el grupo carbonilo del éster



Segundo paso. Eliminación de los alcóxidos o alcolatos con formación de los ácidos carboxílicos grasos.



Tercer paso. Reacción ácido-base con la formación del trialcohol (glicerina) y la sal potásica de los ácidos carboxílicos.



Material	Reactivos
1 barra magnética	aceite vegetal o grasa animal
1 cristizador	cloruro de sodio
1 embudo Büchner	etanol
1 Equipo Quickfit	hidróxido de potasio
Gasa	hielo
1 matraz Erlenmeyer de 250 mL	
1 matraz Kitasato de 250 mL	
1 papel filtro	
1 parrilla de calentamiento con agitación	
1 pinza de tres dedos	
3 pipetas graduada de 10 mL	
1 piseta con agua	
1 probeta de 50 mL	
1 propipeta	
1 vaso de precipitados de 25 mL	
1 soporte universal	

Desarrollo

Etapa 1. Preparación de los reactivos.

En un **matraz esférico de 250 mL** montado en el equipo mostrado en la Figura 1, coloque 5 g de **aceite o grasa vegetal** o animal, pesados en un **vaso de precipitados de 25 mL** e introduzca una **barra magnética**.

Etapa 2. Calentamiento para la reacción de saponificación.

Con la probeta mida 50 mL de una **solución etanólica de hidróxido de potasio 1N** y adiciónelos al matraz de reacción, encienda la agitación de la **parrilla** y el calentamiento con la **mantilla** conectada al **reóstato**. Mantenga la mezcla de reacción a reflujo y con agitación por 60 minutos. Después agregue 15 mL de **etanol** (use la **pipeta de 10 mL** y la **propipeta**) y continúe calentando 15 minutos más. Enfríe y compruebe que la saponificación está completa disolviendo un poco de jabón formado en 10 mL de **agua destilada** (use la **pipeta de 10 mL** y la **propipeta**), no deben observarse gotas de grasa en la parte superior.

Etapa 3. Separación.

Añada al **matraz** de reacción 120 mL de **agua destilada** y continúe el calentamiento con agitación, luego agregue 25 mL de una solución saturada de **cloruro de sodio** y siga calentando durante 15 minutos más con agitación. En seguida el **matraz** de reacción colóquelo en un baño de **hielo**, usando el **cristizador**.

Etapa 4. Aislamiento del producto.

Filtre al vacío el sólido formado empleando el **matraz Kitasato** el **embudo Büchner** y **papel filtro** (Figura 2). Lave el producto con agua destilada fría. Exprima el jabón formado con una **gasa** y colóquelo en un molde o en una **caja de Petri**.

NOTA:

El jabón formado que no haya sido utilizado deberá colectarse en un recipiente proporcionado por el laboratorio. NO DES-ECHARLO.

Equipo

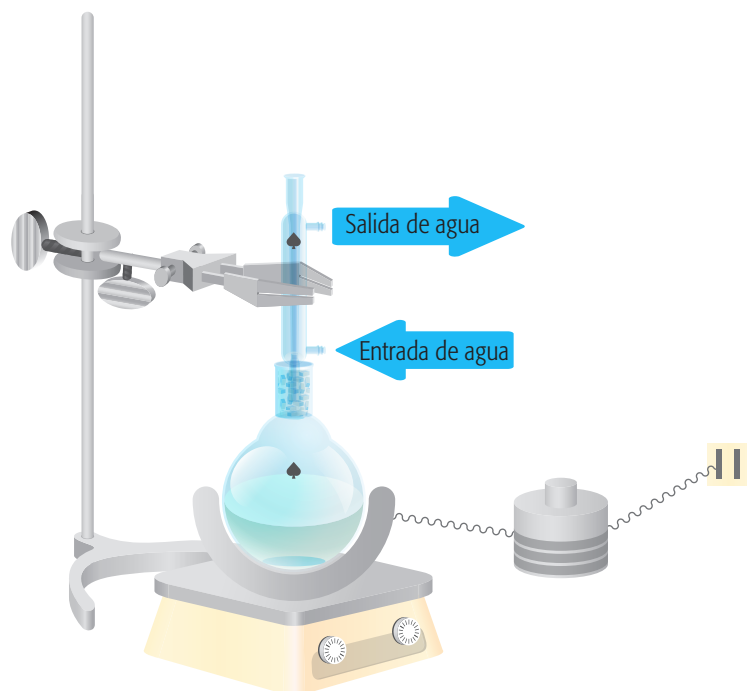


Figura 1. Reflujo con agitación.

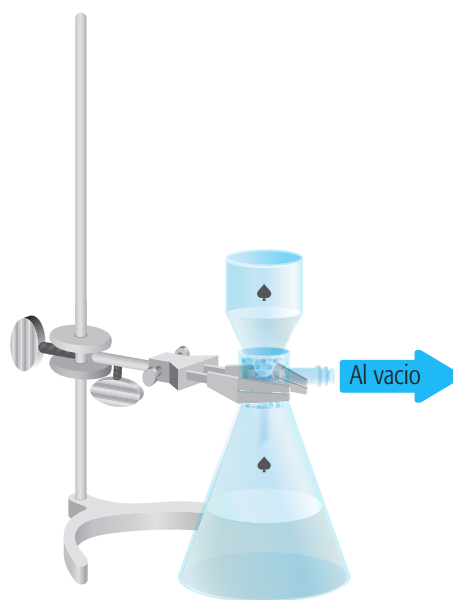
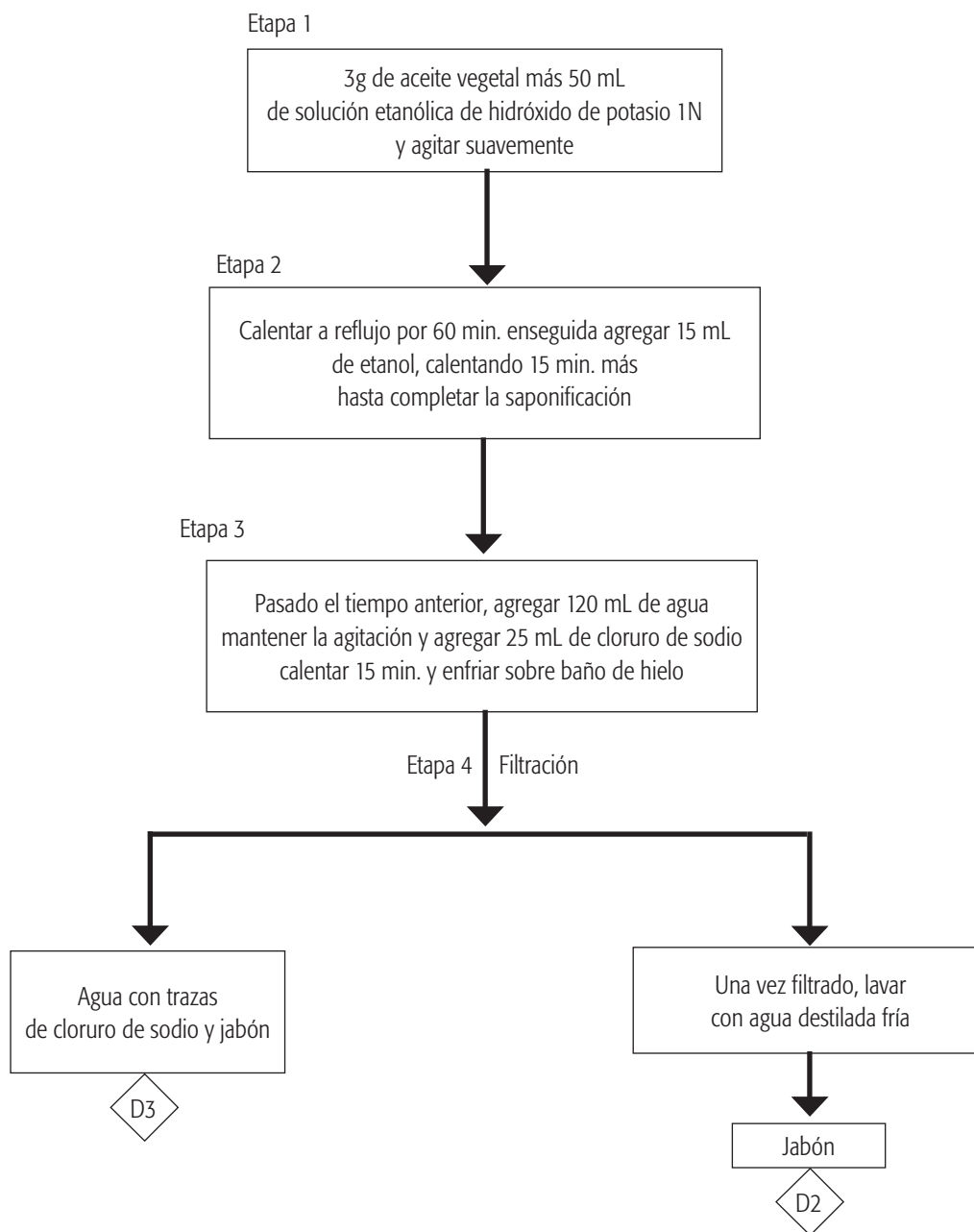


Figura 2. Filtración al vacío.

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 e investigue cuáles son sus principales componentes?
4. Calcule el rendimiento en gramos del jabón obtenido por 100 g de aceite o grasa utilizados.
5. Consultando la bibliografía, haga una lista de las propiedades fisicoquímicas, y el uso y precauciones que se deben tener con los reactivos que se utilizaron en la práctica.

Manejo de residuos










D2 – Recuperar por el profesor para uso posterior.

D3 – Residuos a neutralizar y/o desechar en la tarja.

Bibliografía

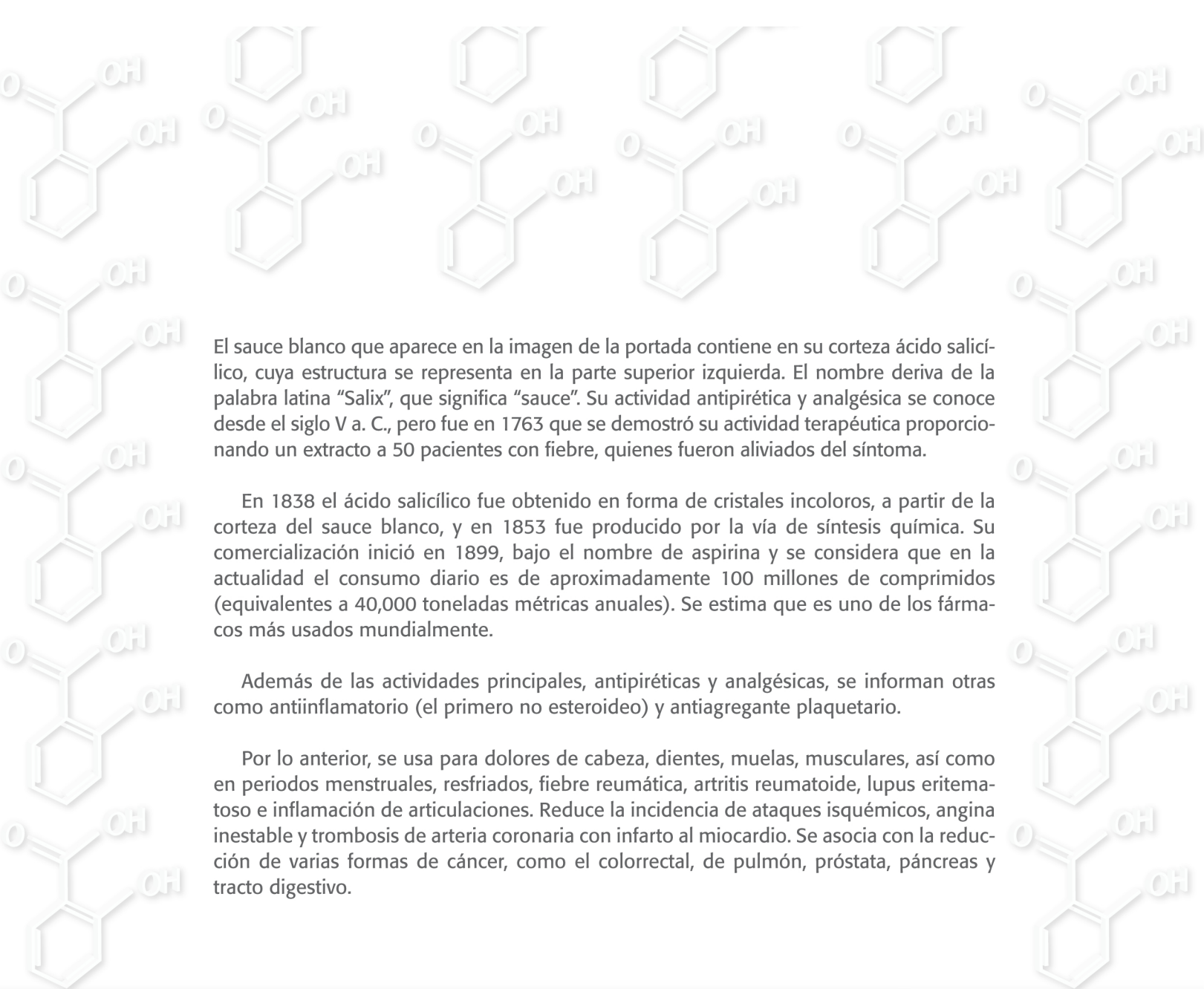
Textos:

-  Bruice Yurkanis, P. **2008**. *Química Orgánica*. Pearson Educación México, 5ª Edición, p. 754-756. México.
-  Carey, Francis A. **1999**. *Química Orgánica*. Mc. Graw-Hill Interamericana, 3ª Edición, p. 683-685. México.
-  Fox, M., Whitesell, J. **2000**. *Química Orgánica*. Addison Wesley Longman, 2ª Edición, p. 17-6, 17-7,17-8. México.
-  Mc Murry, J. **2009**. *Química Orgánica*. Thomson Paraninfo, 6ª Edición, p. 809, 1064. México.
-  Morrison, R. T., Boyd, R. N. **1990**. *Química Orgánica*. Pearson Addison Wesley, 5ª Edición, p. 1246-1249. México.
-  Solomons Graham, T. W. **2002**. *Química Orgánica*. Editorial Limusa S.A. de C.V. 2ª Edición, p. 1251. México.
-  Wade, L. **2004**. *Química Orgánica*. Pearson Prentice Hall, 5ª edición, p. 968-969, 1166-1169. Madrid.

Medidas de seguridad

Sustancia	Primeros auxilios				Derrame	Desecho y tratamiento
	Contacto con piel	Contracto con ojos	Inhalación	Ingestión		
Etanol	Lave con agua.	Enjuague los ojos con agua corriente durante 15 minutos, abriendo los párpados y retirando las lentes de contacto. Busque atención médica.	Lleve al afectado a un lugar ventilado, afloje la ropa y busque atención médica. Si no respira, dele respiración artificial. Si respira con dificultad, dar oxígeno. Proporcione atención médica.	No induzca vómito. Afloje ropa y collares, corbatas y cinturones. Si la víctima no respira, dar respiración boca a boca. Busque atención médica inmediata.	Avise al profesor. Elimine fuentes de ignición para evitar incendio. Ventile el área. Absorba el líquido residual en arena y trasládelo a la campana de extracción. Lave con agua.	Vierta en el recipiente designado por el profesor y entréguelo al mismo.
Hidróxido de potasio	Retire la ropa contaminada y lave con abundante agua y jabón neutro. Si la irritación persiste, busque atención médica.	Lave con agua abundante durante 15 minutos mínimo, abriéndole los párpados (quite las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad) y proporcionar asistencia médica.	Lleve al afectado a un lugar ventilado, afloje la ropa buscar atención médica. Si no respira, dar respiración artificial. Si respira con dificultad, dar oxígeno. Proporcione atención médica.	Lave la boca con agua. Si el afectado esta consciente, suministre abundante agua. No induzca vómito. Busque atención médica.	Avise al profesor. Recoja el material en envases secos y entregue al profesor. Lave el residuo con suficiente agua. Enjuague con agua el área afectada.	Vierta en el recipiente designado por el profesor y entréguelo al mismo.

Manual de prácticas de laboratorio. Química Orgánica II
Se terminó de imprimir en diciembre de 2012,
con un tiraje de 200 ejemplares, más sobrantes para reposición.



El sauce blanco que aparece en la imagen de la portada contiene en su corteza ácido salicílico, cuya estructura se representa en la parte superior izquierda. El nombre deriva de la palabra latina “Salix”, que significa “sauce”. Su actividad antipirética y analgésica se conoce desde el siglo V a. C., pero fue en 1763 que se demostró su actividad terapéutica proporcionando un extracto a 50 pacientes con fiebre, quienes fueron aliviados del síntoma.

En 1838 el ácido salicílico fue obtenido en forma de cristales incoloros, a partir de la corteza del sauce blanco, y en 1853 fue producido por la vía de síntesis química. Su comercialización inició en 1899, bajo el nombre de aspirina y se considera que en la actualidad el consumo diario es de aproximadamente 100 millones de comprimidos (equivalentes a 40,000 toneladas métricas anuales). Se estima que es uno de los fármacos más usados mundialmente.

Además de las actividades principales, antipiréticas y analgésicas, se informan otras como antiinflamatorio (el primero no esteroideo) y antiagregante plaquetario.

Por lo anterior, se usa para dolores de cabeza, dientes, muelas, musculares, así como en periodos menstruales, resfriados, fiebre reumática, artritis reumatoide, lupus eritematoso e inflamación de articulaciones. Reduce la incidencia de ataques isquémicos, angina inestable y trombosis de arteria coronaria con infarto al miocardio. Se asocia con la reducción de varias formas de cáncer, como el colorrectal, de pulmón, próstata, páncreas y tracto digestivo.



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

UNIDAD IZTAPALAPA

División de Ciencias Biológicas y de la Salud

Av. San Rafael Atlixco No.186, Col. Vicentina
C.P. 09340, Del. Iztapalapa México D.F.
Tel.: (01) 58044600